

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-520503

(P2017-520503A)

(43) 公表日 平成29年7月27日(2017.7.27)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)
C O 3 C 21/00 (2006.01) C O 3 C 21/00 Z 4 G O 5 9
 C O 3 C 21/00 1 O 1

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 39 頁)

(21) 出願番号	特願2017-501190 (P2017-501190)	(71) 出願人	397068274 コーニング インコーポレイテッド アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148 31 コーニング リヴァーフロント プ ラザ 1
(86) (22) 出願日	平成27年7月6日 (2015.7.6)	(74) 代理人	100073184 弁理士 柳田 征史
(85) 翻訳文提出日	平成29年3月8日 (2017.3.8)	(74) 代理人	100175042 弁理士 高橋 秀明
(86) 国際出願番号	PCT/US2015/039190	(72) 発明者	フウ, ホンメイ アメリカ合衆国 ニューヨーク州 148 70 ペインテッド ポスト フィールド ビュー ドライブ 127
(87) 国際公開番号	W02016/007408		
(87) 国際公開日	平成28年1月14日 (2016.1.14)		
(31) 優先権主張番号	62/021, 456		
(32) 優先日	平成26年7月7日 (2014.7.7)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
(31) 優先権主張番号	62/057, 631		
(32) 優先日	平成26年9月30日 (2014.9.30)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼き入れされた無色抗菌ソーダ石灰ガラス並びにその製造および使用方法

(57) 【要約】

製造条件を含む苛酷な条件に暴露されたときの耐変色性が改善された様々な抗菌ソーダ石灰ガラスがここに開示されている。ここに記載された改良抗菌ガラス物品は、一般に、厚さ t を有するSLG基板；約 $0.15 \times t$ 以上の圧縮応力層；および抗菌剤と圧縮応力層の厚さより小さい厚さを有する抗菌剤含有領域を備えている。圧縮応力および抗菌剤含有領域を形成する前に、ガラス基板の主面の約2から20マイクロメートルを除去することができる。いくつかの態様において、予め焼き鈍しされ、焼き入れされたか、または予め焼き鈍しされた、SLGが基板として使用される。いくつかの態様において、その基板は一方の面にスズを含む。改良SLG基板は、苛酷な条件に暴露されたときに、実質的に変色を経験しない。そのガラス物品を製造および使用方法も記載されている。

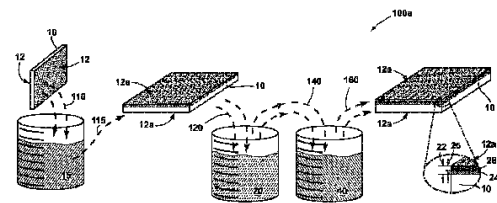


FIG. 1A

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

抗菌ガラス物品において、
基板厚さ、主面およびソーダ石灰ガラス組成を有するガラス基板、
前記主面から、前記基板厚さの 0.15 倍以上である第 1 の深さまで延在する圧縮応力層、および

前記主面から第 2 の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層、
を備え、

前記物品の抗菌剤の濃度が、前記主面で約 1 質量パーセント以上であり、

前記物品の吸光度が、450 ~ 550 nm の波長で約 0.10 以下である、物品。

10

【請求項 2】

前記第 1 の深さが約 25 マイクロメートルと約 1000 マイクロメートルの間であり、
前記圧縮応力層内の平均圧縮応力が少なくとも約 100 MPa である、請求項 1 記載の物品。

【請求項 3】

前記主面から前記基板内の第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層をさらに備えた、
請求項 1 または 2 記載の物品。

【請求項 4】

前記物品が約 200 MPa 以上の平均圧縮応力を有し、前記第 3 の深さが前記第 2 の深さ以下である、請求項 3 記載の物品。

20

【請求項 5】

前記主面から約 2 マイクロメートルの前記基板の厚さ内に、ある量のカリウム、ナトリウムおよび抗菌剤をさらに含み、カリウムが、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の前記量の約 75 % 未満を占め、前記抗菌剤が、約 2 マイクロメートルの前記厚さ内の、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の前記量の約 0.5 % 以上を占め、前記抗菌剤の深さが約 5 マイクロメートル以下であり、前記抗菌剤が銀イオンを含み、前記物品が、前記主面で 2 質量パーセントと 40 質量パーセントの間の銀イオンの抗菌剤濃度を有する、請求項 1 から 4 いずれか 1 項記載の物品。

【請求項 6】

前記主面が、JIS Z 2801 (2000) 試験条件下、改定 JIS Z 2801 (2000) 試験条件下、または乾式試験の試験条件下で、S. aureus、E. aerogenes、E. Coli、および P. aeruginosa のいずれか 1 つ以上の濃度において対数値で 3 以上の殺傷値を示し、該対数値の殺傷値が、

