

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B32B 9/00

C01B 33/159

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00802504.5

[43] 公开日 2002 年 2 月 13 日

[11] 公开号 CN 1335805A

[22] 申请日 2000.11.9 [21] 申请号 00802504.5

[30] 优先权

[32] 1999.11.10 [33] JP [31] 319858/1999

[86] 国际申请 PCT/JP00/07856 2000.11.9

[87] 国际公布 WO01/34382 日 2001.5.17

[85] 进入国家阶段日期 2001.7.2

[71] 申请人 松下电工株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 横川弘 横山胜 椿健治

河野谦司 园田健二

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

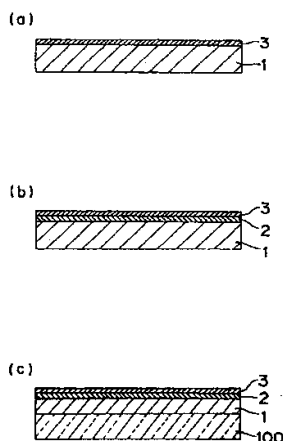
代理人 陈剑华

权利要求书 3 页 说明书 30 页 附图页数 3 页

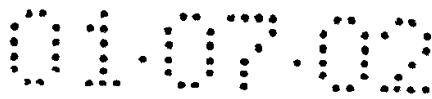
[54] 发明名称 气凝胶基板及其制造方法

[57] 摘要

提供一种可用作导电性基板、绝热性基板、光导基板、发光元件用基板或发光元件等的气凝胶基板。该气凝胶基板的特征在于包含功能性层和气凝胶层，在功能性层与气凝胶层之间夹着可使功能性层均匀形成的中间层。该中间层通过气相法、L-B 法或无机层状化合物的吸附等而形成于气凝胶层的至少一个表面，或者通过对气凝胶层的至少一个表面进行亲水化处理、再涂布水性涂液后干燥而形成，也可通过将气凝胶层的至少一个表面加热、退火处理而形成，还可通过对气凝胶层的至少一个表面进行亲水化处理而形成。

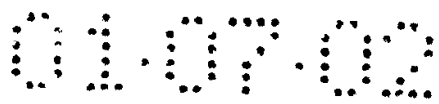


I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4



权 利 要 求 书

1. 气凝胶基板，它包含气凝胶层、在气凝胶层的至少一个表面形成的中间层和在该中间层表面形成的功能性层，构成功能性层的物质不会渗透到气凝胶层内，功能性层形成于中间层表面。
5
2. 如权利要求 1 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述中间层可防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层中。
3. 如权利要求 2 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述气凝胶层是疏水性气凝胶层，所述中间层由疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层和形成于该亲水性层表面的涂层构成，功能性层形成于该涂层表面。
10
4. 如权利要求 1 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述气凝胶层是疏水性气凝胶层，所述中间层是疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层，功能性层形成于该亲水性层表面。
5. 如权利要求 2 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述中间层是用气相法形成的无机物层或有机物层。
15
6. 如权利要求 5 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述无机物层由选自 SiO_2 、 SiN 、 SiON 和 TiO_2 的无机物构成。
7. 如权利要求 2 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述中间层是由气凝胶层的至少一个表面经加热而形成的熔粘层。
8. 如权利要求 2 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述中间层是 LB 膜。
20
9. 如权利要求 2 所述的气凝胶基板，其特征在于，所述中间层是无机层状化合物层。
10. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述气凝胶是二氧化硅气凝胶。
11. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述气凝胶层形成于板状构件之上。
25
12. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述功能性层是导电性薄膜。
13. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述功能性层是红外线反射性薄膜。
30
14. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述功能性层是导光性薄膜。



15. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述功能性层是透明导电性薄膜。

16. 如权利要求 1-9 中任一项所述的气凝胶基板，其特征在于，所述功能性层是荧光体层。

5 17. 气凝胶基板的制造方法，它是一种至少一个表面具有功能性层的气凝胶基板的制造方法，它包含

在气凝胶层的至少一个表面形成中间层的步骤，所述中间层用来防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内；和

在中间层表面形成功能性层的步骤。

10 18. 如权利要求 17 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，形成中间层的步骤包含对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理、形成亲水性层的步骤；和

在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥、形成涂层的步骤。

15 19. 气凝胶基板的制造方法，它是一种至少一个表面具有功能性层的气凝胶基板的制造方法，它包含

对气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理、形成亲水性层的步骤；和

20 在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥、形成功能性层的步骤。

20. 如权利要求 17 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，形成中间层的步骤包含用气相法在气凝胶层的至少一个表面形成无机物层或有机物层的步骤。

25 21. 如权利要求 20 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，所述气相法选自 CVD 法、溅射法和蒸镀法。

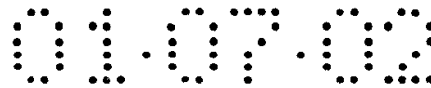
22. 如权利要求 17 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，所述形成中间层的步骤包含将气凝胶层的至少一个表面加热、形成熔粘层的步骤。

23. 如权利要求 17 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，所述形成中间层的步骤包含用 L-B 法在气凝胶层的至少一个表面形成薄膜的步骤。

30 24. 如权利要求 17 所述的气凝胶基板的制造方法，其特征在于，所述形成中间层的步骤包含使无机层状化合物吸附在气凝胶层的至少一个表面、形成无机层状化合物层的步骤。

25. 如权利要求 17-24 中任一项所述的气凝胶基板的制造方法, 其特征在于, 所述气凝胶是二氧化硅气凝胶。

26. 如权利要求 17、19-24 中任一项所述的气凝胶基板的制造方法, 其特征在于, 所述功能性层用涂布法或气相法形成。



说明书

气凝胶基板及其制造方法

5

技术领域

本发明涉及包含气凝胶层和形成于该气凝胶层表面的功能性层的气凝胶基板及其制造方法。

背景技术

10

气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）具有绝热性、电绝缘性、低折射率和低介电常数等特性，人们正研究将其特性用于各领域。例如，在玻璃板等板状构件表面形成二氧化硅气凝胶薄膜，再在该二氧化硅气凝胶薄膜表面形成功能性薄膜，可制作高功能性基板。例如，若在二氧化硅气凝胶薄膜表面设置铜等导电性金属的薄膜作为功能性薄膜并用该导电性金属薄膜形成电路，则可制作发挥二氧化硅气凝胶的低介电常数的电路基板。

15

气凝胶如美国专利 No.4402927、No.4432956、No.4610863 的说明书中所公开的，可通过以下方法得到：将烷氧基硅烷（也称硅酸烷基酯）水解并缩聚，得到凝胶状化合物，将该化合物在分散介质的存在下在该分散介质的临界点以上的超临界条件下干燥。此外，如日本公开特许公报 1993 年第 279011 号和 1995 年第 138375 号所公开的，对二氧化硅气凝胶进行疏水化处理，可提高二氧化硅气凝胶的防潮性和防止二氧化硅气凝胶特性下降。

20

发明的公开

要用二氧化硅气凝胶等气凝胶制作高功能性基板，必须在气凝胶表面形成均匀的功能性薄膜。但气凝胶是多孔物质，难以在其表面形成均匀的薄膜。因此，目前的情况是，利用气凝胶的高功能性基板尚未达到实用化。

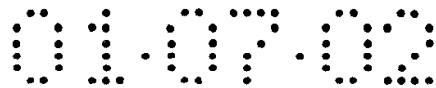
25

鉴于上述情况，本发明的目的是提供一种包含气凝胶层和均匀地形成于该气凝胶层表面的功能性层的气凝胶基板及其制造方法。

本发明的第 1 方面是，提供一种气凝胶基板，它包含气凝胶层、在气凝胶层的至少一个表面形成的中间层和在该中间层表面形成的功能性层，构成功能性层的物质不会渗透到气凝胶层内，功能性层形成于中间层表面。

30

“构成功能性层的物质不会渗透到气凝胶层内”是指在形成功能性层之时



和之后，不会出现形成功能性层的物质通过气凝胶层内的孔渗透到气凝胶层内的情况。这样的功能性层，作为表面连续的、表面粗糙度小的均匀的层（例如，薄膜）构成气凝胶基板，具有良好的所需功能。

5 本发明的气凝胶基板通过中间层来防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层。“防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层”是指在形成功能性层之时和之后，防止形成功能性层的物质通过气凝胶层内的孔渗透到气凝胶内。在形成功能性层时需要使用最终不会残留在功能性层中的物质（例如，通过干燥而蒸发的溶剂）的情况下，中间层还防止这样的物质的渗透。因此，形成于中间层表面的功能性层的表面成为连续的、表面粗糙度小的均匀的层（例如，薄膜）。

10 中间层并非一定要完全防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。只要功能性层能均匀地形成，根据用途等具有所必需的功能，则即使构成功能性层的物质中的极少一部分渗透到气凝胶层内，也是容许的。例如，当中间层的一部分是非连续的、中间层中有微小的空隙（例如，针孔）时，即使构成功能性层的物质通过该空隙而渗透到气凝胶层内，只要功能性层作为整体是均匀形成的且具有所需功能，则这样的渗透也是容许的。

15 或者，也可制作这样的本发明的气凝胶基板：将特定的中间层与特定的气凝胶层组合，再将构成功能性层的物质（还包括仅在形成功能性层的工序中使用的物质，如通过干燥而蒸发的溶剂）变成特定的。这样，即使构成功能性层的物质渗透到中间层内，该物质也不会从中间层进一步渗透到气凝胶层内。这样的气凝胶基板例如通过使中间层与气凝胶层具有不同的性质、并使构成功能性层的物质与中间层亲和、与气凝胶层不亲和而实现。

20 在任一种气凝胶基板中，中间层可以是另行形成于气凝胶层表面的层，也可以是将气凝胶层的一部分改性而形成的层。将气凝胶层改性而得到的中间层与未改性的气凝胶层实质上形成不可分的整体，但不包含在本发明的构成气凝胶基板的“气凝胶层”中。但通过气凝胶层表面的改性而形成中间层时，除非另有说明，所述“气凝胶层表面”是指中间层表面。

25 本发明的气凝胶基板均可以说是其功能性层具有所需功能的功能性基板。在本说明书中，“基板”一词的含义包括指厚度比其他尺寸小很多的板状物（包括板、片和膜等）和厚度与其他尺寸在同一数量级的长方体和立方体。基板还包括一部分为曲面的板状物、长方体和立方体。因此，根据气凝胶基板的最终形态，构成气凝胶基板的各层可以是板状、片状、膜状的，也可以是长方体状、立方体状的。



下面对本发明的气凝胶基板的形态进行说明。

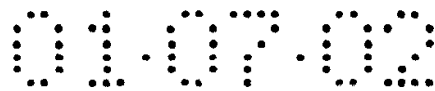
在第1方面，第1形态的气凝胶基板是包含疏水性气凝胶层、由疏水性气凝胶层的至少一个表面经亲水化处理而形成的亲水性层、形成于该亲水性层表面的涂层和形成于该涂层上的功能性层的气凝胶基板。在第1方面的第1形态中，中间层由疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层和形成于该亲水性层表面的涂层构成。“疏水性气凝胶层经亲水化处理”是指疏水性气凝胶层中的疏水基团被除去，“亲水性层”是指除去了疏水基团的层。

