

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2025.06.10] [Update : 2025.05.09]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	24UT0066
利用課題名 Title	物質の添加による階層性多孔質(HNL)ガラスの形成挙動に関する研究
利用した実施機関 Support Institute	東京大学 / Tokyo Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	内部利用 (ARIM事業参画者以外) / Internal Use (by non ARIM members)
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	次世代ナノスケールマテリアル/Next-generation nanoscale materials
キーワード Keywords	ガラス, 階層性ナノ多孔層(HNL), 電子顕微鏡/ Electronic microscope, イオンミリング/ Ion milling

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	萩原 大貴
所属名 Affiliation	東京大学工学系研究科マテリアル工学専攻
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	UT-101 : 低損傷走査型分析電子顕微鏡 UT-102 : 高分解能走査型分析電子顕微鏡 UT-153 : クロスセクションポリッシャー(CP)
---------------------------------	--

報告書データ / Report

<p>概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>Na₂O-CaO-SiO₂系ガラスに、120~180℃の弱塩基条件化で処理することにより、ガラス表面に階層性ナノ多孔層(HNL)を形成することができる。このHNLを有する表面は、超親水性、防曇性、低反射性といった特性を示すために、様々な用途におけるガラス材料の表面処理として期待される。しかしながら、このHNLの形成機構が解明されておらず、また、特定のガラス組成でしかHNL表面を得ることができないなどの課題が残されている。既往の研究では、ガラスの溶出反応が進むにつれ表面近傍でのシリカ濃度が上昇し、そのシリカ濃度が溶解度を超えると、アモルファスシリカが球状に沈殿し、時間とともに球状のシリカが大きくなることで多孔層ができとされている。本研究では溶液の pH の変化に注目し、金属塩化物の添加及び緩衝溶液を用いて、溶液のpHを変化させ、様々なpHの条件におけるHNLの組織を調査した。今回は、処理前後の pH の変化に加え、形成された HNL の膜厚と HNL 中の構成成分比に注目し、pH の変化が HNL の形成に与える影響を調べることを目的とした。</p>																												
<p>実験 Experimental</p>	<p>クエン酸ナトリウム(C₆H₅Na₃O₇)水溶液を濃度 0.034, 0.068, 0.10, 0.14, 0.17, 0.20 mol/L に調整した溶液を用い、オートクレーブにて120℃で24時間の処理を行った。pH メーターを用いて用いた溶液の処理前後の pH を測定した。また、日本電子製クロスセクションポリリッシャー (SM-09010, SM-09020) で断面を作製し、SEM観察 (JSM-7800F, JSM-7500FA) により、HNL の膜厚の計測を行った。</p>																												
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>開始時の溶液のpHは、クエン酸ナトリウムの濃度を上げてほとんど変化しなかった。このことから、クエン酸ナトリウムの溶液に緩衝効果があることがわかる。これにに対して、HNLの膜厚は、クエン酸ナトリウムの濃度が0.034 mol/Lから0.14 mol/Lまでは増加し、0.14 mol/Lで最大になった後に減少した。これは、クエン酸ナトリウムによってシリカガラスの溶解が促進され、溶解したシリカがガラス表面で析出していると考えられた。また、処理後の溶液のpHが増加することがわかった。水溶液のpHが10を超えるとシリカの溶解が急激に進むことが知られており、終了時のpHが10を超えている0.10 mol/L以上の試料では、反応の後半では、HNLを形成するアモルファスシリカの溶解が生じて膜厚が減少したと考えられた。膜厚を増加させるクエン酸ナトリウムの濃度とシリカの溶解度を増加させる溶液pHの増加によって、HNL膜厚が極大を示すものと考えられた。</p>																												
<p>図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1</p>	<table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Concentration of C₆H₅Na₃O₇ (mol/L)</th> <th>pH after etching (▽)</th> <th>pH before etching (△)</th> <th>Thickness (μm) (○)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.034</td> <td>9.71</td> <td>8.02</td> <td>0.30</td> </tr> <tr> <td>0.068</td> <td>9.69</td> <td>8.11</td> <td>0.80</td> </tr> <tr> <td>0.10</td> <td>10.24</td> <td>8.12</td> <td>0.89</td> </tr> <tr> <td>0.14</td> <td>10.20</td> <td>8.26</td> <td>2.74</td> </tr> <tr> <td>0.17</td> <td>10.13</td> <td>8.21</td> <td>1.11</td> </tr> <tr> <td>0.20</td> <td>10.46</td> <td>8.22</td> <td>0.63</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: center;">Figure pH before and after etching and HNL film thickness</p>	Concentration of C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇ (mol/L)	pH after etching (▽)	pH before etching (△)	Thickness (μm) (○)	0.034	9.71	8.02	0.30	0.068	9.69	8.11	0.80	0.10	10.24	8.12	0.89	0.14	10.20	8.26	2.74	0.17	10.13	8.21	1.11	0.20	10.46	8.22	0.63
Concentration of C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇ (mol/L)	pH after etching (▽)	pH before etching (△)	Thickness (μm) (○)																										
0.034	9.71	8.02	0.30																										
0.068	9.69	8.11	0.80																										
0.10	10.24	8.12	0.89																										
0.14	10.20	8.26	2.74																										
0.17	10.13	8.21	1.11																										
0.20	10.46	8.22	0.63																										
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks(References and Acknowledgements)</p>																													

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件