30

前記物品が、約 1 時間に亘り約 98 °C 以上の温度の水中で煮沸されること、

前記物品が、約 24 時間に亘り約 60 °C の温度および 85 % の相対湿度を有する環境に暴露されること、および

前記物品が、約 1 °C 以上の温度に冷却されること、

のいずれか 1 つの後に維持される、請求項 1 から 5 いずれか 1 項記載の物品。

【請求項 7】

約 2 未満の CIE 1976 の色座標 b^* を示す、請求項 1 から 6 いずれか 1 項記載の物品。

40

【請求項 8】

前記主面がスズを実質的に含まない、請求項 1 から 7 いずれか 1 項記載の物品。

【請求項 9】

前記主面がスズを含む、請求項 1 から 7 いずれか 1 項記載の物品。

【請求項 10】

抗菌ガラス物品を製造する方法において、

基板厚さ、主面、ソーダ石灰ガラス組成、および前記主面から、前記基板厚さの 0.15 倍以上である第 1 の深さまで延在する圧縮応力層を有するガラス基板を提供する工程、
前記主面から前記基板内の第 2 の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層を形

50

成する工程であって、前記抗菌剤が、前記主面で約 1 質量パーセント以上の銀イオン濃度を有するものである工程、

前記主面から前記基板内の第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層を形成する工程、および

必要に応じて、前記主面の一部を除去して、加工主面を形成する工程であって、該除去工程が、前記抗菌剤含有層を形成する工程の前に行われ、該除去工程において除去される前記主面の一部が、前記基板の 2 マイクロメートルと 20 マイクロメートルの間からなる、除去工程、を有してなり、

前記抗菌ガラス物品が、450～550 nm の波長で約 0.10 以下の吸光度を示す、方法。

【発明の詳細な説明】

【関連出願の説明】

【0001】

本出願は、その内容が依拠され、ここに全て引用される、2014 年 9 月 30 日に出願された米国仮特許出願第 62/057631 号および 2014 年 7 月 7 日に出願米国仮特許出願第 62/021456 号の米国法典第 35 編第 119 条の下での優先権の恩恵を主張するものである。

【技術分野】

【0002】

本開示は、広く、抗菌ソーダ石灰ガラス物品に関する。より詳しくは、ここに記載された様々な実施の形態は、抗菌挙動を有するソーダ石灰ガラス物品であって、抗菌効果を維持しながら、苛酷な条件（例えば、製造条件、高温、湿度、酸化環境、還元環境など）に暴露されたときの変色が低減しているようなガラス物品、並びにそのガラス物品を製造する方法および使用する方法に関する。

【背景技術】

【0003】

いくつかある特徴の中で特に、高い光の透過、低ヘイズ、および高い耐久性を要求する装置および用途が、より広く行き渡ってきた。そのような装置および用途が、食品および他の消耗品と接触する表面を含む、または 1 人のユーザまたは多数のユーザと装置との間のインタラクションを伴う程度とともに、ユーザからユーザに移り得る微生物（例えば、細菌、真菌、ウイルスなど）を寄生させる表面の傾向が増える。

【0004】

微生物を寄生させることのできる、高い光学的透明度を要求する表面が、器具用途（例えば、棚材料、ドアおよび他の構成部材）、建築用途（例えば、壁、エレベータ、カウンター甲板、シャワー室など）、並びにディスプレイおよびユーザとのタッチ・インタラクションに曝される表面を備えた他の電子機器に使用されている。ソーダ石灰ガラス（SLG）は、他の材料と比べて比較的低コストであるために、これらの用途に使用することができる。

【0005】

SLG 上の微生物の存在を最小にするために、様々なガラス物品に、いわゆる「抗菌」性が与えられてきた。そのような抗菌（AM）SLG 物品は、器具、建築用途または他の用途において、タッチ作動装置の画面として使用されているか否かにかかわらず、高温、湿度、反応性環境などに暴露されたときに、変色する傾向にある。これらの苛酷な条件は、SLG 物品の製造または加工中、もしくは物品の通常の使用中に生じ得る。ある場合には、この変色により、SLG 物品が見苦しくなり得る。さらに、過剰な変色のために、最終的に、そのガラス物品がその使用目的に適さなくなり得る。変色が望ましく、1 つの特徴であるときがある。しかしながら、これらの場合、色の制御が必要である。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 6 】

