

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5859476号
(P5859476)

(45) 発行日 平成28年2月10日(2016.2.10)

(24) 登録日 平成27年12月25日(2015.12.25)

(51) Int. Cl. F I
B 3 2 B 9/00 (2006.01) B 3 2 B 9/00 A
C 0 3 C 17/32 (2006.01) C 0 3 C 17/32 C

請求項の数 6 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2013-83371 (P2013-83371)	(73) 特許権者	000003964
(22) 出願日	平成25年4月11日 (2013.4.11)		日東電工株式会社
(65) 公開番号	特開2014-205277 (P2014-205277A)		大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号
(43) 公開日	平成26年10月30日 (2014.10.30)	(74) 代理人	100086771
審査請求日	平成27年8月27日 (2015.8.27)		弁理士 西島 孝喜
早期審査対象出願		(74) 代理人	100088694
			弁理士 弟子丸 健
		(74) 代理人	100094569
			弁理士 田中 伸一郎
		(74) 代理人	100067013
			弁理士 大塚 文昭
		(74) 代理人	100109070
			弁理士 須田 洋之
		(74) 代理人	100109335
			弁理士 上杉 浩

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 赤外線反射フィルム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

透明フィルム基材上に、赤外線反射層および透明保護層をこの順に備える赤外線反射フィルムであって、可視光透過率が65%以上であり、遮蔽係数が0.60未満であり、前記透明保護層側から測定した修正放射率が0.20以下であり、

前記赤外線反射層は、前記透明フィルム基材側から、第一金属酸化物層、銀を主成分とする銀合金からなる金属層、および第二金属酸化物層を備え、

前記第一金属酸化物層および前記第二金属酸化物層のそれぞれは、前記金属層に直接接しており、

前記透明保護層は有機物からなり、

前記透明フィルム基材と前記赤外線反射層との間、および前記赤外線反射層と前記透明保護層との間には、いずれも金属層を有していない、赤外線反射フィルム。

【請求項 2】

前記金属層が、パラジウムを0.1重量%以上含有する、請求項1に記載の赤外線反射フィルム。

【請求項 3】

前記第一金属酸化物層および前記第二金属酸化物層のそれぞれが、酸化亜鉛を含有する非晶質の複合金属酸化物層である、請求項1または2に記載の赤外線反射フィルム。

【請求項 4】

前記第一金属酸化物層および前記第二金属酸化物層のそれぞれが、インジウム - 亜鉛複

合酸化物、亜鉛 - 錫複合酸化物、およびインジウム - 錫 - 亜鉛複合酸化物からなる群から選択される複合金属酸化物層である、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の赤外線反射フィルム。

【請求項 5】

50 の重量%塩化ナトリウム水溶液に 5 日間浸漬後の放射率の変化が 0.05 以下である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の赤外線反射フィルム。

【請求項 6】

前記透明保護層がウェットコーティングにより形成された有機物層である、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の赤外線反射フィルム。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、主にガラス窓等の室内側に配置して用いられる赤外線反射フィルムに関する。特に、本発明は、遮熱性と断熱性を両立し、かつ可視光の透過性に優れ、さらに実用時の耐久性を兼ね備える赤外線反射フィルムに関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、ガラスやフィルム等の基材上に赤外線反射層を備える赤外線反射基板が知られている。赤外線反射層としては、金属層と金属酸化物層とが交互積層されたものが広く用いられており、太陽光等の近赤外線を反射することにより、遮熱性を持たせることができる。金属層としては、赤外線の選択反射性を高める観点から、銀等が広く用いられており、金属酸化物層としてはインジウム・錫複合酸化物 (ITO) 等が広く用いられている。一般に、フィルム基材を用いた赤外線反射フィルムでは、赤外線反射層を保護する目的で、赤外線反射層の基材と反対側に、保護層が設けられる。

20

【0003】

赤外線反射フィルムの放射率の低減には、赤外線反射層中の金属層で遠赤外線を室内に反射させることが重要となる。しかしながら、赤外線反射層の保護層として用いられる有機物は、一般に C=C 結合、C=O 結合、C-O 結合、芳香族環等を含んでいるため、波長 5 μm ~ 25 μm の遠赤外線領域の赤外振動吸収が大きい。保護層で吸収された遠赤外線は、金属層で反射されることなく、熱伝導により室外へ熱として拡散される。そのため、保護層による遠赤外線の吸収量が大きいと、放射率が上昇するため、断熱効果が得られなくなる。このように、赤外線反射フィルムでは、放射率の低減と、赤外線反射層の耐久性向上との間にトレード・オフの関係がある。

30

【0004】

赤外線反射フィルムの放射率を低減する目的で、特許文献 1 では、保護層の厚みを小さくして、保護層による遠赤外線の吸収量を低減する方法が提案されている。一方、保護層の厚みを小さくすると、赤外線反射層に対する保護効果が低下し、赤外線反射層、特に金属層の耐久性が低下する傾向がある。一般に金属層が劣化すると、遠赤外線の吸収率の上昇による赤外線反射基板の断熱性の低下や、可視光線透過率の低下を生じる傾向がある。このような問題に鑑み、特許文献 1 では、赤外線反射層中の銀層等の金属層に Ni-Cr

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】WO2011/109306 号国際公開パンフレット

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献 1 のように、遠赤外線の吸収量が小さい保護層を用い、さらに Ni-Cr 合金等の金属層を付加すれば、近赤外線の反射による遮熱性、および遠赤外線の反射による断

50

熱性に加えて、耐久性を兼ね備える赤外線反射フィルムが得られる。しかしながら、Ni - Cr合金等は可視光の透過率が低いため、赤外線反射フィルムの可視光線透過率が50%程度まで低下するととの問題が生じる。

【0007】

可視光線の透過率の低下を抑制しつつ遮熱性を向上する方法としては、例えば、赤外線反射層を、金属酸化物層/金属層/金属酸化物層/金属層/金属酸化物層の5層構成として、反射率の波長選択性を高める方法が考えられる。積層数を5層、7層、9層...と増加させるほど、反射率の波長選択性が高められるため、近赤外線の反射率を高めて遮熱性を持たせつつ、可視光線の透過率を向上することができる。しかしながら、赤外線反射層の積層数の増大させることは、生産性の低下やコスト増大の問題を生じる。また、積層数を増加させた場合、遮熱性を高めることはできるものの、耐久性低下の問題を解決することは困難である。

