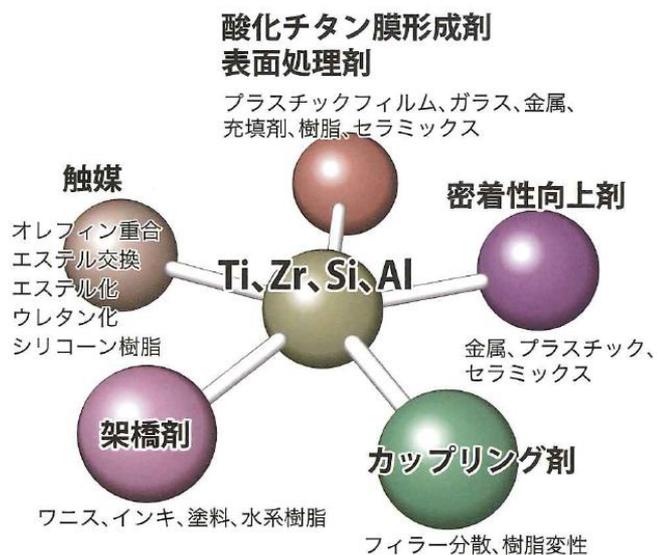


有機チタン系オリゴマー を利用した表面処理剤



平成30年8月7日
マツモトファインケミカル株式会社
研究グループ
橋本 隆治

目次

I. はじめに ～当社紹介～

II. 有機チタン系オリゴマー

III. 表面処理剤としての利用

III-1. 高屈折率膜化材料としての利用

III-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

IV. まとめ

V. 今後の展望

I. はじめに

～当社紹介～

マツモトファインケミカル株式会社

資本金：5,000万円

従業員：約40名

本社：千葉県市川市

チタンとジルコニウムをコアビジネスとした、
有機金属化合物の専門メーカー

顧客ニーズ対応開発型の企業



当社製品の用途

- ・シリコン硬化
- ・エステル化
- ・ウレタン化



法規制

- ・脱重金属
- ・脱Sn



反応促進

- ・反応時間短縮
- ・反応温度低下

触媒

性能UP

- ・密着性
- ・耐熱性
- ・耐薬品性
- ・耐水性



- ・インキ
- ・接着剤
- ・塗料



安心安全

- ・低毒性
- ・水系対応

架橋剤

Ti Zr
Al Si

皮膜形成

- ・密着性
- ・高屈折率
- ・バインダー

ゾルゲル原料

金属源

- ・金属酸化物
- ・セラミックス
- ・ハイブリッド



- ・プライマー
- ・光学ガラス
- ・光学フィルム



応用製品

AC剤

- ・溶融ラミ用

Siコート剤

- ・離型性
- ・すべり性
- ・封孔



カップリング

- ・分散性
- ・親水性
- ・疎水性



- ・離型フィルム
- ・ゴム表面処理



- ・トナー
- ・インクリボン



- ・電子基板
- ・光学フィルム



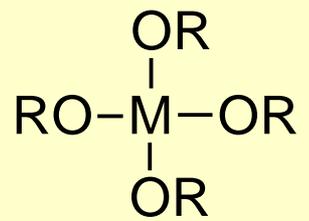
- ・エアバッグ
- ・タイヤ
- ・ボルト・ナット



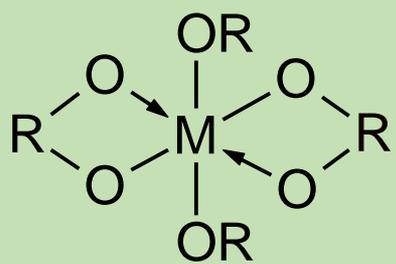
- ・包装材料

当社製品（オルガチックス）

アルコキシド

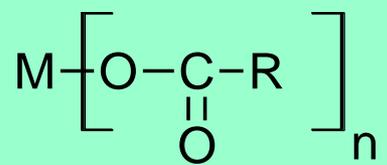


キレート



- i. β -ジケトン・ケトエステル
- ii. ヒドロキシアミネート
- iii. グリコレート
- iv. ヒドロキシアシレート

アシレート



M: 金属

目次

I. はじめに ～当社紹介～

II. 有機チタン系オリゴマー

III. 表面処理剤としての利用

III-1. 高屈折率膜化材料としての利用

III-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

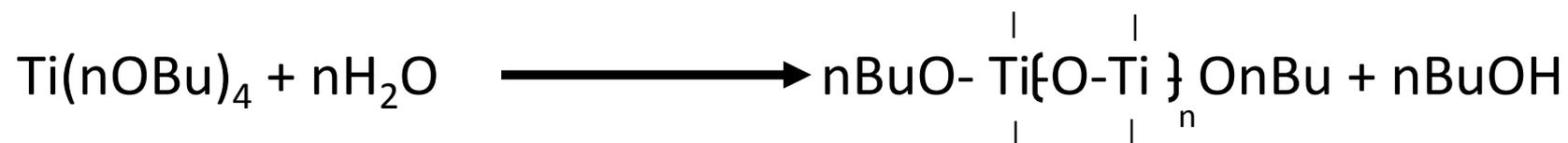
IV. まとめ

V. 今後の展望

II. 有機チタン系オリゴマー

チタンアルコキシドを水と反応

→モノマーをオリゴマー化（脱アルコール縮合反応）



* $\text{nH}_2\text{O}/\text{Ti}=1.0\sim 1.5$ (mol ratio)