したがって、抗菌 S L G 物品の製造に関連する条件を含む苛酷な条件に暴露されたときの変色に対する抵抗が改善された物品を提供する技術が、依然として必要とされている。これらの技術が、表面の他の望ましい性質（例えば、光の透過、ヘイズ、強度、耐引掻性など）に悪影響を与えなければ、特に都合よいであろう。本開示は、そのような技術の提供に関する。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 7 】

苛酷な条件に暴露されたときの変色に対する抵抗が改善された様々な抗菌 S L G 物品が、その製造および使用のための方法と共に、ここに記載されている。

10

【 0 0 0 8 】

1つの種類の改善された抗菌 S L G 物品は、厚さ t を有するガラス基板；そのガラス基板の主面から内側に、約 $0.15 * t$ 以上の第1の深さまで延在する圧縮応力層または領域；およびそのガラス基板の主面から内側に、この圧縮応力層または領域の厚さよりも小さい第2の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層または領域を備えており、全ての層および領域は、ガラス物品が、苛酷な条件に暴露されたときに変色を実質的に経験しないように構成されている。いくつかの実施の形態において、第2の深さは第1の深さより小さい。

【 0 0 0 9 】

いくつかの実施の形態において、変色は、約 $450 \sim 550 \text{ nm}$ の波長範囲で、約 0.10 以下などの低い吸光度として特徴付けられることがある。いくつかの態様において、抗菌 S L G 物品は、その主面で抗菌剤（例えば、 Ag^+ イオン）と反応する傾向があるスズまたは他の金属イオンの濃度が低いかまたは取るに足らない。いくつかの態様において、S L G 物品はスズを含む、または S L G 基板中に一般に見られるスズは除去されない。

20

【 0 0 1 0 】

この種類の抗菌 S L G 物品は、ガラス基板の1つ以上の主面上に配置された追加の層をさらに備えても差し支えない。この追加の層としては、反射防止コーティング、防眩コーティング、防指紋コーティング、防汚コーティング、色付与組成物、耐環境コーティング、または導電性コーティングが挙げられる。

【 0 0 1 1 】

この種類の改善された抗菌 S L G 物品の特定の実施において、平均（表面）圧縮応力は、約 50 メガパスカル以上、約 100 メガパスカル以上、約 120 メガパスカル以下、または約 150 メガパスカル以下であり得る。前記圧縮応力層の深さは、約 25 マイクロメートル以上かつ約 1000 マイクロメートル以下または約 100 マイクロメートル以上であり得る。いくつかの態様において、改善された抗菌 S L G 物品は、熱処理されたガラス基板を使用しており、深さが 100 マイクロメートルを超える、および/または平均圧縮応力が 100 メガパスカルを超える圧縮応力層を有し得る。他の態様において、改善された S L G 物品は、熱処理されたガラス基板を使用しており、約 100 メガパスカルから約 120 メガパスカルの平均圧縮応力を有し得る圧縮応力層を有し得る、および/または圧縮応力層の深さは、約 25 マイクロメートル以上かつ約 1000 マイクロメートル以下であり得る。

30

40

【 0 0 1 2 】

いくつかの態様において、前記物品は、第1の深さより小さい、第2の深さより小さい、または第1の深さと第2の深さの両方より小さい、第3の深さまで延在する第2の圧縮応力層を有することがある。そのような物品の平均表面圧縮応力は、約 200 メガパスカル以上、または 300 メガパスカル以上であってよい。

【 0 0 1 3 】

この種類の改善された抗菌 S L G 物品のいくつかの実施において、抗菌剤含有領域の平均厚さは、約 100 マイクロメートル以下、約 15 マイクロメートル以下、または約 5 マイクロメートル以下であり得る。そのような抗菌剤含有領域の最も外側の部分の銀濃度（

50

例えば、抗菌剤として銀が使用されている場合)は、約40質量パーセントまでであり得る。いくつかの態様において、そのSLG基板の表面での銀濃度は、1質量パーセントと約40質量パーセントの間、約3質量パーセントから約40質量パーセント、または約5質量パーセントから約40質量パーセントである。

【0014】

いくつかの実施の形態において、前記物品は、その表面から規定の深さ(例えば、2マイクロメートル、5マイクロメートルまたは10マイクロメートル)内にカリウム、ナトリウムおよび抗菌剤のいずれか1つ以上をある濃度で含むことがある。いくつかの実施の形態において、カリウムが、その規定の深さに沿って、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約75%以下または約75%以上を占めることがある。カリウムの量は、使用する処理条件により調整できる。いくつかの態様において、抗菌剤は、その規定の深さに沿って、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約0.5%以上を占めることがある。1マイクロメートルの深さ以内のカリウムの絶対量(K_2O として測定して)は、約2質量パーセントまで(例えば、約0.1質量パーセントから約2質量パーセント、約1質量パーセントから約1.8質量パーセント、または約1.3質量パーセントから約1.6質量パーセント)であってよい。