10

【0008】

このように、断熱性、可視光透過性、および耐久性のそれぞれは、トレード・オフの関係にある。そのため、これら全ての要求特性を満たし、かつ生産性に優れる赤外線反射フィルムは、未だ得られていない。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らが検討の結果、所定の積層構成を採用することにより、金属層が単層であっても、遮熱性と断熱性を両立し、かつ可視光の透過性および耐久性を兼ね備える赤外線反射フィルムが得られることを見出し、本発明に至った。

20

【0010】

本発明の赤外線反射フィルムは、透明フィルム基材上に、第一金属酸化物層、金属層および第二金属酸化物層からなる赤外線反射層、ならびに有機物からなる透明保護層をこの順に有する。透明フィルム基材と第一金属酸化物層との間、および第二金属酸化物層と透明保護層との間には、いずれも金属層を有していない。また、赤外線反射層において、第一酸化物層および第二金属酸化物層のそれぞれは、金属層に直接接している。金属層は、銀を96~99.9重量%含有する銀合金からなることが好ましい。また、金属層は、パラジウムを0.1重量%以上含有することが好ましい。

【0011】

30

本発明の赤外線反射フィルムは、可視光透過率が65%以上であることが好ましく、遮蔽係数が0.60未満であることが好ましい。また、透明保護層側から測定した修正放射率は、0.20以下が好ましい。

【0012】

本発明の赤外線反射フィルムは、第一金属酸化物層および第二金属酸化物層のそれぞれが、インジウム - 亜鉛複合酸化物、錫 - 亜鉛複合酸化物、インジウム - 錫 - 亜鉛複合酸化物等の、酸化亜鉛を含有する非晶質の複合金属酸化物層であることが好ましい。また、透明保護層は、ウェットコーティングにより形成されることが好ましい。

【0013】

本発明の赤外線反射フィルムは、50の5重量%塩化ナトリウム水溶液に5日間浸漬後の放射率の変化が0.05以下であることが好ましい。

40

【発明の効果】

【0014】

本発明の赤外線反射フィルムは、遮熱性と断熱性を両立することから、通年で省エネ効果を発揮し得る。さらに、本発明の赤外線反射フィルムは、可視光の透過性および耐久性を兼ね備えることから、建物や自動車の窓ガラスの遮熱・断熱用フィルムとして好適に用いることができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】赤外線反射フィルムの使用例を模式的に示す断面図である。

50

【図2】一実施形態の赤外線反射フィルムの積層構成を模式的に示す断面図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

以下、本発明の赤外線反射フィルムについて、適宜図面を参照しながら説明する。図1は、赤外線反射フィルムの使用形態を模式的に表す断面図である。本発明の赤外線反射フィルム100は、透明フィルム基材10上に、赤外線反射層20および透明保護層30を備える。赤外線反射フィルム100は、透明フィルム基材10側が、適宜の接着層60等を介して、窓50に貼り合せられ、建物や自動車の窓50の室内側に配置して用いられる。当該使用形態では、室内側に透明保護層30が配置される。

【0017】

図1に模式的に示すように、本発明の赤外線反射フィルム100は、屋外からの可視光(VIS)を透過して室内に導入すると共に、屋外からの近赤外線(NIR)を赤外線反射層20で反射する。近赤外線反射により、太陽光等に起因する室外からの熱の室内への流入が抑制される(遮熱効果が発揮される)ため、夏場の冷房効率を高めることができる。さらに、赤外線反射層20は、暖房器具80等から放射される室内の遠赤外線(FIR)を反射するため、断熱効果が発揮され、冬場の暖房効率を高めることができる。

【0018】

[赤外線反射フィルム]

図2に示すように、赤外線反射フィルム100は、透明フィルム基材10の一主面上に、赤外線反射層20および透明保護層30をこの順に備える。赤外線反射フィルム100は、透明フィルム基材10と赤外線反射層20との間、および赤外線反射層20と透明保護層30との間には、いずれも金属層を有していない。赤外線反射層20は、透明フィルム基材10側から、第一金属酸化物層21、金属層25および第二金属酸化物層22をこの順に備え、第一金属酸化物層21および第二金属酸化物層22のそれぞれは、金属層25に直接接している。

【0019】

赤外線反射層20によって室内の遠赤外線を反射するためには、透明保護層30による遠赤外線の吸収量が小さいことが重要である。一方、赤外線反射層20の擦傷や劣化を防止するために、透明保護層30には、機械的強度や化学的強度が求められる。本発明の赤外線反射フィルムは、所定の積層構成を有することにより、透明性(可視光線透過性)、近赤外線反射による遮熱性、遠赤外線反射による断熱性、および耐久性の全てを兼ね備えることができる。以下、赤外線反射フィルムを構成する各層について、順次説明する。

【0020】

[透明フィルム基材]

透明フィルム基材10としては、可視光線透過率が80%以上である可撓性の樹脂フィルムが好適に用いられる。なお、本明細書において、可視光線透過率は、JIS A5759:2008(建築窓ガラスフィルム)に準じて測定される。

【0021】

透明フィルム基材10の厚みは、特に限定されないが、例えば10 μ m~300 μ m程度である。透明フィルム基材10上に赤外線反射層20が形成される際に、高温での加工が行われる場合があるため、透明フィルム基材を構成する樹脂材料は、耐熱性に優れるものが好ましい。透明フィルム基材を構成する樹脂材料としては、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリカーボネート(PC)等が挙げられる。

【0022】

赤外線反射フィルムの機械的強度を高める等の目的で、透明フィルム基材10の表面にはハードコート層等が設けられていてもよい。また、透明フィルム基材10の表面に設けられる接着層60や、赤外線反射層20との密着性を高める等の目的で、コロナ処理、プラズマ処理、フレーム処理、オゾン処理、プライマー処理、グロー処理、ケン化処理、カップリング剤による処理等の表面改質処理が行われてもよい。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 3 】

[赤外線反射層]

