

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3674585号
(P3674585)

(45) 発行日 平成17年7月20日(2005.7.20)

(24) 登録日 平成17年5月13日(2005.5.13)

(51) Int. Cl.⁷

F I

C O 1 B 33/159
B 3 2 B 9/00C O 1 B 33/159
B 3 2 B 9/00

A

請求項の数 26 (全 31 頁)

(21) 出願番号	特願2001-536359 (P2001-536359)	(73) 特許権者	000005832
(86) (22) 出願日	平成12年11月9日(2000.11.9)		松下電工株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2000/007856		大阪府門真市大字門真1048番地
(87) 国際公開番号	W02001/034382	(74) 代理人	100086405
(87) 国際公開日	平成13年5月17日(2001.5.17)		弁理士 河宮 治
審査請求日	平成13年4月11日(2001.4.11)	(74) 代理人	100062144
(31) 優先権主張番号	特願平11-319858		弁理士 青山 稜
(32) 優先日	平成11年11月10日(1999.11.10)	(72) 発明者	横川 弘
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		大阪府門真市大字門真1048番地 松下 電工株式会社内
		(72) 発明者	横山 勝
			大阪府門真市大字門真1048番地 松下 電工株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エアロゲル基板及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成された中間層、および中間層の表面に形成された機能性層を含み、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することなく、機能性層が中間層の表面に形成されているエアロゲル基板。

【請求項2】

中間層が、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止している請求の範囲1に記載のエアロゲル基板。

【請求項3】

エアロゲル層が疎水性エアロゲル層であり、中間層が疎水性エアロゲル層の表面が親水化処理されて形成された親水性層および該親水性層の表面に形成されたコーティング層から成り、機能性層が該コーティング層の表面に形成されている請求の範囲2に記載のエアロゲル基板。

【請求項4】

エアロゲル層が疎水性エアロゲル層であり、中間層が疎水性エアロゲル層の表面が親水化処理されて形成された親水性層であり、機能性層が親水性層の表面に形成されている請求の範囲1に記載のエアロゲル基板。

【請求項5】

中間層は、気相法により形成された無機物層または有機物層である請求の範囲2に記載のエアロゲル基板。

10

20

【請求項 6】

無機物層が、 SiO_2 、 SiN 、 SiON 、および TiO_2 から選択される無機物から成る請求の範囲 5 に記載のエアロゲル基板。

【請求項 7】

中間層が、エアロゲル層の少なくとも一の表面が加熱されることにより形成された融着層である請求の範囲 2 に記載のエアロゲル基板。

【請求項 8】

中間層が、ラングミュア - プロジェクト膜である請求の範囲 2 に記載のエアロゲル基板。

【請求項 9】

中間層が、無機層状化合物層である請求の範囲 2 の記載のエアロゲル基板。

10

【請求項 10】

エアロゲルがシリカエアロゲルである請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 11】

エアロゲル層が板状部材の上に形成されている請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 12】

機能性層が導電性薄膜である請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 13】

機能性層が赤外線反射性薄膜である請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

20

【請求項 14】

機能性層が導光性薄膜である請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 15】

機能性層が透明導電性薄膜である請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 16】

機能性層が蛍光体層である請求の範囲 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板。

【請求項 17】

少なくとも一の表面に機能性層を有するエアロゲル基板の製造方法であって：
エアロゲル層の少なくとも一の表面に、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する層としての中間層を形成する工程；および
中間層の表面に機能性層を形成する工程
を含むエアロゲル基板の製造方法。

30

【請求項 18】

中間層を形成する工程が
疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程；および
膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することによりコーティング層を形成する工程
を含む請求の範囲 17 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

40

【請求項 19】

少なくとも一の表面に機能性層を有するエアロゲル基板の製造方法であって：
エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程；および
膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することにより機能性層を形成する工程
を含むエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 20】

中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面に気相法により無機物層ま

50

たは有機物層を形成する工程を含む請求の範囲 17 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 21】

気相法が、CVD法、スパッタリング法、および蒸着法から選択される請求の範囲 20 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 22】

中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面を加熱して融着層を形成する工程を含む請求の範囲 17 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 23】

中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面にラングミュア - プロジェット法により薄膜を形成する工程を含む請求の範囲 17 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

10

【請求項 24】

中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面に無機層状化合物を吸着させることにより無機層状化合物層を形成する工程を含む請求の範囲 17 に記載のエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 25】

エアロゲルがシリカエアロゲルである請求の範囲 17 ~ 24 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板の製造方法。

【請求項 26】

機能性層が、コーティング法または気相法により形成される請求の範囲 17、19、20、21、22、23 および 24 のいずれか 1 項に記載のエアロゲル基板の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

技術分野

本発明は、エアロゲル層および該エアロゲル層の表面に形成された機能性層を含むエアロゲル基板、ならびにその製造方法に関するものである。

【0002】

背景技術

エアロゲル、特にシリカエアロゲルは、断熱性、電気絶縁性、低屈折率および低誘電率等の特性を有しており、その特性を利用して各種の分野に適用することが検討されている。例えば、ガラス板等の板状部材の表面にシリカエアロゲルの薄膜を形成し、このシリカエアロゲル薄膜の表面にさらに機能性薄膜を形成することによって、高機能性基板を作製することができる。例えば、シリカエアロゲル薄膜の表面に機能性薄膜として銅などの導電性金属薄膜を設け、この導電性金属薄膜で回路を形成すれば、シリカエアロゲルの低誘電率を活かした回路基板を作製することができる。

30

【0003】

シリカエアロゲルは、米国特許第 4402927 号の明細書、米国特許第 4432956 号の明細書、米国特許第 4610863 号の明細書に開示されているように、アルコキシシラン（シリコンアルコキシドやアルキルシリケートとも称する）を加水分解し、これを縮重合して得られるゲル状化合物を、分散媒の存在下で、この分散媒の臨界点以上の超臨界条件で乾燥することによって得ることができる。また、日本国公開特許公報平 5 - 279011 号公報および同平 7 - 138375 号公報に開示されるように、シリカエアロゲルを疎水化処理することによって、シリカエアロゲルの耐湿性を高め、シリカエアロゲルの特性が低下することを防ぐことができる。

40

【0004】

発明の開示

シリカエアロゲルのようなエアロゲルを利用して高機能性基板を作製するためには、エアロゲルの表面に機能性薄膜を均一に形成する必要がある。しかし、エアロゲルは多孔質体であり、その表面に薄膜を均一に形成することは困難である。そのため、エアロゲルを利用した高機能性基板は実用化に至っていないのが現状である。

50

【0005】

本発明は、上記の点に鑑みてなされたものであり、エアロゲル層およびその表面に均一に形成された機能性層を含むエアロゲル基板、ならびにその製造方法を提供することを課題とする。

【0006】

第1の要旨において、本発明は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成された中間層、および中間層の表面に形成された機能性層を含み、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することなく、機能性層が中間層の表面に形成されているエアロゲル基板を提供する。

【0007】

「機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透しない」とは、機能性層を形成する物質がエアロゲル層内の孔を經由してエアロゲル層内に浸透することが、機能性層の形成時ならびに機能性層の形成後において生じないことをいう。そのような機能性層は、その表面が連続的であって表面粗さの小さい均一な層（例えば薄膜）としてエアロゲル基板を構成し、所定の機能を良好に奏する。

【0008】

本発明のエアロゲル基板は、中間層を、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する層とすることによって得られる。「機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する」とは、機能性層を形成する物質がエアロゲル層内の孔を經由してエアロゲル層内に浸透することを、機能性層の形成時ならびに機能性層の形成後において防止することを意味する。機能性層の形成に際し、最終的に機能性層に残らない物質（例えば、乾燥により蒸発する溶媒）の利用を伴う場合には、中間層はそのような物質の浸透をも防止する。したがって、中間層の表面に形成される機能性層は、その表面が連続的であって表面粗さが小さい均一な層（例えば薄膜）となる。

【0009】

中間層が機能性層を構成する物質のエアロゲル層への浸透を完全に防止することは必ずしも必要ではない。機能性層が用途等に応じて所望の機能を奏するほど均一に形成され得る限りにおいて、機能性層を構成する物質のごく一部がエアロゲル層へ浸透することは許容される。例えば、中間層がその一部において連続的でなく中間層に微小な空隙（例えばピンホール）が形成されている場合に、当該空隙を介して機能性層を構成する物質がエアロゲル層内に浸透するとしても、機能性層が全体として均一に形成され、かつ機能性層が所望の機能を奏する限りにおいて、そのような浸透は許容される。

【0010】

あるいは、本発明のエアロゲル基板は、特定の間層と特定のエアロゲル層とを組み合わせ、さらに機能性層を構成する物質（機能性層を形成する工程においてのみ使用される物質（例えば、乾燥により蒸発する溶媒）をも含む）を特定のものとすることによって、機能性層を構成する物質が中間層内に浸透するとしても、当該物質が中間層から更にエアロゲル層へ浸透しないように構成されたものであってよい。そのようなエアロゲル基板は、例えば、中間層とエアロゲル層の性質を異なるものとし、機能性層を構成する物質が中間層と親和し、エアロゲル層とは親和しないものとするによって実現される。

【0011】

いずれのエアロゲル基板においても、中間層はエアロゲル層の表面に別途形成された層であってよく、あるいはエアロゲル層の一部を変質させることによって形成された層であってよい。エアロゲル層を変質させて得た中間層は、変質していないエアロゲル層と実質的に不可分に一体化しているが、本発明のエアロゲル基板を構成する「エアロゲル層」には含まれない。但し、エアロゲル層の表面の変質により中間層が形成された場合において、特に断りのない限り、「エアロゲル層の表面」というときは中間層の表面をいうものとする。

【0012】

本発明のエアロゲル基板はいずれも、その機能性層が所定の機能を奏し得る機能性基板と

10

20

30

40

50

もいえるものである。本明細書において「基板」という用語は、厚さのディメンションが他のディメンションと比較して相当小さい板状物（板、シート、および膜等を含む）、ならびに厚さのディメンションが他のディメンションと同じオーダー程度の厚さを有する直方体および立方体を含む意味において使用される。基板には一部が曲面である板状物、直方体、および立方体も含まれる。したがって、エアロゲル基板を構成する各層は、エアロゲル基板の最終形態に応じて、板状、シート状、膜状、直方体または立方体の形態であってよい。

【0013】

以下、本発明のエアロゲル基板の態様を説明する。

【0014】

第1の要旨において、第1の態様のエアロゲル基板は、疎水性エアロゲル層、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面が親水化処理されて形成された親水性層、該親水性層の表面に形成されたコーティング層、および該コーティング層の上に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第1の態様において、中間層は、疎水性エアロゲル層の表面が親水化処理されて形成された親水性層および該親水性層の表面に形成されたコーティング層から成る。疎水性エアロゲル層が親水化処理されるとは、疎水性エアロゲル層に存在する疎水基が除去されることをいい、親水性層とは疎水基が除去された層をいう。

【0015】

このエアロゲル基板においては、親水性層とコーティング層とが機能性層とエアロゲル層の間に中間層として介在し、機能性層を均一に形成するための下地層として作用する。疎水性エアロゲル層の表面に形成された親水性層は、後述するように、その表面に、膜形成成分の水溶液および/または水分散液を塗布後、乾燥することによりコーティング層が形成される場合において、膜形成成分および水が疎水性エアロゲル層へ浸透することなく、コーティング層が均一に形成されることを可能にしている。コーティング層は、親水性層の表面に存在する各孔を充填し又は被覆して、その表面に機能性層が形成される場合でも、機能性層を構成する物質がエアロゲル層内へ浸透することを防止する。