【0015】

そのようなSLG物品が暴露されることのある苛酷な条件としては、摂氏約200度以上の温度、約80パーセント以上の相対湿度レベル、還元環境、酸化環境、またはそれらの組合せが挙げられる。例えば、苛酷な条件としては、高温でのガラス基板の表面上の防指紋および/または防汚コーティングの重合、ガラス基板を別の装置に接着させるために使用される接着剤の直接結合、ガラス基板の表面上の透明電極のスパッタリング、ガラス基板の表面上のインク層またはフリット層の熱硬化、ガラス基板の表面のプラズマ洗浄、ガラス基板の表面の化学エッチング、ガラス基板の表面の焼き鈍し、ガラス基板の表面の化学洗浄、またはそれらの組合せが挙げられる。

【0016】

その苛酷な条件は、抗菌SLG基板の製造に関連する様々な過程も含み得る。例えば、SLG基板に抗菌性を与えるために使用される過程により、基板が変色し得る。 Ag^+ イオンがSLG基板中に交換により入って、抗菌剤含有層を形成するときに、その Ag^+ イオンは基板の「スズ側」に存在する Sn^{2+} と反応して、 Ag 結晶として析出し得る。次いで、これらの Ag 結晶は、表面プラズモン共鳴効果により基板中の変色を生じ得る。

【0017】

変色が実質的にないことは、苛酷な条件への暴露前の光透過率に対して約3パーセント以下のガラス物品の光透過率の変化、苛酷な条件への暴露前のヘイズに対して約5パーセント以下のガラス物品のヘイズの変化、および/またはそれぞれ、約 ± 0.2 、 ± 0.1 、および ± 0.1 以下のSLG物品のCIE 1976色座標 L^* 、 a^* 、および b^* の変化を含み得る。変色が実質的にないことは、抗菌SLG物品の特定の実施に関して $0 < b^* < 2$ であるような、CIE 1976色座標 b^* も含み得る。いくつかの態様において、変色が実質的にないことは、可視スペクトル(約380から780nm)に亘る90%以上の透過率を含み得る。

【0018】

この種類の抗菌SLG物品は、JIS Z 2801(2000)試験条件下で、少なくとも黄色ブドウ球菌、エンテロバクター・アエロゲネス、および緑膿菌の細菌の濃度の対数値で少なくとも5の減少を示すことができる。この種類の抗菌SLG物品は、改定JIS Z 2801(2000)試験条件下で、少なくとも黄色ブドウ球菌(*S. aureus*)、エンテロバクター・アエロゲネス(*E. aerogenes*)、大腸菌(*E. coli*)、および緑膿菌(*P. aeruginosa*)の細菌の濃度の対数値で少なくとも3の減少を示すことができ、この改定条件は、約24時間に亘り約38パーセントから約42パーセントの湿度でその抗菌ガラス物品を摂氏約23度から摂氏約37度の温度に加熱する工程と、その後、約6時間から約24時間に亘る乾燥を含む。この種類の抗菌

10

20

30

40

50

S L G 物品は、改定 E P A 試験条件下で、少なくとも *S . a u r e u s*、*E . a e r o g e n e s*、*E . C o l i*、および *P . a e r u g i n o s a* の細菌の濃度の対数値で少なくとも 2 の減少も示すことができ、この改定条件は、約 2 時間に亘り約 3 8 パーセントから約 4 2 パーセントの湿度でその抗菌ガラス物品を摂氏約 2 3 度の温度に加熱する工程を含む（以下、「乾式」試験と称される）。この乾式試験は、ここに完全に述べられているかのように引用される、米国仮特許出願第 6 1 / 9 0 8 4 0 1 号明細書に記載されている。ある場合には、これらのレベルの抗菌効果は、S L G 物品が、約 1 時間に亘る約 9 8 以上の温度の水中での煮沸、約 2 4 時間に亘る約 6 0 の温度および 8 5 % の相対湿度の環境への暴露、および約 4 の温度（例えば、2 以下または約 1 以下）への冷却のいずれか 1 つに暴露された後でさえも、維持される。

10

【0019】

ある場合には、改善された抗菌 S L G 物品は、約 1 % 以下の平坦性を示すことがある。ここに用いたように、平坦性は、平坦性の百分率を与えるために、平らな表面に配置された後の、その物品の最高高さ / 最小高さの測定値を称する。この改善された抗菌 S L G 物品は、改善された機械的強度も示すことがあり、ある場合には、安全ガラスとして使用されることがある。改善された機械的強度は、リング・オン・リング試験により測定して、約 6 0 0 k g f （約 5 8 8 0 N ）以上の平均曲げ強度を示すことを含むことがある。

