

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

論題(和文)	SiO <sub>2</sub> 微粒子添加・有機無機ハイブリッド膜による撥水基板の作製
Title(English)	
著者(和文)	石田悠宗, 梅田雅史, 岸哲生, 矢野哲司, 柴田修一
Authors(English)	Yuso Ishida, Masashi Umeda, Tetsuo Kishi, Tetsuji Yano, SHUICHI SHIBATA
出典(和文)	ガラスおよびフォトニクス材料討論会講演予稿集, , , p. 106-107
Citation(English)	, , , p. 106-107
発行日 / Pub. date	2010, 12

○石田悠宗、梅田雅史、岸哲生、矢野哲司、柴田修一  
(東工大)

**Preparation of Super-hydrophobic Substrates by Incorporating SiO<sub>2</sub> Particle into Organic-Inorganic Hybrid Film** / ○ Y. Ishida, M. Umeda, T. Kishi, T. Yano, S. Shibata (Tokyo Inst. of Tech.) / Mono-dispersed and aggregated SiO<sub>2</sub> particles were prepared by the Stöber method. SiO<sub>2</sub> particles were incorporated into a hybrid sol and the hybrid films were prepared by the dip-coating technique onto slide glass substrates with various pulling rates. Resultant films were coated with evaporated fluoroalkylsilane (FAS) to give hydrophobic property. Hydrolyzed TMOS sol droplets containing 90mol% water were titrated on the substrates. With increasing Ra of films, sol droplets showed high contact angles, and after solidification different-shaped SiO<sub>2</sub> gel superspheres were obtained.

問合せ : e-mail ishida.y.aa@m.titech.ac.jp

**【諸言】** 著者らは、ガラス粉末をカーボン基板上で加熱・軟化させ、表面張力を利用して超半球ガラスを得る Surface-tension Mold 法(StM 法)を報告した[1]。超半球ガラスには、レーザー発振、光増幅などの機能性を付与することができる。さらに、StM 法の原理をゾル-ゲル法に適用することを試みた。ナノメートルサイズの SiO<sub>2</sub> 微粒子を泳動電着法により堆積させた撥水基板を用意し、ゾルを滴下・固化させることで、数十マイクロメートルサイズの超半球 SiO<sub>2</sub> ゲルが得られ、加熱により超半球シリカガラスが得られることを報告してきた[2]。

本研究では、有機・無機ハイブリッド材料にサブミクロンサイズの SiO<sub>2</sub> 微粒子を添加し、スライドガラス上に膜を形成後、FAS 蒸着により撥水することで、凹凸の大きさが異なる(Ra 値が異なる)撥水性基板の作製を検討した。さらに、キャピラリーより、ナノリットル容量の SiO<sub>2</sub> ゾル液滴を撥水性基板上に滴下し固化させて、形状の異なる各種超半球 SiO<sub>2</sub> 固体状ゲルが得られることを明らかにした。

**【実験】** Stöber 法により、イソプロパノールを溶媒として水、アンモニア、TEOS の濃度を変化させながら SiO<sub>2</sub> 微粒子を作製した。ビニルトリエトキシシラン(VTES)、3-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン(MOPS)、TMOS およびチタンテトライソプロポキシド(TTIP)を原料として 35VTES-35MOPS-15TMOS-15TTIP ゾルを作製し SiO<sub>2</sub> 微粒子を添加、ディップコーティング法によりスライドガラス上に薄膜を形成した。得られた膜の凹凸を表面粗さ計により測定した。基板に撥水性を付与するためトリデカフルオロ-1,1,2,2-テトラヒドロオクチルトリエトキシシラン(FAS13)を薄膜上に気相吸着させた。90mol%の水を添加した TMOS ゾルを調製し、撥水処理を施したガラスキャピラリーを用いナノリットルオーダーのゾル液滴を基板上に滴下し、滴下直後と固化後の接触角を求めた。

**【結果と考察】** (a)TEOS : NH<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O = 0.28 : 2.82 : 8.00 (モル比)、(b)TEOS : NH<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O = 0.90 : 1.46 : 9.87 で、2つの異なる組成の原料により得られた SiO<sub>2</sub> 微粒子の SEM 写真を Fig. 1 に示す。(a)はサブミクロンの SiO<sub>2</sub> 微粒子一次粒子が単分散状態で、また(b)では微粒子が凝集している。Fig. 2 に引き上げ速度を変化させて作製した膜の表面プロファイルを示す。(a)では引き上げ速度に依存せず平滑な膜となったが、(b)凝集微粒子添加膜では、大きな凹凸が見られ、引き上げ速度が増加するにつれ Ra (算術平均粗さ)も大きくなっている。異なる Ra 値を有する基板に TMOS ゾルを滴下した(Fig. 3)。比較のためにミリメートルサイズの水の接触角の値を実線で示す。水の接触角は 140°以上であり Ra により変化せず、微小なゾル液滴では Ra の増加につれて接触角は 40°~130°と増大した。固化後もこの傾向は保たれ Ra = 6.6μm の膜上で接触角約 120°、粒径数十マイクロンの超半球シリカゲルが得られた。本実験により超半球形状を得るための撥水基板作製には、凝集した SiO<sub>2</sub> 微粒子添加

が不可欠であり、膜厚、Raにより微細な凹凸が変化し液滴の接触角が変わることが確認された。水滴とゾル液滴の結果から、サイズによって接触角が変わることは、ミクロな領域で膜中に SiO<sub>2</sub> 微粒子が偏在していることを示している。さらに撥水膜の均一性を得るため、SiO<sub>2</sub> 微粒子添加ハイブリッド基板の形成メカニズムの解明を検討している。