【0016】

第1の要旨において、第2の態様のエアロゲル基板は、疎水性エアロゲル層、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面が親水化処理されて形成された親水性層、および該親水性層の上に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第2の態様において、中間層は疎水性エアロゲル層の表面が親水化処理されて形成された親水性層である。このエアロゲル基板は、上記第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板においてコーティング層を機能性層としたものであり、エアロゲル層（即ち中間層）の表面に直接的に機能性層が形成されたものである。このエアロゲル基板においては、疎水性エアロゲル層の表面が親水性に変質しているため、膜形成成分を含む水溶液および/または水分散液が塗布されて親水性層内に浸透することがあるとしても、親水性層から疎水性エアロゲル層へ移動し得ない。即ち、このエアロゲル基板においては、エアロゲル層、中間層、および機能性層を形成する材料の組合せによって、機能性層を構成する物質のエアロゲル層への浸透が防止されている。

【0017】

第1の要旨において、第3の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に気相法により形成された無機物層または有機物層、および該無機物層または有機物層の表面に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第3の態様において、中間層は、気相法により形成された無機物層または有機物層である。気相法により形成された無機物層または有機物層は、エアロゲル層の表面の各孔を充填し又は被覆して、その表面に機能性層が形成される場合でも、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する。また、無機物層または有機物層は平滑な表面を与えて、機能性層を均一に形成するための下地層として作用する。

【0018】

10

20

30

40

50

第1の要旨において、第4の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面が加熱されることにより形成された融着層、および該融着層の表面に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第4の態様において、中間層は、エアロゲル層の少なくとも一の表面が加熱されることにより形成された融着層である。融着層とはエアロゲルの孔が塞がれて緻密化された層をいう。融着層の形成によりエアロゲル層の表面付近の孔が塞がれているため、融着層の表面に形成される機能性層を構成する物質はエアロゲル層へ浸透できない。融着層は一般に平滑な表面を有し、そのこともまた機能性層の均一な形成に寄与する。

【0019】

第1の要旨において、第5の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成されたラングミュア-プロジェクト膜、および該ラングミュア-プロジェクト膜の表面に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第5の態様において、中間層は、ラングミュア-プロジェクト膜である。ラングミュア-プロジェクト膜はエアロゲル層の表面の各孔を充填し又は被覆して、その表面に機能性層が形成される場合でも、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止している。ラングミュア-プロジェクト膜は一般に平滑な表面を有し、そのこともまた機能性層の均一な形成に寄与する。

10

【0020】

第1の要旨において、第6の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成された無機層状化合物層、および該無機層状化合物層の表面に形成された機能性層を含むエアロゲル基板である。第1の要旨の第6の態様において、中間層は無機層状化合物層である。無機層状化合物層はエアロゲル層の表面の各孔を充填し又は被覆して、その表面に機能性層が形成される場合でも、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止している。無機層状化合物層は一般に平滑な表面を有し、そのこともまた機能性層の均一な形成に寄与する。

20

【0021】

上記第1の要旨の第1～第6のいずれの態様のエアロゲル基板においても、エアロゲル層は、好ましくはシリカエアロゲルから成る。

【0022】

機能性層を所望の機能を奏する層とすることにより、本発明のエアロゲル基板を所望の機能性基板とすることができる。機能性層は、例えば、導電性薄膜、赤外線反射性薄膜、導光性薄膜、透明導電性薄膜または蛍光体層である。

30

【0023】

機能性層が導電性薄膜であるエアロゲル基板は、導電性薄膜で回路パターンを形成することによって回路基板として使用することができる。導電性物質は、銅、アルミニウム、マグネシウムおよび銀等から選択される導電性金属である。導電性物質は、導電性およびコスト等の点から銅であることが好ましい。回路パターンは、フォトレジスト形成、マスキング、露光、現像、およびエッチングの処理を導電性金属薄膜に施すことにより形成される。

【0024】

回路基板においてエアロゲル層をシリカエアロゲル層とした場合、回路基板は優れた低誘電率回路基板として用いることができ、高集積回路用等の基板として有用である。これは、シリカエアロゲルは誘電率が1.05～2.0程度と非常に小さいことによる。

40

【0025】

赤外線反射性薄膜を有するエアロゲル基板は、赤外線を反射することができるので断熱性基板として利用できる。赤外線反射性薄膜は例えばアルミニウムやチタニアの薄膜である。

【0026】

断熱性基板においてエアロゲル層をシリカエアロゲル層とした場合、熱伝導係数が小さくなり、エアロゲル基板はより優れた断熱性を示す。これは、シリカエアロゲルの熱伝導率

50

が $0.01 \sim 0.025 \text{ W/mK}$ 程度と非常に低く、かつ密度が非常に小さいことによる。

【0027】

導光性薄膜を有するエアロゲル基板は光を所定の方向に伝送するための光導路基板として使用することができる。このエアロゲル基板においては、エアロゲル層と導光性薄膜（例えば無機酸化物から成る透明薄膜）との界面で光が全反射されて、導光性薄膜が光伝送性能の高い光導通路として作用する。導光性薄膜は、屈折率が大きい透明の膜であり、例えばシリカ等、光ファイバを構成する材料で形成される。

【0028】

第1の要旨の第1および第3～6の態様のエアロゲル基板のように、導光性薄膜とエアロゲル層との間に緻密な層（例えば膜）が中間層として位置する場合、当該中間層の厚さは好ましくは 300 nm 以下、より好ましくは 100 nm 以下である。当該層の厚さが伝送される光の波長よりも大きくなると、伝送すべき光が伝送されなくなる。

10

【0029】

光導路基板においてエアロゲル層をシリカエアロゲル層とした場合、光導通路とエアロゲル層との界面での全反射効率が高くなり、光導通路を曲線パターンで形成しても光の伝送ロスが極めて抑制され得る。これは、シリカエアロゲルの光の屈折率が $1.008 \sim 1.3$ と非常に小さいことによる。

【0030】

透明導電性薄膜を有するエアロゲル基板は発光素子用基板として使用できる。この透明導電性薄膜は、インジウムスズ酸化物（ITO）、インジウム亜鉛酸化物（IXO）、銀、およびクロム等から選択される透明導電性物質で形成することができる。透明導電性薄膜を有するエアロゲル基板は、例えばEL発光素子を構成し得る。EL発光素子は、エアロゲル基板の透明導電性薄膜の表面にEL（エレクトロルミネッセンス）層を設け、EL層の表面に背面金属電極を設けることにより形成される。EL層は有機ELや無機ELにおいて従来から用いられている発光物質で構成し得る。EL層は、透明導電性薄膜と背面金属電極の間に電界を印加することによって発光させる。このEL発光素子は各種ディスプレイに用いることができる。

20

【0031】

エアロゲル層をシリカエアロゲル層とした発光基板は、EL層で発光した光の取り出し率が高いEL発光素子として使用することができる。これは、シリカエアロゲルの光の屈折率が $1.008 \sim 1.3$ と非常に小さいことによる。また、シリカエアロゲル層を含む発光基板によれば、例えば反射型液晶用フロントライトの保護とタッチパネルを兼ねたディスプレイを形成することが可能となる。これは、シリカエアロゲルの光の屈折率が小さく、空気と同等の光機能を奏することによる。

30

【0032】

蛍光体層を有するエアロゲル基板は発光素子として使用することができる。蛍光体層は、例えば紫外線を照射することによって発光させる。上記の発光基板と同様、エアロゲル層をシリカエアロゲル層とすることにより、蛍光体層からの光の取り出し効率を高くすることができる。蛍光体層は、例えば、 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ （赤）、 $\text{LaPO}_4:\text{Ce, Tb}$ （緑）または $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ （青）等の無機蛍光体、あるいは低分子色素系材料または共役高分子系材料等の有機蛍光体から成る。

40

【0033】

以上において説明した各層は、機能性層の好ましい例である。機能性層は他の機能を奏するものであってよい。また、機能性層という用語は、エアロゲル層を含む基板に所望の性質を付与し、一定の効果を与える層を含む意味において使用され、例えば、エアロゲル層の表面に装飾的效果を与えるために形成される着色薄膜もまた機能性層に含まれる。

【0034】

第2の要旨において、本発明は、第1の要旨において提供される本発明のエアロゲル基板を製造する方法を提供する。

50

【0035】

本発明のエアロゲル基板の製造方法は、エアロゲル層の少なくとも一の表面に、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する層としての中間層を形成する工程；および中間層の表面に機能性層を形成する工程を含む。

【0036】

中間層を以下に説明する方法に従って形成することにより、本発明の第1の要旨において提供される、上記第1の要旨の第1および第3～6の態様のエアロゲル基板を製造することができる。

10

【0037】

第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板の製造方法は、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程；膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することによりコーティング層を形成する工程；ならびにコーティング層の表面に機能性層を形成する工程を含む。

【0038】

この製造方法は、中間層を形成する工程が、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程；および膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することによりコーティング層を形成する工程を含むことを特徴とする。

20

【0039】

この製造方法によれば、疎水性エアロゲル層の表面にコーティング層を設けることによって、その表面を機能性層の均一な形成に適したものとでき、疎水性エアロゲル層の表面を親水化処理することによって、その表面にコーティング層を形成することが可能となる。

【0040】

コーティング層は、膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することにより形成される。膜形成成分とは、それを含む溶液および/または分散液を塗布した後、乾燥して溶媒を除去した後、膜を構成する成分をいう。「膜形成成分の水溶液および/または水分散液」としては、a)膜形成成分の水溶液、b)膜形成成分の水分散液、およびc)2以上の膜形成成分を含み、少なくとも1の膜形成成分が水に溶解し、少なくとも1の膜形成成分が分散しているものが挙げられる。

30

【0041】

シリカエアロゲルに代表されるエアロゲルは多孔質であり、液状物質を塗布すると毛細管現象で液状物質が浸透し易く、その結果、エアロゲルの微細多孔構造が破壊されてエアロゲルの特性が損なわれることがある。特に疎水化処理されていないエアロゲルの場合には、水性または油性のいずれの液状物質が浸透してもエアロゲルの微細多孔構造が破壊する。このようなエアロゲルに、コーティング液を塗布して膜を形成することは実質的に不可能である。

40

【0042】

一方、疎水化処理された疎水性エアロゲルにおいては、油性の液状物質が浸透すると微細多孔構造の破壊が生じるものの、水性の液状物質が浸透しても微細多孔構造は破壊されない。したがって、疎水性エアロゲルの表面に、水性のコーティング液（即ち、膜形成成分の水溶液および/または水分散液）を用いて常套のコーティング法（例えばスピンコーティング法）で膜形成しても、微細多孔構造の破壊が生じることはない。しかし、疎水性エアロゲルの表面には疎水性の有機基が結合していて、水溶液や水分散液をはじくため、実際には疎水性エアロゲルの表面に均一に水性のコーティング液を塗布することは困難である。

