

# フェノール樹脂上への金ナノ粒子焼成プロセスの検討

## Study on Sintering Process of Gold Nanoparticles on Phenolic Resin

神林 駿<sup>1)</sup>

指導教員 山口 貢<sup>1)</sup>

1) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 表面処理研究室

工芸品の漆器を彩る伝統的な加飾技術として蒔絵や沈金などがある。これらの加飾法では熟練の技術とノウハウが必要となるため、近年では製造プロセスが比較的簡易なスクリーン印刷技術が普及してきている。しかし、スクリーン印刷技術ではデザイン毎にマスクが必要となるため、多品種少量生産には向いていない。本研究では、インクジェット印刷技術と金属ナノ粒子を利用したマスクレスな新しい加飾プロセスの開発を最終目標とする。本報では、基材の耐熱性および表面粗さ、さらに金ナノ粒子と基材との密着性を調べた結果について報告する。

キーワード：金ナノ粒子、インクジェット印刷、工芸品、漆器、加飾技術

### 1. 緒言

工芸品の漆器を彩る伝統的な加飾技術として、蒔絵や沈金などがある。これらの加飾法では多くのノウハウと熟練の技術が必要となるため、製造プロセスが比較的簡易なスクリーン印刷技術が普及してきている[1]。しかし、スクリーン印刷技術では、絹、ナイロンなどで作製されたスクリーンを用いて対象物にインクを転写することにより絵柄を形成するため、大量生産により製造コストの削減が可能であるが、絵柄を形成するためのマスクが必要になる。一方、近年では金属ナノ粒子を用いたインクジェット印刷技術による機能性皮膜・配線形成法に関する研究が注目されている[2]。金属ナノ粒子は有機保護剤に覆われた状態で溶媒中に分散しているが加熱することにより有機保護剤が脱離し、ナノ粒子の部分融着が始まり、これが進行することにより皮膜が形成される。数～数十ナノサイズ粒子を主成分とするナノ粒子分散液では、量子サイズ効果による金属ナノ粒子の融点降下により、200 °C以下の低温焼成が可能になる[3]。インクジェット印刷技術では、金属ナノ粒子を含む分散液を必要な領域だけに塗布できるため、マスクレスで直接対象物に絵柄を描写することが可能である。

本研究では、工芸品の漆器などに用いられる金・銀を用いた加飾プロセスについて、金属ナノ粒子およびインクジェット印刷技術を用いた新しい加飾技術の開発を目的とし、成形性、耐久性、メンテナンス性などの利点から近年広く用いられている樹脂性の合成漆器について、本プロセスの

より加飾し、実用化を検討する。本報では、一般的に合成漆器などに用いられているフェノール樹脂を基材とし、熱処理条件を変化させた場合の耐熱性および表面粗さ、さらに金ナノ粒子と基材との密着性を評価し、実用性を検討した結果について報告する。

### 2. 実験方法

表1に実験条件を示す。本研究では、フェノール樹脂基材 (□25×25, t5 mm) に 4 μL の金ナノ粒子分散液を塗布し、スピンドルコーター (2000 rpm × 60 s) を用いて薄膜を形成した。その後、電気炉を用いて各種条件で熱処理を行った。金ナノ粒子分散液には、ハリマ化成グループ株式会社製金ナノ粒子ペースト (NPG-J) を用いた。金ナノ粒子ペーストに含まれる金ナノ粒子の平均粒径は 7 nm、含有率は 57 mass% であり、粘度は 7.9 mPa · s である。金膜と基材との密着性評価として、クロスカットを施し、ピール試験後に金膜の剥離状

表 1 実験条件

<b>Substrate</b>	
Material	Phenol resin
Dimension	25 × 25 × 5mm
<b>Paste</b>	
Nanoparticle	Gold
Mean particle size	7nm
Concentration	57mass%
Solvent	Naphthene-based solvent
<b>Spin coating</b>	
Number of revolution	2000rpm
Time	60s
<b>Heat treatment</b>	
Temperature	50, 100, 150, 200°C
Time	1h

態を観察した。

### 3. 実験結果

図1に耐熱性の実験結果を示す。熱処理温度100 °C以下では基材の外観に熱影響は確認できなかつたが、150 °Cから基材表面に変色が起り始め、200 °Cでは基材断面に亀裂が発生した。