赤外線反射層 2 0 は、可視光を透過し、近赤外線および遠赤外線を反射するものであり、透明フィルム基材 1 0 側から、第一金属酸化物層 2 1、金属層 2 5 および第二金属酸化物層 2 2 をこの順に備える。また、第一金属酸化物層 2 1 および第二金属酸化物層 2 2 のそれぞれは、金属層 2 5 に直接接しており、赤外線反射層 2 0 はこれらの 3 層からなる。

【 0 0 2 4 】

< 金属層 >

金属層 2 5 は、赤外線反射の中心的な役割を有する。本発明においては、積層数を増加させることなく、可視光線透過率と近赤外線反射率を高める観点から、金属酸化物層の間に挟持される金属層として、銀を主成分とする銀合金層が好適に用いられる。銀は高い自由電子密度を有するため、近赤外線・遠赤外線の高い反射率を実現することができ、赤外線反射層 2 0 を構成する層の積層数が少ない場合でも、遮熱効果および断熱効果に優れた赤外線反射フィルムが得られる。

10

【 0 0 2 5 】

金属層 2 5 は、銀を 9 6 ~ 9 9 . 9 重量%含有することが好ましい。銀の含有量を 9 6 重量%以上とすることで、透過率および反射率の波長選択性を高め、可視光線透過率を高めることができる。赤外線反射フィルムの可視光線透過率を高める観点から、銀の含有量は 9 7 重量%以上がより好ましく、9 8 重量%以上がさらに好ましく、9 9 重量%以上が特に好ましい。金属層 2 5 における銀の含有量が増加するにしたがって、赤外線反射フィルムの可視光線透過率が高められる傾向がある。

20

【 0 0 2 6 】

一方で、銀は、水分、酸素、塩素等が存在する環境下に暴露された場合や、紫外光や可視光が照射された場合に、酸化や腐食等の劣化を生じる場合がある。そのため、金属層 2 5 は、耐久性を向上させる目的で、銀以外の金属を含有する銀合金層であることが好ましい。耐久性を高める観点から、金属層 2 5 における銀の含有量は、9 9 . 9 重量%以下が好ましく、9 9 . 8 重量%以下がより好ましく、9 9 . 7 %以下がさらに好ましい。

【 0 0 2 7 】

耐久性を高める観点から、金属層 2 5 は、銀以外の金属を 0 . 1 重量%以上含有することが好ましく、0 . 2 重量%以上含有することがより好ましく、0 . 3 重量%以上含有することがさらに好ましい。金属層の耐久性を高める目的で添加される金属としては、パラジウム (P d) , 金 (A u) , 銅 (C u) , ビスマス (B i) , ゲルマニウム (G e) , ガリウム (G a) 等が好ましい。中でも、銀に高い耐久性を付与する観点から、P d が最も好適に用いられる。P d 等の添加量を増加させると、金属層の耐久性が向上する傾向がある。一方で、P d 等の添加量が過度に多いと、赤外線反射フィルムの可視光線透過率が低下する傾向がある。そのため、金属層 2 5 中の銀以外の金属の含有量は、4 重量%以下が好ましく、3 重量%以下がより好ましく、2 重量%以下がさらに好ましく、1 重量%以下が特に好ましい。

30

【 0 0 2 8 】

< 金属酸化物層 >

金属酸化物層 2 1 , 2 2 は、金属層 2 5 との界面における可視光線の反射量を制御して、高い可視光線透過率と、赤外線反射率とを両立させる等の目的で設けられる。また、金属酸化物層は、金属層 2 5 の劣化を防止するための保護層としても機能し得る。赤外線反射層における反射および透過の波長選択性を高める観点から、金属酸化物層 2 1 , 2 2 の可視光に対する屈折率は、1 . 5 以上が好ましく、1 . 6 以上がより好ましく、1 . 7 以上がさらに好ましい。

40

【 0 0 2 9 】

上記の屈折率を有する材料としては、T i , Z r , H f , N b , Z n , A l , G a , I n , T l , S n 等の金属の酸化物、あるいはこれらの金属の複合酸化物が挙げられる。特に、本発明においては、第一金属酸化物層 2 1 および第二金属酸化物層 2 2 の材料として

50

、酸化亜鉛を含有する複合金属酸化物が好適に用いられる。また、これらの金属酸化物層は非晶質であることが好ましい。金属酸化物層が酸化亜鉛を含有する非晶質層である場合、金属酸化物層自体の耐久性が高められると共に、金属層に対する保護層としての作用が増大するため、銀合金からなる金属層 25 の劣化が抑制される。

【0030】

金属酸化物層 21, 22 中の酸化亜鉛の含有量は、金属酸化物の合計 100 重量部に対して、3 重量部以上が好ましく、5 重量部以上がより好ましく、7 重量部以上がさらに好ましい。酸化亜鉛の含有量が上記範囲であれば、金属酸化物層が非晶質層となりやすく、耐久性が高められる傾向がある。一方、酸化亜鉛の含有量が過度に大きいと、逆に耐久性が低下したり、可視光線透過率が低下する傾向がある。そのため、金属酸化物層 21, 22 中の酸化亜鉛の含有量は、金属酸化物の合計 100 重量部に対して、60 重量部以下が好ましく、50 重量部以下がより好ましく、40 重量部以下がさらに好ましい。

10

【0031】

酸化亜鉛を含有する複合金属酸化物としては、可視光線透過率、屈折率、耐久性の全てを満足するとの観点から、インジウム - 亜鉛複合酸化物 (IZO)、亜鉛 - 錫複合酸化物 (ZTO)、インジウム - 錫 - 亜鉛複合酸化物 (ITZO) 等が好ましい。これらの複合酸化物は、さらに Al や Ga 等の金属や、これらの金属の酸化物を含有していてもよい。

【0032】

上記金属層 25 および金属酸化物層 21, 22 の厚みは、赤外線反射層が、可視光線を透過し近赤外線を選択的に反射するように、材料の屈折率等を勘案して適宜に設定される。金属層 25 の厚みは、例えば、5 nm ~ 50 nm、好ましくは 5 nm ~ 25 nm、より好ましくは 10 ~ 18 nm の範囲で調整され得る。また、金属酸化物層 21, 22 の厚みは、例えば、3 nm ~ 80 nm、好ましくは 3 nm ~ 50 nm、より好ましくは 3 ~ 35 nm の範囲で調整され得る。金属層および禁則酸化物層の製膜方法は特に限定されないが、スパッタ法、真空蒸着法、CVD 法、電子線蒸着法等のドライプロセスによる製膜が好ましい。