50

【 0 0 4 3 】

第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板の製造方法においては、疎水性エアロゲル層の表面をプラズマ処理またはUVオゾン処理することによって、内部の疎水性を保ったままエアロゲルの表面に存在する有機の疎水基を除去する。それにより、エアロゲル層の表面に親水性層が形成されるため、膜形成成分の水溶液および/または水分散液をコーティング液としてその表面に均一に塗布でき、乾燥して水分を除去した後は、エアロゲル層の表面の各孔を被覆し又は充填し、好ましくは表面が平滑である膜状のコーティング層が形成される。エアロゲル層の内部は疎水性のままであるから、コーティング層の形成時に水溶液および/または水分散液が内部に浸透して微細多孔構造を破壊することがない。

【 0 0 4 4 】

プラズマ処理は表面クリーニング等を実施するために従来から使用されている周知の方法で実施できる。

【 0 0 4 5 】

UVオゾン処理もまた周知の方法で実施できる。具体的には、紫外線を照射して空気中の酸素をオゾン化し、酸素のラジカルによりエアロゲル層の表面をエッチングして洗浄することにより実施される。

【 0 0 4 6 】

プラズマ処理またはUVオゾン処理は、エアロゲルの疎水基が除去されて成る親水性層の厚さが50nm~100μmとなるように実施することが好ましい。

【 0 0 4 7 】

第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板の製造方法は、エアロゲル層の少なくとも一の表面に気相法により無機物層または有機物層を形成する工程；および無機物層または有機物層の表面に機能性層を形成する工程を含む。

【 0 0 4 8 】

この製造方法は、中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面に気相法により無機物層または有機物層を形成する工程を含むことを特徴とする。

【 0 0 4 9 】

気相法（または気相成長法）とは、膜形成材料を真空下にて蒸発させる、あるいはプラズマにする等した後、当該材料を対象物（本発明においてはエアロゲル層）の表面に析出させて膜を形成する方法をいう。気相法として、具体的には、CVD（Chemical Vapor Deposition：化学蒸着）法、スパッタリング法、または蒸着（真空蒸着）法を採用することができる。

【 0 0 5 0 】

気相法により、エアロゲル層の表面の各孔を被覆し又は充填する無機物層または有機物層が形成される。気相法の条件を適宜選択することにより、無機物層または有機物層の表面をより平滑にできる。気相法は、液状体の塗布および乾燥を伴わないドライプロセスであるから、気相法による無機物層または有機物層の形成に際してエアロゲルの微細多孔構造が破壊されることはない。したがって、この製造方法は疎水性エアロゲルおよび疎水化処理されていないエアロゲルのいずれにも適用できる。

【 0 0 5 1 】

気相法により形成される無機物層または有機物層の厚さは、好ましくは50nm~100μmである。

【 0 0 5 2 】

第1の要旨の第4の態様のエアロゲル基板の製造方法は、エアロゲル層の少なくとも一の表面を加熱して融着層を形成する工程；および融着層の表面に機能性層を形成する工程を含む。

【 0 0 5 3 】

10

20

30

40

50

この製造方法は、中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面を加熱して融着層を形成する工程を含むことを特徴とする。

【0054】

エアロゲル層の少なくとも一の表面を加熱してアニール処理することによってエアロゲルの表面付近の孔が塞がれ、それにより、多孔質でない緻密な中間層が形成される。エアロゲル層の加熱はエアロゲル層を高温炉中に数十秒間入れる、あるいは熱線を表面に短時間照射する等して実施される。いずれの方法を採用する場合にも、加熱は融着層が50nm~100μmの厚さとなるように実施することが好ましい。この製造方法は、エアロゲル層の表面を平滑にするに際して溶液等の塗布を伴わないから、疎水性エアロゲルまたは疎水化処理されていないエアロゲルのいずれにも適用できる。

10

【0055】

第1の要旨の第5の態様のエアロゲル基板の製造方法は、エアロゲル層の少なくとも一の表面にラングミュア-プロジェクト法により薄膜を形成する工程；および薄膜の表面に機能性層を形成する工程を含む。

【0056】

この製造方法は、中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面にラングミュア-プロジェクト法により薄膜を形成する工程を含むことを特徴とする。

【0057】

この製造方法においては、ラングミュア-プロジェクト法によって、多孔質のエアロゲル層の表面にエアロゲル層の表面の各孔を被覆し又は充填する薄膜を中間層として形成する。ラングミュア-プロジェクト法(LB法とも呼ぶ)は、水面上に高分子の非水溶性溶液を展開することにより水面に高分子薄膜を形成し、適当な表面圧で高分子薄膜にエアロゲルの表面を接触させ、高分子薄膜をエアロゲルの表面に水面から転写させて薄膜を形成する方法である。

20

【0058】

LB法により形成される薄膜の膜厚は単分子レベルであり、したがってLB法によれば数ナノメートルのオーダーの非常に薄い膜を形成できる。また、高分子の側鎖長を変えることによって膜厚をナノスケールでコントロールすることができる。さらに後述するように、垂直浸漬法や水平付着法など、エアロゲル層の表面への高分子薄膜の累積手法によって累積膜構造を変えることができ、膜表面の性状を変化させることができる。LB法で高分子薄膜を形成するにあたって、高分子としてはポリイミド、ポリアルキルアクリレート、ポリエステル、ポリビニルアセタール、およびポリグルタメート等から選択される両親媒性のものを用いることができる。

30

【0059】

第1の要旨の第6の態様のエアロゲル基板の製造方法は、エアロゲル層の少なくとも一の表面に無機層状化合物を吸着させることにより無機層状化合物層を形成する工程；および無機層状化合物層の表面に機能性層を形成する工程を含む。

40

【0060】

この製造方法は、中間層を形成する工程が、エアロゲル層の少なくとも一の表面に無機層状化合物を吸着させることにより無機層状化合物層を形成する工程を含むことを特徴とする。

【0061】

この製造方法においては、機能性層が形成されるエアロゲル層の表面が無機層状化合物層で被覆される。無機層状化合物層はエアロゲル層の表面の各孔を被覆し又は充填して、その表面に形成される機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することを防止する。無機層状化合物層は、一般に平滑な表面を与えて機能性層がより均一に形成されることを

50

確保する。無機層状化合物層は、無機層状化合物を溶媒に分散させた処理液に多孔質体の表面を接触させて、無機層状化合物をエアロゲル層の表面に吸着させることにより形成する。吸着とは、対象物（本発明においてはエアロゲル層）の表面に無機層状化合物層を形成する過程において、無機層状化合物を分散させた処理液の溶媒を層形成に関与させることなく、無機層状化合物層を形成することをいう。この製造方法は、エアロゲル層の表面に液状体を塗布することを要しないから、疎水性エアロゲルまたは疎水化処理されていないエアロゲルのいずれにも適用できる。

【0062】

上記各製造方法において、機能性層はコーティング法または気相法により形成される。

【0063】

コーティング法は、膜形成成分が溶媒に溶解および/または分散した液を対象物の表面に塗布した後、乾燥して溶媒を除去することにより膜を形成する方法である。コーティング法は常套の膜形成方法であり、具体的には、スピニング法、ディップコーティング法、スプレーコーティング法、またはバーコーティング法等が知られている。

【0064】

気相法は先に第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板の製造方法に関連して説明したとおりである。気相法によれば、形成される層の厚さを、コーティング法では制御不可能な極めて薄い厚さ（例えば数百nm程度）に制御することが可能である。

【0065】

本発明は、第3の要旨において、第1の要旨の第2の態様のエアロゲル基板の製造方法を

【0066】

第1の要旨の第2の態様のエアロゲル基板の製造方法は、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程；ならびに膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することにより機能性層を形成する工程を含む。

【0067】

この製造方法は、中間層を形成する工程が、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理又はUVオゾン処理することにより親水性層を形成する工程を含むことを特徴とする。

【0068】

この製造方法は、上記第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板の製造方法において、コーティング層を形成することなく親水性層の表面に直接的に機能性層を形成する方法である。この製造方法は、機能性層を、膜形成成分の水溶液および/または水分散液を塗布した後、乾燥することによって形成し得る場合に適用できる。機能性層の形成工程で使用される水溶液および/または水分散液には、所望の機能性を基板に付与する成分が膜形成成分として含まれる。例えば、膜形成成分としてインジウムスズ酸化物を含む水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布した後、乾燥することにより、機能性層として

【0069】

発明を実施するための形態

以下、本発明の実施の形態を説明する。

【0070】

本発明のエアロゲル基板を構成するエアロゲルには、湿潤ゲルを超臨界乾燥して得られるゲルのほか、湿潤ゲルを非臨界状態で乾燥したゲルであって超臨界乾燥して得られるゲルと同様の構造（一般には空隙率）を有するゲルも含まれる。エアロゲルは、好ましくは40%以上、より好ましくは60%以上、さらに好ましくは80%以上の空隙率を有する。エアロゲルは、好ましくはシリカエアロゲルである。

10

20

30

40

50

【0071】

シリカエアロゲルは、米国特許第4402927号の明細書、同第4432956号の明細書、同第4610863号の明細書に記載されているように、アルコキシシラン（シリコンアルコキシド、アルキルシリケートとも称される）の加水分解および重合反応によってシリカ骨格からなる湿潤状態のゲルを得、これをアルコールまたは二酸化炭素等の溶媒（分散媒）の存在下で、この溶媒の臨界点以上の超臨界状態で乾燥することにより製造することができる。超臨界乾燥は、例えば、重合反応終了後の湿潤状態のゲルを液化二酸化炭素中に浸漬し、ゲルに含まれる溶媒の全部をこの溶媒よりも臨界点が高い液化二酸化炭素に置換し、この後、二酸化炭素を超臨界条件下で除去することによって実施できる。あるいは、超臨界乾燥は、ゲルが含む溶媒の一部を液化二酸化炭素と置換し、この後、溶媒 - 二酸化炭素系の超臨界条件下で溶媒および二酸化炭素を除去することによって実施できる。

10

【0072】

またシリカエアロゲルは、米国特許第5137927号の明細書および同第5124364号の明細書で開示されているように、ケイ酸ナトリウムを原料として、上記と同様にして製造することができる。

【0073】

シリカエアロゲルは疎水性が付与されたものであること、即ち、疎水性シリカエアロゲルであることが好ましい。疎水性シリカエアロゲルには湿気や水等が浸入し難く、したがって、シリカエアロゲルの屈折率や光透過性等の性能の劣化が防止される。

20

【0074】

シリカエアロゲルは、例えば、日本国公開特許公報平5-279011号公報または日本国公開特許公報平7-138375号公報に開示されているように、アルコキシシランの加水分解および重合反応によって得られたゲル状化合物を疎水化处理することによって、疎水性にすることができる。

【0075】

疎水化处理は、ゲル状化合物を超臨界乾燥する前、あるいは超臨界乾燥中に行なうことができる。疎水化处理は、ゲル状化合物の表面に存在するシラノール基の水酸基を疎水化处理剤の疎水基と反応させて、シラノール基の水酸基を疎水化处理剤の疎水基に置換することにより実施する。具体的には、例えば、疎水化处理剤を溶媒に溶解した疎水化处理液中にゲル状化合物を浸漬してゲル内に疎水化处理剤を浸透させた後、必要に応じて加熱して、水酸基を疎水基に置換する反応を行なわせる。