図2に粗さ測定の結果を示す。初期表面と比較すると、熱処理後は算術平均粗さ・最大粗さ共に大きくなる。熱処理温度100 °C以下では、平均粗さ・最大粗さ共に大きな変化はなかつた。また、150 °Cでは平均粗さ・最大粗さ共に粗さが大きくなり、200 °Cでは初期表面と比べて表面粗さは3倍近くになった。熱処理温度の上昇により表面粗さが大きくなつた要因としては、加熱時にフェノール樹脂に含まれるフェノール、クレゾールなどの成分が蒸発し[4]、基材内部の紙纖維部分が露出して表面に凹凸が発生したことが考えられる。

図3に密着性試験の結果を示す。50 °Cでは、クロスカット試験後に金ナノ粒子膜が部分的（図中丸印）に剥離し、また切込みに沿つて剥離が認められた。100 °C以上では剥離している部分は確認できなかつた。

### 4. 結論

フェノール樹脂を基材とし、熱処理実験および金ナノ粒子膜との密着性試験を行つた結果、熱処理温度100 °Cでは基材との密着性に優れる金ナノ粒子膜が得られ、熱影響による表面粗さも少なかつた。しかし、50 °Cでは金ナノ粒子膜の密着性が不十分なため剥離が発生し、150 °C以上では基材への熱影響により基材表面の粗さが大きくなり、基材の変色が発生した。

### 参考文献

- [1] 伊東 洋一：特集「機能性スクリーン印刷の現状と将来展望」，日本印刷学会誌，40, 1 (2003) 2.
- [2] 小田正明：プリントエレクトロニクスにおけるインクジェット印刷の現状と課題，エレクトロニクス実装学術講演大会講演論文集，26 (2012) 314.
- [3] Ph. Buffat, J-P. Borel : Size effect on the melting temperature of gold particles Physical Review A, 13, 6 (1976) 2287.
- [4] 山尾 正義, 飯田 芳男 : 「熱分解ガスクロマトグラフによるフェノール樹脂の分析」，日本分析化学誌，21, 12 (1972) 1602-1608.

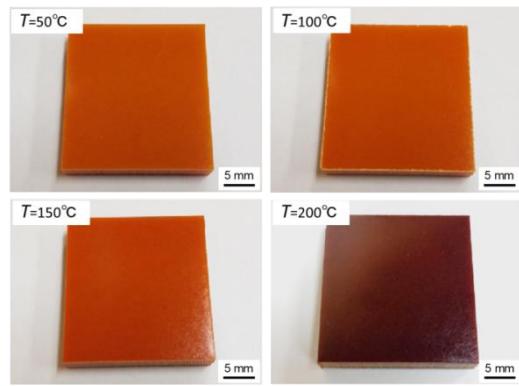


図1 耐熱性試験結果

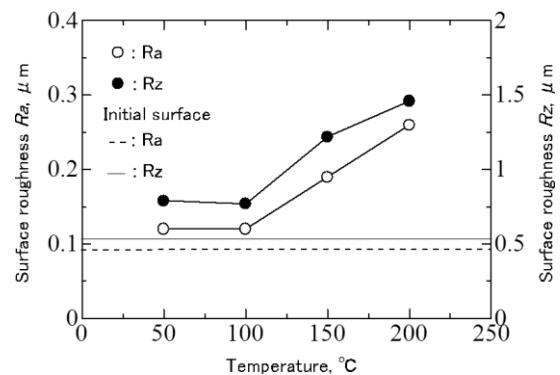


図2 热処理前後の基材表面粗さ

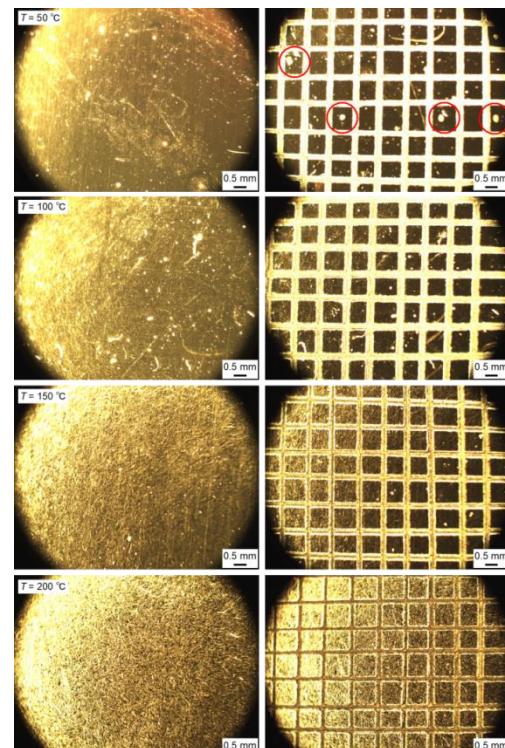


図3 密着性試験結果