



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102917996 A

(43) 申请公布日 2013. 02. 06

(21) 申请号 201180026138. 3

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2011. 05. 20

G03C 11/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

G03C 23/00 (2006. 01)

2010-126329 2010. 06. 01 JP

(85) PCT申请进入国家阶段日

2012. 11. 27

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2011/062151 2011. 05. 20

(87) PCT申请的公布数据

W02011/152288 EN 2011. 12. 08

(71) 申请人 佳能株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 高岛健二 张祖依 小谷佳范

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 李英

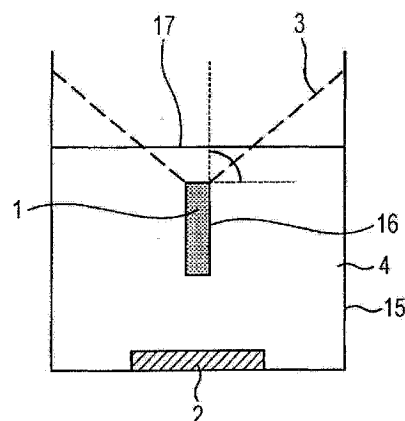
权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 2 页

(54) 发明名称

多孔玻璃的制备方法

(57) 摘要

本发明提供多孔玻璃的制备方法,包括用酸溶液选择性地蚀刻相分离的玻璃,其中该方法使得加工时间变短并且抑制凝胶状二氧化硅残留和沉积在多孔部的孔隙中。多孔玻璃的制备方法包括:将相分离的玻璃浸入含有酸溶液的浴中;将由该相分离的玻璃的要多孔化的表面与浴液体表面形成的角 θ 设定为 10° - 90° ;和用超声波照射该浴以将该相分离的玻璃蚀刻,由此得到该多孔玻璃。



1. 多孔玻璃的制备方法,该方法包括:
将相分离的玻璃浸入含有酸溶液的浴中;
将由该相分离的玻璃的要多孔化的表面与浴液体表面形成的角 θ 设定为 10° - 90° ;
和
用超声波照射该浴以将该相分离的玻璃蚀刻,由此得到该多孔玻璃。
2. 根据权利要求 1 的方法,其中用放置在该浴的底部上的产生该超声波的超声波源进行该用超声波照射该浴。
3. 根据权利要求 1 或 2 的方法,其中该酸溶液的浓度为 0.1mol/L - 5mol/L 。
4. 根据权利要求 1-3 的任一项的方法,其中在 28kHz - 200kHz 的振荡频率和 100W - $2,000\text{W}$ 的输出功率下进行该用超声波照射。

多孔玻璃的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及多孔玻璃的制备方法,更具体地,涉及包括用超声波照射相分离的玻璃的同时用酸溶液选择性地蚀刻该相分离的玻璃的多孔玻璃的制备方法。

背景技术

[0002] 利用相分离现象的多孔玻璃的制备通常通过如下方式进行:通过将成型的玻璃在高温下保持长时间的热处理诱发相分离现象,用酸溶液蚀刻该玻璃以将贫二氧化硅相洗脱。多孔玻璃的骨架主要由氧化硅形成。利用相分离现象制备多孔玻璃的方法中,将主要含有氧化硅、氧化硼和碱金属氧化物的硼硅酸盐玻璃用作起始材料。

[0003] 通过将玻璃在高温下保持长时间(以下称为“相分离热处理”)而诱发相分离的玻璃称为相分离的玻璃。通过用酸溶液对该相分离的玻璃选择性地蚀刻而得到多孔玻璃。通常,进行蚀刻需要1天以上。此外,凝胶状二氧化硅可能沉积和残留在蚀刻后得到的多孔玻璃的孔隙中。

[0004] NPL 1公开了例如通过改变酸的浓度以除去凝胶状二氧化硅来抑制凝胶状二氧化硅的沉积的方法。但是,取决于酸的浓度,玻璃可能开裂。

[0005] 进而,PTL 1公开了用氢氟酸蚀刻玻璃基板时向玻璃基板施加超声波,由此除去蚀刻过程中从该玻璃基板产生的反应产物的方法。但是,通过相分离现象得到的多孔产物的孔隙的直径为几nm至几百nm,因此没有公开加速凝胶状二氧化硅的除去或防止凝胶状二氧化硅残留和沉积在那个区域中的方法。此外,该方法中使用的氢氟酸的处理不容易。