在该气凝胶基板中，亲水性层和涂层作为中间层存在于功能性层与气凝胶层之间，其作用是作为底层，用于均匀地形成功能性层。形成于疏水性气凝胶层表面的亲水性层如后所述，若在其表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥、形成涂层，则成膜成分和水不会渗透到疏水性气凝胶层内，可形成均匀的涂层。涂层即使在将存在于亲水性层表面的各孔充填或覆盖而在其表面形成功能性层时，也能防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。

在第1方面，第2形态的气凝胶基板是包含疏水性气凝胶层、由疏水性气凝胶层的至少一个表面经亲水化处理而形成的亲水性层和形成于该亲水性层上的功能性层的气凝胶基板。在第1方面的第2形态中，中间层是疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层。该气凝胶基板在上述第1方面的第1形态的气凝胶基板中，以涂层作为功能性层，功能性层直接形成于气凝胶层（即，中间层）的表面。在该气凝胶基板中，由于疏水性气凝胶层表面经改性而成亲水性，因此，即使涂布的含有成膜成分的水溶液和/或水分散液渗透到亲水性层内，也不会由亲水性层移动到疏水性气凝胶层中。即，在该气凝胶基板中，通过气凝胶层、中间层和形成功能性层的材料的组合，防止了构成功能性层的物质向气凝胶层渗透。

在第1方面，第3形态的气凝胶基板是包含气凝胶层、经气相法而在气凝胶层的至少一个表面形成的无机物层或有机物层和形成于该无机物层或有机物层表面的功能性层的气凝胶基板。在第1方面的第3形态中，中间层是通过气相法而形成的无机物层或有机物层。通过气相法而形成的无机物层或有机物层，即使在充填或覆盖气凝胶层表面的各孔、在其表面形成功能性层的情况下，也可防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。此外，无机物层或有机物层具有平滑的表面，其作用是作为底层，用于均匀地形成功能性层。

在第1方面，第4形态的气凝胶基板是包含气凝胶层、由气凝胶层的至少一个表面经加热而形成的熔粘层和形成于该熔粘层表面的功能性层的气凝胶



5 基板。在第 1 方面的第 4 形态中，中间层是气凝胶层的至少一个表面经加热而形成的熔粘层。“熔粘层”是指气凝胶的孔被堵塞而致密化的层。由于熔粘层的形成，使得在气凝胶层表面附近的孔被堵塞，这样，构成在熔粘层表面形成的功能性层的物质无法渗透到气凝胶层内。熔粘层一般具有平滑的表面，这也有助于均匀地形成功能性层。

10 在第 1 方面，第 5 形态的气凝胶基板是包含气凝胶层、形成于气凝胶层的至少一个表面的 Langmuir-Blodgett 膜 (L-B 膜) 和形成于该 L-B 膜表面的功能性层的气凝胶基板。在第 1 方面的第 5 形态中，中间层是 L-B 膜。L-B 膜即使在充填或覆盖气凝胶层表面的各孔、在其表面形成功能性层的情况下，也可防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。L-B 膜一般具有平滑的表面，这也有助于均匀地形成功能性层。

15 在第 1 方面，第 6 形态的气凝胶基板是包含气凝胶层、形成于气凝胶层的至少一个表面的无机层状化合物层和形成于该无机层状化合物层表面的功能性层的气凝胶基板。在第 1 方面的第 6 形态中，中间层是无机层状化合物层。无机层状化合物层即使在充填或覆盖气凝胶层表面的各孔、在其表面形成功能性层的情况下，也可防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。无机层状化合物层一般具有平滑的表面，这也有助于均匀地形成功能性层。

在上述第 1 方面的第 1 至第 6 的任一形态的气凝胶基板中，气凝胶层最好由二氧化硅气凝胶构成。

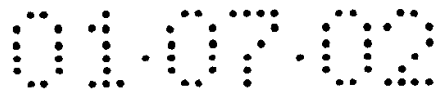
20 通过将功能性层制成具有所需功能的层，可使本发明的气凝胶基板成为所需功能性基板。功能性层例如是导电性薄膜、红外线反射性薄膜、导光性薄膜、透明导电性薄膜或荧光体层。

25 功能性层为导电性薄膜的气凝胶基板通过用导电性薄膜形成电路图形，可作为电路基板使用。导电性物质是选自铜、铝、镁和银等的导电性金属。从导电性和成本等角度考虑，导电性物质最好是铜。电路图形通过在导电性金属薄膜上形成光刻膜、掩膜、曝光、显影和腐蚀处理而形成。

在电路基板中，当气凝胶层由二氧化硅气凝胶构成时，电路基板可作为优异的介电常数低的电路基板使用，可用作高集成电路等的基板。这是由于二氧化硅气凝胶的介电常数非常小，为 1.05 - 2.0 左右。

30 由于具有红外线反射性薄膜的气凝胶基板可将红外线反射，因此，可用作绝热性基板。红外线反射性薄膜例如是铝或二氧化钛的薄膜。

在绝热性基板中，当气凝胶层由二氧化硅气凝胶构成时，导热系数减小，



气凝胶基板显示更加优异的绝热性。这是由于二氧化硅气凝胶的导热系数非常小，为 $0.01 - 0.025\text{W/mK}$ 左右且密度非常小。

5 具有导光性薄膜的气凝胶基板可用作将光以一定方向传送的光导基板。在该气凝胶基板中，光在气凝胶层与导光性薄膜（例如，由无机氧化物构成的透明薄膜）之间的界面被全反射，导光性薄膜起光传送性能高的光导通路的作用。导光性薄膜是折射率大的透明膜，例如，由二氧化硅等构成光纤的材料形成。

10 如第 1 方面的第 1 和第 3 至第 6 形态的气凝胶基板那样，当致密的层（例如，膜）作为中间层位于导光性薄膜与气凝胶层之间时，该中间层的厚度宜在 300nm 以下，更好地在 100nm 以下。若该层厚度大于传送的光的波长，则无法将应该传送的光传送。

15 在光导基板中，当气凝胶层由二氧化硅气凝胶构成时，在光导通路与气凝胶层之间的界面上的全反射效率提高，即使用曲线图形形成光导通路，光的传送损耗得以充分抑制。这是因为二氧化硅气凝胶的光的折射率非常小，为 $1.008 - 1.3$ 。

20 具有透明导电性薄膜的气凝胶基板可用作发光元件用基板。该透明导电性薄膜可用选自铟锡氧化物（ITO）、铟锌氧化物（IXO）、银和铬等的透明导电性物质形成。具有透明导电性薄膜的气凝胶基板例如可构成 EL 发光元件。EL 发光元件通过在气凝胶基板的透明导电性薄膜表面设置 EL（场致发光）层、在 EL 层表面设置背面金属电极而形成。EL 层可由迄今在有机 EL 或无机 EL 中使用的发光物质构成。EL 层通过在透明导电性薄膜与背面金属电极之间施加电场而发光。该 EL 发光元件可用于各种显示器。

25 气凝胶层由二氧化硅气凝胶构成的发光基板可作为在 EL 层发光的光的出射率高的 EL 元件使用。这是因为二氧化硅气凝胶的光的折射率非常小，为 $1.008 - 1.3$ 。此外，使用包含二氧化硅气凝胶层的发光基板，例如，可形成兼有反射型液晶用正面光保护和触摸屏功能的显示器。这是因为二氧化硅气凝胶的光折射率小，具有与空气同等的光功能。

30 具有荧光体层的气凝胶基板可用作发光元件。荧光体层例如通过照射紫外线而发光。与上述发光基板同样，用二氧化硅气凝胶构成气凝胶层，可提高光从荧光体层的出射效率。荧光体层例如由 $\text{Y}_2\text{O}_3: \text{Eu}$ （红）、 $\text{LaPO}_4: \text{Ce, Tb}$ （绿）或 $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}: \text{Eu}$ （蓝）等无机荧光体或低分子色素系材料或共轭高分子系材料等有机荧光体构成。

上述各层是功能性层的优选例子。功能性层也可以具有其他功能。功能性层一词的含义是，能使包含气凝胶层的基板具有所需性质并产生一定效果的层，例如，为了给气凝胶层表面产生装饰效果而形成的着色薄膜也包括在功能性层中。

5 在第2方面，本发明提供制造在第1方面提供的本发明的气凝胶基板的方法。

本发明的气凝胶基板的制造方法包括

在气凝胶层的至少一个表面形成中间层的步骤，该中间层用来防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内；和

10 在中间层表面形成功能性层的步骤。

按下述方法形成中间层，可制造在本发明的第1方面提供的上述第1方面的第1和第3至第6形态的气凝胶基板。

制造第1方面的第1形态的气凝胶基板的方法包括

15 通过对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或UV臭氧处理，形成亲水性层的步骤；

在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥，形成涂层的步骤；和

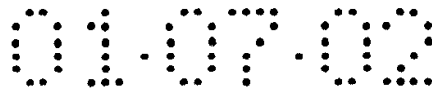
在涂层表面形成功能性层的步骤。

20 该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或UV臭氧处理、形成亲水性层的步骤和在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥、形成涂层的步骤。

根据该制造方法，通过在疏水性气凝胶层表面设置涂层，可使该表面适合形成均匀的功能性层，且通过对疏水性气凝胶层表面进行亲水化处理，可在该表面形成涂层。

25 涂层通过在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥而形成。“成膜成分”是指将含有该成分的溶液和/或分散液涂布后干燥，除去溶剂后构成膜的成分。“成膜成分的水溶液和/或水分散液”的例子有 a) 成膜成分的水溶液，b) 成膜成分的水分散液，c) 含有二种以上的成膜成分、至少一种成膜成分溶解于水、至少一种成膜成分被分散的水性液体。

30 以二氧化硅气凝胶为代表的气凝胶是多孔性物质，涂布液状物质后，由于毛细管现象，液状物质容易渗透，其结果，有时会出现气凝胶的微细多孔结构被破坏、气凝胶特性受到损害的情况。尤其是未疏水化处理的气凝胶，当受到



水性或油性液状物质渗透时，其微细多孔结构会被破坏。要在这样的气凝胶上涂布涂液、形成膜，实际上是不可能的。

另一方面，疏水化处理过的疏水性气凝胶受到油性液状物质渗透后，其微细多孔结构会被破坏，但受到水性液状物质渗透后，其微细多孔结构则不会被破坏。因此，即使按常规涂布方法（如旋涂法）用水性涂液（即，成膜成分的水溶液和/或水分散液）在疏水性气凝胶表面形成膜，也不会出现微细多孔结构被破坏的情况。但是，由于疏水性有机基团结合在疏水性气凝胶表面，将水溶液和水分散液排斥，因此，实际上，难以在疏水性气凝胶表面均匀地涂布水性涂液。

