

## 塗膜形成によるシリカ厚膜の新製法

### 従来困難だったゾル・ゲル法でのシリカ系厚膜作製

特許 第3733421号 (出願2002.3)

#### 目的と効果

ゾル・ゲル法によってシリカ・ベースの厚膜を作製することは、これまでかなり困難とされてきました。膜を作製する際にSi-C結合を含む物質を添加せずに、「緻密性」「密着性」「柔らかすぎない」の条件を満たそうとすると膜厚の限界は1μm程度といわれ、Si-C結合を含む物質をたくさん添加しても、膜厚10μmを超えることは困難でした。

この新技術は、Si-C結合を含む物質を多く添加せずに、10μmを超える厚膜を基板上に形成し、かつ基板との密着性・耐熱性に優れた、シリカを主成分とする塗膜形成用材料を提供するものです。

#### [適用分野]

- 様々な分野で用いられる各種基板（金属、ガラス、ポリマーほか）への、緻密性・密着性のあるシリカ・ベース厚膜に適用できます。マイクロ/メソ（あるいはナノ）構造の導入も可能と思われます。

#### 技術の概要、特徴

TEOS（テトラエチルオルトシリケート）などのシリコン・アルコキシドに、PDMS（ポリジメチルシロキサン）を少ない重量割合で添加し、水分は人為的には添加せず、120~200℃程度で加熱すると、ほぼ無色透明でやや粘性のある液体が得られます。これを基板に塗布した後、加熱し、制御された雰囲気（湿潤雰囲気）に曝すことで厚膜が形成されます。必要に応じて、Si-C結合を多く含まない有機物（例えば脂肪酸など）、粉末など（例えば石英粉末）を添加することができます。条件を選べば数mm厚のものも作れます。適用できる基板の種類は多様で、金属、ガラス、セラミックス、ポリマーなど、ほとんどあらゆる基板上にシリカ膜を形成できます。多くの場合、基板の湿気を取り除いたあと、塗布・製膜を行うのが好ましく、また、多くの場合、製膜段階で湿潤雰囲気に曝すことで、しっかりした膜が得られます。条件によって、持続する強い撥水性を持たせることも可能です。詳細な最適条件はケースバイケースです。

#### 発明者からのメッセージ

TEOSとPDMSとは反応しないように思えますが、フラスコ中で混合して加熱すると、粘性の上昇など、確かに変化が起こります。精密な条件下での実験を行い、現象を解明することは興味深いことです。密着性の発現機構の解明も重要です。

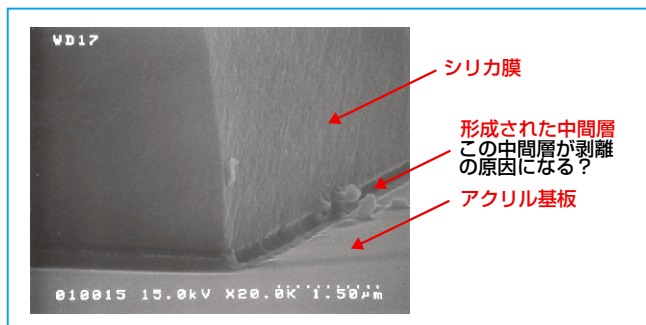


図1 アクリル基板上に、最適ではない条件で厚膜を作製し、一部剥離したものの。附着している部分は、基板とシリカ膜の間に薄い中間層のようなものが形成されている。

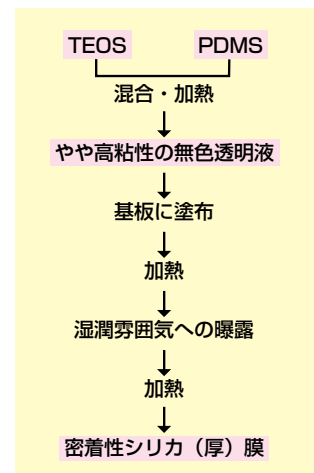


図2 標準的な処理フロー（混合比、加熱などの条件は様々）

#### IDEA

産総研が所有する特許のデータベース

<http://www.aist.go.jp/aist-idea/>