20

【0033】

[透明保護層]

赤外線反射層 20 の第二金属酸化物層 22 上には、金属酸化物層 21, 22 や金属層 25 の擦傷や劣化を防止する目的で、透明保護層 30 が設けられる。フィルム基材の耐熱温度の範囲内で透明保護層を形成する観点から、透明保護層の材料としては有機物が用いられる。なお、透明保護層は主に有機物からなるものであればよく、無機フィラー等が添加されたものでもよい。

30

【0034】

透明保護層 30 は、高い可視光線の透過率を有することに加えて、遠赤外線の吸収が小さいことが好ましい。遠赤外線の吸収率が大きいと、室内の遠赤外線が透明保護層で吸収され、熱伝導によって外部に放熱されるため、赤外線反射フィルムの断熱性が低下する傾向がある。一方、透明保護層 30 による遠赤外線の吸収が少ない場合、遠赤外線は、赤外線反射層 20 の金属層 25 により室内に反射されるため、赤外線反射フィルムの断熱効果が高められる。透明保護層 30 による遠赤外線吸収量を小さくする方法としては、透明保護層の厚みを小さくする方法や、透明保護層の材料として遠赤外線の吸収率が小さいものを用いる方法が挙げられる。

40

【0035】

透明保護層の厚みを調整して遠赤外線吸収を小さくする場合、透明保護層の厚みは、300 nm 以下が好ましく、200 nm 以下がより好ましく、100 nm 以下がさらに好ましい。透明保護層の厚みが小さい場合、遠赤外線吸収量の低減によって断熱効果が高められる一方で、赤外線反射層の耐久性を高めるための保護層としての機能が低下する場合がある。そのため、透明保護層の厚みが 200 nm 以下の場合は、透明保護層として強度に優れる材料が用いられると共に、赤外線反射層自体の耐久性も高められることが好ましい。赤外線反射層自体の耐久性を高める方法としては、金属層 25 における銀の含有量を小

50

さくして、パラジウム等の成分の含有量を大きくする方法が挙げられる。例えば、金属層 25 が、銀とパラジウムの合金である場合、銀：パラジウムの含有量を重量比で、96：4～98：2程度に調整することが好ましい。

【0036】

一方、透明保護層の材料として遠赤外線吸収率が小さいものを用いれば、保護層の厚みを大きくしても、遠赤外線吸収量を小さく保つことができるため、赤外線反射層に対する保護効果を高めることができる。当該構成によれば、金属層 25 中のパラジウム等の含有量を過度に増大させることなく、赤外線反射フィルムの耐久性を高められることから、可視光線透過率と耐久性の両方を向上する上で好ましい。透明保護層の材料としては、遠赤外線の吸収を小さくする観点から、C=C結合、C=O結合、C-O結合、芳香族環等の含有量が小さい化合物が好適に用いられる。透明保護層を構成する材料としては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィンや、シクロオレフィン系ポリマー等の脂環式ポリマー、ゴム系ポリマー等が好適に用いられる。

10

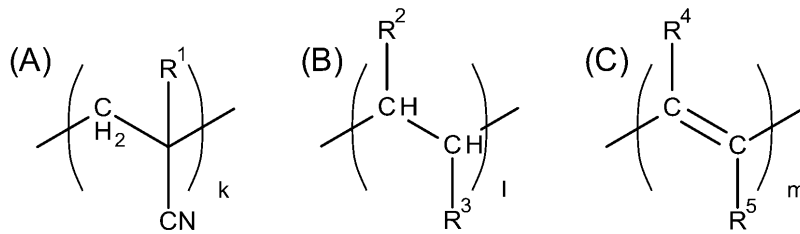
【0037】

透明保護層を構成する材料は、遠赤外線の吸収率が小さいことに加えて、可視光線透過率が高く、赤外線反射層との密着性に優れ、かつ耐擦傷性に優れるものが好適に用いられる。かかる観点から、ゴム系の材料が特に好ましく、中でもニトリルゴム系の材料が好適に用いられる。ニトリルゴム系材料は、分子中に下記の式(A)、(B)および(C)で表される構造を有する。

【0038】

【化1】

20



【0039】

上記式(A)～(C)において、R¹は水素またはメチル基であり、R²～R⁵は、それぞれ独立に、水素、炭素数1～4の直鎖もしくは分枝のアルキル基、または炭素数1～4の直鎖もしくは分枝のアルケニル基である。中でも、上記式(A)～(C)において、R¹～R⁵の全てが水素であるニトリルゴムは、透明性および耐久性に優れ、透明保護層の材料として好適である。

30

【0040】

ニトリルゴムは、例えばアクリロニトリルおよび/またはその誘導体と、1,3-ブタジエンとを共重合することにより得られる。特に、透明保護層の材料としては、ニトリルゴム中に含まれる二重結合の一部または全部が水素化(水素添加)された水素化ニトリルゴム(HNBR)が好適に用いられる。二重結合が水素化されることで、遠赤外線の吸収率が低下するため、透明保護層の遠赤外線吸収量が低下し、赤外線放射フィルムの断熱性を高めることができる。

40

【0041】

透明保護層の材料として水素化ニトリルゴムが用いられる場合、上記式(A)、(B)、(C)で表される構造単位の含有量の比率は、モル比で、k：l：m=3～30：20～95：0～60の範囲が好ましい(ただし、kとlとmの合計は100である)。k：l：mの比(モル比)は、5～25：60～90：0～20の範囲がより好ましく、15～25：65～85：0～10の範囲がさらに好ましい。k、l、mの比が上記範囲に調整されることで、可視光線透過率に優れると共に、遠赤外線吸収が小さく、かつ硬度および密着性に優れる透明保護層を形成することができる。