10 在制造第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板的方法中，通过对疏水性气凝胶层表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理，可在保持内部疏水性的情况下将存在于气凝胶表面的有机疏水基团除去。由此，由于气凝胶层表面形成亲水性层，可将成膜成分的水溶液和/或水分散液作为涂液均匀地涂布在其表面，干燥、除去水分后，将气凝胶层表面的各孔覆盖或充填，最好形成表面平滑的膜状涂层。由于气凝胶层的内部仍是疏水性的，因此，形成涂层时，水溶液和/或水分散液不会渗透到内部而破坏微细多孔结构。

等离子体处理可以采用迄今用于表面清洁等的周知的方法进行。

UV 臭氧处理也可以周知的方法进行。具体地说，可用以下方法进行：照射紫外线，将空气中的氧臭氧化，通过氧的自由基将气凝胶层表面蚀刻，清洗。

20 经过等离子体处理或 UV 臭氧处理、除去气凝胶的疏水基团后形成的亲水性层的厚度最好为 50nm - 100 μ m。

制造第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板的方法包括

通过气相法在气凝胶层的至少一个表面形成无机物层或有机物层的步骤；

和

25 在无机物层或有机物层表面形成功能性层的步骤。

该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含通过气相法在气凝胶层的至少一个表面形成无机物层或有机物层的步骤。

“气相法（或气相生长法）”是指将成膜材料在真空下蒸发或者变成等离子体等之后让该材料在对象物（在本发明中为气凝胶层）表面析出、形成膜的方法。作为气相法，具体地可采用 CVD（Chemical Vapor Deposition：化学气相沉积）法、溅射法或蒸镀（真空蒸镀）法。

通过气相法，形成将气凝胶层表面的各孔覆盖或充填的无机物层或有机物



层。适当选择气相法的条件，可使无机物层或有机物层的表面变得更加平滑。由于气相法是不伴有液状体涂布和干燥的干法工艺，因此，在用气相法形成无机物层或有机物层时，气凝胶的微细多孔结构不会被破坏。因此，此制造方法既可适用于疏水性气凝胶，也可适用于未疏水化处理的气凝胶。

5 用气相法形成的无机物层或有机物层的厚度最好为 50nm - 100 μ m。

制造第 1 方面的第 4 形态的气凝胶基板的方法包括

将气凝胶层的至少一个表面加热、形成熔粘层的步骤；和

在熔粘层表面形成功能性层的步骤。

10 该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含将气凝胶层的至少一个表面加热、形成熔粘层的步骤。

通过将气凝胶层的至少一个表面加热、进行退火处理，使气凝胶表面附近的孔堵塞，由此形成非多孔质的致密中间层。气凝胶层的加热通过将气凝胶层在高温炉中放置数十秒钟或短时间地用热射线照射表面等而进行。无论采用何种方法，最好加热后，使熔粘层的厚度为 50nm - 100 μ m。由于该制造方法在使气凝胶层表面变得平滑时不伴有溶液等的涂布，因此，既可适用于疏水性气凝胶，也可适用于未疏水化处理的气凝胶。

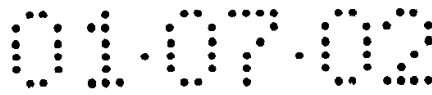
制造第 1 方面的第 5 形态的气凝胶基板的方法包括

用 Langmuir-Blodgett 法在气凝胶层的至少一个表面形成薄膜的步骤；和在薄膜表面形成功能性层的步骤。

20 该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含用 Langmuir-Blodgett 法在气凝胶层的至少一个表面形成薄膜的步骤。

在该制造方法中，用 Langmuir-Blodgett 法在多孔质的气凝胶层的表面形成将气凝胶层表面的各孔覆盖或充填的薄膜作为中间层。“Langmuir-Blodgett 法（也称 L-B 法）”是指这样一种方法，它将高分子的非水溶性溶液在水面上展开，在水面上形成高分子薄膜，再用适当的表面压力使气凝胶表面与高分子薄膜接触，将高分子薄膜由水面转印至气凝胶表面，形成薄膜。

30 用 LB 法形成的薄膜的厚度为单分子水平，因此，可用 LB 法形成数纳米数量级的非常薄的膜。此外，改变高分子的侧链长度，可在纳米等级上控制膜厚。还有，如后所述，可用垂直浸渍法、水平附着法等气凝胶层表面累积高分子薄膜的方法改变累积膜结构，并可改变膜表面性状。用 LB 法形成高分子薄膜时，作为高分子，可使用选自聚酰亚胺、聚丙烯酸烷基酯、聚酯、聚乙烯醇缩醛和聚谷氨酸酯等亲水亲油性物质。



制造第 1 方面的第 6 形态的气凝胶基板的方法包括

使无机层状化合物吸附在气凝胶层的至少一个表面、形成无机层状化合物层的步骤；和

在无机层状化合物层表面形成功能性层的步骤。

5 该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含使无机层状化合物吸附在气凝胶层的至少一个表面、形成无机层状化合物层的步骤。

在该制造方法中，形成有功能性层的气凝胶层的表面被无机层状化合物层覆盖。无机层状化合物层将气凝胶层表面的各孔覆盖或充填，防止形成于其表面的功能性层的构成物质渗透到气凝胶层内。无机层状化合物层一般具有平滑的表面，从而可确保功能性层更加均匀地形成。无机层状化合物层通过使多孔体表面与由无机层状化合物分散在溶剂中而成的处理液接触、并使无机层状化合物吸附在气凝胶层表面而形成。“吸附”是指在于对象物（在本发明中，为气凝胶层）表面形成无机层状化合物层的过程中，不让使无机层状化合物分散的处理液的溶剂参与层的形成，而形成无机层状化合物层。由于该制造方法不需要在气凝胶层表面涂布液状体，因此，既可适用于疏水性气凝胶，也可适用于未疏水化处理的气凝胶。

在上述各制造方法中，功能性层通过涂布法或气相法而形成。

涂布法是将由成膜成分溶解和/或分散在溶剂中而成的液体涂布在对象物表面之后干燥、除去溶剂而形成膜的方法。涂布法是常规的形成膜的方法，已知其具体方法有旋涂法、浸涂法、喷涂法和刮条涂布法等。

关于气相法，已在前面的制造第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板的方法中进行了说明。使用气相法，可使形成的层控制在极薄的厚度，例如数百 nm 左右，而这是涂布法做不到的。

在第 3 方面，本发明提供制造第 1 方面的第 2 形态的气凝胶基板的方法。

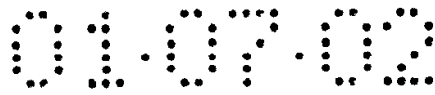
25 制造第 1 方面的第 2 形态的气凝胶基板的方法包括

对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理，形成亲水性层的步骤；

在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液后干燥，形成功能性层的步骤。

30 该制造方法的特征在于，形成中间层的步骤包含对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理、形成亲水性层的步骤。

该制造方法是在上述制造第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板的方法中不形



二氧化硅气凝胶不易被潮气、水等侵入，从而可防止其折射率和透光性等性能劣化。

5 二氧化硅气凝胶例如如日本公开特许公报 1993 年第 279011 号或 1995 年第 138375 号所公开的，通过对由烷氧基硅烷的水解和聚合反应而得到的凝胶状化合物进行疏水化处理，可使其变成疏水性。

10 疏水化处理可在对凝胶状化合物进行超临界干燥之前进行，也可在超临界干燥时进行。疏水化处理通过使存在于凝胶状化合物表面的硅烷醇基的羟基与疏水化处理剂的疏水基团反应、将硅烷醇基的羟基置换成疏水化处理剂的疏水基团而进行。具体地说，例如，将凝胶状化合物浸渍在由疏水化处理剂溶解在溶剂中而成的疏水化处理液中，使疏水化处理剂渗透到凝胶内之后视需要加热，进行将羟基置换成疏水基团的反应。

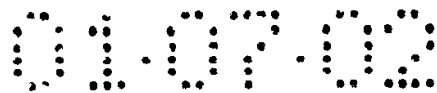
15 疏水化处理剂例如可以是六甲基二硅氮烷、六甲基二硅醚、三甲基甲氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷、甲基三甲氧基硅烷、乙基三甲氧基硅烷、三甲基乙氧基硅烷、二甲基二乙氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷等。在疏水化处理中使用的溶剂只要可使疏水化处理剂容易溶解且可与疏水化处理前的凝胶所含的溶剂置换即可，无特别限定。疏水化处理中使用的溶剂例如可以是甲醇、乙醇、异丙醇、二甲苯、甲苯、苯、N,N-二甲基甲酰胺和六甲基二硅醚等。在后面的步骤中进行超临界干燥时，最好是容易超临界干燥的溶剂，例如，与甲醇、乙醇、异丙醇或液体二氧化碳等相同的或可将它们置换的溶剂。

20 由于二氧化硅气凝胶的孔隙率大，因此，折射率非常小。由此，由二氧化硅气凝胶构成的气凝胶层特别适合于用气凝胶基板制作功能性层为透明导电性薄膜的发光元件用基板或功能性层为荧光体层的发光元件。

二氧化硅以外的气凝胶有美国专利 No.5086085 的说明书中所公开的通过在形成密胺树脂的湿润凝胶之后进行超临界干燥而得到的多孔体。

25 作为将湿润凝胶在非临界状态下干燥而得到的、具有与在超临界状态下而得到的凝胶相同结构的凝胶，例如有将由烷氧基硅烷的水解聚合反应或硅酸钠溶液的凝胶化反应而得到的湿润凝胶通过常规加热、减压等进行干燥而得到的多孔二氧化硅（干凝胶）等。日本公表特许公报 1996 年第 504676 号和 1989 年第 508569 号公开了在非临界状态下干燥的、与在超临界干燥的具有同等孔隙率的二氧化硅，这些二氧化硅也非常适合在本发明中使用。多孔二氧化硅可以如美国专利 No.5830387 的说明书中所述，经过了疏水化处理。

30 此外，如 *Science* (Vol.283, 1999 年, p520) 所述，可在得到聚苯乙烯树脂



与聚甲基异丁烯酸树脂的混合树脂后，选择性地溶解除去聚苯乙烯，将这样得到的聚甲基异丁烯酸树脂的多孔体等代替气凝胶使用。

5 引用的美国专利说明书、日本公开特许公报、日本公表特许公报和技术文献中就气凝胶的制造方法和疏水化处理所述的内容通过上述引用而包含在本说明书中，构成本说明书的一部分。

由于气凝胶的强度非常小，因此，在将其以片状或板状使用时，若不制成数 mm 以上的厚度，则难以以单一物体的形式使用。因此，本发明的气凝胶基板可以是气凝胶层层叠成板状构件的形态。板状构件只要能确保气凝胶基板整体的强度即可，可根据气凝胶基板的功能而适当选择。例如在用气凝胶基板制作发光元件用基板或发光元件时，板状构件具有所需光学特性（折射率和透明性等）。板状构件例如可以是玻璃板。