$\text{nH}_2\text{O}/\text{Ti}=1.6$ (mol ratio)以上であると、透明溶液が得られず白色沈殿を生ずる。

Ⅱ. 有機チタン系オリゴマー

＜モノマーとオリゴマーの膜＞

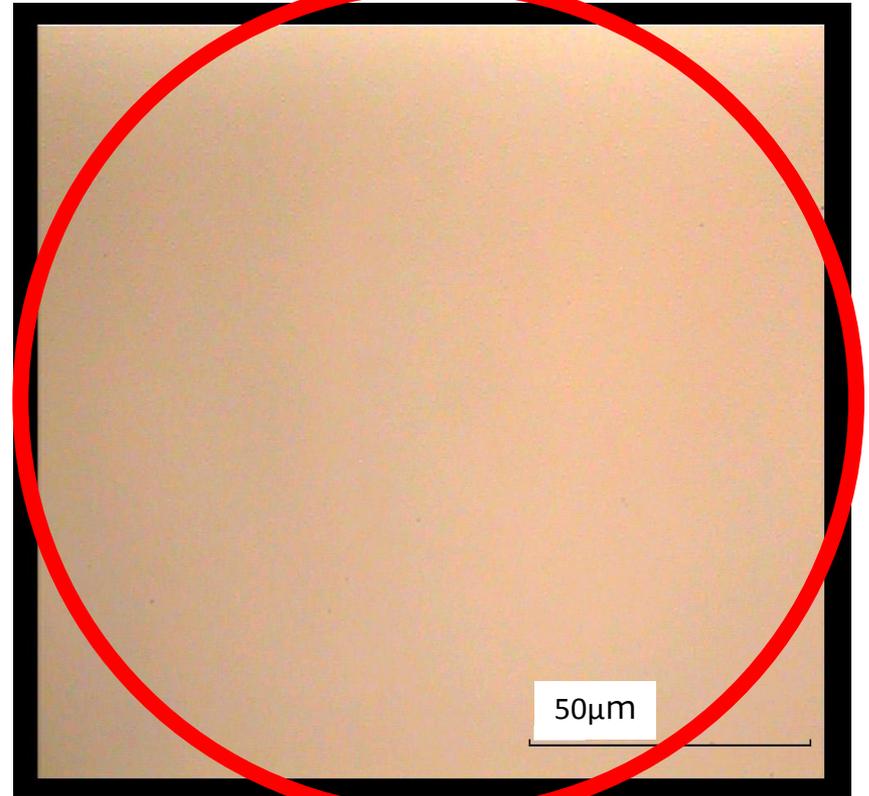
チタンアルコキシド モノマー



基 材：PET

硬化条件：150℃×30秒

チタンアルコキシド オリゴマー



成膜性が高い

目次

I. はじめに ～当社紹介～

II. 有機チタン系オリゴマー

III. 表面処理剤としての利用

III-1. 高屈折率膜化材料としての利用

III-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

IV. まとめ

V. 今後の展望

