

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： 96141869

※申請日期： 96.11.6

※IPC分類： B37B 9/04 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

B05D 1/18 (2006.01)

混合自組裝分子薄膜及其製法

C03C 17/28 (2006.01)

二、申請人：(共壹人)

G02B 1/10 (2006.01)

姓名或名稱：(中文/英文)

國立虎尾科技大學

代表人：(中文/英文) 林振德

住居所或營業所地址：(中文/英文)

雲林縣虎尾鎮文化路 64 號

國 籍：(中文/英文) 中華民國

三、發明人：(共貳人)

姓 名：(中文/英文)

[1] 洪政豪

[2] 陳俊豪

國 籍：(中文/英文)

[1] 中華民國

[2] 中華民國

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項 第一款或 第二款規定之事實，其事實發生日期為：96年7月25日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關一種混合自組裝分子薄膜及其製法，特別是指一種具有正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇之混合自組裝分子薄膜，其兼具疏水性佳、透光性高及耐磨損性高等優點。

【先前技術】

在視覺效果日益受到重視的時代中，產業生產之顯示元件在使用期間的可靠度與美觀要求愈來愈重要。由於光電系統與零件的快速發展，為了滿足上述要求，使得在低負荷下之塗層機械性質(黏附、磨擦與磨損)研究越來越重要。塗層一般雖然均具有抗磨損特性，但由於顆粒與水份在大氣環境下，容易沾在元件表面使其磨損與透光性效應變差，因此如何在硬塗層上進行分子薄膜之表面改質，使其減少環境對鍍層表面之緩慢傷害，並且不傷害本身之性能展現，為商品極待解決之問題。

一般光學元件需具備良好之透光率及疏水性，而是否具有良好的疏水性在於接觸角及黏附力的大小。參閱第一圖，其顯示兩滴液滴，左邊之液滴具有較大之接觸角 θ_1 ，而右邊之液滴具有較小之接觸角 θ_2 。接觸角太小，元件表面黏附力大，代表著親水性，生活中的細微顆粒及水份在大氣環境中，容易沾在元件表面使其磨損及透光性變差，當接觸角愈大，元件表面粘附力小，代表著疏水性，表面不易沾染細微顆粒及水份，

元件較容易維持其表面潔淨度及透光性。如第一表所示，一般玻璃及 MgF_2 玻璃皆具有良好之透光率，但表面接觸角太小(如第二表)，導致表面黏附力大(如第三表)，故，疏水性不佳。

第一表

一般傳統玻璃之透光率的比較表

材料	MgF_2 玻璃	SiO_2 玻璃
透光率(%)	99.25	91.55

第二表

一般傳統玻璃之接觸角的比較表

材料	MgF_2 玻璃	SiO_2 玻璃
接觸角(deg)	66	19.7

第三表

一般傳統玻璃之黏附力的比較表

材料	MgF_2 玻璃	SiO_2 玻璃
黏附力(nN)	300	500

為解決光學元件表面之接觸角問題，習知技術係利用單一的自組裝分子薄膜(Self-assembled Monolayers，簡稱 SAMs，如第二圖所示)塗佈於一材料(例如在 SiO_2 玻璃上或是 MgF_2 玻璃上)之表面上進行表面改質，該自組裝分子薄膜係由複數個鏈狀結構 80 所組成，每一鏈狀結構 80 具有一前端官能基 81(連結於一基材 90 上)、一中間碳鏈 82 及一末端官能機 83。習知常見之單一的自組裝分子薄膜有：

(1) 正十八烷基三氯矽烷：

(Octadecyltrichlorosilane)

$(CH_3(CH_2)_{17}SiCl_3)$ ，簡稱 OTS；

(2) 正十八烷基三氧甲基烷：

(Octadecyltrimethoxysilane)

$(CH_3(CH_2)_{17}Si(OCH_3)_3)$ ，簡稱 ODS；

(3) 十五烷基硫醇：

(1-Hexadecanethiol)