30

【0076】

疎水化处理剤としては、例えば、ヘキサメチルジシラザン、ヘキサメチルジシロキサン、トリメチルメトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン等を用いることができる。疎水化处理で使用する溶媒は、疎水化处理剤が容易に溶解し、かつ、疎水化处理前のゲルが含有する溶媒と置換可能なものであれば、これらに限定されない。疎水化处理に用いる溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、イソプロパノール、キシレン、トルエン、ベンゼン、N,N-ジメチルホルムアミド、およびヘキサメチルジシロキサン等を使用できる。後の工程で超臨界乾燥を実施する場合、超臨界乾燥の容易な溶媒、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノールまたは液体二酸化炭素等と同じもの、またはこれらと置換可能なものが好ましい。

40

【0077】

シリカエアロゲルは空隙率が大きいいため、屈折率が非常に小さい。したがって、シリカエアロゲルから成るエアロゲル層は、エアロゲル基板を、機能性層が透明導電性薄膜である発光素子用基板、または機能性層が蛍光体層である発光素子とする場合において特に好ましく用いられる。

【0078】

50

シリカ以外のエアロゲルとしては、米国特許第5086085号の明細書に開示されているメラミン樹脂の湿潤ゲルを形成した後に超臨界乾燥して得られる多孔質体がある。

【0079】

湿潤ゲルを非臨界状態で乾燥して得られるゲルであって、超臨界状態で乾燥して得られるゲルと同じ構造を有するゲルとしては、例えばアルコキシシランの加水分解重合反応やケイ酸ナトリウム溶液のゲル化反応によって得られる湿潤ゲルを通常の加熱や減圧等で乾燥して得られる多孔質シリカ（キセロゲル）等がある。日本国公表特許公報平8-504674号公報および日本国公表特許公報平1-508569号公報には、非臨界状態で乾燥したシリカであって超臨界乾燥したものと同等の空隙率を有するシリカが開示されており、そのようなシリカも本発明において好ましく使用される。多孔質シリカは、米国特許第5830387号の明細書に記載のように疎水化処理が施されたものであってよい。

10

【0080】

または、「SCIENCE」（VOL283, 1999年, p520）に記載のように、ポリスチレン樹脂とポリメチルメタクリル酸樹脂の混合樹脂を得た後、ポリスチレンを選択的に溶解除去することで得られるポリメチルメタクリル酸樹脂の多孔質体等をエアロゲルに代えて使用することも可能である。

【0081】

エアロゲルの製造方法および疎水化処理に関して引用した米国特許明細書、日本国公開特許公報、日本国公表特許公報および技術文献は、上記引用によって本明細書に組み込まれ、これらの記載事項は、明細書の一部を構成する。

20

【0082】

エアロゲルは強度が非常に小さいため、これをシート状やボード状で使用するには数mm以上の厚さに作製しないと、単体で扱うことは難しい。そこで、本発明のエアロゲル基板はエアロゲル層が板状部材に積層された形態であってよい。板状部材はエアロゲル基板全体の強度を確保できるものであればよく、エアロゲル基板が奏する機能に応じて適宜選択できる。板状部材は、例えばエアロゲル基板を発光素子用基板または発光素子とする場合には、所定の光学特性（屈折率および透明性等）を有する。板状部材は、例えばガラス板であってよい。

【0083】

エアロゲル層は例えば次の手順に従って板状部材の表面に形成できる。

30

（1）アルコキシシラン、水、アンモニア等の触媒、および溶媒を混合して調製したアルコキシシラン溶液を板状部材の表面に塗布する；

（2）アルコキシシランの加水分解および重合反応により薄膜状のゲルを形成し、必要に応じて疎水化処理を施す；

（3）板状部材に積層された状態にてゲルを超臨界乾燥する

【0084】

次に、本発明のエアロゲル基板の具体的な実施態様を、その製造方法とともに説明する。

【0085】

まず、第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板、即ち、エアロゲル層が疎水性エアロゲル層であり、中間層が疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面が親水化処理されて形成された親水性層および該親水性層の表面に形成されたコーティング層であり、機能性層が該コーティング層の上に形成されたエアロゲル基板について説明する。

40

【0086】

親水化処理される疎水性エアロゲル層の「少なくとも一の表面」は、通常、その厚さ方向に垂直な2つの面の一方である。疎水性エアロゲル層が板状部材の表面に積層されている場合、一般に板状部材と接している面とは反対の面が親水化処理される。疎水性エアロゲル層が厚く、例えば直方体または立方体である場合には、厚さ方向に平行な面を親水化処理してよい。親水化処理する面は二以上であってよい。例えば疎水性エアロゲル層を板状部材に積層せず、単体として使用する場合には、厚さ方向に垂直な2つの表面を親水化処理してよい。あるいは、疎水性エアロゲル層の厚さ方向に垂直な一の面と厚さ方向に平行

50

な一の面を親水化処理してよい。

【0087】

疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成される親水性層においては、エアロゲルの疎水基が除去されている。このような親水性層は、疎水性エアロゲル層の少なくとも一の表面をプラズマ処理またはUVオゾン処理することにより形成される。

【0088】

プラズマ処理は、好ましくは疎水性エアロゲル層の表面から厚さ50nm~100μmの領域において疎水基が除去されるように実施する。そのためには、プラズマ処理を実施するための装置として大気圧プラズマクリーニング装置(Aip Plasma 松下電工社製)を使用し、プラズマが放出されるノズルと疎水性エアロゲル層の表面との間の距離を7mm程度として、疎水性エアロゲル層の表面にノズルからプラズマを噴射してプラズマ処理を実施する。プラズマは、例えばヘリウム、アルゴンおよび酸素から選択される1以上のガスのプラズマである。そのようなプラズマは、例えば700~800W程度の電力を用いて発生させるとよい。疎水性エアロゲル層の表面は、0.1~2秒間、プラズマ処理に付すことが好ましい。

10

【0089】

UVオゾン処理もまた、疎水性ゲル層の表面から厚さ50nm~100μmの領域において疎水基が除去されるように実施することが好ましい。UVオゾン処理は、具体的には、エキシマランプ等のUV光源から紫外線を酸素雰囲気下または大気中にて疎水性ゲル層の表面に照射して実施する。疎水性エアロゲル層の表面にUVを照射する時間は、UV光源のパワー等に応じて異なるが、一般に10秒間~1分間である。

20

【0090】

親水性層の表面に形成されるコーティング層は、疎水性エアロゲル層の表面に存在する孔を塞いで、その表面に機能性層が形成されても機能性層を構成する物質をエアロゲル層に浸透させないために設けられる。コーティング層はまた、孔に起因する凹凸をなくし、機能性層を形成するのに適した平滑な面を与える。

【0091】

コーティング層は、膜形成成分の水溶液および/または水分散液を親水性層の表面に塗布し、乾燥することにより形成される。膜形成成分の水溶液および/または水分散液、即ち、水性コーティング液は、これを塗布した後、乾燥した後に、膜形成成分がエアロゲルの表面を均一に被覆して表面に存在する孔を均一に充填するように、粘度等を調整して調製する。具体的には、ポリビニルアルコールまたはポリエチレンオキサイド等の水溶性高分子の水溶液が好ましく用いられる。水溶性高分子の濃度は、好ましくは0.1~5質量%である。

30

【0092】

水溶性高分子の水溶液は、さらに好ましくはシリカ微粒子を含む。シリカ微粒子が膜形成成分として水溶液中に含まれると、膜形成後、疎水性エアロゲル層の表面に存在する孔がより密に充填されて、より平滑な面が形成される。シリカ微粒子を含む水溶性高分子の水溶液は、シリカゾルを該水溶液に分散させることにより得られる。シリカゾルの含有量は5~50質量%の範囲であることが好ましいが、これに限定されない。シリカゾルは、水溶性高分子の水溶液以外の水溶液または水分散液に分散させてもよい。

40

【0093】

水性コーティング液は常套の手法、たとえば、スピンコーティング法、ディップコーティング法、スプレーコーティング法、またはバーコーティング法等により塗布することができる。水性コーティング液は塗布後、乾燥装置を用いて乾燥してよく、あるいは自然乾燥させてよい。

【0094】

水性コーティング液を乾燥させた後に形成されるコーティング層の厚さは、好ましくは50nm~100μmである。

【0095】

50

コーティング層は、エアロゲル層の表面孔を充填して平滑な表面を形成する。コーティング層の表面には機能性層を均一に形成し得るため、機能性層はその機能を十分に発揮することができる。

【0096】

機能性層は、例えば、導電性薄膜、赤外線反射性薄膜、導光性薄膜、透明導電性薄膜または蛍光体層である。機能性層の材料および厚さ等は、最終的に得られるエアロゲル基板が所望の機能を発揮し得るように選択される。機能性層の形成方法は、その材料および厚さ等に応じて、気相法およびコーティング法から選択される。

【0097】

例えば、導電性薄膜は、銅等の導電性金属を例えば真空蒸着またはスパッタリングすることによって形成するとよい。導電性薄膜の厚さは、一般に50～200nm程度とすることが好ましい。

10

【0098】

赤外線反射性薄膜は、アルミニウムまたはチタニア等を例えば真空蒸着またはスパッタリングすることによって形成するとよい。赤外線反射性薄膜の厚さは、一般に50～200nm程度とすることが好ましい。

【0099】

導光性薄膜は、例えばCVD法により形成されるシリカ薄膜である。導光性薄膜は所望のパターンで形成することもできる。導光性薄膜の厚さは、例えば、50～100nm程度とする。

20

【0100】

透明導電性薄膜は、ITO、IXO、銀またはクロム等を、スパッタリングまたはイオンプレーティングすることによって形成するとよい。透明導電性薄膜の厚さは、一般に0.1～1μm程度とすることが好ましい。

【0101】

蛍光体層は、低分子色素系材料等の有機蛍光体を真空蒸着することによって、あるいは Y_2O_3 ：Eu等の無機蛍光体および結着剤を純水または有機溶媒に分散させて調製したコーティング液を塗布した後、乾燥することによって形成するとよい。蛍光体層の厚さは、一般に0.1～10μm程度とすることが好ましい。

【0102】

中間層が親水性層およびコーティング層であるエアロゲル基板の一例を模式的に図1(b)および(c)に示す。図1(b)に示すエアロゲル基板は、板状のエアロゲル層(1)の一方の面を親水化して形成した親水性層(図示せず)の表面にコーティング層(2)が形成され、コーティング層(2)の表面に機能性層(3)が形成されたものである。図1(c)に示すエアロゲル基板は、例えばガラス板である板状部材(100)にエアロゲル層(1)が薄膜として形成され、エアロゲル層(1)の表面にコーティング層(2)および機能性層(3)がこの順に形成されて成るものである。

30

【0103】

次に、本発明の第1の要旨の第2の態様、即ち、エアロゲル層が疎水性エアロゲル層であり、中間層が疎水性エアロゲル層の表面が親水化処理されて形成された親水性層であり、機能性層が該親水性層の表面に形成されているエアロゲル基板について説明する。

40

【0104】

このエアロゲル基板は、上述の第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板においてコーティング層を機能性層として形成したものに相当する。機能性層を形成するためには、膜に所望の機能が付与されるように膜形成成分を選択する必要がある。例えば、インジウムスズ酸化物を膜形成成分とすることにより透明導電性薄膜が形成される。インジウムスズ酸化物を含む水性コーティング液は、インジウムスズ酸化物微粒子のゾルまたは粉末をポリビニルアルコールまたはポリエチレンオキサイド等の水溶性高分子の水溶液に添加することにより得られる。インジウムスズ酸化物を含む水性コーティング液を塗布して形成した透明導電性薄膜を有する回路基板は、その導電性がスパッタリング法等の気相法で形成し