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

なぜ高屈折率材料が必要？

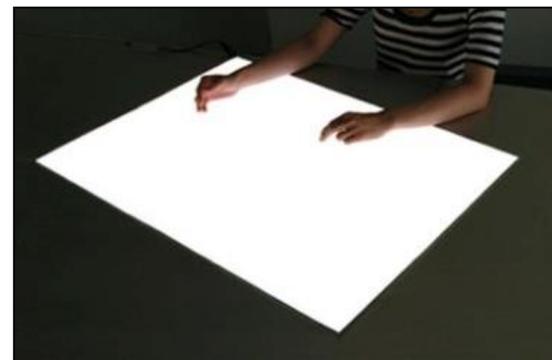
反射防止膜

タッチパネル

有機EL関連（照明等）

太陽電池

等



Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

根本の発想は・・・

ドライコーティング⇒ウェットコーティング

ガラス：数百度での焼成可能

⇒熱分解温度が高いチタンキレートが使用可能

フィルム：PET フィルムで最大150°C程度

⇒熱分解しやすいチタンアルコキシドの方が有利

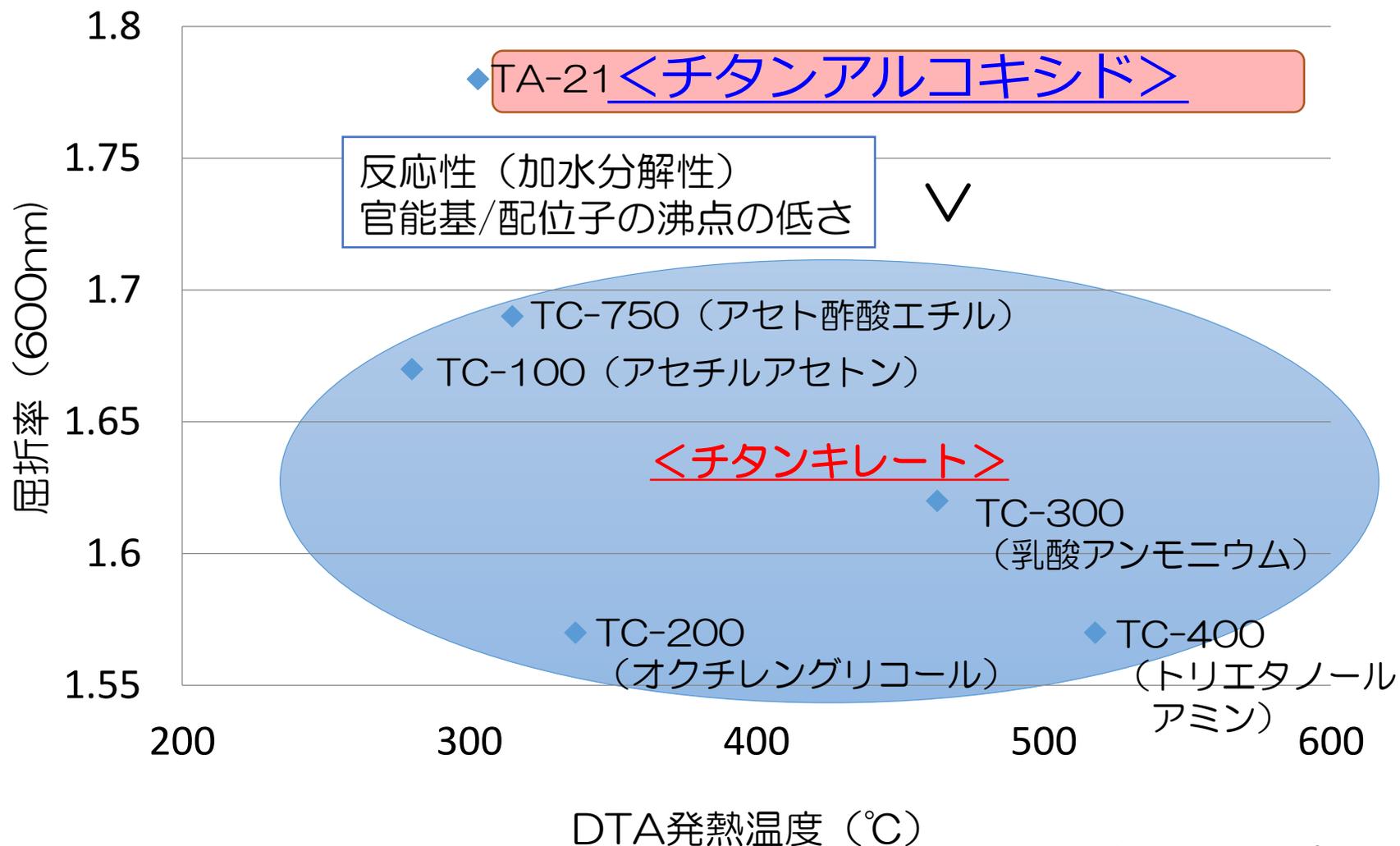
Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