[0006] 引用列表

[0007] 专利文献

[0008] PTL 1:日本专利申请公开 No. 2004-190043

[0009] 非专利文献

[0010] NPL 1:“New glass and physical properties thereof”,第2章,第51页,由Tetsuro Izumitani 编辑

发明内容

[0011] 技术问题

[0012] 为了解决上述问题而完成了本发明。本发明的目的在于提供多孔玻璃的制备方法,包括用酸溶液选择性地蚀刻相分离的玻璃,其中该方法能够使处理时间缩短并且抑制凝胶状二氧化硅残留和沉积在多孔部的孔隙中。

[0013] 问题的解决方案

[0014] 为了解决上述问题,根据本发明,多孔玻璃的制备方法包括:将相分离的玻璃浸入含有酸溶液的浴中;将由该相分离的玻璃的要多孔化的表面与浴液体表面形成的角 θ 设定为 10° - 90° ;和用超声波照射该浴以将该相分离的玻璃蚀刻,由此得到该多孔玻璃。

[0015] 本发明的有利效果

[0016] 根据本发明,能够提供通过用酸溶液蚀刻相分离的玻璃来制备多孔玻璃的方法,其中该方法能够使处理时间缩短并且抑制凝胶状二氧化硅残留和沉积在多孔部的孔隙中。

[0017] 由以下参照附图对例示实施方案的说明,本发明进一步的特点将变得清楚。

附图说明

[0018] 图 1 是表示根据本发明的多孔玻璃的制备方法的一个实施方案的示意图。

[0019] 图 2A 和 2B 是实施例 1 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。

[0020] 图 3A 和 3B 是实施例 2 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。

[0021] 图 4 是比较例 1 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。

[0022] 图 5A 和 5B 是比较例 2 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。

具体实施方式

[0023] 以下对进行本发明的一个实施方案进行说明。

[0024] 根据本发明,多孔玻璃的制备方法包括:将相分离的玻璃浸入含有酸溶液的浴中;将由该相分离的玻璃的要多孔化的表面与浴液体表面形成的角 θ 设定为 10° - 90° ;和用超声波照射该浴以将该相分离的玻璃蚀刻,由此得到该多孔玻璃。

[0025] 用于利用相分离现象制备多孔玻璃的已知材料为,例如,主要含有氧化硅、氧化硼和碱金属氧化物并且用作起始材料的硼硅酸盐玻璃。通常,以 SiO_2 、 B_2O_3 和 M_2O (M 为碱金属元素) 的重量比表示硼硅酸盐玻璃。

[0026] 具有特定组成的硼硅酸盐玻璃经历相分离现象,其中在施加热度的过程中玻璃分离为主要含有氧化硅的氧化硅玻璃相和主要含有氧化硼和碱金属氧化物的硼硅酸盐玻璃相。本说明书中将经历了相分离现象的玻璃称为相分离的玻璃。相分离的硼硅酸盐玻璃为,例如, SiO_2 (55-80 重量%) - B_2O_3 - Na_2O - (Al_2O_3) - 基玻璃、 SiO_2 (35-55 重量%) - B_2O_3 - Na_2O - 基玻璃、 SiO_2 - B_2O_3 - CaO - Na_2O - Al_2O_3 - 基玻璃、 SiO_2 - B_2O_3 - Na_2O - RO (R :碱土金属、 Zn) - 基玻璃、和 SiO_2 - B_2O_3 - CaO - MgO - Na_2O - Al_2O_3 - TiO_2 (至多含有 49.2mol% 的 TiO_2) 硼硅酸盐玻璃。

[0027] 将玻璃在约 500°C - 700°C 的温度下保持几小时至几十小时,通常显现相分离现象。本说明书中将该加热称为相分离加热。特定的组成中,即使不进行相分离加热,也可获得相分离的玻璃。取决于温度和保持时间、或者热处理条件的组合,相分离的显现状态变化,进而,获得多孔玻璃时的孔隙大小和孔隙密度变化。