气凝胶层例如可按以下步骤形成于板状构件的表面。

(1) 将由烷氧基硅烷、水、氨等催化剂与溶剂混合而配制成的烷氧基硅烷溶液涂布在板状构件表面；

15 (2) 通过烷氧基硅烷的水解和聚合反应，形成薄膜状的凝胶，视需要进行疏水化处理；

(3) 在层叠成板状构件的状态下对凝胶进行超临界干燥。

下面对本发明的气凝胶基板的具体实施方式与其制造方法一起进行说明。

20 首先，对第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板（即，气凝胶层为疏水性气凝胶层、中间层为疏水性气凝胶层的至少一个表面经亲水化处理而形成的亲水性层和在该亲水性层表面形成的涂层、而功能性层形成于该涂层上的气凝胶基板）进行说明。

亲水化处理过的疏水性气凝胶层的“至少一个表面”通常为与其厚度方向垂直的二个表面中的一个。当疏水性气凝胶层层叠在板状构件表面时，一般对与板状构件接触的面的反面进行亲水化处理。当疏水性气凝胶层较厚时，例如，为长方体或立方体时，也可对与厚度方向平行的面进行亲水化处理。亲水化处理的面可在 2 个以上。例如，不将疏水性气凝胶层层叠在板状构件上而是以单一物体的形式使用时，可对与厚度方向垂直的 2 个表面进行亲水化处理。或者，可对与疏水性气凝胶层的厚度方向垂直的一个表面和与厚度方向平行的一个表面进行亲水化处理。

30 在疏水性气凝胶层的至少一个表面形成的亲水性层中，除去气凝胶的疏水基团。这样的亲水性层通过对疏水性气凝胶层的至少一个表面进行等离子体处

理或 UV 臭氧处理而形成。

5 等离子体处理最好能将从疏水性气凝胶层表面至 50nm - 100 μ m 深的区域中的疏水基团除去。为此，用大气压等离子体清洁装置（Aiplasma，松下电工株式会社产品）作为等离子体处理装置，使射出等离子体的喷嘴与疏水性气凝胶层表面之间的距离在 7mm 左右，从喷嘴向疏水性气凝胶层表面喷射等离子体，进行等离子体处理。等离子体例如是选自氦、氩和氧中的一种以上的气体的等离子体。这样的等离子体例如可用 700 - 800W 左右的功率产生。对疏水性气凝胶层表面的等离子体处理最好进行 0.1 - 2 秒钟。

10 UV 臭氧处理也最好能将从疏水性气凝胶层表面至 50nm - 100 μ m 深的区域中的疏水基团除去。所谓 UV 臭氧处理，具体地说，是在氧气氛下或在大气中用准分子灯（excimer lamp）等 UV 光源将紫外线照射在疏水性凝胶层表面。在疏水性气凝胶层表面照射 UV 的时间视 UV 光源的功率等而异，一般为 10 秒钟至 1 分钟。

15 设置形成于亲水性层表面的涂层的目的是，将存在于疏水性气凝胶层表面的孔堵塞，这样，即使在其表面形成功能性层，也不使构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内。涂层还可消除由孔产生的凹凸，产生适合形成功能性层的平滑的表面。

20 涂层通过在亲水性层表面涂布成膜成分的水溶液和/或水分散液、干燥而形成。配制成膜成分的水溶液和/或水分散液（即，水性涂液）时调整粘度等，使其在涂布、干燥后能使成膜成分均匀地覆盖气凝胶表面，将表面存在的孔均匀充填。具体地说，最好使用聚乙烯醇或聚环氧乙烷等水溶性高分子的水溶液。水溶性高分子的浓度最好为 0.1 - 5 质量%。

25 水溶性高分子的水溶液更好地是含有二氧化硅微粒。若二氧化硅微粒作为成膜成分含于水溶液中，则膜形成后，存在于疏水性气凝胶层表面的孔被充填得更致密，形成更平滑的表面。含有二氧化硅微粒的水溶性高分子的水溶液通过将硅溶胶分散在该水溶液中而得到。硅溶胶的含量最好为 5 - 50 质量%，但不限于此。可将硅溶胶分散在水溶性高分子的水溶液以外的水溶液或水分散液中。

30 水性涂液可用常规的方法（如，旋涂法、浸涂法、喷涂法和刮条涂布法等）涂布。水性涂液涂布后，可用干燥装置干燥，也可自然干燥。

将水性涂液干燥后形成的涂层的厚度最好为 50nm - 100 μ m。

涂层将气凝胶层表面的孔充填，形成平滑的表面。由于能够在涂层的表面

均匀地形成功能性层，功能性层得以充分发挥其功能。

功能性层例如是导电性薄膜、红外线反射性薄膜、导光性薄膜、透明导电性薄膜或荧光体层。对功能性层的材料和厚度等进行选择，使最终得到的气凝胶基板能够发挥其所需功能。功能性层的形成方法根据其材料和厚度等，从气

5 相法和涂布法中加以选择。

例如，导电性薄膜可通过将铜等导电性金属进行例如真空蒸镀或溅射而形成。导电性薄膜的厚度一般以 50 - 200nm 左右为宜。

红外线反射性薄膜可通过将铝或二氧化钛等进行例如真空蒸镀或溅射而形成。红外线反射性薄膜的厚度一般以 50 - 200nm 左右为宜。

10 导光性薄膜例如是用 CVD 法而形成的二氧化硅薄膜。导光性薄膜也可以所需图形形成。导光性薄膜的厚度例如在 50 - 100nm 左右。

透明导电性薄膜可通过将 ITO、IXO、银和铬等进行溅射或离子电镀而形成。透明导电性薄膜的厚度一般以 0.1 - 1 μ m 左右为宜。

15 荧光体层可用以下方法形成：将低分子色素系材料等有机荧光体真空蒸镀，或者将由 $Y_2O_3:Eu$ 等无机荧光体和粘合剂分散在纯水或有机溶剂中而配制成的涂液涂布后干燥。荧光体层的厚度一般以 0.1 - 10 μ m 左右为宜。

将中间层为亲水性层和涂层的气凝胶基板的一个例子示意性地示于图 1

(b) 和 (c)。在图 1 (b) 所示的气凝胶基板中，涂层 (2) 形成于将板状气凝胶层 (1) 的一个表面亲水化而形成的亲水性层 (图中未标示) 的表面，功
20 能性层 (3) 形成于涂层 (2) 的表面。在图 1 (c) 所示气凝胶基板中，气凝胶层 (1) 作为薄膜形成于例如为玻璃板的板状构件 (100) 上，涂层 (2) 和功能性层 (3) 依次形成于气凝胶层 (1) 的表面。

下面，对本发明的第 1 方面的第 2 形态 (即，气凝胶层为疏水性气凝胶层、中间层为疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层、功能性层形成
25 于该亲水性层表面的气凝胶基板) 进行说明。

该气凝胶基板与在上述第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中将涂层作为功能性层而形成气凝胶基板相当。要形成功能性层，需要选择成膜成分，以赋予膜以所需功能。例如，将铟锡氧化物作为成膜成分，可形成透明导电性薄膜。含有铟锡氧化物的水性涂液通过将铟锡氧化物微粒的溶胶或粉末添加在聚乙
30 烯醇或聚环氧乙烷等水溶性高分子的水溶液中而得到。具有由涂布含有铟锡氧化物的水性涂液而形成的透明导电性薄膜的电路基板，虽然存在其导电性比用溅射法等气相法形成的铟锡氧化物薄膜要小的倾向，但根据用途等，完全能满

足实用。

5 将中间层为亲水性层、在亲水性层表面形成有功能性层的气凝胶基板的一个例子示意地示于图 1 (a)。在图 1 (a) 所示气凝胶基板中，功能性层 (3) 直接形成于由板状的气凝胶层 (1) 的一个表面经亲水化而形成的亲水性层 (图中未标示) 的表面。

下面，对第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板 (即，中间层为用气相法形成的无机物层或有机物层的气凝胶基板) 进行说明。

“至少一个表面”的含义与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同，这里不再详细说明。

10 如前所述，气相法是干法工艺，因此，构成第 1 方面的第 3 相同的气凝胶基板的气凝胶层可以是疏水化处理过的，也可以是未疏水化处理过的。考虑到耐久性，气凝胶层最好是疏水化处理过的。将气凝胶基板用作电子元件或 EL (场致发光) 元件的基板等时，为了防潮，一般在密封的状态下使用，因此，气凝胶也可以是未疏水化处理过的。

15 用气相法形成的膜将气凝胶层表面的孔充填，最好还能给出平滑的表面。形成膜的物质可以是有机物，也可以是无机物，析出粒子最好是更小的。膜的形成必须能使形成膜后的剩余能量变小。若形成膜后的剩余能量大，则膜可能会出现剥离等。用气相法形成膜的条件根据成膜物质和气凝胶层的物性等而适当选择。例如，当要减小剩余能量时，或者在用有机物质形成薄膜时，最好降低成膜温度或减小等离子体能量。若成膜温度低而导致难以致密化时，可提高成膜温度，形成膜。

25 用气相法形成的无机物层宜由选自 SiO_2 、 SiN 、 SiON 和 TiO_2 的物质构成，更好地由 SiO_2 (二氧化硅) 构成。二氧化硅层最好用溅射法或 CVD 法形成。用溅射法形成呈薄膜状的二氧化硅层时，成膜温度以 $20 - 400^\circ\text{C}$ 为宜，尤以 $150 - 250^\circ\text{C}$ 为佳。用 CVD 法形成二氧化硅层时，用四乙氧基硅烷作为原料，以在 $100 - 400^\circ\text{C}$ 形成层为宜，尤以在 $100 - 200^\circ\text{C}$ 形成层为佳。

无机物层的厚度以 $50\text{nm} - 100\mu\text{m}$ 为宜，尤以 $50\text{nm} - 1\mu\text{m}$ 为佳。

30 用气相法形成的有机物层最好用真空蒸镀法形成。有机物层例如可通过将铜酞菁或铝-羟基喹啉络合物等真空蒸镀而形成。为了降低蒸镀温度，构成有机物层的有机物的分子量宜小。用蒸镀法形成有机物层时，气凝胶最好是疏水化处理过的。若气凝胶为疏水性的，则有机物层与气凝胶层之间的密合性更好，气凝胶层表面的孔被充填得更好 (即，更致密)。



有机物层的厚度以 50nm - 100 μ m 为宜，尤以 50nm - 1 μ m 为佳。

功能性层形成于用气相法形成的无机物层或有机物层的表面。由于有机物层或无机物层将气凝胶层表面的孔充填，形成平滑的表面，因此，功能性层得以均匀地形成于上述表面上，有效地发挥其功能。关于功能性层，由于与前面
5 在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同，因此，这里不再详细说明。