50

たインジウムスズ酸化物薄膜よりも小さくなる傾向にあるものの、用途等によっては十分に実用可能である。

【0105】

中間層が親水性層であり、親水性層の表面に機能性層が形成されたエアロゲル基板の一例を模式的に図1(a)に示す。図1(a)に示すエアロゲル基板は、板状のエアロゲル層(1)の一方の面を親水化して形成した親水性層(図示せず)の表面に機能性層(3)が直接的に形成されて成るものである。

【0106】

次に、第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板、即ち、中間層が気相法により形成された無機物層または有機物層であるエアロゲル基板について説明する。「少なくとも一の表面」の意味は、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

10

【0107】

前述のとおり気相法はドライプロセスであるから、第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板を構成するエアロゲル層は疎水化処理されたものであってよく、あるいは疎水化処理されていないものであってもよい。耐久性を考慮すれば、エアロゲル層は疎水化処理されたものであることが好ましい。エアロゲル基板を電子素子やEL(エレクトロルミネッセンス)素子の基板等として用いる場合には、一般には防湿のために封止された状態で使用されるので、エアロゲルは疎水化処理されていなくともよい。

【0108】

気相法により形成される膜は、エアロゲル層の表面の孔を充填し、好ましくは平滑な表面をさらに与えるために形成される。膜を形成する物質は有機物および無機物のいずれであってよく、好ましくは析出粒子がより小さいものである。膜は、膜形成後の残留エネルギーが小さくなるように形成する必要がある。膜形成後の残留エネルギーが大きいと、膜の剥離等が生じることがある。気相法による成膜条件は、膜形成物質およびエアロゲル層の物性等に応じて適宜選択される。例えば、残留エネルギーを小さくしたい場合、あるいは有機物質で薄膜形成する場合には、成膜温度を低くし、またプラズマエネルギーを小さくすることが好ましい。成膜温度が低温であると緻密化が困難である場合には、成膜温度を上げて膜を形成するとよい。

20

【0109】

気相法により形成される無機物層は、好ましくは、 SiO_2 、 SiN 、 SiON 、および TiO_2 から選択されるものから成り、より好ましくは SiO_2 (シリカ)から成る。シリカから成る層は、スパッタリング法またはCVD法で形成することが好ましい。シリカからなる層をスパッタリング法によって薄膜として形成する場合、成膜温度は、好ましくは20 ~ 400、特に好ましくは150 ~ 250である。シリカからなる層をCVD法で形成する場合、原料としてテトラエトキシシランを用い、100 ~ 400で層を形成することが好ましく、特に100 ~ 200で層を形成することがより好ましい。

30

【0110】

無機物層の厚さは、好ましくは50nm~100 μm であり、より好ましくは50nm~1 μm である。

40

【0111】

気相法により形成される有機物層は、好ましくは真空蒸着法により形成される。有機物層は、例えば、銅フタロシアニンまたはアルミニウム錯体等を真空蒸着して形成することができる。有機物層を構成する有機物の分子量は、蒸着温度をより低くするために、より小さいものであることが好ましい。有機物層を蒸着法により形成する場合、エアロゲルは疎水化処理されたものであることが好ましい。エアロゲルが疎水性であると、有機物層とエアロゲル層との間の密着性がより良好となり、またエアロゲル層の表面の孔がより良好に(即ち、より密に)充填される。

【0112】

50

有機物層の厚さは、好ましくは50 nm～100 μmであり、より好ましくは50 nm～1 μmである。

【0113】

機能性層は、気相法により形成された無機物層または有機物層の表面に形成される。有機物層または無機物層はエアロゲル層の表面の孔を充填して平滑な表面を形成しているから、機能性層はその表面に均一に形成されて、その機能を有効に発揮する。機能性層については、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関連して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

【0114】

第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板の構造は、例えば図1(b)および(c)に示す構造をとる。第1の要旨の第3の態様のエアロゲル基板が図1(b)に示す構造をとる場合、気相法により形成される無機物層または有機物層は符号2で示される層であり、機能性層はその表面に形成された符号3で示される層である。エアロゲル層がガラス板のような板状部材の表面に形成される場合、エアロゲル基板は図1(c)に示すように、板状部材(100)の表面に薄膜としてのエアロゲル層(1)、気相法により形成された無機物層または有機物層(2)および機能性層(3)がこの順に積層された構造をとる。

10

【0115】

第1の要旨の第4の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面が加熱されることにより形成された融着層、および該融着層の表面に形成された機能性層を含む。「少なくとも一の表面」の意味は、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

20

【0116】

融着層は、エアロゲル層の表面を加熱してアニール処理をすることにより形成される。アニール処理によりエアロゲルの表面層の孔が塞がれ、それにより、エアロゲル層の表面が機能性層の形成に適した平滑で緻密なものとなる。アニール処理は、エアロゲル層の表面層のみが焼結するように実施し、その条件はエアロゲルの種類および寸法等に応じて適宜選択される。例えば、エアロゲルがシリカエアロゲルである場合、アニール処理は、シリカエアロゲルを600～1000 程度の高温炉中に数十秒間入れることによって、あるいはシリカエアロゲル層の表面に熱線を短時間照射することによって実施できる。

【0117】

融着層の厚さは、好ましくは50 nm～100 μmである。

30

【0118】

機能性層は、融着層の表面に形成される。融着層は孔を有しない緻密で平滑な表面を形成しているから、機能性層は融着層の表面に均一に形成されて、その機能を有効に発揮する。機能性層については、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関連して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

【0119】

融着層を形成するエアロゲルは疎水性である必要はないが、耐久性の点からは疎水性のものであることが好ましい。

【0120】

第1の要旨の第4の態様のエアロゲル基板の構造は、第1の要旨の第2の態様のエアロゲル基板のそれと同様であり、例えば図1(a)に示す構造をとる。第1の要旨の第4の態様のエアロゲル基板が図1(a)に示す構造をとる場合、機能性層(3)は、板状のエアロゲル層(1)の一方の面を加熱して形成した融着層(図示せず)の表面に直接に形成される。

40

【0121】

第1の要旨の第5の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成されたラングミュア-プロジェクト膜、および該ラングミュア-プロジェクト膜の表面に形成された機能性層を含む。「少なくとも一の表面」の意味は、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関して説明したとおりであるから、ここではその

50

詳細な説明を省略する。

【0122】

既述のようにLB法で高分子薄膜を形成する方法としては垂直浸漬法や水平付着法などがある。垂直浸漬法により高分子薄膜を形成する場合、水中に浸漬したときにエアロゲル層の微細多孔構造が破壊されることを防止するために、疎水化処理されたエアロゲルを使用する。水平付着法によれば、エアロゲル層と水とを接触させずに高分子薄膜を形成し得る。したがって、水平付着法を採用する場合、エアロゲル層は親水性エアロゲル層であってよい。但し、水とエアロゲル層との偶発的な接触によってエアロゲル層の微細多孔構造が破壊されることを防止するために、水平付着法を適用する場合にも疎水化処理されたエアロゲルが好ましく使用される。いずれの方法を採用する場合も、疎水化処理されたエアロゲル層は、その表面が親水化処理されたものであってよい。

10

【0123】

水平付着法により疎水性エアロゲル層の表面に高分子薄膜を形成する方法を図2に示す。水(10)の表面に両親媒性の高分子の非水溶性溶液を展開すると、図2(a)に示すように、各高分子(11)は親水性部分(11a)が水(10)と接し、疎水性部分(親油性基)(11b)が水と接しない向きで、水面上に並列配置されて、高分子薄膜(12)を形成する。そして、エアロゲル層(1)の表面を水平にして高分子薄膜(12)の上に押し当てると、エアロゲル層(1)の疎水性の表面に各高分子(11)の疎水性部分(11b)が付着する。次にエアロゲル層(1)を引き上げると、図2(b)に示すように、各高分子(11)の疎水性部分(11b)がエアロゲル層(1)の表面に付着したまま、水面から高分子薄膜(12)がエアロゲル層(1)の表面に転写され、エアロゲル層(1)の表面にLB膜(2')が形成される。このように一回の付着操作によって一層だけで形成されるLB膜(2')にあっては、LB(2')を構成する各高分子(11)は疎水性部分(11b)がエアロゲル層(1)の方に、親水性部分(11a)がその反対の方に向くように配列される。したがって、LB膜(2')の表面には各高分子(11)の親水性部分(11a)が露出するので、LB膜の表面は親水性を示す。

20

【0124】

図3は疎水性エアロゲル層の表面に垂直浸漬法で高分子薄膜を形成する方法を示す。水(10)の表面に両親媒性高分子の非水溶性溶液を展開すると、上記と同様に図3(a)に示すように、各高分子(11)は親水性部分(11a)が水(10)と接し、疎水性部分(11b)が水と接しないように配置されて、高分子薄膜(12)を水面に形成する。そして、エアロゲル層(1)の表面を水面に対して垂直にして、エアロゲル層(1)を水中に浸漬すると、図3(b)に示すように、エアロゲル層(1)の疎水性の表面に各高分子(11)の疎水性部分(11b)が付着し、疎水性部分(11b)がエアロゲル層(1)の方に向くとともに親水性部分(11a)が表面に露出するように配列された高分子薄膜(12)がエアロゲル層(1)の表面に形成される。したがって、エアロゲル層(1)の表面に形成される第一層目の高分子薄膜(12)の表面は親水性を示す。次に、エアロゲル層(1)を水中から引き上げると、第一層目の高分子薄膜(12)の表面が親水性であるために、水面上の高分子薄膜(12)は、その親水性部分(11a)が第一層目の高分子薄膜(12)の表面に付着するように転写される。その結果、図3(c)のようにエアロゲル層(1)の表面には二層構造の高分子薄膜(12)が形成されることとなる。このようにして形成される二層構造のLB膜(2')の表面には高分子の疎水性部分(11b)が露出し、したがって、LB膜の表面は疎水性を示す。

30

40

【0125】

LB膜の厚さは、0.001~0.1 μm であることが好ましい。0.001 μm 未満では、LB膜の表面にエアロゲル層の表面の孔に起因する凹凸が現れるために十分に平滑な表面が形成されない。0.1 μm を越えると、エアロゲル層の諸特性(高断熱性、高電気絶縁性、低屈折率、および低誘電率等)をエアロゲル基板にて十分に活かすことが困難となる。

【0126】

50

機能性層は、LB膜の表面に形成される。LB膜は平滑な表面を形成しているから、機能性層はLB膜表面に均一に形成されて、その機能を有効に発揮する。LB膜(2')の表面が親水性である場合には、水性コーティング液を塗布した後、乾燥する方法によって機能性層を均一に形成することができる。機能性層については、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関連して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

【0127】

第1の要旨の第5の態様のエアロゲル基板の構造は、例えば図1(b)および(c)に示す構造をとる。第1の要旨の第5の態様のエアロゲル基板が図1(b)に示す構造をとる場合、LB膜は符号2で示される層であり、機能性層はその表面に形成された符号3で示される層である。エアロゲル層がガラス板のような板状部材の表面に形成される場合、エアロゲル基板は図1(c)に示すように、板状部材(100)の表面に、薄膜としてのエアロゲル層(1)、LB膜(2)および機能性層(3)がこの順に積層された構造をとる。

