

課題番号 : F-19-WS-0109  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : 自己修復性層状シロキサン系材料の機械的特性の向上  
Program Title (English) : Improving Mechanical Properties of Self-Healable Layered Siloxane Material  
利用者名(日本語) : 宮本佳明  
Username (English) : Y. Miyamoto  
所属名(日本語) : 早稲田大学先進理工学部応用化学科  
Affiliation (English) : Department of Applied Chemistry, Waseda University  
キーワード/Keyword : 自己修復, シロキサン, 分析

## 1. 概要 (Summary)

自己修復材料の開発は近年注目を集めている分野であり、様々な手法によって自己修復が報告されている。なかでも可逆結合を利用した修復は、修復が繰り返し可能であるという利点がある。この修復手法は損傷部の物理的接触が必要であり、適用が主に柔軟なポリマー材料に限られている。最近当研究室では可逆結合の組み換えにより自己修復する無機材料について報告している<sup>[1]</sup>。この材料はラメラ構造を有する薄膜である。ラメラ構造が膨潤することによりクラックの閉塞が促進される。これにより、Si-O-Si 結合が組み換わり、自己修復が行われる。しかしながら、この薄膜は硬度が低いことが課題である。硬度を向上させる上で、フィラーを混合させることは有効な手法であることが知られている<sup>[2]</sup>。そこで、無機フィラーを導入することで自己修復性薄膜の硬度の向上を目指す。

## 2. 実験 (Experimental)

【利用した主な装置】環境維持・制御装置、薄膜物性評価装置

### 【実験方法】

エチレン架橋型アルコキシシランである 1,2-bis(triethoxysilyl)ethane を二本鎖型第四級アンモニウム界面活性剤 didodecyldimethyl ammoniumbromide とエタノール溶媒中で混合し、酸性条件下で加水分解・重縮合させた。得られた前駆溶液に無機フィラーを添加し、Si 基板上にスピコートすることで薄膜を作製した。作製した薄膜を分析し、フィラーの添加の有無による自己修復性及び硬度への影響の調査を行った。

## 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

微小角入射小角 X 線散乱測定 (GI-SAXS) のパターン (Fig.1) より、作製した 2 種類の薄膜はラメラ構造を有していることが確認された。室温における水蒸気処

理前後のクラックの光学顕微鏡像を Fig.2 に示す。フィラーを添加していない薄膜では水蒸気処理によりクラックの修復が確認できた。一方で、フィラーを添加した薄膜では修復を確認できなかった。薄膜物性評価装置により硬度の計測を行った。フィラーを添加していない薄膜の硬度は 0.02 GPa であったが、添加した薄膜は 0.07 GPa であった。

以上より、フィラーの添加により修復能が低下すること及び硬度が向上することが分かった。修復能が低下した原因としてはフィラーの選択が適当でなかったことが原因であると考えられる。今後はフィラーの種類を変えることで自己修復性と高い硬度を両立した薄膜の作製を試みる。

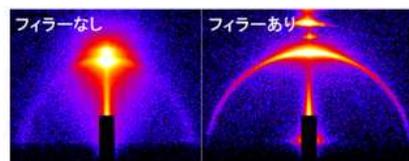


Fig. 1 作製した薄膜の GI-SAXS パターン

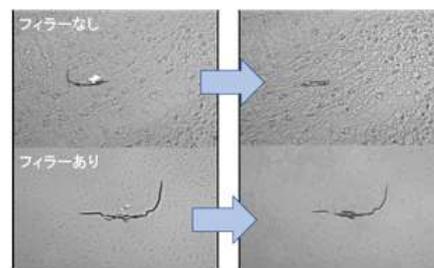


Fig. 2 水蒸気処理前後の光学顕微鏡像

## 4. その他・特記事項 (Others)

・参考文献

[1] S. Itoh et.al., ACS Nano, 2017, 11, 10289.

[2] V. Favier et.al., Macromolecules 1995, 28, 6365-6367.

## 5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし

## 6. 関連特許 (Patent)  なし