【0020】

この種類の改善された抗菌 S L G 物品は、電子機器のタッチ感応性表示画面またはカバープレート、電子機器の非タッチ感応性部材、家電製品の表面、医療機器の表面、生物学的または医療包装容器、建築部材の表面、または車両部材の表面の一部として働くことができる。

20

【0021】

抗菌 S L G 物品を製造する方法の一種は、厚さ t および主面を有する S L G 基板を提供する工程を有してなる。この S L G 基板は、その主面から第 1 の深さまで延在する圧縮応力層を有することがある。いくつかの実施の形態において、この第 1 の深さは、基板の厚さの約 0 . 1 5 倍以上である。いくつかの実施の形態において、この方法は、そのような圧縮応力層を第 1 の深さまで形成する工程を有する。いくつかの実施の形態の方法は、抗菌 S L G 物品が、苛酷な条件に暴露されたときに、実質的に変色を経験しないように、ガラス基板の主面から内側に第 2 の深さまで延在する抗菌剤含有領域を形成する工程を有することがある。いくつかの実施の形態において、この方法は、主面の一部を除去して、加工主面を形成する工程であって、第 1 の深さまで延在する圧縮応力層および抗菌剤含有領域のいずれか 1 つ以上の形成の前または後に行われてもよい工程を必要に応じて有する。1 つの実施において、その方法は、ガラス基板を熱処理する工程であって、前記除去工程の前または直後に行われる工程も有する。

30

【0022】

いくつかの態様において、前記方法により、 $0 . 1 5 * t$ 以上の厚さを有する圧縮応力層を備えた抗菌 S L G 物品が製造される。さらに、この方法により製造されるこれらの抗菌 S L G 物品における抗菌剤含有領域の厚さは、圧縮応力層の厚さ未満であり得る。

【0023】

ある場合には、前記方法は、主面（または加工主面）から第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層を形成する工程を有する。第 1 の深さまで延在する圧縮応力層、および第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層は、熱加工 (thermal processing) および / または化学的処理（例えば、熱処理 (heat treatment) またはイオン交換処理）により形成されてもよい。第 2 の深さまで延在する抗菌剤含有領域は、化学処理（例えば、イオン交換処理）により形成されてもよい。化学処理を使用する場合、その処理は、複数のイオン（例えば、ナトリウム、カリウムなどのアルカリイオン、および / または抗菌剤イオン）を主面（または加工主面）中に第 1 の深さ、第 2 の深さまたは第 3 の深さまでイオン交換する工程を有する。

40

【0024】

50

ある場合には、圧縮応力層の一方または両方を形成する工程、および抗菌剤含有領域を形成する工程は、同時に行われる。他の場合には、第1の深さまで延在する圧縮応力層は、二段階工程で、抗菌剤含有領域が形成される前に形成される。他の場合には、第2の深さまで延在する圧縮応力層は、抗菌剤含有領域と同時に（1つの化学処理工程）、または抗菌剤含有領域が形成される前に（2つの化学処理工程）、形成される。

【0025】

ある場合には、前記化学処理は、抗菌剤前駆体と、 KNO_3 および NaNO_3 のいずれか1つ以上とを含む溶融浴中に基板を浸漬する工程を有することがある。他の実施の形態において、その溶融浴は、 AgNO_3 と、 KNO_3 および NaNO_3 の共晶塩混合物とを含むことがある（約300℃以下の温度を有するであろう）。ここに用いたように、「共晶塩混合物」は、塩成分の混合物を称する。例えば、 KNO_3 および NaNO_3 を使用する場合、その共晶塩混合物は、40～60%の KNO_3 および40～60%の NaNO_3 を含み、 KNO_3 塩および NaNO_3 塩の合計は80～100%に等しい。他の場合には、化学処理は、抗菌剤前駆体を含む水溶液（約250℃以上の温度を有するであろう）中に基板を浸漬する工程を有することがある。共晶塩混合物を含む溶融浴または前記水溶液は、約0.01質量パーセントから約1質量パーセントの範囲の濃度の AgNO_3 を含むであろう。

【0026】

ある場合には、前記方法は、SLG基板の1つ以上の主面の少なくとも一部の上に追加の層を形成する工程も有して差し支えなく、その追加の層は、反射防止コーティング、防眩コーティング、防指紋コーティング、防汚コーティング、色付与組成物、耐環境コーティング、または導電性コーティングを構成する。