10

【0128】

第1の要旨の第6の態様のエアロゲル基板は、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成された無機層状化合物層、および該無機層状化合物層の表面に形成された機能性層を含む。「少なくとも一の表面」の意味は、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

【0129】

無機層状化合物層においては、無機化合物の層が複数重ねられた状態となっている。無機層状化合物層は、無機層状化合物をエアロゲル層の表面に吸着させて形成する。前述のとおり、無機層状化合物層を吸着する過程において、無機層状化合物を分散する溶媒は層形成に関与しない。したがって、無機層状化合物を例えば水中に分散させ、エアロゲル層の表面を水に接触させて無機層状化合物層を形成し、その後水中からエアロゲル層を取り出しても、無機層状化合物層は水を含んでいない。

20

【0130】

無機層状化合物のエアロゲル層への吸着は、無機層状化合物が溶媒中で劈開したときに劈開面に存在する電荷とエアロゲル層の表面の電荷との間でクーロン力が作用して起こる。無機層状化合物はエアロゲル層の表面の電荷を打ち消すのに必要な量だけ吸着され、また劈開は一般に数個の分子が重なった状態にて生じるため、エアロゲル層の表面に形成される無機層状化合物層の厚さは通常数nmとなる。無機層状化合物を一分子ごとに劈開させ得る場合、無機層状化合物層の厚さは1nm程度となるが、無機層状化合物層はその程度の厚さであっても機能性層の形成に適した平滑な表面を形成し得る。

30

【0131】

無機層状化合物層は、無機層状化合物を溶媒に分散させた処理液にエアロゲル層を接触させることによってエアロゲル層の表面に吸着させる。エアロゲル層は、例えば処理液に浸漬することにより処理液と接触させるとよい。処理液において、無機層状化合物の濃度は、無機層状化合物が劈開する程度の濃度である1質量%以下が好ましい。無機層状化合物の濃度が低い程、分散性は良くなるものの、濃度が低すぎると無機層状化合物を吸着させることが困難となるので、無機層状化合物の濃度は0.001質量%以上であることが望ましい。処理液にエアロゲル層を浸漬する場合、エアロゲル層の微細多孔構造の破壊を防止するために、エアロゲル(特にシリカエアロゲル)は疎水化処理されたものが好ましく用いられる。

40

【0132】

無機層状化合物としては、Na-モンモリロナイト、Ca-モンモリロナイト、合成スメクタイト、Na-テニオライト、Li-テニオライト、Na-ヘクトライト、Li-ヘクトライト、酸性白土、合成雲母などのフィロケイ酸塩鉱物を用いることができる。溶媒としては水を用いることができる。上記のフィロケイ酸塩鉱物は層状化合物間に水分子が入ることにより膨潤し、処理液の濃度が低い場合や超音波等により力を加えた場合に容易に劈開して、厚さが数nm、面方向の径が数十~数百nmの板状物質を形成する。無機層状化合物

50

物層は一種または複数種の無機層状化合物で形成してよい。

【0133】

エアロゲル層の表面には、無機層状化合物層を形成する前にイオン性ポリマーを付着させておいてよい。イオン性ポリマーを付着させることにより、無機層状化合物とエアロゲル層との間の付着力をより強くすることが可能となる。イオン性ポリマーはイオン性であれば特に限定されない。イオン性ポリマーとして、ポリ(アリルアミンヒドロクロリド)、ポリ(エチレンイミン)およびポリ(ジアリルジメチルアンモニウムクロリド)等のカチオン性ポリマー、ならびにポリ(スチレンスルホネート)およびポリ(ビニルスルフェート)等のアニオン性ポリマーを挙げることができる。イオン性ポリマーは、イオン性ポリマーの水溶液にエアロゲル層を浸漬等することによって、またはLB法によって、エアロゲル層の表面に付着させることができる。イオン性ポリマーの付着と無機層状化合物の吸着を繰り返すことによって、複数の無機層状化合物層をエアロゲル層の表面に形成することができる。

10

【0134】

無機層状化合物層の厚さは、好ましくは0.01~1μmである。

【0135】

機能性層は、無機層状化合物層の表面に形成される。無機層状化合物層は平滑な表面を形成しているから、機能性層は無機層状化合物層の表面に均一に形成されて、その機能を有効に発揮する。機能性層については、先に第1の要旨の第1の態様のエアロゲル基板に関連して説明したとおりであるから、ここではその詳細な説明を省略する。

20

【0136】

第1の要旨の第6の態様のエアロゲル基板は、例えば図1(b)および(c)に示す構造をとる。第1の要旨の第6の態様のエアロゲル基板が図1(b)に示す構造をとる場合、無機層状化合物層は符号2で示される層であり、機能性層はその表面に形成された符号3で示される層である。エアロゲル層がガラス板のような板状部材の表面に形成される場合、エアロゲル基板は図1(c)に示すように、板状部材(100)の表面に、薄膜としてのエアロゲル層(1)、無機層状化合物層(2)および機能性層(3)がこの順に積層された構造をとる。

【0137】

以上において説明した本発明のエアロゲル基板およびその製造方法によってもたらされる効果は次のとおりである。

30

【0138】

エアロゲル層、エアロゲル層の少なくとも一の表面に形成された中間層、および中間層の表面に形成された機能性層を含み、機能性層を構成する物質がエアロゲル層へ浸透することなく、機能性層が中間層の表面に形成されているエアロゲル基板である。このエアロゲル基板においては、機能性層を構成する物質がエアロゲル層内に浸透していないために、機能性層はその表面が連続的であって表面粗さの小さい均一な層としてエアロゲル基板を構成し、所定の機能を良好に奏する。

【0139】

本発明のエアロゲル基板において、中間層は、機能性層を構成する物質がエアロゲル層に浸透することを防止する層であることが好ましい。そのような中間層は、エアロゲル層の表面に薄くて均一な機能性層を常套の方法に従って形成することを可能にする。

40

【0140】

本発明のエアロゲル基板は、エアロゲル層として疎水性エアロゲル層を使用し、中間層を疎水性エアロゲル層の表面を親水化処理して形成した親水性層および親水性層の表面に形成したコーティング層とすることによって実施される。そのようなエアロゲル基板は、疎水性エアロゲル層の表面をプラズマ処理またはUVオゾン処理することによって、疎水性エアロゲル層の表面のみが親水性とされ、内部は疎水性に維持されている点に特徴を有する。かかる特徴により、表面に水性コーティング液を均一に塗布することが可能となり、疎水性エアロゲル層の表面に均一な薄膜を形成できる。さらに、水性コーティング液が内

50

部に浸透してエアロゲル層の微細多孔構造を破壊することもない。水性コーティング液により形成した膜は平滑な表面を形成して、機能性層がその表面に均一に形成されることを可能にする。

【0141】

本発明のエアロゲル基板は、エアロゲル層として疎水性エアロゲル層を使用し、中間層を疎水性エアロゲル層の表面を親水化処理して形成した親水性層とし、機能性層を親水性層の表面に形成したコーティング層とすることによっても好ましく実施される。そのようなエアロゲル基板は、疎水性エアロゲル層の表面を親水化処理することより、エアロゲル層の表面に直接的に機能性層を形成した点に特徴を有する。このエアロゲル基板は、第一のエアロゲル基板の変形例ともいえ、第一のエアロゲル基板よりも少ない工程で形成され得る。

10

【0142】

本発明のエアロゲル基板はまた、中間層を気相法により形成した無機物層または有機物層とすることによって好ましく実施される。ドライプロセスによる気相法によれば、液状物質によるエアロゲルの微細多孔構造の破壊等を生じさせることなく、エアロゲル層の表面に、平滑な表面を与える薄膜を中間層として形成することができる。当該無機物層または有機物層は、エアロゲル層の表面の孔を塞いで平滑な表面を与えるから、当該層の表面には機能性層を均一に形成することができる。

【0143】

さらに、気相法によれば形成される膜（層）の厚さを容易に制御することができるから、エアロゲルの表面の孔を確実に充填してエアロゲル層の表面の凹凸をより効果的に「ならす」ことができる。

20

【0144】

気相法により形成される層がシリカから成る層であるエアロゲル基板においては、エアロゲル層とシリカ膜との間の付着力が大きく、エアロゲル層の表面の孔がより良好に充填される。したがって、シリカから成る層を気相法により形成すれば、より平滑な表面が形成され、したがって、より均一に機能性層が形成されたエアロゲル基板が得られる。気相法により形成される層が、SiN、SiON、またはTiO₂である場合も同様である。

【0145】

本発明のエアロゲル基板はまた、中間層をエアロゲル層の表面を加熱することにより形成された融着層とすることによって好ましく実施される。融着層は、エアロゲルの表面の孔が塞がれて形成された緻密で平滑な表面を与える。したがって、融着層は、その表面に均一な機能性層を形成することを可能にする。

30

【0146】

本発明のエアロゲル基板はまた、中間層をラングミュア - プロジェクト膜とすることによって好ましく実施される。ラングミュア - プロジェクト膜は、機能性薄膜を形成するのに適した平滑な表面を与える。ラングミュア - プロジェクト膜はエアロゲル層の微細多孔構造を破壊することなく形成され、また、その厚さを必要に応じて数nmと非常に薄くでき、さらに高分子の側鎖長を変えることによって膜厚をナノスケールで制御することができる。したがって、ラングミュア - プロジェクト膜を含むエアロゲル基板においては、機能性層とエアロゲル層との間の層が厚いことに起因する機能性層の機能低下が生じない。

40

【0147】

本発明のエアロゲル基板はまた、中間層を無機層状化合物層とすることによって好ましく実施される。この無機層状化合物層の形成に際して、溶媒は層形成に関与しない。したがって、無機層状化合物層は疎水性エアロゲル層および親水性エアロゲル層のいずれにも形成されて平滑な表面を与え、機能性層が均一に形成されることを可能にする。

【0148】

本発明のエアロゲル基板において、エアロゲルがシリカエアロゲルである場合には、エアロゲル層の吸湿が防止されて、エアロゲルが有する各種の特性の経時的な劣化が防止される。

50

【 0 1 4 9 】

本発明のエアロゲル基板において、機能性層が導電性物質薄膜である場合には、エアロゲル（特にシリカエアロゲル）の低誘電率特性を有効に利用した回路基板が得られる。

【 0 1 5 0 】

本発明のエアロゲル基板において、機能性層が赤外線反射性薄膜である場合には、エアロゲル（特にシリカエアロゲル）の低熱伝導性を有効に利用した断熱基板が得られる。

【 0 1 5 1 】

本発明のエアロゲル基板において、機能性層が導光性薄膜である場合には、エアロゲル（特にシリカエアロゲル）の低屈折率を有効に利用した光導波路基板が得られる。

【 0 1 5 2 】

本発明のエアロゲル基板において、機能性層が透明導電性薄膜である場合には、エアロゲル（特にシリカエアロゲル）の低屈折率を有効に利用した透明導電性薄膜基板が得られる。