[0028] 关于作为经历了相分离的相分离的玻璃的硼硅酸盐玻璃,主要含有氧化硼和碱金属氧化物的硼酸盐玻璃相可溶于酸溶液中。因此,通过酸处理,可溶相反应,只有主要含有氧化硅的氧化硅玻璃相作为骨架残留以形成多孔产物。这对应于选择性蚀刻。

[0029] 用酸溶液的选择性蚀刻通常需要长时间例如几小时至几十小时。进而,即使通过选择性蚀刻将作为主要含有氧化硼和碱金属氧化物的硼酸盐玻璃相的可溶相洗脱,凝胶状二氧化硅也可能残留和沉积在孔隙中。

[0030] 作为抑制凝胶状二氧化硅的沉积的方法,考虑调节酸溶液的浓度的方法。但是,如果使酸的浓度过度地增加,蚀刻过程中玻璃开裂的危险增加。另一方面,如果使酸的浓度过度地降低,该酸与可溶相之间的反应无法顺利地进行,这使蚀刻速度显著降低。

[0031] 图 1 是表示根据本发明的多孔玻璃的制备方法的一个实施方案的示意图。根据本

发明的多孔玻璃的制备方法是选择性蚀刻以使相分离的玻璃 1 多孔化的方法,其中该蚀刻包括:将该相分离的玻璃 1 浸入含有酸溶液 4 的浴 15 中;将由该相分离的玻璃的要多孔化的表面 16 与浴液体表面 17 形成的角 θ 设定为 10° - 90° ;和从超声波源 2 用超声波照射该浴。将吊在丝 3 上的相分离的玻璃 1 浸入酸溶液 4 中。优选从放置在该浴的底部上的用于产生超声波的超声波源用超声波照射该浴。

[0032] 上述构成能够缩短处理时间并且提供抑制凝胶状二氧化硅残留和沉积在多孔部的孔隙中的多孔玻璃。尽管机理尚不清楚,但认为如下所述。

[0033] 为了加速相分离的玻璃的蚀刻处理,优选玻璃表面附近的酸溶液在全部时间为纯且未反应的酸溶液,即,不含反应后的副产物。于是,考虑以下内容。将超声波施加于相分离的玻璃的表面附近时,对相分离的玻璃的表面附近的溶液提供有振动,反应的酸溶液经历对流,并且未反应的酸溶液在玻璃表面附近流动。进而,反应后形成可溶相部分的物质从孔隙中流出。这种情况下,超声波与相分离的玻璃的表面平行(角 θ 为 90°)时,每次其到达表面就将洗脱物质除去。另一方面,认为超声波与该表面垂直(角 θ 为 0°)时,防止洗脱物质的流动,凝胶状二氧化硅残留并沉积。

[0034] 用超声波照射中,将照射源放置在酸溶液的浴的底表面或壁表面上。无论从哪个表面照射该浴,由于从该浴的壁表面等的反射,可从各个方向用超声波照射玻璃。因此,只要优先选择性地蚀刻的相分离的玻璃表面不基本上与浴液体表面平行,即,由相分离的玻璃的优先多孔化的表面 6 和浴液体表面 7 形成的角 θ 为 10° 以上(90° 以下)、优选 45° 以上(90° 以下)、更优选 60° 以上(90° 以下),可从与玻璃表面平行的方向用超声波照射玻璃表面以加速蚀刻。

[0035] 此外,将相分离的玻璃的优先多孔化的表面放置以与浴的液体表面基本上平行并且彼此相对的情况下,重力可抑制洗脱的凝胶状二氧化硅从孔隙中流出并且凝胶状二氧化硅可沉积和残留在孔隙中。为了防止这点,优选由相分离的玻璃的优先多孔化的表面和液体表面形成的角 θ 为 10° - 90° 。

[0036] 用于照射的振荡频率和输出功率可是通常的超声清洁器中使用的那些。优选地,在 28kHz-200kHz 的振荡频率和 100W-2,000W 的输出功率下进行用超声波的照射。输出功率小于 100W 时,实际的除去效果降低,输出功率超过 2,000W 时,断裂的危险增加。此外,在具有百万赫兹(MHz)级的频率的超声波下,不能除去具有约 10nm-100nm 的孔隙大小的沉淀物。进而,频率小于 28kHz 时,输出功率为 100W 时发生损伤的危险高。