第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板的结构例如可以是图 1 (b) 和 (c) 所示结构。当第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板具有图 1 (b) 所示结构时，用气相法形成的无机物层或有机物层为符号 2 表示的层，功能性层为形成于其表面的符号 3 表示的层。当气凝胶层形成于玻璃板之类的板状构件的表面时，气凝胶
10 基板如图 1 (c) 所示，具有作为薄膜的气凝胶层 (1)、用气相法形成的无机物层或有机物层 (2) 和功能性层依次层叠在板状构件 (100) 表面的结构。

第 1 方面的第 4 形态的气凝胶基板包含气凝胶层、气凝胶层的至少一个表面经加热而形成的熔粘层和形成于该熔粘层表面的功能性层。“至少一个表面”的含义与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同，因此，
15 这里不再详细说明。

熔粘层通过将气凝胶层表面加热并退火处理而形成。通过退火处理，气凝胶的表面层的孔被堵塞，由此，气凝胶层表面变得平滑、致密，适合形成功能性层。退火处理应做到仅使气凝胶层的表面层烧结，其条件根据气凝胶的种类和尺寸等而适当选择。例如，当气凝胶为二氧化硅气凝胶时，退火处理可通过
20 将二氧化硅气凝胶在 600 - 1000 $^{\circ}$ C 左右的高温炉中放置数十秒钟或者用热射线短时间地照射二氧化硅气凝胶层表面而进行。

熔粘层的厚度最好为 50nm - 100 μ m。

功能性层形成于熔粘层表面。由于熔粘层形成没有孔的致密且平滑的表面，因此，功能性层在熔粘层表面均匀形成，有效地发挥其功能。关于功能性
25 层，由于与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同，这里不再详细说明。

形成熔粘层的气凝胶虽然不必是疏水性的，但从耐久性的角度考虑，最好是疏水性的。

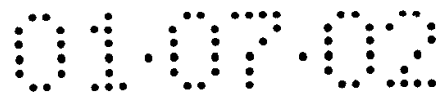
第 1 方面的第 4 形态的气凝胶基板的结构与第 1 方面的第 2 形态的气凝胶
30 基板的结构相同，例如，为图 1 (a) 所示结构。当第 1 方面的第 3 形态的气凝胶基板为图 1 (a) 所示结构时，功能性层 (3) 直接形成于由板状气凝胶层 (1) 的至少一个表面经加热而形成的熔粘层 (图中未标示) 表面。

第 1 方面的第 5 形态的气凝胶基板包含气凝胶层、形成于气凝胶层的至少一个表面的 L-B 膜和形成于该 L-B 膜表面的功能性层。“至少一个表面”的含义与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同，这里不再详细说明。

- 5 如前所述，用 LB 法形成高分子薄膜的方法有垂直浸渍法和水平附着法等。用垂直浸渍法形成高分子薄膜时，为了防止浸渍在水中时气凝胶层的微细多孔结构被破坏，使用疏水化处理过的气凝胶。用水平附着法，可不使水与气凝胶层接触而形成高分子薄膜。因此，采用水平附着法时，气凝胶层可以是亲水性的。但为了防止由于水与气凝胶层之间的偶发性接触而导致气凝胶层的微细多孔结构被破坏，在使用水平附着法时，最好也使用疏水化处理过的气凝胶。无论采用何种方法，疏水化处理过的气凝胶层的表面可以是亲水化处理过的。

- 15 将用水平附着法在疏水性气凝胶层表面形成高分子薄膜的方法示于图 2。将亲水亲油性高分子的非水溶性溶液在水 (10) 表面展开时，如图 2 (a) 所示，各高分子 (11) 以亲水性部分 (11a) 与水 (10) 接触，而疏水性部分 (亲油性基团) (11b) 在不与水接触的方向平行排列在水面上，形成高分子薄膜 (12)。若将气凝胶层 (1) 的表面置于水平位置，按压在分子薄膜 (12) 上，则各高分子 (11) 的疏水性部分 (11b) 附着在气凝胶层 (1) 的疏水性表面。接着，将气凝胶层 (1) 提起，则如图 2 (b) 所示，各高分子 (11) 的疏水性部分 (11b) 仍附着在气凝胶层 (1) 表面，而高分子薄膜 (12) 从水面转印到气凝胶层 (1) 表面，在气凝胶层 (1) 表面形成 LB 膜 (2')。这样，在 1 次附着操作仅形成 1 层的 LB 膜 (2') 中，构成 LB (2') 的各高分子以疏水性部分 (11b) 朝向气凝胶层 (1) 的方向而亲水性部分 (11a) 朝向相反方向的方式排列。由此，由于各高分子 (11) 的亲水性部分 (11a) 露出在 LB 膜 (2') 表面，因此，LB 膜表面显示亲水性。

- 25 图 3 是表示用垂直浸渍法在气凝胶层表面形成高分子薄膜的方法。当将亲水亲油性高分子的非水溶性溶液在水 (10) 表面展开时，与前述同样，如图 3 (a) 所示，各高分子 (11) 以亲水性部分 (11a) 与水接触而疏水性部分 (11b) 不与水接触的方式配置，在水面形成高分子薄膜 (12)。并且，当将气凝胶层 (1) 以使其表面与水面垂直的方向浸渍水中时，如图 3 (b) 所示，各高分子 (11) 的疏水性部分 (11b) 附着在气凝胶层 (1) 的疏水性表面，疏水性部分 (11b) 朝向气凝胶层 (1) 的方向，而亲水性部分 (11a) 露出在表面，这样排列的高分子薄膜 (12) 形成于气凝胶层 (1) 表面。由此，形成于气凝胶层



(1) 表面的第 1 层高分子薄膜 (12) 的表面显示亲水性。接着, 将气凝胶层 (1) 从水中提起, 由于第 1 层高分子薄膜 (12) 的表面为亲水性的, 因此, 将水面上的高分子薄膜 (12) 转印, 使其亲水性部分 (11a) 附着在第 1 层高分子薄膜 (12) 表面。其结果, 如图 3 (c) 所示, 在气凝胶层 (1) 表面形成 5 双层结构的高分子薄膜 (12)。高分子的疏水性部分 (11b) 露出于这样形成的双层结构的 LB 膜 (2') 表面, 由此, LB 膜表面显示疏水性。

LB 膜的厚度以 $0.001 - 0.1\mu\text{m}$ 为宜。若小于 $0.001\mu\text{m}$, 则由于 LB 膜表面会出现由气凝胶层表面的孔产生的凹凸, 从而无法形成足够平滑的表面。而若大于 $0.1\mu\text{m}$, 则气凝胶基板难以充分发挥气凝胶层的诸特性 (高绝热性、高电绝缘性、低折射率和低介电常数)。

功能性层形成于 LB 膜表面。由于 LB 膜形成平滑的表面, 因此, 功能性层得以在 LB 膜表面均匀地形成, 有效发挥其功能。当 LB 膜 (2') 的表面为亲水性时, 可通过将水性涂液涂布后干燥的方法均匀地形成功能性层。关于功能性层, 由于与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同, 因此, 这里不再详细说明。

第 1 方面的第 5 形态的气凝胶基板的结构例如为图 1 (b) 和 (c) 所示结构。当第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板为图 1 (b) 所示结构时, LB 膜为符号 2 表示的层, 功能性层为形成于该表面的符号 3 表示的层。当气凝胶层形成于玻璃板之类的板状构件的表面时, 气凝胶基板如图 1 (c) 所示, 具有作为薄膜的气凝胶层 (1)、LB 膜 (2) 和功能性层 (3) 依次层叠在板状构件 (100) 表面的结构。

第 1 方面的第 6 形态的气凝胶基板包含形成于气凝胶层的至少一个表面的无机层状化合物层和形成于该无机层状化合物层表面的功能性层。“至少一个表面”的含义与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基板中说明的相同, 因此, 这里不再详细说明。

在无机层状化合物层中, 无机化合物的层呈多个重叠的状态。无机层状化合物层通过将无机层状化合物吸附于气凝胶层表面而形成。如前所述, 在吸附无机层状化合物的过程中, 将无机层状化合物分散的溶剂不参与层的形成。因此, 即使将无机层状化合物分散在例如水中、使气凝胶层表面与水接触、形成 30 无机层状化合物层、然后将气凝胶层从水中取出, 无机层状化合物层也不含水。

无机层状化合物对气凝胶层的吸附是由无机层状化合物在溶剂中劈开时存

在于劈开面的电荷与气凝胶层表面的电荷之间的库仑力作用而产生的。仅为了抵消气凝胶层表面电荷而所需的量的无机层状化合物被吸附且劈开一般是以数个分子重叠的状态产生的，因此，形成于气凝胶层表面的无机层状化合物层的厚度通常为数 nm。可将无机层状化合物一个分子一个分子劈开时，无机层状化合物层的厚度为 1 纳米左右，但无机层状化合物层即使是这样大小的厚度，也能形成适合功能性层形成的平滑的表面。

无机层状化合物层通过使气凝胶层与由无机层状化合物分散在溶剂中而成的处理液接触而吸附在气凝胶层表面。气凝胶层例如可通过浸渍在处理液中而与处理液接触。在处理液中，无机层状化合物的浓度最好在能使无机层状化合物劈开的浓度（即，1 质量%）以下。无机层状化合物的浓度越小，则分散性变佳，但若浓度过低，则难以吸附无机层状化合物，因此，无机层状化合物的浓度最好在 0.001 质量% 以上。将气凝胶层浸渍在处理液中时，为了防止气凝胶层的微细多孔结构被破坏，所用的气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）最好是经过疏水化处理的。

所用的无机层状化合物可以是 Na-蒙脱石、Ca-蒙脱石、合成蒙脱石、Na-带云母、Li-带云母、Na-锂蒙脱石、Li-锂蒙脱石、酸性白土、合成云母等页硅酸盐矿物。溶剂可以是水。上述页硅酸盐矿物在水分子进入层状化合物之间而溶胀、处理液浓度低时和在通过超声波等施加力时容易劈开，形成厚为数 nm、面方向的直径为数十~数百 nm 的片状物质。无机层状化合物层可用一种或多种无机层状化合物形成。

可在形成无机层状化合物层之前使离子性聚合物吸附在气凝胶层表面。通过使离子性聚合物吸附，可进一步增强无机层状化合物与气凝胶层之间的附着力。离子性聚合物只要是离子性的即可，无特别限定。离子性聚合物的例子有聚盐酸芳基胺、聚乙烯亚胺和聚（二芳基二甲基氯化铵）等阳离子性聚合物和聚磺酸苯乙烯和聚硫酸乙烯酯等阴离子性聚合物。可通过将气凝胶层在离子性聚合物的水溶液中浸渍等或通过 LB 法，将离子性聚合物附着在气凝胶层表面。重复进行离子性聚合物的附着和无机层状化合物的吸附，可在气凝胶层表面形成多层无机层状化合物层。