10

【 0 1 5 3 】

本発明のエアロゲル基板において、機能性層が蛍光体層である場合には、エアロゲル（特にシリカエアロゲル）の低屈折率を有効に利用した発光素子が得られる。

【 0 1 5 4 】

産業上の利用の可能性

本発明のエアロゲル基板は、機能性層の特性がエアロゲルの諸特性と相俟って有効に発揮され、高機能性基板としてエレクトロニクス等の種々の分野に適用できる。本発明のエアロゲル基板は、その機能性層の種類に応じて、導電性基板、断熱性基板、光導波路基板、発光素子用基板、または発光素子として利用することができ、これらの基板はCRT、FED、無機EL素子、有機EL素子、プラズマディスプレイパネル、平面蛍光灯、およびLCD等を構成するのに適している。本発明のエアロゲル基板の製造方法は、薄膜を形成することが困難であるエアロゲル層の表面に機能性層を均一に形成することを可能にしている。したがって、本発明のエアロゲル基板の製造方法はまた、エアロゲルの表面に所望の薄膜を均一に形成する薄膜形成方法としても有用なものである。

20

【 0 1 5 5 】

実施例

以下、本発明を実施例によって、より具体的に説明する。

30

【 0 1 5 6 】

（実施例1）

図1(c)に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

テトラメトキシシランのオリゴマー（コルコート社製「メチルシリケート51」）とメタノールを質量比47：81で混合してA液を調製し、また水、28質量%アンモニア水、メタノールを質量比50：1：81で混合してB液を調製した。そしてA液とB液を16：17の質量比で混合して得たアルコキシシラン溶液を、ソーダガラス製の板状部材（100）の上に滴下し、700min⁻¹の回転数で10秒間スピンコーティングした。次いで、アルコキシシランをゲル化させた後、水：28質量%アンモニア水：メタノール=162：4：640の質量比の組成のエージング溶液中に浸漬し、室温にて1昼夜エージングした。次に、エージングした薄膜状のゲル状化合物を、ヘキサメチルジシラザンの10質量%イソプロパノール溶液中に浸漬することにより疎水化処理に付した。このようにしてガラス板の表面に形成した薄膜状のゲル状化合物をイソプロパノール中へ浸漬して洗浄した後、高压容器中に入れ、高压容器内を液化炭酸ガスで満たし、80、16MPaの条件で超臨界乾燥をすることによって、ガラス板（100）の表面に積層された厚さ30μmのシリカエアロゲル薄膜（1）を得た。

40

【 0 1 5 7 】

このシリカエアロゲル薄膜（1）の表面に、厚さ100nmのシリカ薄膜（2）を形成した。シリカ薄膜は、テトラエトキシシランを用い、200、3Pa、700Wの条件でCVD法により蒸着して形成した。次に、室温にて0.7Pa、100Wの条件でスパッタ

50

リングすることにより、I X Oから成る厚さ200 nmの透明導電性薄膜(3)をシリカ薄膜(2)の表面に形成してE L発光素子用基板を得た。

【0158】

(実施例2)

図1(c)に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例1と同様にしてソーダガラス板(100)の表面にシリカエアロゲル薄膜(1)を形成した。次に、このシリカエアロゲル薄膜(1)の表面に、厚さ100 nmのシリカ薄膜(2)を形成した。シリカ薄膜は、200、0.7 Pa、300 Wの条件でスパッタリング法により形成した。続いて、シリカ薄膜(2)の表面に、200、1 Pa、300 Wの条件でスパッタリングすることにより、I T Oから成る厚さ200 nmの透明導電性薄膜(3)を形成してE L発光素子用基板を得た。

10

【0159】

(実施例3)

図1(c)に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例1と同様にしてソーダガラス板(100)の表面にシリカエアロゲル薄膜(1)を形成した。次に、このシリカエアロゲル薄膜(1)の表面に、厚さ50 nmの銅フタロシアニアン薄膜(2)を真空蒸着法により形成した。続いて、銅フタロシアニン薄膜の表面に、真空蒸着法により厚さ50 nmのA l薄膜を導電性薄膜(3)として形成し、回路用基板を得た。

【0160】

20

(実施例4)

図1(c)に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例1と同様にしてソーダガラス板(100)の表面にシリカエアロゲル薄膜(1)を形成した。次に、このシリカエアロゲル薄膜(1)の表面を常圧プラズマ法により、ヘリウム/アルゴン/酸素雰囲気中にて700 Wの電力を用いてプラズマ処理し、厚さ50 nmの親水性層(図示せず)を形成した。次いで、シリカ10質量%とポリビニルアルコール10質量%を含有するように、ポリビニルアルコールを溶解させるとともにシリカゾルを分散させた水性コーティング液を調製した。これをシリカエアロゲル薄膜(1)の表面に塗布し、105で乾燥することにより、厚さ50 nmのシリカ薄膜(2)を形成した。続いて、室温にて0.7 Pa、100 Wの条件でスパッタリングすることにより、厚さ200 nmのI X O薄膜を透明導電性薄膜(3)としてシリカ薄膜(2)の表面に形成し、E L発光素子用基板を得た。

30

【0161】

(比較例1)

実施例1と同様にしてソーダガラス板の表面に形成したシリカエアロゲル薄膜の表面に、シリカ薄膜を形成することなく、実施例1と同様の方法でI X O薄膜を形成し、発光素子用基板を得た。

【0162】

(比較例2)

実施例1と同様にしてソーダガラス板の表面に形成したシリカエアロゲル薄膜の表面に、シリカ薄膜を形成することなく、実施例2と同様の方法でI T O薄膜を形成し、発光素子用基板を得た。

40

【0163】

(比較例3)

実施例1と同様にしてソーダガラス板の表面に形成したシリカエアロゲル薄膜の表面に、銅フタロシアニン薄膜を形成することなく、実施例3と同様の方法でA l薄膜を形成し、回路基板を得た。

【0164】

実施例1~4及び比較例1~3で得たエアロゲル基板について、その最表層の1 cm距離の導通性能をテスターにより測定した。結果を表1に示す。

50

【 0 1 6 5 】

【表 1】

	エアロゲル層	中間層 (形成方法)	機能性層 (形成方法)	1 cm 抵抗値 (Ω)
実施例 1	シリカエアロゲル薄膜	シリカ薄膜 (CVD)	I X O 薄膜 (スパッタリング)	4 0
実施例 2	シリカエアロゲル薄膜	シリカ薄膜 (スパッタリング)	I T O 薄膜 (スパッタリング)	3 0
実施例 3	シリカエアロゲル薄膜	銅フタロシアニン (真空蒸着)	A l 薄膜 (真空蒸着)	0. 3
実施例 4	シリカエアロゲル薄膜	親水層(プラズマ) / シリカ + P V A (コーティング)	I X O 薄膜 (スパッタリング)	5 0
比較例 1	シリカエアロゲル薄膜	—	I X O 薄膜 (スパッタリング)	K ~ M オメガ
比較例 2	シリカエアロゲル薄膜	—	I T O 薄膜 (スパッタリング)	K ~ M オメガ
比較例 3	シリカエアロゲル薄膜	—	A l 薄膜 (真空蒸着)	7 0

10

20

30

【 0 1 6 6 】

(実施例 5)

図 1 (c) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様にしてソーダガラス板 (100) の表面にシリカエアロゲル薄膜 (1) を形成した (但し、スピコート時の回転数は 2 0 0 0 rpm、シリカエアロゲル薄膜の厚さ 1 μ m)。次に、このシリカエアロゲル薄膜 (1) の表面を常圧プラズマ法により、ヘリウム / アルゴン / 酸素雰囲気中にて 7 0 0 W の電力を用いてプラズマ処理し、厚さ 5 0 nm の親水性層を形成した。次いで、シリカ 1 0 質量 % とポリビニルアルコール 1 0 質量 % を含有するように、ポリビニルアルコールを溶解させるとともにシリカゾルを分散させた水性コーティング液を調製した。これをシリカエアロゲル薄膜 (1) の表面に塗布し、1 0 5 で乾燥することにより、厚さ 5 0 nm のシリカ薄膜 (2) を形成した。続いて、シリカ薄膜 (2) の表面に真空蒸着によりアルミキノリノール錯体 (トリス (8 - ヒドロキノリン) アルミニウム : (株) 同仁化学研究所製) を真空蒸着することによって、厚さ 1 0 0 nm の蛍光体層 (3) を形成し、発光素子を得た。

40

【 0 1 6 7 】

(実施例 6)

図 1 (b) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様にして得たアルコキシシラン溶液をスチロール製容器内に注型し、この容

50

器を密閉した後に、室温で放置することによってゲル化およびエージングを実施した。次いで、実施例 1 と同様にして疎水化処理及び超臨界乾燥を行ない、厚さ 5 mm のシリカエアロゲルの板 (1) を作製した。

次に、シリカエアロゲルの板 (1) の表面を加熱してアニール処理を施すことにより、厚さ 50 nm の融着層を形成した。加熱処理は、エアロゲルの板を 600 に加熱した炉中に入れ、30 秒後に取り出し、次いで放冷することにより実施した。続いて、融着層の表面に、アルミキリノール錯体 (トリス (8 - ヒドロキノリン) アルミニウム : (株) 同仁化学研究所製) を真空蒸着して、厚さ 100 nm の蛍光体層 (3) を形成して、発光素子を得た。

【 0 1 6 8 】

(比較例 4)

実施例 5 と同様にしてソーダガラス板の表面に形成したシリカエアロゲル薄膜の表面に、シリカ薄膜を形成することなく、実施例 5 と同様の方法で蛍光体層を形成した。

【 0 1 6 9 】

実施例 5 , 6 及び比較例 4 で得た薄膜基板に、20 W のブラックライトを照射し、その発光輝度を測定した。結果を表 2 に示す。

【 0 1 7 0 】

【表 2】

	エアロゲル層	中間層 (形成方法)	機能性層 (形成方法)	発光平均輝度 (cd/cm ²)
実施例 5	シリカエアロゲル薄膜	シリカ / PVA (コーティング)	アルミキリノール (真空蒸着)	2. 2
実施例 6	シリカエアロゲル板	融着層	アルミキリノール (真空蒸着)	2. 6
比較例 4	シリカエアロゲル薄膜	—	アルミキリノール (真空蒸着)	1. 5

【 0 1 7 1 】

(実施例 7)

図 1 (c) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様にしてソーダガラス板 (100) の表面に厚さ 1 mm のシリカエアロゲル薄膜 (1) を形成した。次に、このシリカエアロゲル薄膜 (1) の表面に実施例 1 と同様にして、厚さ 100 nm のシリカ薄膜 (2) を形成した。続いて、実施例 3 と同様にしてシリカ薄膜の表面に厚さ 50 nm の Al 薄膜を赤外線反射性薄膜 (3) として形成し、断熱性基板を得た。

【 0 1 7 2 】

(実施例 8)

図 1 (b) に示す構造を有するエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 6 と同様にして厚さ 5 mm のシリカエアロゲルの板 (1) を作製した。次にこのシリカエアロゲル 1 の板の表面に実施例 1 と同様にして、厚さ 100 nm のシリカ薄膜 (2) を形成した。続いて、実施例 3 と同様にして、シリカ薄膜の表面に厚さ 50 nm の Al 薄膜 (3) を赤外線反射性薄膜として形成し、断熱性基板を得た。

【 0 1 7 3 】

10

20

30

40

50

(比較例 5)

シリカエアロゲル薄膜が形成されていないソーダガラス板の表面に、実施例 3 と同様にし
て厚さ 50 nm の Al 薄膜を赤外線反射性薄膜として形成し、断熱性基板を得た。

【0174】

(比較例 6)