[0037] 用于蚀刻的酸溶液为盐酸、硫酸、磷酸或硝酸,将玻璃浸入其中以将贫二氧化硅相溶解。酸溶液的浓度为 0.1mol/L-5mol/L (0.1-5N)、优选 0.5mol/L-2mol/L (0.5-2N)。如果需要,为了调节反应速度和在表面上的保持功能,表面层的处理温度能够设定在 -5°C 至 90°C 的范围内。

[0038] 优选地,浸入酸溶液中后,为了将附着于多孔玻璃的酸除去并且将残留而没有洗脱的可溶层除去,用水对多孔玻璃进行漂洗。

[0039] 将表面改性层除去并且完成选择性蚀刻后得到的玻璃的多孔结构能够通过观察程序例如 SEM 或孔隙分布测定例如水银压入法确认。

[0040] 采用根据本发明的玻璃的制备方法形成的具有孔隙的玻璃具有基于氧化硅的旋节线结构。相分离被分类为旋节线型和双结点型。由旋节线型相分离得到的多孔玻璃的孔

隙是例如如图 2B 中所示的从表面连接到内部的贯穿孔隙。将如图 2B 中所示那样连续形成氧化硅主要组分的骨架的结构称为“基于氧化硅的旋节线结构”。由基于氧化硅的旋节线结构形成从表面连接到内部的贯穿孔隙。双结点型相分离提供具有封闭孔隙的结构。公知孔隙大小和它们的分布能够取决于玻璃制备过程中热处理的条件来控制。相分离现象中,优选提供具有从表面连接到内部的贯穿孔隙的多孔结构,即所谓的旋节线结构的旋节线型相分离。

[0041] 对多孔玻璃的平均孔隙大小并无特别限制,优选落在 1nm-1 μm、特别是 2nm-0.5 μm、尤其是 10nm-0.1 μm 的范围内。该玻璃优选具有通常 10-90%、特别是 20-80% 的孔隙率。

[0042] 对其中形成有孔隙的玻璃的形状并无特别限制,该玻璃为,例如,管状或板状的膜状成型体。可取决于例如玻璃的用途来适当地选择这些形状。

[0043] 其中形成有孔隙的玻璃预期用于用途例如吸附剂、微载体、分离膜和光学材料,原因在于能够均匀地控制其多孔结构并且其孔隙大小能够均在某范围内变化。

[0044] 接下来,对本发明的实施例进行说明。

[0045] 以下通过实施例对本发明更具体地说明,但本发明并不限于下述实施例。

[0046] (相分离的玻璃的制备例 1-3)

[0047] 为了示出本发明的实施例和比较例,用如表 1 中所示的氧化物的组成制备相分离的玻璃。作为硅、硼、钠和铝的材料化合物,分别使用二氧化硅粉末(SiO_2)、氧化硼(B_2O_3)、碳酸钠(Na_2CO_3)和氧化铝(Al_2O_3)。将各个材料化合物的混合粉末放置在铂坩埚中并且在 1500℃ 下熔融 24 小时。然后,将温度降低到 1300℃,并且将产物倒入石墨模具中。在空气将该模具冷却 20 分钟以得到硼硅酸盐玻璃。

[0048] 将这样得到的硼硅酸盐玻璃块体切割为 40mm×30mm×13mm,并且将两表面磨光为镜面精加工面。在表 2 中所示的各条件下在电炉中对这样加工的玻璃进行相分离处理。

[0049] 表 1

[0050]

玻璃名称	SiO_2 wt%	B_2O_3 wt%	Na_2O wt%	Al_2O_3 wt%
制备例 1	64	30	6	—
制备例 2	65	27	8	—
制备例 3	64	26	7	3

[0051] 表 2

[0052]

玻璃名称	相分离处理温度℃	相分离处理时间 H
制备例 1	600	50
制备例 2	600	50

制备例 3	560	50
-------	-----	----

[0053] (实施例 1)

[0054] 使用制备例 1 的相分离的玻璃进行玻璃蚀刻。通过将该相分离的玻璃切割为 $15\text{mm} \times 15\text{mm}$ 而得到要使用的样品。