$(CH_3(CH_2)_{15}SH)$ ，簡稱 HDT。

如第四表、第五表、第六表、第七表及第三圖(其中，L1 係為 HDT 曲線，L2 係為 OTS 曲線，L3 係為 ODS 曲線，L4 係為 MgF_2 曲線，L5 係為 SiO_2 曲線)所示，以傳統技術中之十五烷基硫醇(HDT)、正十八烷基三氯矽烷(OTS)、及正十八烷基三氧甲基烷(ODS)做表面改質後，其接觸角皆大幅提升。但是，仍有一

些缺點，當十五烷基硫醇於 SiO_2 玻璃表面時，接觸角太小，而該正十八烷基三氯矽烷及該正十八烷基三氧甲基烷於 SiO_2 玻璃表面時，透光率較不理想，且該正十八烷基三氯矽烷其耐磨性太差。

第四表

MgF_2 玻璃與習知自組裝分子薄膜之接觸角的比較表

材料	MgF_2 玻璃	OTS於 MgF_2 玻璃表面	ODS於 MgF_2 玻璃表面	HDT於 MgF_2 玻璃表面
接觸角 (deg)	66	111.4	106.4	95.1

第五表

SiO_2 玻璃與習知自組裝分子薄膜之接觸角的比較表

材料	SiO_2	OTS於 SiO_2 玻璃表面	ODS於 SiO_2 玻璃表面	HDT於 SiO_2 玻璃表面
接觸角 (deg)	19.7	111.4	106.4	68.4

第六表

MgF_2 玻璃與習知自組裝分子薄膜之透光率的比較表

材料	MgF_2	OTS於 MgF_2 玻璃表面	ODS於 MgF_2 玻璃表面	HDT於 MgF_2 玻璃表面
透光率(%)	99.2	93.6	94.8	98.0

第七表

 SiO_2 玻璃與習知自組裝分子薄膜之透光率的比較表

材料	SiO_2	OTS於 SiO_2 玻璃表面	ODS於 SiO_2 玻璃表面	HDT於 SiO_2 玻璃表面
透光率(%)	91.5	85.9	87.2	89.2

因此，有必要研發新產品，以解決上述缺點及問題。

【發明內容】

本發明之主要目的，在於提供一種混合自組裝分子薄膜及其製法，其具有疏水性佳。

本發明之次一目的，在於提供一種混合自組裝分子薄膜及其製法，其具有透光率高。

本發明之又一目的，在於提供一種混合自組裝分子薄膜及其製法，其具有耐磨損性佳。

本發明係提供一種混合自組裝分子薄膜及其製法，其混合自組裝分子薄膜係包括：

一 基材；

一 表面分子薄膜，其係設於該基材之表面，該表面分子薄膜之成份係由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成。

本發明之混合自組裝分子薄膜之製法包括下列步驟：

一．準備基材步驟；

二．前處理步驟；

三．置入混合溶液步驟；

四·清理步驟；以及

五·完成步驟。

本發明之上述目的與優點，不難從下述所選用實施例之詳細說明與附圖中，獲得深入瞭解。

茲以下列實施例並配合圖式詳細說明本發明於後：

【實施方式】

本發明係提供一種混合自組裝分子薄膜及其製法，如第四圖所示，其混合自組裝分子薄膜係包括：

一基材 10，係可為 SiO_2 玻璃基材、 MgF_2 玻璃基材或其它透光固體基材；

一表面分子薄膜 20，係設於該基材 10 之表面且厚度為 1nm 至 9nm 間(以 2nm 至 5nm 為宜)，該表面分子薄膜 20 之成份係由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成。

更詳細的說，本發明在研發之過程中，係以正十八烷基三氧甲基烷(ODS)、十五烷基硫醇(HDT)及正十八烷基三氯矽烷(OTS)三種自組裝分子薄膜中之兩種作混合，分別係為 ODS+HDT、DTS+HDT 及 OTS+ODS 三種組合，先進行實驗分析。

由第八表、第九表、第十表及第十一表可知，該三種組合之混合自組裝分子薄膜於 SiO_2 玻璃及 MgF_2 玻璃兩種材質表面上改質後，接觸角皆大大提升，使其更具疏水性，而改質後之黏附力的降低亦是相當的明顯，使表面不易沾染灰塵或顆粒(如第五圖所示，自組裝分子膜的表面之末端官能基係為長鏈狀碳