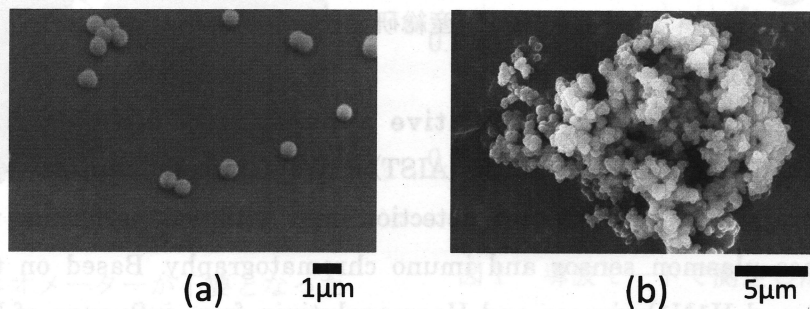


Fig. 1 SEM images of SiO<sub>2</sub> particles.

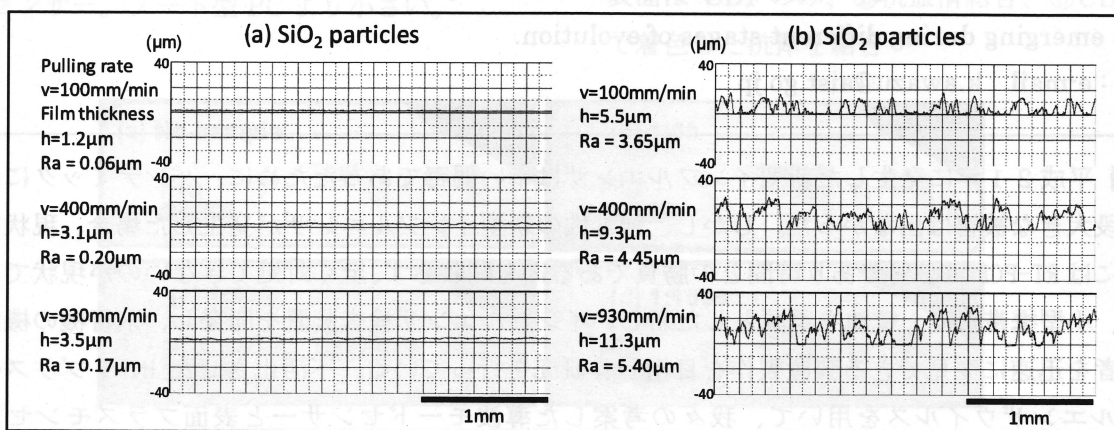


Fig. 2 Surface profiles of silica particle added films.

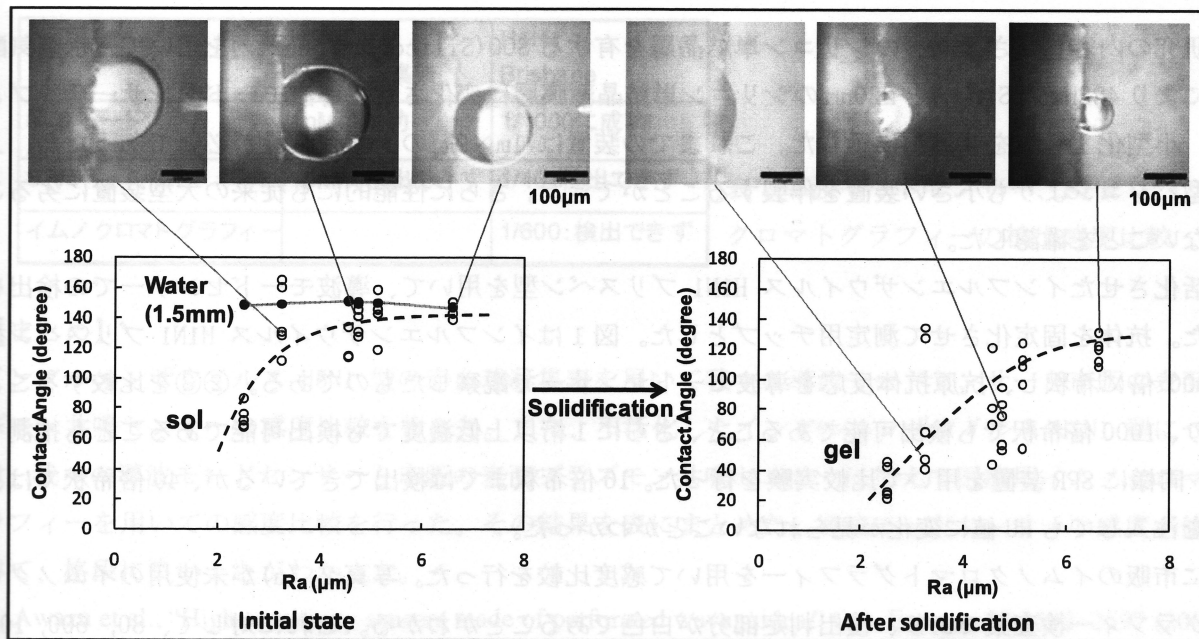


Fig. 3 Contact angles of sol droplets and gel superspheres as a function of Ra.

参考文献

- [1] T. Yano, S. Shibata, T. Kishi, *Appl. Phys. B*, 83,167 (2006)
- [2] M. Umeda, H. Segawa, T. Yano, S. Shibata, H. Ogihara, T. Saji, *STAC3*, 16pP059 (2009)