[0055] 用酸进行蚀刻中,将 50g 的 1mol/L 硝酸用作酸溶液。将硝酸放入由聚丙烯制成的容器中,并且将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角 θ 成为 90° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央。将该聚丙烯容器覆盖并且从溶液下部施加超声波。施加的超声波具有 130W 的超声波输出和 42kHz 的振荡频率。处理 2.5 小时后,将用酸蚀刻的玻璃放入水中并且漂洗 90 分钟。

[0056] 通过用 SEM 观察发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\text{ }\mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 100nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙中。

[0057] 图 2A 和 2B 是实施例 1 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。图 2A 是通过观察整个断裂面得到的,图 2B 是通过观察多孔部的局部得到的。

[0058] (实施例 2)

[0059] 使用切割为 $15\text{mm} \times 15\text{mm}$ 的制备例 1 的相分离的玻璃。用酸进行蚀刻中,将 50g 的 1mol/L 硝酸用作酸溶液。将硝酸放入由聚丙烯制成的容器中,并且将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角 θ 成为 10° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央。将该聚丙烯容器覆盖并且从溶液下部施加超声波。施加的超声波具有 130W 的超声波输出和 42kHz 的振荡频率。处理 2.5 小时后,将用酸蚀刻的玻璃放入水中并且漂洗 90 分钟。

[0060] 多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\text{ }\mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 100nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙中。

[0061] 图 3A 和 3B 是实施例 2 中制备的多孔玻璃的断裂面的电子显微照片。图 3A 是通过观察整个断裂面得到的,图 3B 是通过观察多孔部的局部得到的。

[0062] (实施例 3)

[0063] 使用制备例 2 的相分离的玻璃进行玻璃蚀刻。相分离的玻璃中,通过 SEM 观察确认表面改性层。通过观察发现表面改性层具有约 200nm 的厚度。此外,由 XPS 测定确认,与横截面相比,相分离的玻璃的表面是具有较少量的硼和钠并且基本上用硅占据的层。用氧化铈进行磨光来将表面改性层除去。

[0064] 以与实施例 1 中相同的方式在施加超声波的同时进行酸蚀刻以致由相分离的玻璃表面和液体表面形成的角成为 90° 。多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $500\text{ }\mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 70nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙中。

[0065] (实施例 4)

[0066] 使用制备例 2 的相分离的玻璃进行玻璃蚀刻。以与实施例 3 中相同的方式将改性层除去。此外,以与实施例 2 中相同的方式,将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角成为 10° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央,这样,在施加超声波的同时进行酸蚀刻。发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $500\text{ }\mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 70nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙

中。

[0067] (实施例 5)

[0068] 使用制备例 3 的相分离的玻璃进行玻璃蚀刻。通过 SEM 观察确认在表面上具有约 100nm 的厚度的改性层的形成,并且以与实施例 3 中相同的方式将改性层除去。

[0069] 以与实施例 1 中相同的方式,在施加超声波的同时进行酸蚀刻以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角成为 90° 。发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\ \mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 30nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙中。

[0070] (实施例 6)

[0071] 使用制备例 3 的相分离的玻璃进行玻璃蚀刻。以与实施例 3 中相同的方式将改性层除去。此外,以与实施例 2 中相同的方式,将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角成为 10° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央,这样,在施加超声波的同时进行酸蚀刻。发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\ \mu\text{m}$ 并且多孔部的孔隙的直径约为 30nm。此外,凝胶状二氧化硅没有残留或沉积在多孔部的孔隙中。

[0072] (比较例 1)

[0073] 使用切割为 $15\text{mm}\times 15\text{mm}$ 的制备例 1 的相分离的玻璃。用酸进行蚀刻中,将 50g 的 1mol/L 硝酸用作酸溶液。将硝酸放入由聚丙烯制成的容器中,并且将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角成为 90° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央。将该聚丙烯容器覆盖并且放置 2.5 小时而没有施加超声波。将用酸蚀刻的玻璃放入水中并且漂洗 90 分钟。

[0074] 通过 SEM 观察发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $350\ \mu\text{m}$,其为施加超声波的实施例 1 的约一半。此外,确认凝胶状二氧化硅残留多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 100nm。

[0075] 图 4 表示通过观察整个断裂面而得到的比较例 1 中制备的多孔玻璃的断裂面的 SEM 图像。

[0076] (比较例 2)