50

【0042】

透明保護層の材料として水素化ニトリルゴムが用いられる場合、赤外線反射フィルムの耐擦傷性を高め、赤外線反射層に対する保護機能を確保する観点から、透明保護層30は、押し込み硬度が1.2MPa以上であることが好ましく、1.5MPa以上であることがより好ましく、2MPa以上であることがさらに好ましい。例えば、ポリマーに架橋構造が導入されること等によって、押し込み硬度を上記範囲とすることができる。また、架橋構造の導入により、押し込み硬度等の機械強度の向上に加えて、透明保護層の耐溶剤性を高めることもできる。透明保護層の押し込み硬度は、微小硬度試験機を用いたインデンテーション試験によって測定される。インデンテーション測定においては、圧子を保護層に所定の押し込み深さまで押し込んだ状態で、圧子の押し込み荷重P、および圧子と保護層との接触領域の投影面積(投影接触面積)Aが測定される。押し込み硬度Hは、(式) $H = P / A$ に基づいて算出される。投影接触面積Aは、特開2005-195357号公報に開示の方法により測定することができる。

10

【0043】

架橋構造は、例えば、水素化ニトリルゴム等ポリマー溶液を基材上に塗布し、乾燥後に電子線照射を照射することによって導入される。架橋構造を導入するための電子線の積算照射量は、50kGy~1000kGy程度が好ましく、100kGy~600kGy程度がより好ましく、200kGy~400kGy程度がさらに好ましい。電子線の積算照射量が上記範囲内であれば、ポリマー鎖間に十分な架橋構造が導入されると共に、透明保護層30や、透明フィルム基材10の黄変が抑制され、耐久性および可視光線透過率に優れる赤外線反射フィルムが得られ易い。架橋剤として、多官能(メタ)アクリル系モノマー等のラジカル重合性の多官能モノマーが用いられる場合は、50kGy程度の低積算照射量でも、ポリマー鎖間に十分な架橋構造を導入することができる。

20

【0044】

ポリマーへの架橋構造の導入に際しては、架橋剤が用いられてもよい。架橋剤としては、ラジカル重合性の多官能モノマーが好適に用いられ、特に、多官能(メタ)アクリル系モノマーが好ましく用いられる。架橋剤として用いられる多官能(メタ)アクリル系モノマーとしては、例えば、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレート、ジトリメチロールプロパントトラ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート等が挙げられる。

30

【0045】

架橋剤が用いられる場合、その添加量は、ポリマー100重量部に対して、1~35重量部程度が好ましく、2~25重量部程度がより好ましい。架橋剤の含有量が過度に小さいと、耐久性が十分に向上しない場合がある。また、架橋剤の含有量が過度に大きいと、遠赤外線の吸収量が増大し、透明保護層による遠赤外線吸収量が大きくなるために、赤外線反射フィルムの断熱性が低下する場合がある。

【0046】

透明保護層の形成方法は特に限定されないが、例えば、水素化ニトリルゴム等の高分子を、必要に応じて架橋剤と共に溶剤に溶解させて溶液を調整し、この溶液を赤外線反射層20上に塗布した後、溶媒を乾燥させることにより形成される。溶剤は、上記高分子を溶解可能なものであれば、特に限定されないが、メチルエチルケトン(MEK)、塩化メチレン等の低沸点溶剤が好適に用いられる。溶剤として、メチルエチルケトン(沸点:79.5)や塩化メチレン(沸点:40)等の低沸点溶剤が用いられた場合、赤外線反射層20上に溶液を塗布後の乾燥を低温で行い得るため、赤外線反射層20や透明フィルム基材10に対する熱ダメージが抑制される。

40

【0047】

なお、透明保護層30の材料としては、ポリマー以外に、シランカップリング剤、チタンカップリング剤等のカップリング剤、レベリング剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、熱安

50

定剤滑剤、可塑剤、着色防止剤、難燃剤、帯電防止剤等の添加剤が含まれていてもよい。これらの添加剤の含有量は、本発明の目的を損なわない範囲で適宜に調整され得るが、透明保護層中のポリマーの含有量は80重量%以上であることが好ましい。例えば、透明保護層の材料として、水素化ニトリルゴムが用いられる場合、透明保護層中の水素化ニトリルゴムの含有量は、90重量%以上が好ましく、95重量%以上がより好ましく、99重量%以上がさらに好ましい。

【0048】

透明保護層の材料として、水素化ニトリルゴム等の遠赤外線吸収率が小さいものを用いられる場合、透明保護層の厚みは、1 μ m~20 μ mが好ましく、2 μ m~15 μ mがより好ましく、3 μ m~10 μ mがさらに好ましい。透明保護層の厚みが上記範囲であれば、保護層自体が十分な物理的強度を有し、かつ赤外線反射層の保護機能が高められると共に、遠赤外線吸収量が小さくすることができる。

10

【0049】

[赤外線反射フィルムの積層構成]

上記のように、本発明の赤外線反射フィルム100は、透明フィルム基材10の一主面上に、第一金属酸化物層21、金属層25および第二金属酸化物層22からなる赤外線反射層20、ならびに透明保護層30を有する。透明フィルム基材10と赤外線反射層20との間、および赤外線反射層20と透明保護層30との間には、各層の密着性を高める目的や、赤外線反射フィルムの強度を高める等の目的で、ハードコート層や易接着層等が設けられていてもよい。易接着層やハードコート層等の材料や形成方法は特に限定されないが、可視光線透過率の高い透明な材料が好適に用いられる。

20

【0050】

本発明の赤外線反射フィルムは、赤外線反射層20が、第一金属酸化物層21/金属層25/第二金属酸化物層22の3層構成であり、透明フィルム基材10と赤外線反射層20との間、および赤外線反射層20と透明保護層30との間には、いずれも金属層を有していない。当該構成により、生産性向上および製造コスト低減を図ることができる。また、本発明においては、金属酸化物層、金属層および透明保護層の材料等を所定の組合せとすることで、赤外線反射層が3層構成であっても、高可視光線透過率（高透明性）、低遮蔽係数（高遮熱性）、低放射率（高断熱性）および高耐久性を有する赤外線反射フィルムとすることができる。

30

【0051】

透明フィルム基材10の赤外線反射層20と反対側の面には、赤外線反射フィルムと窓ガラス等との貼り合せに用いるための接着剤層等が付設されていてもよい。接着剤層としては、可視光線透過率が高く、透明フィルム基材10との屈折率差が小さいものが好適に用いられる。例えば、アクリル系の粘着剤（感圧接着剤）は、光学的透明性に優れ、適度な濡れ性と凝集性と接着性を示し、耐候性や耐熱性等に優れることから、透明フィルム基材に付設される接着剤層の材料として好適である。