	メリット	デメリット
アルコキシド	<ul style="list-style-type: none">★熱分解し易い★水酸基との反応性が高い	<ul style="list-style-type: none">★加水分解性が高い →酸化チタン化が急激に進み成膜が難しい→アルコキシド自体の揮発により白化する→湿度の影響を受ける
キレート	<ul style="list-style-type: none">★安定性が高い★成膜性においてはアルコキシドより良好★クラックを生じ難く、500nm程度の膜厚が得られる	<ul style="list-style-type: none">★キレート部が分解しにくく、高温での焼成必要

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用



焼成条件：200°C×30秒

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

つまり・・・

チタンアルコキシドオリゴマーを塗布すれば
低温で均一な高屈折率膜が得られるはず・・・

しかし、均一な塗布液としては・・・

	化合物外観	膜外観
C ₃ 以下の アルコキシド	白濁、白沈	—
C ₄ 以上の アルコキシド	微濁～透明	クラックなし

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

宇都宮大学
松本太輝 准教授との共同研究

塗布可能な液体を得るためには

⇒触媒によるオリゴマー構造制御

⇒低次元成長させたオリゴマー体を合成

Ti-OHとTi-OH
の反応速度

>

Ti-ORとTi-OH
の反応速度

つまり反応速度として

加水分解 < 重縮合反応

となる触媒を使用

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

触媒としては・・・



脱水酸基：
酸触媒で促進

脱プロトン：
塩基触媒で促進

“酸”でもあり“塩基”でもある触媒が必要

= “共役酸塩基触媒”