【0027】

先の概要および以下の詳細な説明の両方とも、様々な実施の形態を記載しており、請求項に記載された主題の性質および特徴を理解するための概要または骨子を提供することが意図されていることを理解すべきである。添付図面は、その様々な実施の形態のさらなる理解を与えるために含まれ、本明細書に包含され、その一部を構成する。それらの図面は、ここに記載された様々な実施の形態を図解しており、説明と共に、請求項に記載された主題の原理および作動を説明する働きをする。

【図面の簡単な説明】

【0028】

【図1A】本開示の態様による二段階イオン交換過程により処理される抗菌SLG物品を製造する方法の説明図

【図1B】本開示の態様による一段階イオン交換過程により処理される抗菌SLG物品を製造する方法の説明図

【図2】本開示の態様による一段階および二段階イオン交換過程により処理されたSLG物品に関するCIE 1976の色度値（ b^* ）を示す棒グラフ

【図3】本開示の態様による一段階および二段階イオン交換過程により処理されたSLG物品における深さ（ μm ）の関数としての抗菌剤（ Ag_2O ）の濃度を示すグラフ

【図4】本開示の態様による一段階および二段階イオン交換過程により処理されたSLG物品に関する、乾式試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【図5A】本開示の態様による二段階イオン交換過程により処理される熱処理抗菌SLG物品を製造する方法の説明図

【図5B】本開示の態様による一段階イオン交換過程により処理される熱処理抗菌SLG物品を製造する方法の説明図

【図6】本開示の態様による様々な濃度の AgNO_3 の一段階イオン交換過程により処理された熱処理SLG物品に関するCIE 1976の色度値（ b^* ）を示す棒グラフ

【図7A】熱処理および/またはイオン交換過程が施された処理済みSLG物品の表面とその下での圧縮応力プロファイルを示すグラフ

【図7B】本開示の態様による様々な濃度の AgNO_3 の一段階イオン交換過程において処理された熱処理SLG物品における深さの関数としての抗菌剤（ Ag_2O ）の濃度を示

10

20

30

40

50

すグラフ

【図 8 A】本開示の態様による一段階イオン交換過程により処理された熱処理 S L G 物品に関する、S . A u r e u s 細菌についての J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【図 8 B】本開示の態様による一段階イオン交換過程により処理された熱処理 S L G 物品に関する、E . C o l i 細菌についての 4 での J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【図 9】本開示の態様による、様々な濃度の A g N O ₃ と、K N O ₃ および N a N O ₃ の共晶塩混合物とを有する抗菌浴を含む、一段階イオン交換過程が施された熱処理 S L G 物品に関する C I E 1 9 7 6 の色度値 (b *) を示す棒グラフ

【図 1 0】本開示の態様による様々な濃度の A g N O ₃ の一段階イオン交換過程において処理された熱処理 S L G 物品における深さの関数としての抗菌剤 (A g ₂ O) の濃度を示すグラフ

【図 1 1】本開示の態様による一段階イオン交換過程が施された熱処理 S L G 物品に関する、S . A u r e u s 細菌についての J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果、および E . C o l i 細菌についての 2 および 4 での J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【図 1 2】本開示の態様による一段階イオン交換過程が施された熱処理 S L G 物品に関する、1 時間に亘る 9 8 の温度を有する水中での浸漬後、並びにサンプルが 2 4 時間に亘り 6 0 および 8 5 % の相対湿度の環境に暴露された後の、S . A u r e u s 細菌についての J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【図 1 3】本開示の態様による一段階イオン交換過程が施された熱処理 S L G 物品、および一段階イオン交換過程が施されなかった熱処理 S L G 物品の画像

【図 1 4】本開示の態様による一段階イオン交換過程が施された S L G 物品に関する、乾式試験による抗菌効果を示す棒グラフ

【発明を実施するための形態】

【0029】

ここで、いくつかの図面に亘り同様の参照番号が同様の部品を示している図を参照して、例示の実施の形態を詳しく説明する。この説明に亘り、特定の値またはパラメータを有する様々な構成部材が特定されることがある。しかしながら、これらの項目は、本開示の例示として与えられている。実際に、例示の実施の形態は、多くの匹敵するパラメータ、サイズ、範囲、および / または値が条件を満たすであろうから、様々な態様および概念を限定しない。同様に、「第 1 の」、「第 2 の」、「主」、「二次」、「上部」、「底部」、「遠位」、「近位」などの用語は、いかなる順序、量、または重要性も示さず、むしろ、ある要素を別のものから区別するために使用される。さらに、名詞は、量の限定を伴わず、むしろ、「少なくとも 1 つの」対象を指す。