実施例 6 と同様にして作製した厚さ 5 mm のシリカエアロゲルの板の表面に、シリカ薄膜を
形成せず、シリカエアロゲルの表面に実施例 3 と同様にして厚さ 50 nm の Al 薄膜を赤外
線反射性薄膜として形成し、断熱性基板を得た。

【0175】

実施例 7, 8 及び比較例 5, 6 で得た薄膜基板について、熱伝導率を ASTM に従って測
定し、また波長 1000 nm の赤外線の透過率を分光光度計により測定した。結果を表 3 に
示す。

【0176】

【表 3】

	エアロゲル層	中間層 (形成方法)	機能性層 (形成方法)	熱伝導率 (W/mK)	赤外線透 過率 (%)
実施例 7	シリカエアロゲル薄膜	シリカ薄膜 (CVD)	Al 薄膜 (真空蒸着)	0.35	20
実施例 8	シリカエアロゲル板	シリカ薄膜 (CVD)	Al 薄膜 (真空蒸着)	0.013	18
比較例 5	—	—	Al 薄膜 (真空蒸着)	1.3	18
比較例 6	シリカエアロゲル薄膜	—	Al 薄膜 (真空蒸着)	0.013	55

【0177】

(実施例 9)

図 1 (b) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様の方法でソーダガラス板 (100) の表面に厚さ 20 μm の疎水化処理され
たシリカエアロゲル薄膜 (1) を形成した。次に、このシリカエアロゲル薄膜 (1) をガ
ラス板 (100) とともに、ポリ (ジアリルジメチルアンモニウムクロリド) の 5.0 質量
% 濃度の水溶液に 10 分間浸漬し、さらに純水に 10 分間浸漬することにより、シリカエ
アロゲル薄膜 (1) の表面にイオン性ポリマーとしてポリ (ジアリルジメチルアンモニウ
ムクロリド) を付着させた。次いで、エアロゲル薄膜 (1) をガラス基板 (100) ととも
に、合成ヘクトライト (ラポルト工業社製「ラポナイト RD」) を 0.2 質量 % 濃度で水
に分散させた処理液に垂直浸漬法により浸漬して 10 分間静置した後、純水中に 10 分間
浸漬することによって、合成ヘクトライトから成る厚さ 0.01 μm の無機層状化合物層
(2) を形成した。続いて、200、1 Pa、100 W の条件でスパッタリングすること
により、無機層状化合物層 (2) の表面に厚さ 100 nm の ITO 薄膜を透明導電性薄膜
(3) として形成し、発光素子用基板を得た。

【 0 1 7 8 】

(比較例 7)

イオン性ポリマーを付着させず、また無機層状化合物層を形成しなかったことを除いては、実施例 9 と同様にして発光素子用基板を得た。

【 0 1 7 9 】

実施例 9 および比較例 7 で得たエアロゲル基板について、その最表層の 1 cm 距離の導通性をテスターにより測定した。結果を表 4 に示す。

【 0 1 8 0 】

【表 4】

	エアロゲル層	中間層	機能性層 (形成方法)	1 cm 抵抗値 (Ω)
実施例 9	シリアロゲル薄膜	イオン性ポリマー/ 無機層状化合物層	I T O 薄膜 (スパッタリング)	3 0
比較例 7	シリアロゲル薄膜	—	I T O 薄膜 (スパッタリング)	K ~ M オーダー

10

20

【 0 1 8 1 】

(実施例 1 0)

図 1 (c) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様の方法でソーダガラス板 (100) の表面に厚さ 1 0 μ m の疎水化処理されたシリカエアロゲル薄膜 (1) を形成した。次に、エアロゲル薄膜 (1) の表面に、ポリビニルオクタナールアセタールを表面圧 2 5 m N / m の条件で垂直浸漬法で付着させて厚さ 1 0 nm の L B 膜 (2) を形成した。L B 膜 (2) は 1 層の高分子薄膜によって形成されており、表面は親水性であった。次に、室温にて 0 . 7 P a 、 1 0 0 W の条件でスパッタリングすることによって、厚さ 2 0 0 nm の I X O 薄膜 (3) を L B 膜 (2) の表面に導電性薄膜として形成し、発光素子用基板を得た。

30

【 0 1 8 2 】

(実施例 1 1)

L B 膜 (2) の表面に、2 0 0 、 1 P a 、 3 0 0 W の条件でスパッタリングすることによって、厚さ 2 0 0 nm の I T O 薄膜 (3) を導電性薄膜として形成したこと以外は、実施例 1 0 と同様にして発光素子用基板を得た。

40

【 0 1 8 3 】

(実施例 1 2)

図 1 (c) に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例 1 と同様の方法でソーダガラス板 (100) の表面に厚さ 2 0 μ m の疎水性シリカエアロゲル薄膜 (1) を形成した。次に、疎水性エアロゲル薄膜 (1) の表面に、ポリビニルオクタナールアセタールを表面圧 2 5 m N / m の条件で垂直浸漬法で付着させて厚さ 1 0 nm の高分子薄膜を形成した。さらに、該高分子薄膜の表面に、表面圧 2 5 m N / m の条件でポリビニルオクタナールアセタールを垂直浸漬法で付着させることにより、厚さ 1 0 nm の高分子薄膜を形成した。その結果、疎水性シリカエアロゲル薄膜の表面には、表面が疎水性である 2 層構造の L B 膜 (2) が形成された。次に、2 0 0 にて 1 P a 、 3 0 0

50

Wの条件でスパッタリングすることによって、LB膜(2)の表面に厚さ200nmのITO薄膜(3)を透明導電性薄膜として形成し、発光素子用基板を得た。

【0184】

(比較例8)

LB膜を形成しなかったことを除いては、実施例10と同様にして発光素子用基板を作製した。

【0185】

(比較例9)

LB膜を形成しなかったことを除いては、実施例11と同様にして表面に発光素子用基板を得た。

【0186】

上記の実施例10～12および比較例8および9について、その最表層の1cm距離の導通性能をテスターにより測定した。結果を表5に示す。

【0187】

【表5】

	エアロゲル層	中間層	機能性層 (形成方法)	1cm抵抗値 (Ω)
実施例10	シカエアロゲル薄膜	LB膜	IXO薄膜 (スパッタリング)	50
実施例11	シカエアロゲル薄膜	LB膜	ITO薄膜 (スパッタリング)	30
実施例12	シカエアロゲル薄膜	LB膜 (2層)	ITO薄膜 (スパッタリング)	10
比較例8	シカエアロゲル薄膜	—	IXO薄膜 (スパッタリング)	K～Mオーダー
比較例9	シカエアロゲル薄膜	—	ITO薄膜 (スパッタリング)	K～Mオーダー

【0187】

(実施例13)

図1(b)に示す構造のエアロゲル基板を次の手順に従って作製した。

実施例1と同様の方法でソーダガラス板(100)の表面に厚さ30 μ mの疎水化処理されたシカエアロゲル薄膜(1)を形成した。次にシカエアロゲル薄膜(1)の表面に、このシカエアロゲル薄膜(1)の表面を常圧プラズマ法により、ヘリウム/アルゴン/酸素雰囲気中にて700Wの電力を用いてプラズマ処理し、厚さ50nmの親水性層(図示せず)を形成した。次いで、インジウムスズ酸化物の粉末30質量%とポリビニルアルコール3質量%を含有するように、ポリビニルアルコールを溶解させるとともにインジウムスズ酸化物を分散させた水性コーティング液を調製した。これをシカエアロゲル薄膜(1)の表面に塗布した後、600で焼成することにより、厚さ2 μ mのITO薄膜を透明導電性薄膜(3)として形成した。

【0188】

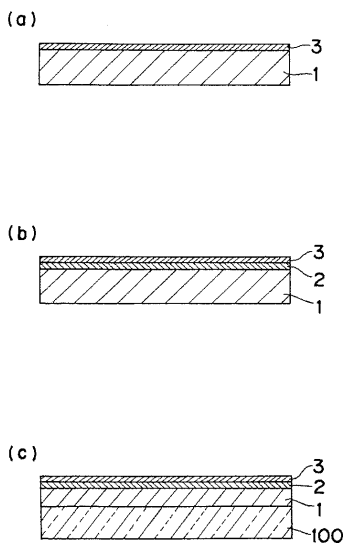
上記の実施例 1 3 について、その最表層の 1 cm 距離の導通性能をテスターにより測定した。結果を表 6 に示す。

【 0 1 8 9 】

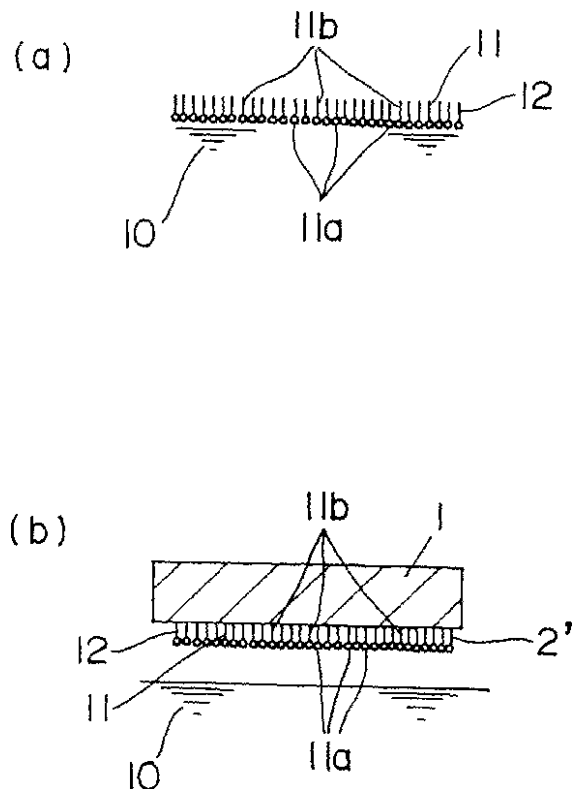
【表 6】

	エアゲル層	中間層	機能性層 (形成方法)	1 cm 抵抗値 (Ω)
実施例 1 3	シリカエアゲル薄膜	親水性層	I T O 薄膜 (コーティング)	

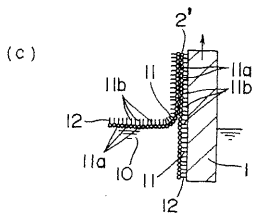
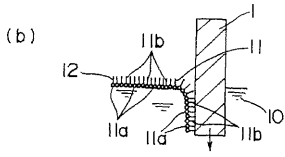
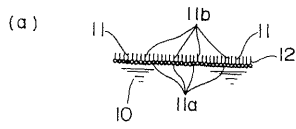
【 図 1 】
Fig. 1



【 図 2 】
Fig. 2



【 図 3 】
Fig. 3



フロントページの続き

- (72)発明者 椿 健治
大阪府門真市大字門真1048番地 松下電工株式会社内
- (72)発明者 河野 謙司
大阪府門真市大字門真1048番地 松下電工株式会社内
- (72)発明者 園田 健二
大阪府門真市大字門真1048番地 松下電工株式会社内

審査官 廣野 知子

- (56)参考文献 特開平6-227809(JP,A)
特開平5-279011(JP,A)
特開平10-324579(JP,A)
特開平10-324585(JP,A)
特開平7-213877(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
C01B 33/00、33/113-33/16
B32B 1/00-35/00