ex) ヒドラジン誘導体塩酸塩など

*特許第6175320

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用

共役酸塩基触媒を使用することで・・・



従来法

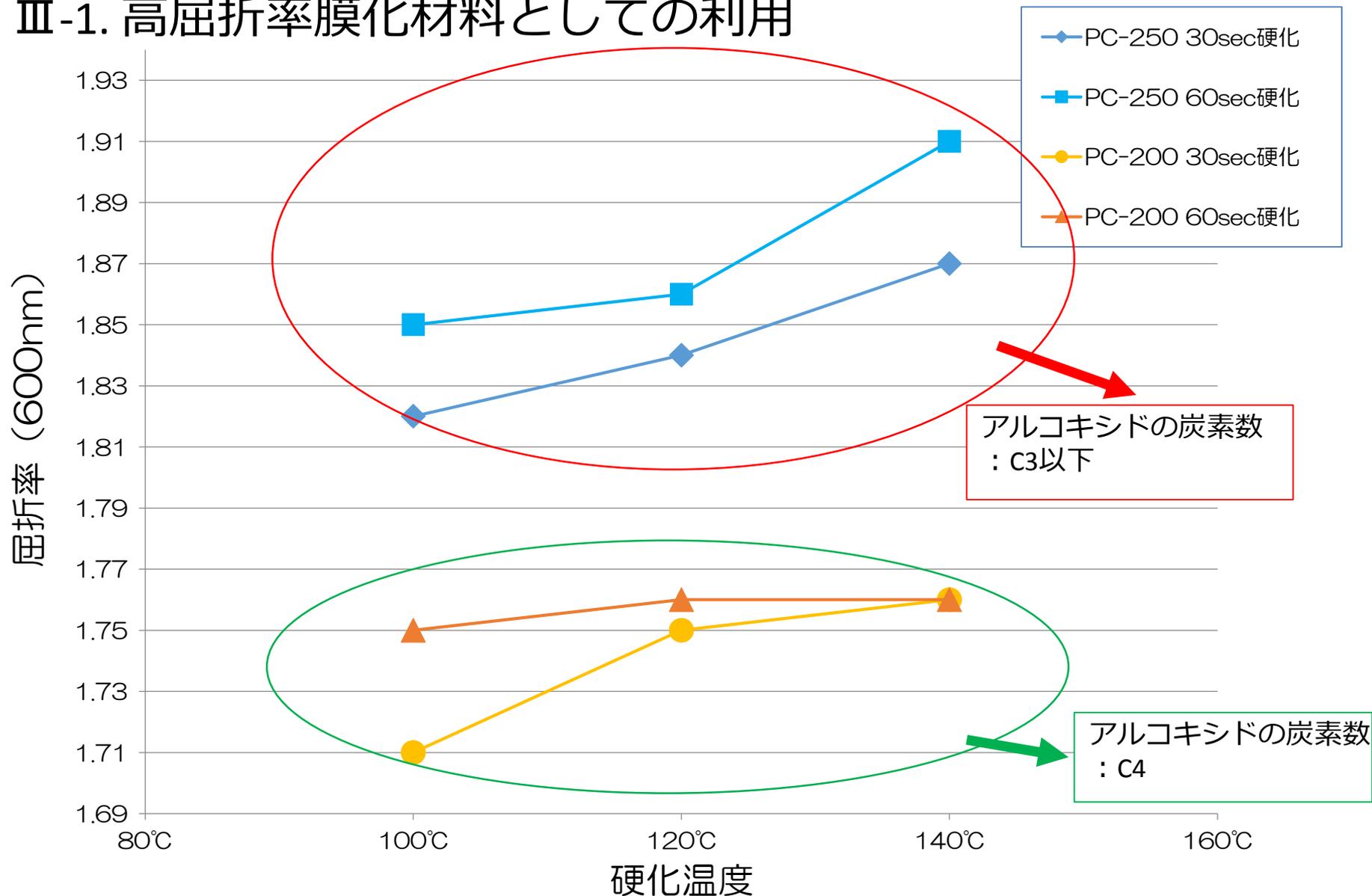


改良法

C₃以下のチタンアルコキシドも塗布可能なオリゴマーが得られた

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-1. 高屈折率膜化材料としての利用



目次

I. はじめに ～当社紹介～

II. 有機チタン系オリゴマー

III. 表面処理剤としての利用

III-1. 高屈折率膜化材料としての利用

III-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

IV. まとめ

V. 今後の展望

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