[0077] 使用切割为 $15\text{mm}\times 15\text{mm}$ 的制备例 1 的相分离的玻璃。用酸进行蚀刻中,将 50g 的 1mol/L 硝酸用作酸溶液。将硝酸放入由聚丙烯制成的容器中,并且将吊在铂丝上的相分离的玻璃浸入以致由相分离的玻璃表面与液体表面形成的角成为 0° 并且将该相分离的玻璃放置在溶液的中央。将该聚丙烯容器覆盖并且从溶液下部施加超声波。施加的超声波具有 130W 的超声波输出和 42kHz 的振荡频率。处理 2.5 小时后,将用酸蚀刻的玻璃放入水中并且漂洗 90 分钟。

[0078] 通过 SEM 观察发现多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\ \mu\text{m}$,蚀刻深度与实施例 1 具有小的差异。此外,确认凝胶状二氧化硅残留多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 100nm。

[0079] 图 5A 和 5B 表示比较例 2 中制备的多孔玻璃的断裂面的 SEM 图像。图 5A 是通过观察整个断裂面得到的,图 5B 是通过观察多孔部的局部得到的。

[0080] (比较例 3)

[0081] 对于制备例 2 的相分离的玻璃, 以与比较例 1 中相同的方式准备并进行酸蚀刻。多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $300\ \mu\text{m}$, 并且确认凝胶状二氧化硅残留在多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 70nm 。

[0082] (比较例 4)

[0083] 对于制备例 2 的相分离的玻璃, 以与比较例 2 中相同的方式准备并进行酸蚀刻。多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $500\ \mu\text{m}$ 。此外, 确认凝胶状二氧化硅残留在多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 70nm 。

[0084] (比较例 5)

[0085] 对于制备例 3 的相分离的玻璃, 以与比较例 1 中相同的方式准备并进行酸蚀刻。多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $300\ \mu\text{m}$, 并且确认凝胶状二氧化硅残留在多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 30nm 。

[0086] (比较例 6)

[0087] 对于制备例 3 的相分离的玻璃, 以与比较例 2 中相同的方式准备并进行酸蚀刻。多孔化的范围为从表面沿深度方向约 $600\ \mu\text{m}$, 并且确认凝胶状二氧化硅残留在多孔部的孔隙中。多孔部的孔隙的直径约为 30nm 。

[0088] 对于实施例 1-6 和比较例 1-6, 表 3 示出使用的玻璃、从蚀刻后已制成多孔玻璃的表面沿深度方向的多孔化深度、已制成多孔的部分的孔隙大小和凝胶状二氧化硅在多孔部残留的存在。

[0089] 表 3

[0090]

	使用的玻璃	从表面沿深度方向的多孔化深度 (μm)	多孔部的孔隙大小 (nm)	多孔部中残留和沉积的凝胶状二氧化硅
实施例 1	制备例 1	600	100	无
实施例 2	制备例 1	600	100	无
实施例 3	制备例 2	500	70	无
实施例 4	制备例 2	500	70	无
实施例 5	制备例 3	600	30	无
实施例 6	制备例 3	600	30	无
比较例 1	制备例 1	350	100	有
比较例 2	制备例 1	600	100	有
比较例 3	制备例 2	300	70	有
比较例 4	制备例 2	500	70	有
比较例 5	制备例 3	300	30	有
比较例 6	制备例 3	600	30	有

[0091] 工业可应用性

[0092] 根据本发明的多孔玻璃的制备方法能够获得在多孔部的孔隙中不含杂质的多孔玻璃,并且由于该方法能够缩短处理时间,因此能够以低成本制备多孔材料。于是,根据本发明的多孔玻璃的制备方法能够用于低密度材料的领域和利用连续孔的特性的分离功能材料的领域。

