

粒子被覆による日射反射材料の低明度化

機械・材料技術部 ナノ材料チーム 良 知 健
藤 井 寿

近赤外日射反射率が高く、より低明度な材料の開発を目指し、ガス中蒸発法により白色材料の表面を暗色ナノ粒子で被覆した高日射反射率材料の作製を試みた。ガス中蒸発法により作製した試料では、単純な酸化物混合試料に比べて明度の低下率が大きくなるという結果が得られ、暗色材料による表面被覆が低明度化に有効であることが示された。一方で、ガス中蒸発法で作製した場合には白色材料もナノ粒子化し、近赤外領域の反射率の低下を招くという課題も明らかになった。

キーワード：高日射反射率塗料、遮熱、明度、暗色化、ナノ粒子

1 はじめに

高日射反射率塗料は、同色の一般塗料と比べて近赤外領域の反射率が高いため、住宅の屋根などに施工することで日射からの熱吸収を抑制し、遮熱効果が得られる塗料である。これまで様々な暗色系の高日射反射率塗料が各社から提案されているが¹⁾、現状よりも更に低明度、近赤外高反射率を示す材料が求められている。我々は前報で、白色材料に近赤外反射率が高くかつ暗色系の CuO を混合することで、低明度かつ近赤外高反射率を示す材料が作製できることを報告した²⁾。これに対し、本研究では白色材料と暗色材料の単純な混合ではなく、白色材料の SnO₂ と In₂O₃ の表面を CuO ナノ粒子で被覆することで、より低明度な材料の開発を試みた。

2 実験方法

試料の作製は、ガスデポジション装置（真空冶金, PJ930-KK）を用い、ガス中蒸発法により行った。ガス中蒸発法は、原料となる材料をガス中で蒸発させ、ナノ粒子を得る方法である。原料の蒸発はアーク加熱により行い、負極はカーボン電極とした。原料には Sn と Cu または In と Cu の金属粉末を用い、Cu がそれぞれ 75 wt%となるように混合した。また、比較として Cu を混合せずに Sn または In のみを原料としたナノ粒子もそれぞれ作製した。雰囲気ガスには 20 %O₂ - He ガスを用い、作製時の圧力は 1.1×10^5 Pa、ガス流量は 3 l/min とした。また、アーク放電の印加電圧 - 電流は 20 V - 50 A とした。生成したナノ粒子は水冷されたチャンバー内の内壁に付着するため、作製終了後にチャンバー内壁から掻き取って回収した。

得られた試料は 1 wt%のポリビニルアルコール水溶液中に分散させてガラス板に塗布し、70 °C で乾燥させた後、

紫外可視分光光度計[島津製作所, UV-3100PC]により反射率を測定した。試料の結晶相は X 線回折装置[PHILIPS, X' Pert Pro]で、粒径は走査型電子顕微鏡[JEOL, JSM-6320F]で評価した。また、エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) [JEOL, JED-2300F]と光電子分光装置 (XPS) [JEOL, JPS-9000]による元素分析から、粒子の被覆状態を調べた。

3 実験結果及び考察

作製した試料の結晶相を表 1 に示す。Sn と Cu を原料とした試料では SnO₂ と CuO の結晶相が見られた。また、In と Cu を原料とした試料では In₂O₃ と CuO の結晶相が確認された。以下、これらの試料はそれぞれ SnO₂-CuO, In₂O₃-CuO と表記する。一方、Sn または In のみを原料とした試料ではそれぞれ SnO₂ と In₂O₃ の結晶相が見られた。なお、いずれの試料も一次粒子径が数十 nm のナノ粒子であった。作製した粒子のうち SnO₂-CuO, In₂O₃-CuO ナノ粒子の被覆状態を調べるため、分析深さの異なる EDX と XPS で Sn:Cu, In:Cu の構成元素比を調べた。その結果、表 1 に示すように、どちらの試料も EDX よりも分析深さの浅い XPS で Cu の定量値が大きくなっており、白色の SnO₂ や In₂O₃ の表面を暗色の CuO が被覆していることを示す結果となった。

表 1 ナノ粒子試料の結晶相と EDX, XPS による定量値

原料	試料の結晶相	EDX(%)		XPS(%)	
Sn, Cu	SnO ₂ , CuO	Sn	92.9	Sn	67.6
		Cu	7.1	Cu	32.4
In, Cu	In ₂ O ₃ , CuO	In	73.7	In	60.8
		Cu	26.3	Cu	39.2
Sn	SnO ₂				
In	In ₂ O ₃				