【0030】

苛酷な条件 (すなわち、基板の加工、物品の製造および / または使用の最中の) に暴露されたときの変色に対する抵抗が改善されたまたは変色を実質的に示さない様々な抗菌 S L G 物品が、その製造および使用方法と共にここに記載されている。ここでの「抗菌」という用語は、複数の種類の微生物 (例えば、細菌、ウイルス、真菌など) の複数の種の成長を阻害するまたは殺傷する能力を称する。

【0031】

ここに詳しく記載するように、変色を実質的にないことは、苛酷な条件への暴露前の光透過率に対して約 3 パーセント以下のガラス物品の光透過率の変化、苛酷な条件への暴露前のヘイズに対して約 5 パーセント以下のガラス物品のヘイズの変化、および / またはそれぞれ、約 ± 0 . 2 、 ± 0 . 1 、 および ± 0 . 1 以下の S L G 物品の C I E 1 9 7 6 色座標 L * 、 a * 、 および b * の変化を含み得る。変色を実質的にないことは、抗菌 S L G 物品の特定の実施に関して 0 < b * < 2 (または b * 1 . 8 、 1 . 5 、 1 、 0 . 8 、 0 . 6 、 0 . 5 、 0 . 4 、 0 . 2 、 または 0 . 1) であるような、C I E 1

10

20

30

40

50

976色座標 b^* も含み得る。いくつかの態様において、変色が実質的にないことは、可視スペクトル(約380から780nm)に亘る90%以上の透過率を含み得る。他の場合には、変色の実質的にないことは、約450~550ナノメートルの波長での低吸光度(例えば、約0.01以下)を含むことがある。

【0032】

一般に、ここに記載された改善されたSLG物品および方法は、ソーダ石灰ガラス組成物から作られたガラス基板の使用を含む。一般に、SLG組成物は、相当な濃度の非架橋酸素(NBO)を有する。ここに用いたように、「非架橋酸素」という用語は、ただ1つの他の原子に共有結合し、それゆえ、近隣の正電荷を持つイオンにより相殺できる負電荷を担持する、ガラス内の酸素原子を指すことが意図されている。これは、2つの他の原子と共有結合した、ガラス内の酸素原子(そのような酸素原子は、「架橋酸素」と称される)とは対照的である。本開示の目的について、所定のガラス組成物中のNBOの濃度は、酸化アルミニウムのモルパーセント(モル%)で表された濃度から、全てのアルカリ金属酸化物のモル%で表された濃度の合計を引くことにより、決定できる。すなわち、 $NBO(モル\%) = Al_2O_3(モル\%) - (アルカリ金属酸化物(モル\%))$ 。

【0033】

ここに用いたように、「苛酷な条件」という用語は、以下に限られないが、約200以上の温度、約80パーセント以上の相対湿度レベル、還元環境、酸化環境、またはそれらの組合せを含む、寿命、使用および適用環境の最中にSLG物品および基板が経験する条件に関する。例えば、苛酷な条件は、表面上に堆積されたいずれの随意的な追加の層の形成中にも生じ得、その例としては、高温でのガラス基板の表面上の防指紋および/または防汚コーティングの重合中、ガラス基板を別の装置に接着させるために使用される接着剤の直接結合中、ガラス基板の表面上の透明電極のスパッタリング中、ガラス基板の表面上のインク層またはフリット層の熱硬化中、ガラス基板の表面のプラズマ洗浄中、ガラス基板の表面の化学エッチング中、ガラス基板の表面の焼き鈍し中、ガラス基板の表面の化学洗浄中、またはそれらの組合せが挙げられる。「苛酷な条件」は、抗菌SLG物品および基板の製造に関連する様々な過程も含み得る。例えば、SLG基板に抗菌性を与えるために使用される過程により、基板が変色し得る。 Ag^+ イオンがSLG基板中にイオン交換により入って、抗菌剤含有層を形成するときに、その Ag^+ イオンは基板の「スズ側」に存在する Sn^{2+} と反応して、 Ag 結晶として析出し得る。次いで、これらの Ag 結晶は、表面プラズモン共鳴効果により基板中の変色を生じ得る。