[0093] 尽管已参照例示实施方案对本发明进行了说明,但应理解本发明并不限于公开的例示实施方案。

[0094] 本申请要求于 2010 年 6 月 1 日提交的日本专利申请 No. 2010-126329 的权益,在此通过引用将其全文并入本文。

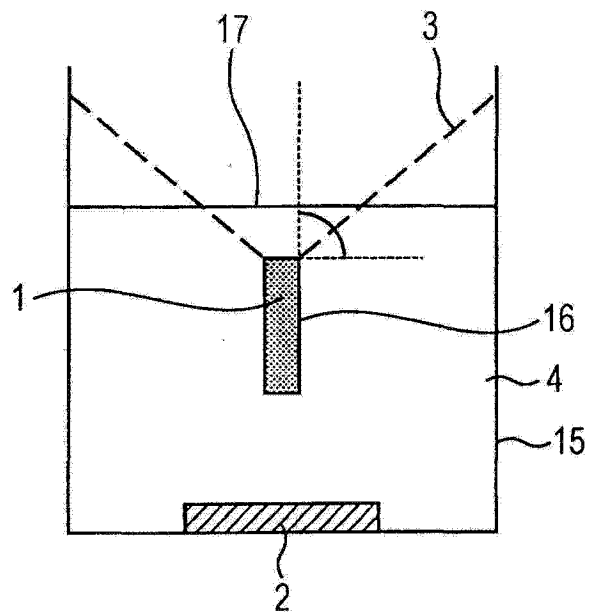


图 1

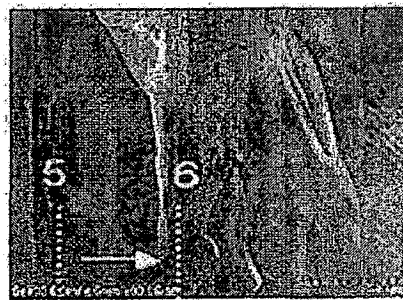


图 2A

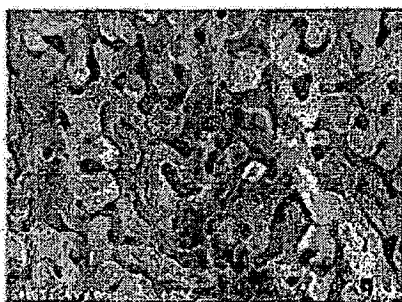


图 2B

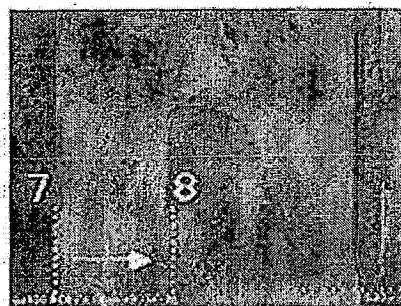


图 3A

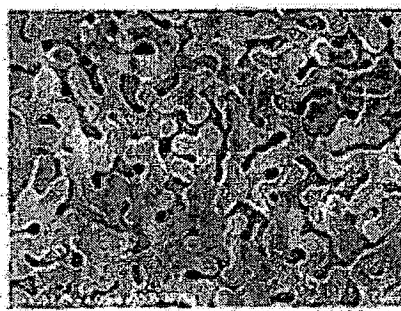


图 3B

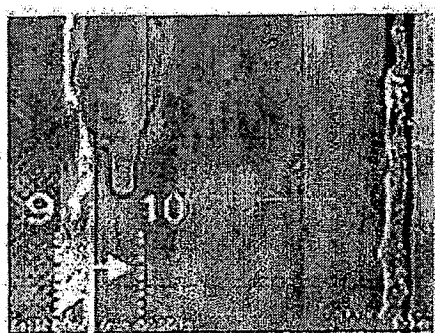


图 4

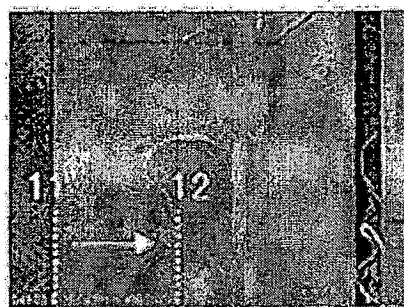


图 5A

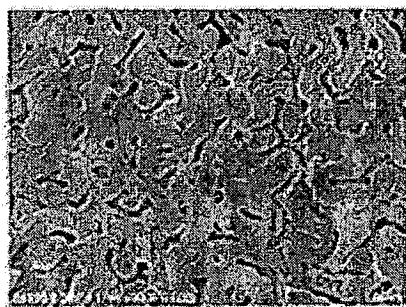


图 5B