チタンアルコキシドオリゴマー

⇒成膜性

⇒水酸基（水）との高い反応性

この性能を利用して・・・

チタンアルコキシドオリゴマー + α （機能化剤）

⇒基材（フィルム、金属など）との密着性を向上

⇒基材と樹脂などとの密着性を向上

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

イメージ図



- ★ シランカップリング剤などの機能化剤との組み合わせ
⇒ 難接着樹脂層/基材における密着性を向上

Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

付加型シリコン系離型層⇔PETフィルム 密着性向上

【70℃、90%RH下で暴露した後の密着性評価結果】



プライマー処理



未処理

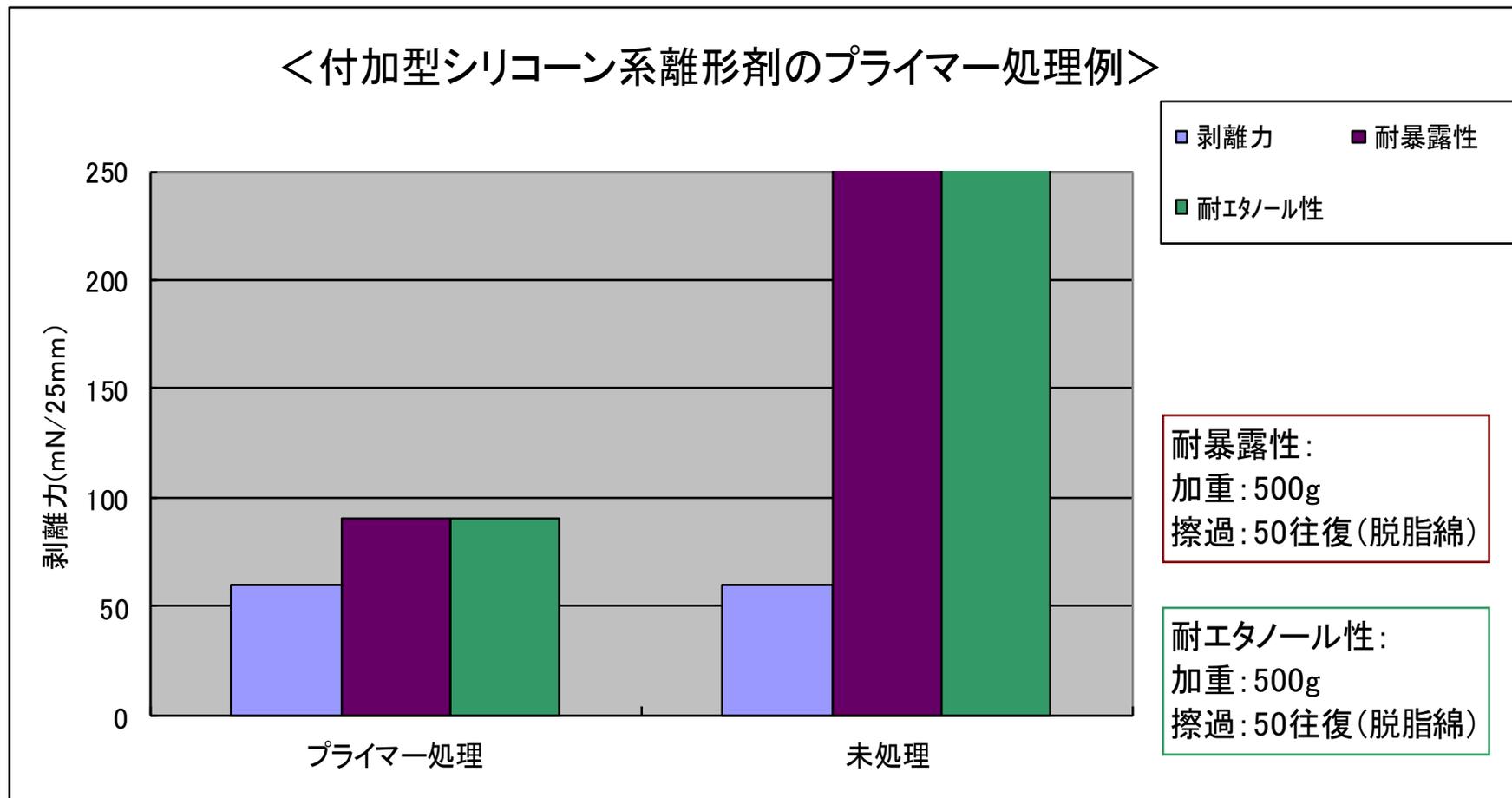
基材：PET

プライマー製膜条件：120℃×30min.