鍵結之鏈狀結構 80，具有高度柔順度，且組裝膜表面接觸角大，黏附力低，故，不易沾染灰塵或顆粒)；但 DTS+HDT 混合自組裝分子薄膜於 SiO_2 玻璃及 MgF_2 玻璃兩種材質表面上改質後透光率較不理想。然而，OTS+ODS 雖有最佳之接觸角，但於 SiO_2 玻璃時表面時透光率亦不理想。而 DTS+HDT 及 OTS+ODS 於改質後耐磨損性較為不佳。因此，最為穩定的是 ODS+HDT 混合自組裝薄膜，(ODS+HDT)接觸角及黏附力雖然在混合組裝膜中不是最好的，但其接觸角均超過 100 度，且其透光率及表面粗糙度，都是混合組裝膜中最好的，適用於光學元件之表面改質上。故，本發明之保護標的只限定在 ODS+HDT 之混合自組裝膜。

第八表

本創作於 MgF_2 玻璃之表面改質前後之接觸角的比較表

材料	MgF_2	OTS + ODS於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面
接觸角 (deg)	66	118.8	114.9	106.2

第九表

本創作於 SiO_2 玻璃之表面改質前後之接觸角的比較表

材料	SiO_2	OTS + ODS於 SiO_2 玻璃表面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面
接觸角 (deg)	19.7	118.7	114.6	106.6

第十表

本創作於 MgF_2 玻璃之表面改質前後之黏附力的比較表

材料	MgF_2	OTS + ODS於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面
黏附力 (nN)	330	78	121	125

第十一表

本創作於 SiO_2 玻璃之表面改質前後之黏附力的比較表

材料	SiO_2	OTS+ODS於 SiO_2 玻璃表面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面
黏附力 (Nn)	500	78	130	128

如第六圖所示，其混合自組裝分子薄膜之製法包括下列步驟：

一．準備基材步驟 31：準備一基材 10；

二．前處理步驟 32：去除該基材 10 表面油脂及污染物，然後清洗乾淨，例如可將基材 10 置入去離子水中經超音波振盪 10 分鐘，再用氮氣將其吹乾；

三．置入混合溶液步驟 33：將該基材 10 置入由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇調配而成之混合溶液中，使混合溶液於該基材 10 表面上鏈結，形成表面分子薄膜 20；更詳細來說，該混合溶液的製作係將正十八烷基三氧甲基烷溶於酒精中形成一第一溶液，而十五烷基硫醇則溶於庚烷中形成一第二溶液，且該第一溶液與該第二溶液之莫耳濃度係控制在 5mM 至 10mM 間，再將該第一溶液及該第二溶液混合即成為一混合溶液，該混合溶液之莫耳濃度係為 5mM，且該混合溶液在恆溫控制箱設定溫度為 25°C 至 35°C 之環境下，基材 10 浸泡時間為五至七小時，此時，可得最穩定之接觸角及黏附力；

四．清理步驟 34：將該基材 10 於混合溶液中取出並加以清洗；

五．完成步驟 35：完成前述之步驟後，於該基材 10 上獲得由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成之表面分子薄膜。

綜上所述，本發明之優點及功效歸納為：

[1] 疏水性佳。一般而言，自組裝分子薄膜之接觸角愈大，其疏水性性愈佳，如第八表及第九表所示，本發明所採用之 ODS+HDT 混合自組裝分子薄膜於 MgF_2 玻璃表面上改質後，接觸角角度大大提升約 60%，且在 SiO_2 玻璃表面改質後，效果更加明顯，接觸角角度提升五倍以上，換言之，疏水性亦大大提升。

[2] 透光性佳。由第十二表及第十三表可知，本發明採用之 ODS+HDT 混合自組裝分子薄膜於 SiO_2 玻璃及 MgF_2 玻璃兩種材質表面上改質後，仍維持原先 SiO_2 玻璃及 MgF_2 玻璃之高透光率，沒有明顯的變化，故，該 ODS+HDT 混合自組裝分子薄膜之透光性佳。