【0052】

接着剤層は、可視光線の透過率が高く、かつ紫外線透過率が小さいものが好ましい。接着剤層の紫外線透過率を小さくすることによって、太陽光等の紫外線に起因する赤外線反射層の劣化を抑制することができる。接着剤層の紫外線透過率を小さくする観点から、接着剤層は紫外線吸収剤を含有することが好ましい。なお、紫外線吸収剤を含有する透明フィルム基材等を用いることによっても、屋外からの紫外線に起因する赤外線反射層の劣化を抑制することができる。接着剤層の露出面は、赤外線反射フィルムが実用に供されるまでの間、露出面の汚染防止等を目的にセパレータが仮着されてカバーされることが好ましい。これにより、通例の取扱状態で、接着剤層の露出面の外部との接触による汚染を防止できる。

40

【0053】

[赤外線反射フィルムの特性]

本発明の赤外線反射フィルムの可視光透過率は、65%以上が好ましく、68%以上が

50

より好ましく、70%以上がさらに好ましい。赤外線反射フィルムの遮蔽係数は、0.60未満が好ましく、0.59以下がより好ましく、0.58以下がさらに好ましく、0.57以下が特に好ましい。赤外線反射フィルムの透明保護層30側から測定した修正放射率は、0.20以下が好ましく、0.18以下がより好ましく、0.16以下がさらに好ましい。なお、本明細書において、修正放射率は、JIS R3107:1998(板ガラス類の熱抵抗及び建築における熱貫流率の算定方法)に準じて測定される。赤外線反射フィルムが50の5重量%塩化ナトリウム水溶液に5日間浸漬された後の修正放射率の変化は、0.05以下が好ましく、0.03以下がより好ましく、0.02以下がさらに好ましい。これらの特性は、上述のように、赤外線反射フィルムを構成する各層の材料等を適切に選択することによって達成される。

10

【0054】

[用途]

本発明の赤外線反射フィルムは、建物や乗り物等の窓、植物等を入れる透明ケース、冷凍もしくは冷蔵のショーケース等に貼着し、冷暖房効果の向上や急激な温度変化を防ぐために、好ましく使用される。

【実施例】

【0055】

以下に、実施例を挙げて本発明をより詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0056】

20

[実施例、比較例で用いた測定方法]

<各層の厚み>

赤外線反射層を構成する各層の厚みは、集束イオンビーム加工観察装置(日立製作所製、製品名「FB-2100」)を用いて、集束イオンビーム(FIB)法により試料を加工し、その断面を、電界放出形透過電子顕微鏡(日立製作所製、製品名「HF-2000」)により観察して求めた。基材上に形成されたハードコート層、および透明保護層の厚みは、瞬間マルチ測光システム(大塚電子製、製品名「MCPD3000」)を用い、測定対象側から光を入射させた際の可視光の反射率の干渉パターンから、計算により求めた。

【0057】

30

<可視光線透過率>

可視光線透過率は、分光光度計(日立ハイテック製 製品名「U-4100」)を用いて、JIS A5759-2008(建築窓ガラスフィルム)に準じて求めた。

【0058】

<遮蔽係数>

分光光度計(日立ハイテック製 製品名「U-4100」)を用いて、日射透過率 τ および日射反射率 ρ を測定し、JIS A5759-2008(建築窓ガラスフィルム)A法により、遮蔽係数を算出した。

【0059】

<修正放射率>

40

修正放射率は、角度可変反射アクセサリを備えるフーリエ変換型赤外分光(FT-IR)装置(Varian製)を用いて、保護層側から赤外線を照射した場合の、波長 $5\mu\text{m}$ ~ $25\mu\text{m}$ の赤外光の正反射率を測定し、JIS R3107:1998(板ガラス類の熱抵抗及び建築における熱貫流率の算定方法)に準じて求めた。

【0060】

<耐擦傷性試験>

赤外線反射フィルムの透明フィルム基材側の面を、厚み $25\mu\text{m}$ の粘着剤層を介してアルミ板に貼り合せたものを試料として用いた。学振摩耗試験機を用いて、試験用綿布(かなきん3号)で500gの荷重を加えながら、アルミ板上の赤外線反射フィルムの透明保護層側の面を1000往復擦った。試験後の試料の保護層への傷、剥離の有無を目視で評

50

価し、以下の評価基準に従い、評価した。

○：表面に傷が認められないもの、および細かい傷が認められるが剥離は生じていないもの

×：表面に多数の傷や剥離が認められるもの

【0061】

<耐塩水性試験>

赤外線反射フィルムの透明フィルム基材側の面を、厚み25 μmの粘着剤層を介して3 cm × 3 cmのガラス板に貼り合せたものを試料として用いた。この試料を5重量%の塩化ナトリウム水溶液に浸漬し、試料および塩化ナトリウム水溶液が入った容器を50の乾燥機に入れ、5日後に放射率の変化および外観の変化を確認し、以下の評価基準に従って評価した。

○：5日間浸漬後も外観変化なく、かつ放射率の変化が0.05以下であるもの

×：5日間浸漬後に、外観の変化が確認され、放射率の変化が0.05以上であるもの

【0062】

[実施例1]

(赤外線反射層の形成)

厚み50 μmのポリエチレンテレフタレートフィルム(東レ製 商品名「ルミラー U48」、可視光透過率93%)を透明フィルム基材として用いた。この基材の一方の面に、巻取式スパッタ装置を用いて、赤外線反射層が形成された。詳しくは、DCマグネトロンスパッタ法により、インジウム-亜鉛複合酸化物(IZO)からなる膜厚30 nmの第一金属酸化物層、Ag-Pd合金からなる膜厚15 nmの金属層、IZOからなる膜厚30 nmの第二金属酸化物層が順次形成された。金属酸化物層の形成には、酸化インジウムと酸化亜鉛を90:10の重量比で焼結させた酸化物ターゲットが用いられ、電力密度:4 W/cm²、Arガス/O₂ガス導入量:300 sccm/3 sccm、プロセス圧力:0.4 Paの条件でスパッタが行われた。金属層の形成には、銀:パラジウムを99.5:0.5の重量比で含有する金属ターゲットが用いられた。

【0063】

(保護層の形成)