離型層：付加型シリコン系離型剤

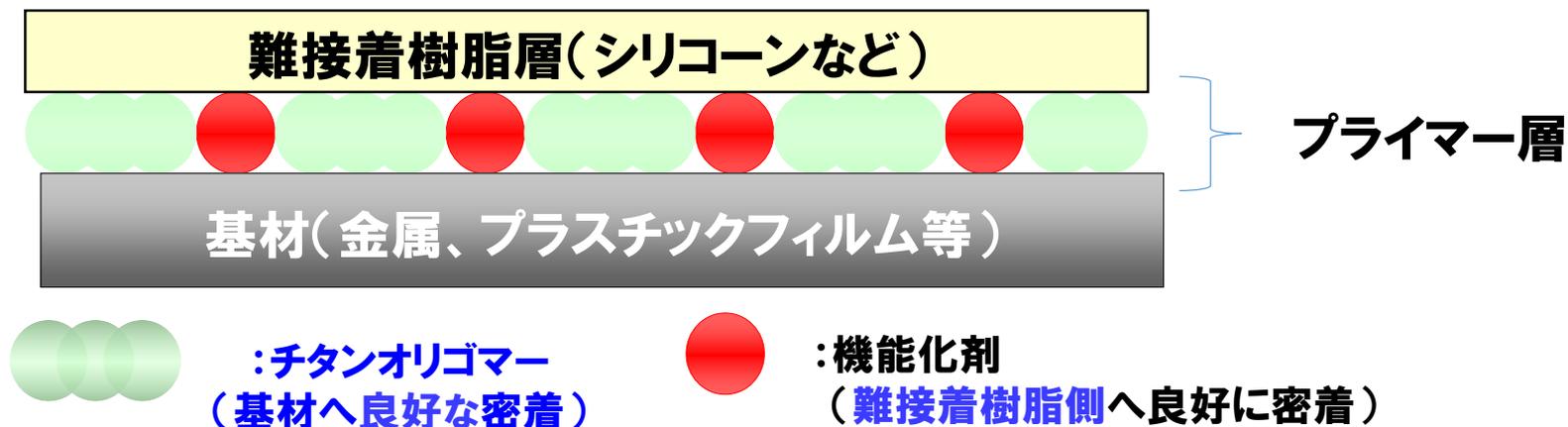
Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用



Ⅲ. 表面処理剤としての利用

Ⅲ-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用 シリコンシーラントの密着性向上



目次

I. はじめに ～当社紹介～

II. 有機チタン系オリゴマー

III. 表面処理剤としての利用

III-1. 高屈折率膜化材料としての利用

III-2. 密着性向上剤（プライマー）としての利用

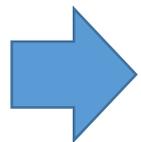
IV. まとめ

V. 今後の展望

IV. まとめ

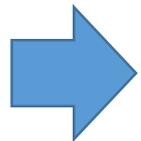
有機チタン系オリゴマー

- ・ 成膜性
- ・ 水酸基との高い反応性



c3以下のチタンアルコキシドオリゴマーの膜

- ・・・ 140°Cの硬化で屈折率1.9(600nm) 程度の膜が得られる



チタンオリゴマー + 機能化剤の組み合わせの膜

- ・・・ 基材（金属、フィルム等）と難接着樹脂との密着性が向上

V. 今後の展望

- ★ 他金属アルコキシド、キレートオリゴマー
⇒ ジルコニウム、アルミニウム等
- ★ 密着性向上以外の機能性向上
 - ⇒ 他機能化剤との併用
 - ⇒ 更に膜が緻密化できる塗布液
 - ・・・防錆、ガスバリアー 等

今後の市場ニーズをつかみつつ、新たな製品開発につなげる

ご清聴ありがとうございました