第十二表

本創作於 MgF_2 玻璃之表面改質前後之透光率的比較表

材料	MgF_2	OTS + ODS於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面	ODS + HDT於 MgF_2 玻璃表面
透光率(%)	99.2	94.4	82.1	97.4

第十三表

本創作於 SiO_2 玻璃之表面改質前後之透光性的比較表

材料	SiO_2	OTS + ODS於 SiO_2 玻璃表 面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面	ODS + HDT於 SiO_2 玻璃表面
透光率(%)	91.5	80.5	63.9	90.3

[3] 耐磨性佳。由第七圖(其中，L4 係為 MgF_2 曲線，L5 係為 SiO_2 曲線，L6 係為 OTS+ODS 曲線，L7 係為 ODS+HDT 曲線，L8 係為 OTS+HDT 曲線)可知，本發明所採用之 ODS+HDT 混合自組裝分子薄膜於 SiO_2 玻璃及 MgF_2 玻璃兩種材質表面上改質後，仍具有一定之耐磨性，且優於傳統技術之自組裝分子薄膜，故，耐磨損性佳。

由以上詳細說明，可使熟知本項技藝者明瞭本發明的確可達成前述目的，實已符合專利法之規定，爰提出發明專利申請。

【圖式簡單說明】

第一圖係元件表面之接觸角的示意圖

第二圖係自組裝分子薄膜之分子層組成的示意圖

第三圖係比較一般傳統玻璃與自組裝分子薄膜之耐磨損的示意圖

第四圖係本創作之混合自組裝分子薄膜的示意圖

第五圖係本創作之自組裝分子膜表面之分子的示意圖

第六圖係本創作之製作方法之流程的示意圖

第七圖係比較本創作與一般傳統玻璃之耐磨損的示意圖

【主要元件符號說明】

10、90 基材	20 表面分子薄膜
31 準備基材步驟	32 前處理步驟
33 置入混合溶液步驟	34 清理步驟
35 完成步驟	80 鏈狀結構
81 前端官能基	82 中間碳鏈
83 末端官能機	L1 HDT 曲線
L2 OTS 曲線	L3 ODS 曲線
L4 MgF_2 曲線	L5 SiO_2 曲線
L6 OTS +ODS 曲線	L7 ODS+HDT 曲線
L8 OTS +HDT 曲線	$\theta 1$ 、 $\theta 2$ 接觸角

五、中文發明摘要：

一種混合自組裝分子薄膜及其製法，其製法部分係包括：一．準備基材步驟、二．前處理步驟、三．置入混合溶液步驟、四．清理步驟以及五．完成步驟，藉此完成一混合自組裝分子薄膜，其包括：一基材及一表面分子薄膜，此表面分子薄膜之成份係由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成；故，本案兼具疏水性佳、透光性高及耐磨損性高等優點。

六、英文發明摘要：

十、申請專利範圍：

1. 一種混合自組裝分子薄膜，係包括：

一 基材；

一 表面分子薄膜，係設於該基材之表面，該表面分子薄膜之成份係由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之混合自組裝分子薄膜，其中，該表面分子薄膜之厚度係介於 1nm 至 9nm 間。

3. 一種混合自組裝分子薄膜之製法，係包括下列步驟：

一. 準備基材步驟：準備一基材；

二. 前處理步驟：去除該基材表面油脂及污染物，然後清洗乾淨；

三. 置入混合溶液步驟：將該基材置入由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇調配而成之混合溶液中，使該混合溶液於該基材表面上鏈結，形成表面分子薄膜；