赤外線反射層上に、水素化ニトリルゴム(HNBR)からなる保護層が4 μmの厚みで形成された。詳しくは、アクリロニトリルと1,3-ブタジエンの共重合体が水素化された水素化ブタジエンゴム(k:l:m=20.8:74.5:4.7)10重量部を90重量部のメチルエチルケトンに溶解したものを塗布液として用いた。この塗布液がアプリケーション用塗布機を用いて赤外線反射層上に塗布され、120℃で4分間乾燥後、窒素雰囲気下で、加速電圧125 kV、積算照射量100 kGyの電子線が照射され、架橋が行われた。

【0064】

(押し込み硬度の測定)

赤外線反射フィルムの透明フィルム基材側の面を、接着剤層を介して1.5 cm × 1.5 cmのライドガラスに貼り合せて、インデンテーション試験用試料を作製した。この試験用試料の透明保護層側が表面側となるように、観察式微小材料評価システム(三弘製、製品名「マイクロインデントスコープ M I S - 2 0 0 0」)のステージ上に固定した。透明保護層表面側から、パーコピッチ型のダイヤモンド製圧子を、押し込み速度0.1 μm/秒で、押し込み深さが3 μmになるまで押し込んだ状態での押し込み荷重と、圧子の接触投影面積を求めた。この測定によって求められた押し込み荷重Pと接触投影面積Aから、式: $H = P / A$ に基づいて算出された透明保護層表面の押し込み硬度Hは、3.5 MPaであった。なお、電子線照射前の透明保護層の押し込み硬度Hを同様の試験法により測定したところ、1.2 MPaであった。

【0065】

[実施例2]

第一金属酸化物層および第二金属酸化物層として、IZOに代えて、亜鉛-錫複合酸化

10

20

30

40

50

物(ZTO)からなる膜厚30nmの金属酸化物層が形成されたこと以外は、実施例1と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。ZTO金属酸化物層の形成には、酸化亜鉛と酸化錫と金属亜鉛粉末とを、10:82.5:7.5の重量比で焼結させた金属含有酸化物ターゲットが用いられ、電力密度:4W/cm²、Arガス/O₂ガス導入量:300sccm/3sccm、プロセス圧力:0.4Paの条件でスパッタが行われた。

【0066】

[実施例3]

(基材へのハードコート層の形成)

厚みが50μmのポリエチレンテレフタレートフィルム(東レ製 商品名「ルミラーU48」、可視光透過率93%)の一方の面に、アクリル系の紫外線硬化型ハードコート層(日本曹達製、NH2000G)が2μmの厚みで形成された。詳しくは、グラビアコーターにより、ハードコート溶液が塗布され、80℃で乾燥後、超高圧水銀ランプにより積算光量300mJ/cm²の紫外線が照射され、硬化が行われた。

10

【0067】

(赤外線反射層の形成)

ポリエチレンテレフタレートフィルム基材のハードコート層上に、巻取式スパッタ装置を用いて、赤外線反射層が形成された。詳しくは、DCマグネトロンスパッタ法により、亜鉛-錫複合酸化物(ZTO)からなる膜厚30nmの第一金属酸化物層、Ag-Pd合金からなる膜厚15nmの金属層、ZTOからなる膜厚30nmの第二金属酸化物層が順次形成された。ZTO金属酸化物層の形成は、実施例2と同様の条件で行われた。金属層の形成には、銀:パラジウムを97:3の重量比で含有する金属ターゲットが用いられた。

20

【0068】

(保護層の形成)

赤外線反射層上に、フッ素系の紫外線硬化型樹脂からなる保護層が30nmの厚みで形成された。詳しくは、フッ素系ハードコート樹脂溶液(JSR製、JUA204)の固形分100重量部に対して、リン酸エステル化合物(日本化薬製、商品名「KAYAMERPM-21」)を5重量部添加した溶液を、アプリケーターを用いて塗布し、60℃で1分間乾燥後、窒素雰囲気下で超高圧水銀ランプにより積算光量400mJ/cm²の紫外線が照射され、硬化が行われた。

30

【0069】

[比較例1]

金属層の形成に、銀:パラジウムを95:5の重量比で含有する金属ターゲットが用いられたこと以外は、実施例1と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【0070】

[比較例2]

金属層の形成に、銀からなる金属ターゲットが用いられたこと以外は、実施例1と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【0071】

[比較例3]

透明保護層として、厚み4μmのアクリル系ハードコート層が形成されたこと以外は、実施例1と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。アクリル系ハードコート層は、グラビアコーターにより、赤外線反射層上にアクリル系のハードコート溶液(DIC製 商品名「PC1097」)を塗布し、80℃で2分間乾燥後、超高圧水銀ランプにより積算光量400mJ/cm²の紫外線を照射することにより形成された。

40

【0072】

[比較例4]

金属層の形成に、銀:銅を90:10の重量比で含有する金属ターゲットが用いられたこと以外は、実施例1と同様にして赤外線反射フィルムが形成された。

【0073】

50

[比較例 5]

赤外線反射層上に透明保護層が形成されなかったこと以外は、実施例 1 と同様にして赤外線反射フィルムが形成された。

【 0 0 7 4 】

[比較例 6]

第一金属酸化物層および第二金属酸化物層の形成に、酸化亜鉛ターゲットが用いられたこと以外は、実施例 3 と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【 0 0 7 5 】

[比較例 7]

第一金属酸化物層および第二金属酸化物層の形成に、酸化インジウムと酸化錫とを、90 : 10 の重量比で焼結させた金属含有酸化物ターゲットが用いられ、これらの金属酸化物層の製膜厚みが 40 nm に変更されたこと以外は、実施例 3 と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【 0 0 7 6 】

[比較例 8]

赤外線反射層の形成において、第一金属酸化物層と金属層との間、および金属層と第二金属酸化物層との間に、ニッケルとクロムとを 80 : 20 の重量比で含有する金属ターゲットを用いたスパッタ法により、Ni - Cr 合金層が、それぞれ 3 nm の膜厚で製膜され、赤外線反射層が、ITO / Ni - Cr / Ag - Pd / Ni - Cr / ITO の 5 層構成とされた。それ以外は、比較例 7 と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【 0 0 7 7 】

[比較例 9]