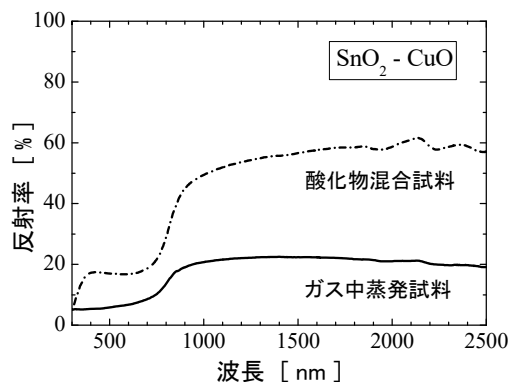


図1 SnO₂-CuO の反射率スペクトル

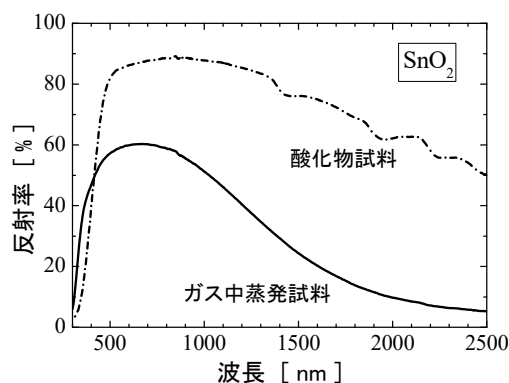


図2 SnO₂ の反射率スペクトル

図1にガス中蒸発法により作製した SnO₂-CuO の反射率スペクトルを示す。また、酸化物粉末の SnO₂ と CuO をガス中蒸発試料の構成元素比と同じ割合になるように混合した試料の反射率スペクトルも同図に示してある。2つのスペクトルの比較から、ガス中蒸発法で作製した試料は酸化物混合試料と比べて近赤外反射率が低いことがわかる。この原因を調べるため、SnO₂ 単体についても、ガス中蒸発法により作製した試料と酸化物試料の反射率スペクトルを比較した(図2)。すると SnO₂ 単体でもガス中蒸発法で作製した試料は酸化物混合試料よりも近赤外反射率が低く、その度合いは SnO₂-CuO よりも顕著であることが分かった。以上から、ガス中蒸発法で作製した SnO₂-CuO で見られた低い近赤外反射率は、SnO₂ のナノ粒子化が原因であると考えられる。なお、ここでは示さないが、In₂O₃ も同様にナノ粒子化により低い近赤外反射率を示した。このように、ガス中蒸発法で作製した試料では近赤外領域の反射率が低くなってしまふ。この点は今後解決すべき課題として、以下では可視領域における明度の変化について議論する。

表2は図1および図2の反射率スペクトルから計算したガス中蒸発試料ならびに酸化物混合試料の明度(L*)とCuO添加による明度(L*)の低下率を示したものである。こ

表2 SnO₂ と SnO₂-CuO の明度(L*)と CuO 添加による明度(L*)の低下率

	ガス中蒸発	酸化物混合
(a) SnO ₂ の明度(L*)	81.1	93.4
(b) SnO ₂ - CuOの明度(L*)	30.1	48.1
明度(L*)低下率 ((a)-(b)) / (a)	0.63	0.49

表3 In₂O₃ と In₂O₃-CuO の明度(L*)と CuO 添加による明度(L*)の低下率

	ガス中蒸発	酸化物混合
(c) In ₂ O ₃ の明度(L*)	88.3	96.4
(d) In ₂ O ₃ - CuOの明度(L*)	28.5	37.4
明度(L*)低下率 ((c)-(d)) / (c)	0.68	0.61

こでは、CuO 添加前後の明度(L*)の差を SnO₂ の明度(L*)で規格化したものを明度(L*)の低下率とした(表2参照)。CuO 添加による明度(L*)の低下率は単純な酸化物混合試料で 0.49 であるのに対して、ガス中蒸発試料では 0.63 とガス中蒸発試料の方が 0.14 大きくなっていることがわかる。同様に、ガス中蒸発法ならびに酸化物混合法により作製した In₂O₃ と In₂O₃-CuO の明度(L*)と CuO 添加による明度(L*)の低下率を表3に示す。こちらも CuO 添加による明度(L*)の低下率は単純な酸化物混合試料で 0.61 であるのに対して、ガス中蒸発試料では 0.68 とガス中蒸発試料の方が 0.07 大きくなるという結果が得られた。以上の結果から、白色の SnO₂ や In₂O₃ の表面を暗色の CuO で被覆することで、暗色材料の添加による明度の低下率が単純な試料混合と比較して大きくなることが分かった。

4 まとめ

日射反射材料の低明度化を目的とし、白色材料の表面を暗色ナノ粒子で被覆した試料をガス中蒸発法により作製した。同試料では、単純な酸化物混合試料と比較して明度の低下率が大きくなるという結果が得られ、暗色材料による表面被覆が低明度化に有効であることが示された。一方で、白色材料のナノ粒子化が近赤外反射率の低下を招くという課題も明らかになった。

文献

- 1) 特開 2009-286862, 特開 2006-249411
- 2) 良知健, 奥田徹也, 藤井寿; 神奈川県産業技術センター研究報告, No.21, 27 (2015) .