无机层状化合物层的厚度以 0.01 - 1 μ m 为宜。

功能性层形成于无机层状化合物层的表面。由于无机层状化合物层形成平滑的表面，因此，功能性层得以均匀地形成于无机层状化合物层表面上，有效地发挥其功能。关于功能性层，由于与前面在第 1 方面的第 1 形态的气凝胶基

板中说明的相同，因此，这里不再详细说明。

第 1 方面的第 6 形态的气凝胶基板的结构例如可以是图 1 (b) 和 (c) 所示结构。当第 1 方面的第 6 形态的气凝胶基板具有图 1 (b) 所示结构时，无机层状化合物层为符号 2 表示的层，功能性层为形成于其表面的符号 3 表示的层。

5 当气凝胶层形成于玻璃板之类的板状构件的表面时，气凝胶基板如图 1 (c) 所示，具有作为薄膜的气凝胶层 (1)、无机层状化合物层 (2) 和功能性层依次层叠在板状构件 (100) 表面的结构。

由前述本发明的气凝胶基板及其制造方法产生的效果如下。

10 得到一种气凝胶基板，它包含气凝胶层、形成于气凝胶层的至少一个表面的中间层和形成于中间层表面的功能性层，构成功能性层的物质不会渗透到气凝胶层内，功能性层形成于中间层表面。在该气凝胶基板中，由于构成功能性层的物质不会渗透到气凝胶层内，因此，功能性层作为表面连续的、表面粗糙度小的均匀的层而构成气凝胶基板，良好地发挥所需功能。

15 在本发明的气凝胶基板中，中间层最好是能防止构成功能性层的物质渗透到气凝胶层内的层。这样的中间层使薄的功能性层得以用常规方法均匀地形成于气凝胶层表面。

20 本发明的气凝胶基板以疏水性气凝胶层作为气凝胶层，以由疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层和在亲水性层表面形成的涂层作为中间层。这样的气凝胶基板的特征在于，通过对疏水性气凝胶层表面进行等离子体处理或 UV 臭氧处理，仅使疏水性气凝胶层表面成亲水性，而内部则维持疏水性。根据上述特征，可在表面均匀地涂布水性涂液，在疏水性气凝胶层表面形成均匀的薄膜。而且，即使水性涂液渗透到内部，也不会破坏气凝胶层的微细多孔结构。用水性涂液形成的膜具有平滑的表面，可使功能性层均匀地形成于其表面。

25 本发明的气凝胶基板也可以疏水性气凝胶层作为气凝胶层，以由疏水性气凝胶层表面经亲水化处理而形成的亲水性层作为中间层，以形成于亲水性层表面的涂层作为功能性层。这样的气凝胶基板的特征在于，通过对疏水性气凝胶层表面进行亲水化处理，在气凝胶层表面直接形成功能性层。该气凝胶基板可以说是第 1 气凝胶基板的变例，可用比第 1 气凝胶基板少的步骤形成。

30 本发明的气凝胶基板也可以用气相法形成的无机物层或有机物层作为中间层。使用干法工艺的气相法，可在气凝胶层表面形成作为中间层的能给出平滑表面的薄膜而不会出现气凝胶的微细多孔结构被液状物质破坏等情况。由于该



无机物层或有机物层形成气凝胶层表面的孔被堵塞的平滑的表面，因此，可在该层表面均匀地形成功能性层。

而且，使用气相法，能容易地控制形成的膜（层）的厚度，因此，可将气凝胶表面的孔充填严实，更有效地将气凝胶层表面的凹凸“弄平”。

5 在用气相法形成的层为由二氧化硅构成的层的气凝胶基板中，气凝胶层与二氧化硅层之间的附着力大，气凝胶层表面的孔被更好地充填。由此，若用气相法形成由二氧化硅构成的层，则可形成更平滑的表面，从而得到具有更均匀形成的功能性层的气凝胶基板。用气相法形成的层在由 SiN、SiON 或 TiO₂ 构成时也是同样的。

10 本发明的气凝胶基板也可以将气凝胶层表面加热而形成的熔粘层作为中间层。熔粘层产生通过将气凝胶表面的孔堵塞而形成的致密而又平滑的表面。由此，熔粘层使功能性层得以在其表面均匀地形成。

本发明的气凝胶基板也可以 L-B 膜作为中间层。L-B 膜产生适合形成功能性薄膜的平滑表面。L-B 膜的形成不会破坏气凝胶层的微细多孔结构，而且，15 其厚度可视需要而非常薄，为数 nm，还有，改变高分子的侧链长度，可在纳米等级上控制膜厚。因此，在包含 L-B 膜的气凝胶基板中，不会出现因功能性层与气凝胶层之间的中间层厚而引起功能性层功能下降的情况。

本发明的气凝胶基板也可以无机层状化合物层为中间层。在形成该无机层状化合物层时，溶剂不参与与层的形成。因此，无机层状化合物层无论在疏水性气凝胶层还是在亲水性气凝胶层上均能形成，产生平滑的表面，从而使功能性层得以均匀地形成。20

在本发明的气凝胶基板中，当所用的气凝胶为二氧化硅气凝胶时，可防止气凝胶层受潮，并可防止气凝胶所具有的各种特性随着时间的推移而出现劣化。

25 在本发明的气凝胶基板中，当功能性层为导电性物质薄膜时，可得到能有效利用气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）的低介电常数特性的电路基板。

在本发明的气凝胶基板中，当功能性层为红外线反射性薄膜时，可得到能有效利用气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）的低导热性的绝热基板。

30 在本发明的气凝胶基板中，当功能性层为导光性薄膜时，可得到能有效利用气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）的低折射率的光波导基板。

在本发明的气凝胶基板中，当功能性层为透明导电性薄膜时，可得到能有效利用气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）的低折射率的透明导电性薄膜基板。

在本发明的气凝胶基板中，当功能性层为荧光体层时，可得到能有效利用气凝胶（尤其是二氧化硅气凝胶）的低折射率的发光元件。

产业上应用的可能性

- 5 在本发明的气凝胶基板中，功能性层的特性与气凝胶的诸特性一起得到有效发挥，从而使本发明的气凝胶基板可作为高性能基板应用于电子学等各种领域。本发明的气凝胶基板可根据其功能性层的种类而用作导电性基板、绝热性基板、光导基板、发光元件用基板或发光元件，这些基板适合构成 CRT、FED、无机 EL 元件、有机 EL 元件、等离子体显示板、平面荧光灯和 LCD 等。
- 10 本发明的气凝胶基板的制造方法可使功能性层在难以形成薄膜的气凝胶层表面均匀地形成。因此，本发明的气凝胶基板的制造方法还可用作在气凝胶表面均匀地形成所需薄膜的方法。

实施例

- 15 下面通过实施例对本发明作更具体的说明。

实施例 1

按以下顺序制作图 1 (c) 所示结构的气凝胶基板。

- 20 将四甲氧基硅烷的低聚物（Colcoat 公司生产的“Methyl Silicate 51”）和甲醇以 47: 81 的质量比混合，配制 A 液，将水、28 质量% 氨水、甲醇以 50: 1: 81 的质量比混合，配制 B 液。将由 A 液与 B 液以 16: 17 的质量比混合而得到的烷氧基硅烷溶液滴加在板状钠玻璃构件（100）上，以 700min^{-1} 的转速旋涂 10 秒钟。接着，使烷氧基硅烷凝胶化，将其浸渍在水、28 质量% 氨水、甲醇以 162: 4: 640 的质量比组成的老化溶液中，在室温老化 1 昼夜。然后，
- 25 将老化的呈薄膜的凝胶状化合物浸渍在六甲基二硅氮烷的 10 质量% 异丙醇溶液中，进行疏水化处理。将这样形成于玻璃板表面的呈薄膜的凝胶状化合物在异丙醇中浸渍、清洗后，放入高压容器中，用液化二氧化碳气体充满高压容器。在 80°C 、16MPa 的条件下进行超临界干燥，得到层叠在玻璃板（100）表面的厚 $30\mu\text{m}$ 的二氧化硅气凝胶薄膜（1）。

- 30 在该二氧化硅气凝胶薄膜（1）表面形成厚 100nm 的二氧化硅薄膜（2）。二氧化硅薄膜使用四乙氧基硅烷、在 200°C 、3Pa、700W 的条件下通过 CVD 法进行沉积而形成。接着，在室温、0.7Pa、100W 的条件下溅射，在二氧化硅

薄膜(2)表面形成厚200nm的透明导电性IXO薄膜(3),得到EL发光元件用基板。

实施例2

5 按以下顺序制作图1(c)所示结构的气凝胶基板。

按与实施例1相同的方法,在钠玻璃板(100)表面形成二氧化硅气凝胶薄膜(1)。接着,在该二氧化硅气凝胶薄膜(1)表面形成厚100nm的二氧化硅薄膜(2)。二氧化硅薄膜在200℃、3Pa、300W的条件下通过溅射法而形成。然后,在200℃、1Pa、300W的条件下溅射,在二氧化硅薄膜(2)表面形成
10 厚200nm的透明导电性ITO薄膜(3),得到EL发光元件用基板。

实施例3

按以下顺序制作图1(c)所示结构的气凝胶基板。

按与实施例1相同的方法,在钠玻璃板(100)表面形成二氧化硅气凝胶薄
15 膜(1)。接着,用真空蒸镀法在该二氧化硅气凝胶薄膜(1)表面形成厚50nm的铜酞菁薄膜(2)。然后,用真空蒸镀法在铜酞菁薄膜表面形成厚50nm的Al薄膜作为导电性薄膜(3),得到电路用基板。

实施例4

20 按以下顺序制作图1(c)所示结构的气凝胶基板。

按与实施例1相同的方法,在钠玻璃板(100)表面形成二氧化硅气凝胶薄膜(1)。接着,用常压等离子体法在氩/氩/氧气氛中以700W功率对上述二氧化硅气凝胶薄膜(1)表面进行等离子体处理,形成厚50nm的亲水性层(图中未标示)。然后,配制含有10质量%二氧化硅和10质量%聚乙烯醇的水性涂
25 液,在该涂液中,聚乙烯醇呈溶解状态,而二氧化硅溶胶呈分散状态。将上述涂液涂布在二氧化硅气凝胶薄膜(1)表面,在105℃干燥,形成厚50nm的二氧化硅薄膜(2)。然后,在室温、0.7Pa、100W的条件下溅射,在二氧化硅薄膜(2)表面形成厚200nm的IXO薄膜作为透明导电性薄膜(3),得到EL发光元件用基板。

30

比较例1

按与实施例1相同的方法,在钠玻璃板表面形成二氧化硅气凝胶薄膜,然

后，在二氧化硅气凝胶薄膜表面按与实施例 1 同样的方法形成 IXO 薄膜，但不形成二氧化硅薄膜，得到发光元件用基板。

比较例 2

- 5 按与实施例 1 同样的方法，在钠玻璃板表面形成二氧化硅气凝胶薄膜，然后，在二氧化硅气凝胶薄膜表面按与实施例 2 同样的方法形成 ITO 薄膜，但不形成二氧化硅薄膜，得到发光元件用基板。