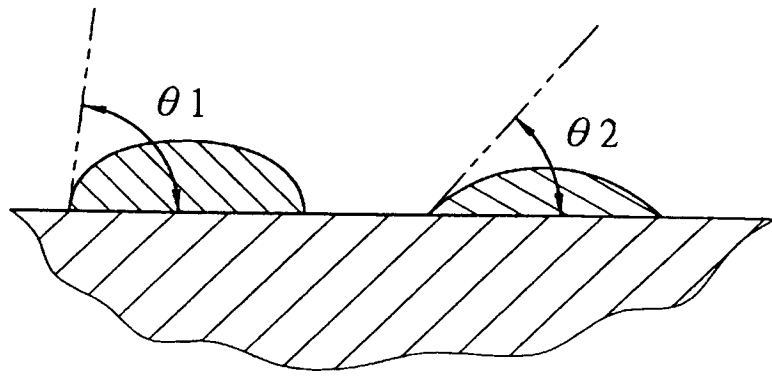
四. 清理步驟：將該基材從該混合溶液中取出並加以清洗；

五. 完成步驟：完成前述之步驟後該基材上即獲得由正十八烷基三氧甲基烷及十五烷基硫醇所組成之表面分子薄膜。

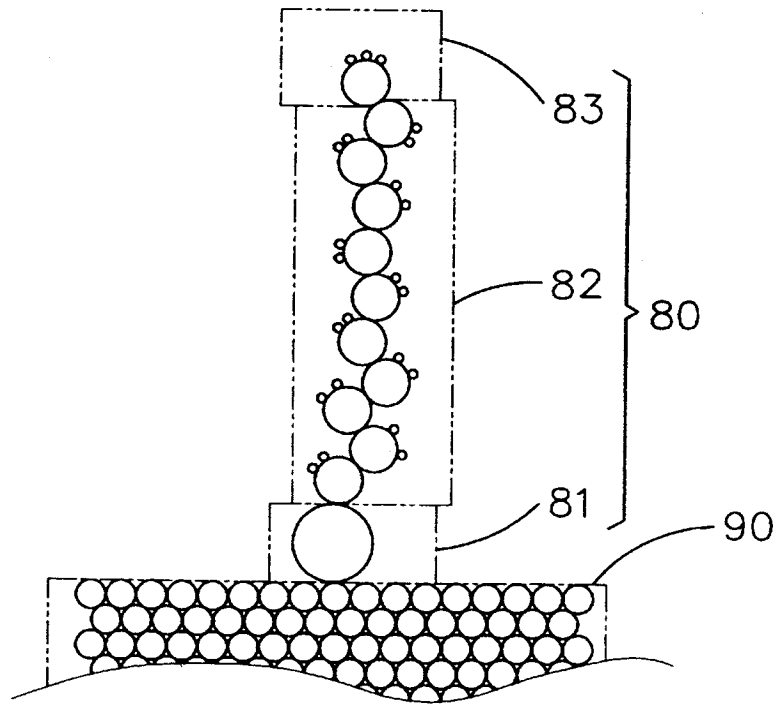
4. 如申請專利範圍第 3 項所述之混合自組裝分子薄膜之製法，其中，該正十八烷基三氧甲基烷係溶於酒精中形成一第一溶液；而該十五烷基硫醇則溶於庚烷中形成一第二溶

液；由該第一、第二溶液組成該混合溶液；且該第一溶液與該第二溶液之莫耳濃度係控制在 5mM 至 10mM 間。

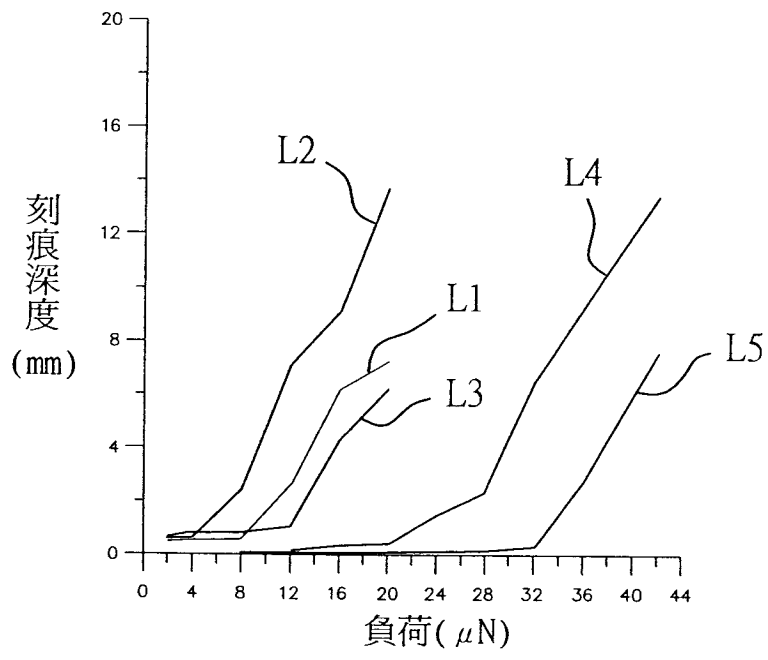
5. 如申請專利範圍第 3 項所述之混合自組裝分子薄膜之製法，其中，該混合溶液之莫耳濃度係為 5mM 至 10mM 間，且該混合溶液在恆溫控制箱設定溫度為 25°C 至 35°C 之環境下，該基材浸泡時間為五至七小時。