透明保護層の厚みが 20 μm に変更されたこと以外は、実施例 2 と同様にして赤外線反射フィルムが作製された。

【 0 0 7 8 】

上記各実施例および比較例の赤外線反射フィルムの評価結果を表 1 に示す。なお、表 1 中の金属層および金属酸化物層の組成は、いずれも重量比である。

【 0 0 7 9 】

10

20

【 表 1 】

	金属層	金属酸化物層	保護層		可視光線透過率 (%)	遮蔽係数	修正放射率	耐擦傷性	耐塩水性
			材質	厚み					
実施例1	Ag: Pd=99.5:0.5	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	HNBR	4μm	71	0.56	0.15	○	○
実施例2	Ag: Pd=99.5:0.5	SnO ₂ : ZnO=81:19	HNBR	4μm	71	0.56	0.15	○	○
実施例3	Ag: Pd=97:3	SnO ₂ : ZnO=81:19	フッ素ポリマー	60nm	69	0.59	0.08	○	○
比較例1	Ag: Pd=95:5	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	HNBR	4μm	66	0.58	0.07	○	○
比較例2	Ag	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	HNBR	4μm	72	0.56	0.17	○	×
比較例3	Ag: Pd=99.5:0.5	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	アクリルポリマー	4μm	71	0.56	0.50	○	○
比較例4	Ag: Cu=90:10	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	HNBR	4μm	70	0.62	0.16	○	○
比較例5	Ag: Pd=99.5:0.5	In ₂ O ₃ : ZnO=90:10	—	—	79	0.57	0.06	×	×
比較例6	Ag: Pd=97:3	ZnO	フッ素ポリマー	60nm	62	0.52	0.08	○	×
比較例7	Ag: Pd=97:3	In ₂ O ₃ : SnO ₂ =90:10	フッ素ポリマー	60nm	69	0.56	0.15	○	×
比較例8	Ag: Pd=97:3 Ni: Cr=80:20	In ₂ O ₃ : SnO ₂ =90:10	フッ素ポリマー	60nm	54	0.57	0.08	○	○
比較例9	Ag: Pd=99.5:0.5	SnO ₂ : ZnO=81:19	HNBR	20μm	68	0.56	0.24	○	○

【 0 0 8 0 】

金属層中の Ag 含有量が小さい比較例 1 では、可視光線透過率の低下がみられた。一方、金属層が純銀からなる比較例 2 では、耐久性の低下がみられた。

【 0 0 8 1 】

透明保護層の材料としてアクリル系のハードコート層が用いられた比較例 3 では、放射

10

20

30

40

50

率の上昇がみられた。これはアクリル系樹脂が、分子中に C = O 結合を多数有しており、遠赤外線吸収量が多いためであると推定される。また、比較例 9 では、透明保護層の材料として水素化ニトリルゴムが用いられたが、厚みが 20 μm と大きいため、遠赤外線の吸収量が増大し、放射率の上昇がみられた。一方、透明保護層が形成されなかった比較例 5 では、保護層による遠赤外線吸収が生じないために、放射率が小さいものの、耐久性が劣っていた。

【0082】

金属層として銀と銅の合金層が用いられた比較例 4 では、可視光線透過率は高いものの、遮蔽係数の低下がみられた。これは、銀の含有量が少ないために、赤外線反射層の反射率に適切な波長選択性を持たせることができず、可視光線と近赤外線の両方の透過率が高いためであると推定される。一方、Ag - Pd 合金層が Ni - Cr 合金層に挟持された 3 層構成の金属層が用いられた比較例 8 では、可視光線透過率の低下がみられた。

10

【0083】

金属酸化物層として、ITO が用いられた比較例 7 では、可視光線透過率が低く、赤外線吸収層の耐久性も不十分であった。一方、金属酸化物層として酸化亜鉛が用いられた比較例 7 でも可視光線透過率および耐久性の低下がみられた。これらの結果から、可視光線透過率が高く、かつ耐久性に優れる赤外線反射層を形成するためには、金属酸化物の材料として、酸化亜鉛を含有する複合酸化物を用いることが好ましいことがわかる。

【0084】

実施例 1 ~ 4 の赤外線反射フィルムは、いずれも可視光線透過率および遮蔽係数が高く、放射率が小さく、かつ耐久性に優れるものであった。中でも、透明保護層に水素化ニトリルゴムが用いられた実施例 1, 2 は、70% を超える高い可視光線透過率を示した。

20

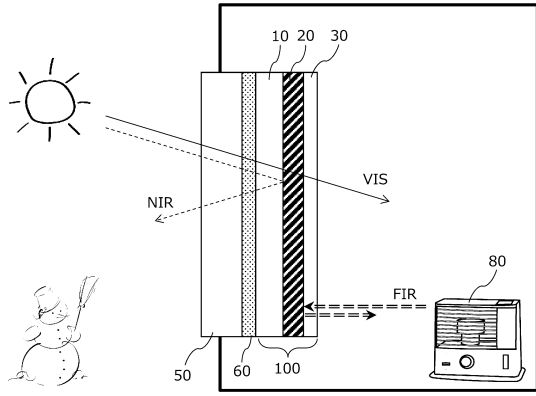
【符号の説明】

【0085】

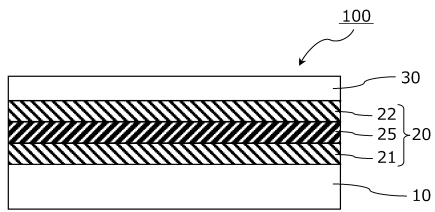
- 100 : 赤外線反射フィルム
- 10 : 透明フィルム基材
- 20 : 赤外線反射層
- 21, 22 : 金属酸化物層
- 25 : 金属層
- 30 : 保護層
- 60 : 接着剤層

30

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

- (74)代理人 100120525
弁理士 近藤 直樹
- (74)代理人 100164530
弁理士 岸 慶憲
- (72)発明者 藤澤 潤一
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
- (72)発明者 大森 裕
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
- (72)発明者 渡邊 聖彦
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

審査官 中山 基志

- (56)参考文献 特開2007-165593(JP,A)
特開2006-334787(JP,A)
特開2000-117871(JP,A)
特表2013-521160(JP,A)
特開2000-229381(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- B32B1/00-43/00
C03C15/00-23/00
G02B5/20-5/28