比较例 3

- 10 按与实施例 1 同样的方法，在钠玻璃板表面形成二氧化硅气凝胶薄膜，然后，在二氧化硅气凝胶薄膜表面按与实施例 3 同样的方法形成 Al 薄膜，但不形成铜酞菁薄膜，得到电路基板。

对于由实施例 1-4 和比较例 1-3 得到的气凝胶基板，用万用表测定其最表层的 1cm 距离的导通性能。结果见表 1。

15

表 1

	气凝胶层	中间层 (形成方法)	功能性层 (形成方法)	1cm 电阻值 (Ω)
实施例 1	二氧化硅 气凝胶薄膜	二氧化硅薄膜 (CVD)	IXO 薄膜 (溅射)	40
实施例 2	二氧化硅 气凝胶薄膜	二氧化硅薄膜 (溅射)	ITO 薄膜 (溅射)	30
实施例 3	二氧化硅 气凝胶薄膜	铜酞菁 (真空蒸镀)	Al 薄膜 (真空蒸镀)	0.3
实施例 4	二氧化硅 气凝胶薄膜	亲水性层(等离子体)/ 二氧化硅+PVA(涂布)	IXO 薄膜 (溅射)	50
比较例 1	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	IXO 薄膜 (溅射)	K~M 数量 级
比较例 2	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	ITO 薄膜 (溅射)	K~M 数量 级
比较例 3	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	Al 薄膜 (真空蒸镀)	70

实施例 5

按以下顺序制作图 1 (c) 所示结构的气凝胶基板。

按与实施例 1 相同的方法，在钠玻璃板 (100) 表面形成二氧化硅气凝胶薄膜 (1) (但旋涂时的转速为 2000rpm，二氧化硅气凝胶薄膜的厚度为 1 μ m)。

- 5 接着，用常压等离子体法在氨/氩/氧气氛中以 700W 功率对上述二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 表面进行等离子体处理，形成厚 50nm 的亲水性层。然后，配制含有 10 质量% 二氧化硅和 10 质量% 聚乙烯醇的水性涂液，在该涂液中，聚乙烯醇呈溶解状态，而二氧化硅溶胶呈分散状态。将上述涂液涂布在二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 表面，在 105 $^{\circ}$ C 干燥，形成厚 50nm 的二氧化硅薄膜 (2)。然后，
- 10 用真空蒸镀法将铝-羟基喹啉络合物 [即，三 (8-羟基喹啉) 铝：(株) 同仁化学研究所产品] 真空蒸镀在二氧化硅薄膜 (2) 表面，形成厚 100nm 的荧光体层 (3)，得到发光元件。

实施例 6

- 15 按以下顺序制作图 1 (b) 所示结构的气凝胶基板。

将与实施例 1 同样方法得到的烷氧基硅烷溶液注入苯乙烯容器内，将该容器密闭后在室温放置，使溶液凝胶化和老化。然后，按与实施例 1 相同的方法，进行疏水化处理和超临界干燥，制作厚 5mm 的二氧化硅气凝胶板 (1)。

- 20 接着，将二氧化硅气凝胶板 (1) 的表面加热并退火处理，形成厚 50nm 的熔粘层。加热处理用以下方法进行：将气凝胶板放入加热至 600 $^{\circ}$ C 的炉中，30 秒钟后取出，然后放冷。接着，将铝-羟基喹啉络合物 [即，三 (8-羟基喹啉) 铝：(株) 同仁化学研究所产品] 真空蒸镀在熔粘层表面，形成厚 100nm 的荧光体层 (3)，得到发光元件。

25 比较例 4

按与实施例 5 相同的方法，在钠玻璃板表面形成二氧化硅气凝胶薄膜，然后，在二氧化硅气凝胶薄膜表面按与实施例 5 同样的方法形成荧光体层，但不形成二氧化硅薄膜。

- 30 将 20W 的不可见光照射在由实施例 5、6 和比较例 4 得到的薄膜基板上，测定其发光辉度。结果见表 2。

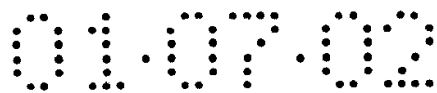


表 2

	气凝胶层	中间层 (形成方法)	功能性层 (形成方法)	发光平均辉度 (cd/cm ²)
实施例 5	二氧化硅 气凝胶薄膜	二氧化硅/PVA (涂布)	铝-羟基喹啉 (真空蒸镀)	2.2
实施例 6	二氧化硅 气凝胶薄膜	熔粘层	铝-羟基喹啉 (真空蒸镀)	2.6
比较例 4	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	铝-羟基喹啉 (真空蒸镀)	1.5

实施例 7

按以下顺序制作图 1 (c) 所示结构的气凝胶基板。

- 5 按与实施例 1 相同的方法，在钠玻璃板 (100) 表面形成厚 1mm 的二氧化硅气凝胶薄膜 (1)。接着，按与实施例 1 相同的方法，在上述二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 表面形成厚 100nm 的二氧化硅薄膜 (2)。然后，按与实施例 3 同样的方法，在二氧化硅薄膜表面形成厚 50nm 的 Al 薄膜作为红外线反射性薄膜 (3)，得到绝热性基板。

10

实施例 8

按以下顺序制作图 1 (b) 所示结构的气凝胶基板。

- 按与实施例 6 相同的方法，制作厚 5mm 的二氧化硅气凝胶板 (1)。接着，按与实施例 1 相同的方法，在上述二氧化硅气凝胶板 (1) 表面形成厚 100nm 的二氧化硅薄膜 (2)。然后，按与实施例 3 同样的方法，在二氧化硅薄膜表面形成厚 50nm 的 Al 薄膜作为红外线反射性薄膜 (3)，得到绝热性基板。

15

比较例 5

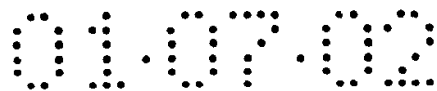
- 按与实施例 3 同样的方法，在未形成二氧化硅气凝胶薄膜的钠玻璃板表面形成厚 50nm 的 Al 薄膜作为红外线反射性薄膜，得到绝热性基板。

20

比较例 6

- 在按与实施例 6 同样的方法制作的厚 5mm 的二氧化硅气凝胶板表面，按与实施例 3 同样的方法形成厚 50nm 的 Al 薄膜作为红外线反射性薄膜，但不形成

25



二氧化硅薄膜，由此得到绝热性基板。

对于由实施例 7、8 和比较例 5、4 得到的薄膜基板，按 ASTM 测定导热系数，并用分光光度仪测定波长 1000nm 的红外线透过率。结果见表 3。

5

表 3

	气凝胶层	中间层 (形成方法)	功能性层 (形成方法)	导热系数 (W/mK)	红外线透过率 (%)
实施例 7	二氧化硅 气凝胶薄膜	二氧化硅薄膜 (CVD)	Al 薄膜 (真空蒸镀)	0.35	20
实施例 8	二氧化硅 气凝胶薄膜	二氧化硅薄膜 (CVD)	Al 薄膜 (真空蒸镀)	0.013	18
比较例 5	-	-	Al 薄膜 (真空蒸镀)	1.3	18
比较例 4	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	Al 薄膜 (真空蒸镀)	0.013	55

实施例 9

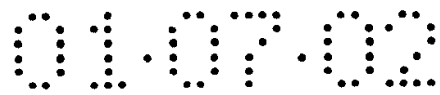
按以下顺序制作图 1 (b) 所示结构的气凝胶基板。

按与实施例 1 相同的方法，在钠玻璃板 (100) 表面形成厚 20 μ m 的疏水化
10 处理过的二氧化硅气凝胶薄膜 (1)。接着，将该二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 与
玻璃板 (100) 一起在聚 (二芳基二甲基氯化铵) 的 5.0 质量 % 浓度的水溶液中
浸渍 10 分钟，再在纯水中浸渍 10 分钟，使作为离子性聚合物的聚 (二芳基二
甲基氯化铵) 附着在二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 的表面。然后，将气凝胶薄膜
15 (1) 与玻璃基板 (100) 一起垂直浸渍于由 0.2 质量 % 合成锂蒙脱石 (Laporte
工业公司生产的 “Laponite RD”) 分散在水中而成的处理液中，静置 10 分钟
后，再在纯水中浸渍 10 分钟，形成由合成锂蒙脱石构成的厚 0.01 μ m 的无机层
状化合物层 (2)。接着，在 200 $^{\circ}$ C、1Pa、100W 的条件下溅射，在无机层状
化合物层 (2) 表面形成厚 100nm 的 ITO 薄膜作为透明导电性薄膜 (3)，得
到发光元件用基板。

20

比较例 5

按与实施例 9 相同的方法得到发光元件用基板，所不同的是，不使离子性
聚合物附着和不形成无机层状化合物层。



对于由实施例 9 和比较例 5 得到的气凝胶基板，用万用表测定其最表层的 1cm 距离的导通性能。结果见表 4。

表 4

	气凝胶层	中间层	功能性层 (形成方法)	1cm 电阻值 (Ω)
实施例 9	二氧化硅 气凝胶薄膜	离子性聚合物/无 机层状化合物层	ITO 薄膜 (溅射)	30
比较例 5	二氧化硅 气凝胶薄膜	-	ITO 薄膜 (溅射)	K~M 数量级

5

实施例 10

按以下顺序制作图 1 (c) 所示结构的气凝胶基板。

按与实施例 1 相同的方法，在钠玻璃板 (100) 表面形成厚 $10\mu\text{m}$ 的疏水化处理过的二氧化硅气凝胶薄膜 (1)。接着，在表面压力为 25mN/m 的条件下通过垂直浸渍法将聚乙烯醇缩辛醛附着在上述气凝胶薄膜 (1) 表面，形成厚 10nm 的 LB 膜 (2)。LB 膜 (2) 由 1 层高分子薄膜形成，表面是亲水性的。接着，在室温、 0.7Pa 、 100W 的条件下溅射，在 LB 膜 (2) 表面形成厚 200nm 的 ITO 薄膜 (3) 作为导电性薄膜，得到发光元件用基板。

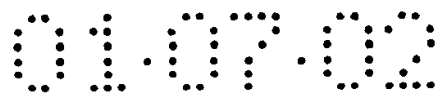
15 实施例 11

按与实施例 10 同样的方法得到发光元件用基板，所不同的是，在 200°C 、 1Pa 、 300W 的条件下溅射，在 LB 膜 (2) 表面形成厚 200nm 的 ITO 薄膜 (3) 作为导电性薄膜。