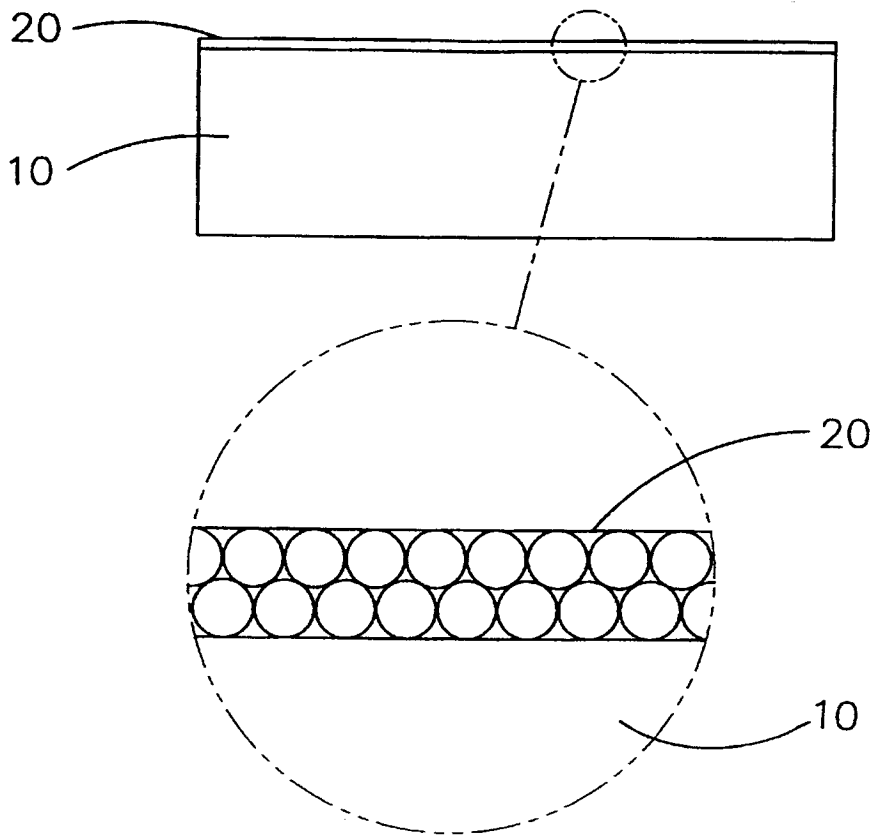
第一圖



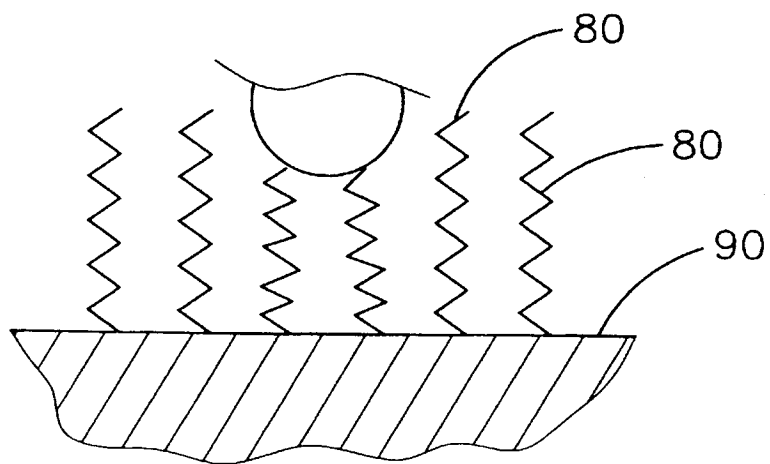
第二圖



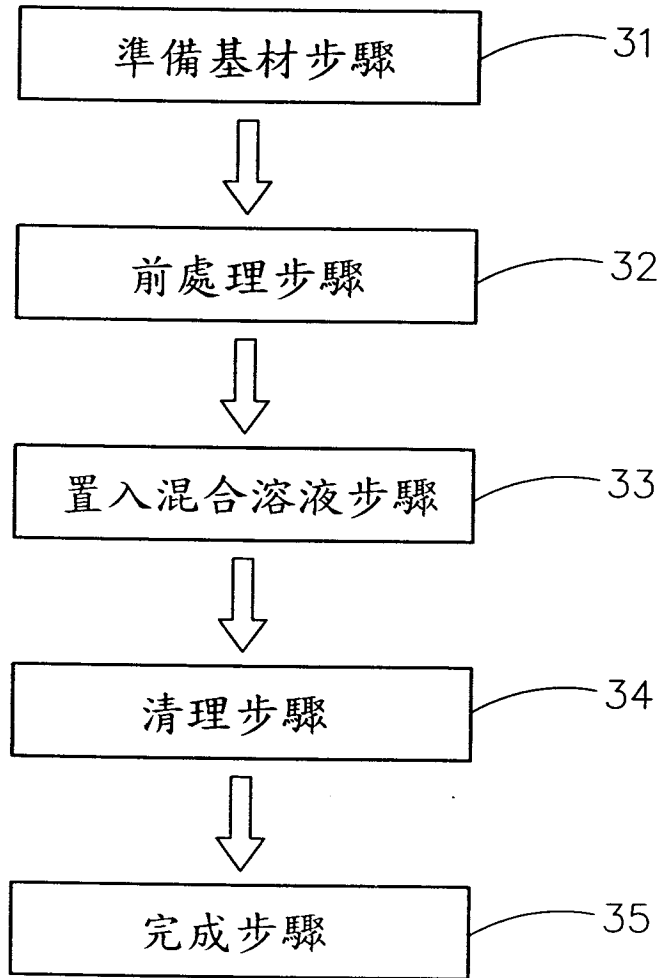
第三圖



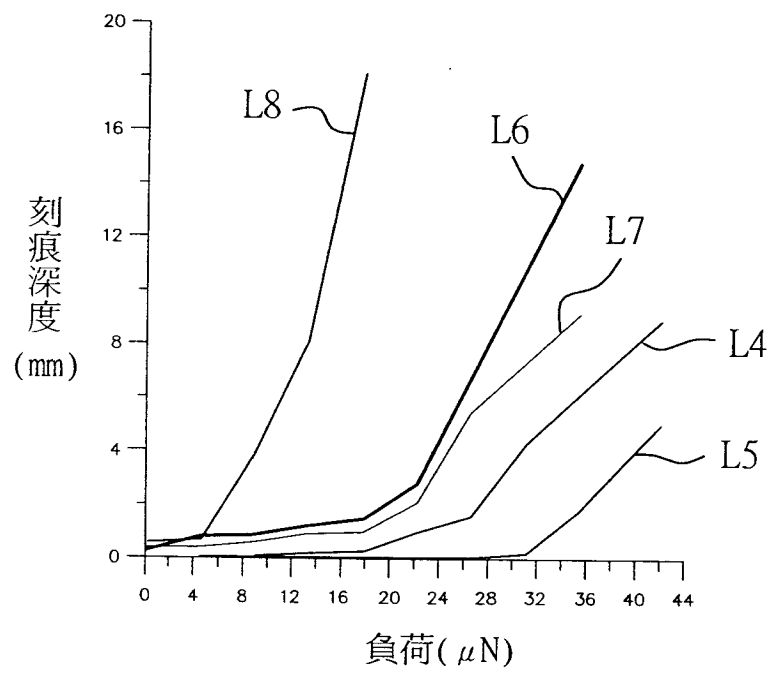
第四圖



第五圖



第六圖



第七圖

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(四)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

10 基材

20 表面分子薄膜

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：