20 实施例 12

按以下顺序制作图 1 (c) 所示结构的气凝胶基板。

按与实施例 1 同样的方法在钠玻璃板 (100) 表面形成厚 $20\mu\text{m}$ 的疏水性二氧化硅气凝胶薄膜 (1)。接着，在表面压力为 25mN/m 的条件下通过垂直浸渍法将聚乙烯醇缩辛醛附着在疏水性气凝胶薄膜 (1) 表面，形成厚 10nm 的高分子膜。再在表面压力为 25mN/m 的条件下通过垂直浸渍法将聚乙烯醇缩辛醛附着在上述高分子薄膜表面，形成厚 10nm 的高分子膜。其结果，在疏水性二氧化硅气凝胶薄膜表面形成表面为疏水性的双层结构的 LB 膜 (2)。接着，在



200℃、1Pa、300W 的条件下溅射，在 LB 膜 (2) 表面形成厚 200nm 的 ITO 薄膜 (3) 作为透明导电性薄膜，得到发光元件用基板。

比较例 6

5 按与实施例 10 同样的方法得到发光元件用基板，所不同的是，不形成 LB 膜。

比较例 7

10 按与实施例 11 同样的方法得到发光元件用基板，所不同的是，不形成 LB 膜。

对于由上述实施例 10~12 和比较例 6、7 得到的气凝胶基板，用万用表测定其最表层的 1cm 距离的导通性能。结果见表 5。

表 5

	气凝胶层	中间层	功能性层 (形成方法)	1cm 电阻值 (Ω)
实施例 10	二氧化硅气凝胶 薄膜	LB 膜	IXO 薄膜 (溅射)	50
实施例 11	二氧化硅气凝胶 薄膜	LB 膜	ITO 薄膜 (溅射)	30
实施例 12	二氧化硅气凝胶 薄膜	LB 膜 (2 层)	ITO 薄膜 (溅射)	10
比较例 6	二氧化硅气凝胶 薄膜	-	IXO 薄膜 (溅射)	K~M 数量级
比较例 7	二氧化硅气凝胶 薄膜	-	ITO 薄膜 (溅射)	K~M 数量级

15

实施例 13

按以下顺序制作图 1 (b) 所示结构的气凝胶基板。

20 按与实施例 1 同样的方法在钠玻璃板 (100) 表面形成厚 30μm 的疏水化处理过的二氧化硅气凝胶薄膜 (1)。接着，用常压等离子体法在氩/氫/氧气氛中以 700W 功率对上述二氧化硅气凝胶薄膜 (1) 表面进行等离子体处理，形成厚 50nm 的亲水性层 (图中未标示)。然后，配制含有 30 质量% 铟锡氧化物粉

末和 3 质量% 聚乙烯醇的水性涂液，在该涂液中，聚乙烯醇呈溶解状态，而铟锡氧化物粉末呈分散状态。将上述涂液涂布在二氧化硅气凝胶薄膜（1）表面，在 600℃ 烧结，形成厚 2μm 的 ITO 薄膜作为透明导电性薄膜（3）。

对于由上述实施例 13 得到的气凝胶基板，用万用表测定其最表层的 1cm 距离的导通性能。结果见表 6。

表 6

	气凝胶层	中间层	功能性层 (形成方法)	1cm 电阻值 (Ω)
实施例 13	二氧化硅气凝胶 薄膜	亲水性层	ITO 薄膜 (涂布)	200

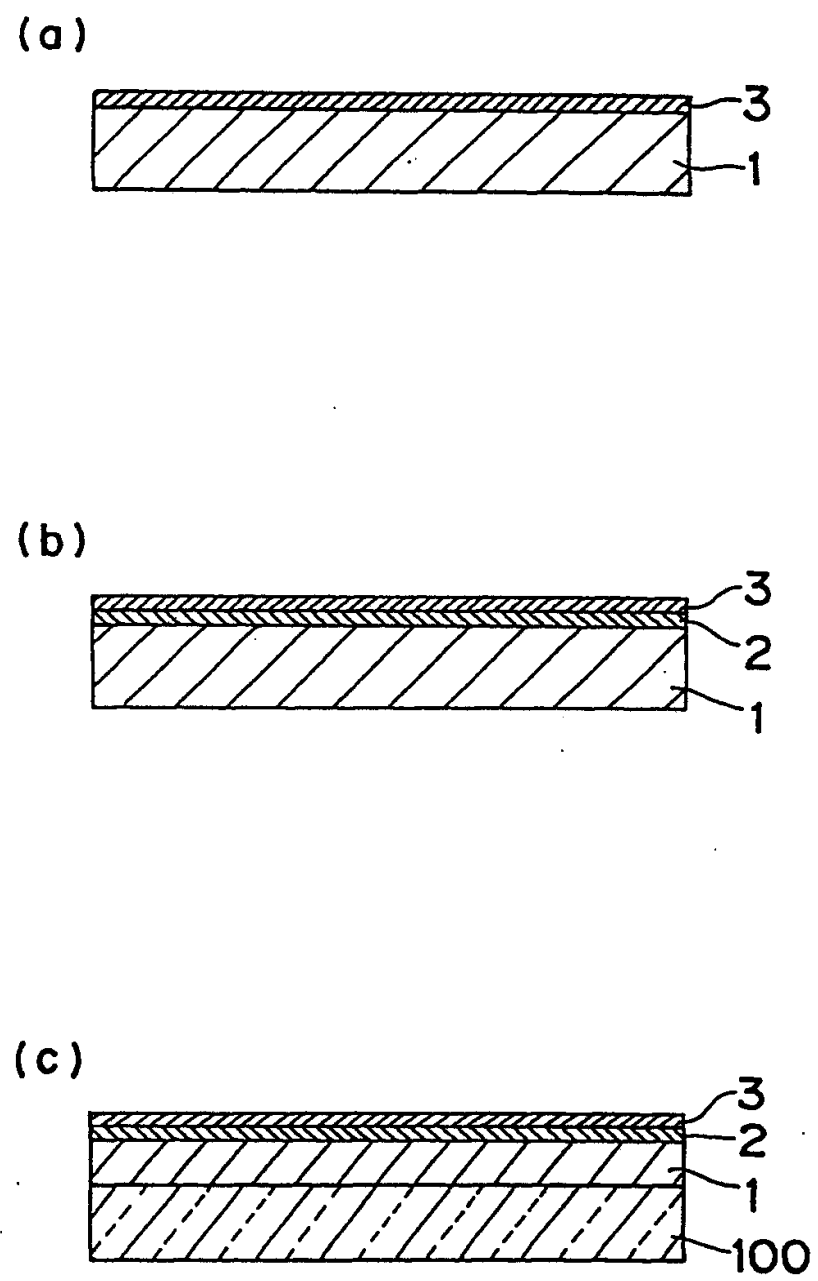


图 1

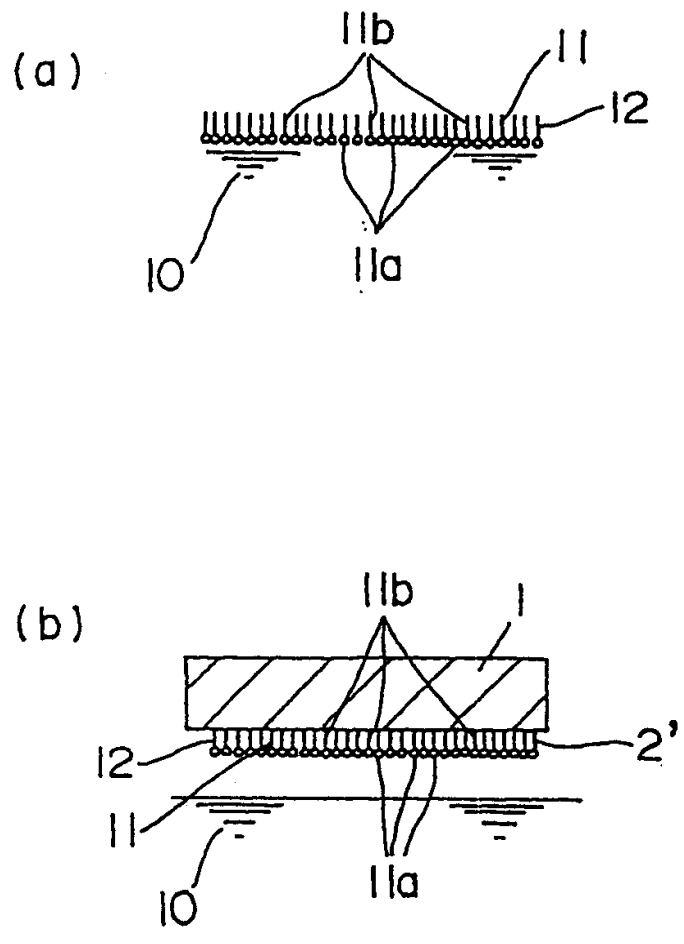


图 2

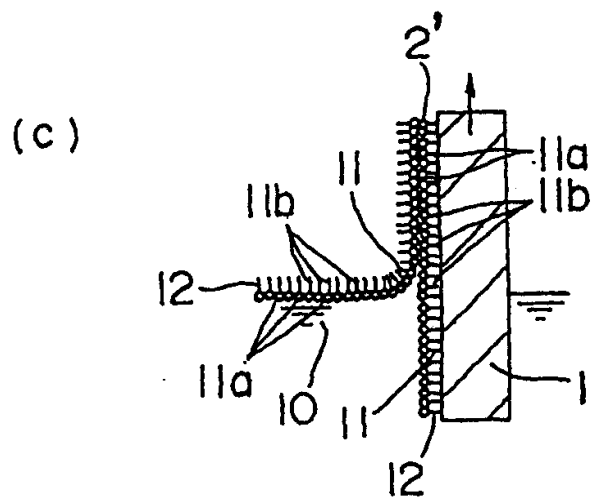
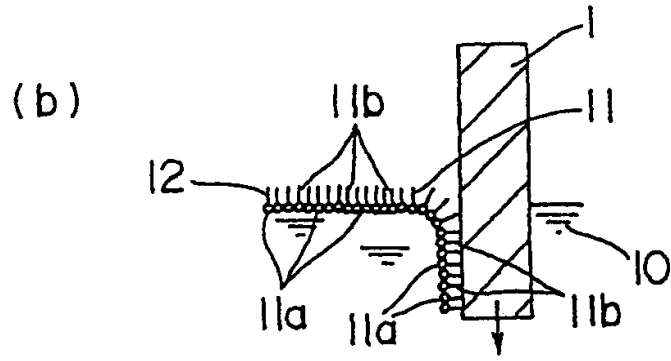
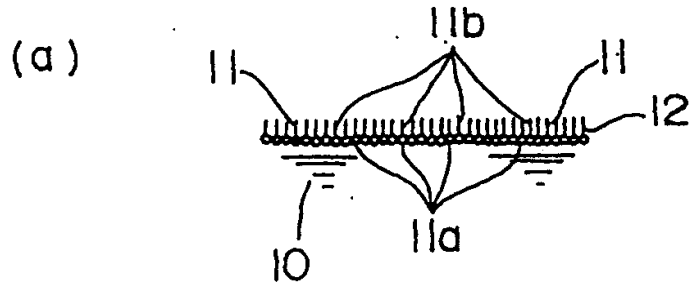


图 3