【0034】

非フロート法と共に、スロットドロ法およびフロート法を含む、多くの方法にしたがって、改善されたSLG物品のガラス基板を製造することができる。フロート法を使用する場合、基板の主面の一方は、大抵、溶融スズなどの溶融金属浴と接触する。その結果、ガラス基板のこの面は、かなりの濃度のスズイオン(例えば、「スズ側」の Sn^{2+} イオン)を有する。スズの浸透深さは、ガラス基板の特定の組成およびその基板を製造するために使用したフロート法のパラメータに応じて、12~30 μm 程度であり得る。「スズ側」と反対の基板の他の面は、一般に、空気に露出されている(以後、「空気側」と定義される)。SLG基板の「スズ側」では、例示の組成は、69~75質量%の SiO_2 、0~1.5質量%の Al_2O_3 、8~12質量%の CaO 、0~0.1質量%の Cl 、0~500ppmの Fe 、0~500ppmの K 、0.0~4.5質量%の MgO 、12~15質量%の Na_2O 、0~0.5質量%の SO_3 、0~0.5質量%の SnO_2 、0~0.1質量%の SrO 、0~0.1質量%の TiO_2 、0~0.1質量%の ZnO 、および0~0.1質量%の ZrO_2 である。SLG基板の「空気側」では、例示の組成は、73.16質量%の SiO_2 、0.076質量%の Al_2O_3 、9.91質量%の CaO 、0.014質量%の Cl 、0.1質量%の Fe_2O_3 、0.029質量%の K_2O 、2.792質量%の MgO 、13.054質量%の Na_2O 、0.174質量%の SO_3 、0.001質量%の SnO_2 、0.01質量%の SrO 、0.01質量%の TiO_2 、0.002質量%の ZnO 、および0.005質量%の ZrO_2 である。

【 0 0 3 5 】

ここに記載された改善された抗菌 S L G 物品は、概して、厚さ t を有するガラス基板；そのガラス基板の表面から内側に第 1 の深さまで延在する圧縮応力層または領域；およびそのガラス基板の表面から内側に、この圧縮応力層または領域の厚さよりも小さい第 2 の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層または領域を備えており、全ての層および領域は、この S L G 物品が、苛酷な条件に暴露されたときに変色を実質的に経験しないように構成されている。第 1 の深さは、約 $0.15 * t$ 以上であることがある。いくつかの態様において、S L G 基板の厚さは約 7 mm まで（例えば、3.6 mm、6 mm、および他の厚さ）である。本明細書を通じて、「圧縮応力層」という用語は、圧縮応力の層または領域を称するために使用するものとし、「抗菌剤含有領域（または層）」という用語は、抗菌剤種（例えば、 Ag^+ イオン）を含有する層または領域を称するために使用するものとする。この用法は、便宜上のためだけであり、決して用語「領域」または「層」の間の区別を与えることを意図していない。

10

【 0 0 3 6 】

前記 S L G 基板は様々な物理的形状をとることができる。すなわち、断面の観点から、基板は、平らまたは平面であっても、湾曲されておおよび / または鋭く曲げられていても差し支えない。同様に、基板は、単一物体であっても、多層構造体または積層体であっても差し支えない。

【 0 0 3 7 】

その組成または物理的形状にかかわらず、前記 S L G 基板は、ガラス基板の主面から内側にその中の特定の深さまで延在する、圧縮応力下にある層または領域を備えることがある。厚さ t を有する S L G 基板のいくつかの態様において、圧縮応力層の厚さまたは第 1 の深さは、約 $0.15 * t$ 以上に設定される。この圧縮応力層は、1 つ以上の強化過程（例えば、熱的焼き入れを含む熱処理、イオン交換を含む化学処理、または同様の過程）により形成できる。圧縮応力（C S）の量および圧縮応力層の深さ（D O L）は、C S および D O L が、圧縮応力層の結果としてガラス内に生じる引張応力がガラス物品を壊れやすくするほど過剰にならないように制限されるべきであるという条件で、S L G 物品に特定の使用に基づいて、変えることができる。

20

【 0 0 3 8 】

その上、前記 S L G 基板は、ガラス基板の表面（主面を含んでよい）から内側にその中の特定の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層または領域を備える。この抗菌剤含有層または領域の深さは、ここで、第 2 の深さと称される。抗菌剤含有領域は、いくつかの態様による S L G 物品に抗菌挙動を与えるのに効果的な量で陽イオンの一価銀イオン（ Ag^+ ）を含むことができる。一般に、抗菌剤含有領域は、圧縮応力層のように、ガラス基板の表面から内側に延在する。いくつかの態様において、抗菌剤含有領域の厚さ（または第 2 の深さ）は、S L G 基板内の圧縮応力層の厚さ（または第 1 の深さ）より小さい。それゆえ、抗菌剤含有領域は、圧縮応力層と少なくとも部分的に重複し得る。抗菌剤含有領域の深さは、一般に、ガラス物品内の目に見える着色を避けるように制限されるが、S L G 基板内の陽イオンの銀の抗菌効果を低下させるようには制限されない。

30

【 0 0 3 9 】

ある場合には、S L G 物品は、表面（主面を含んでよい）から S L G 基板内の第 3 の深さまで延在することがある第 2 の圧縮応力層を備えることがある。この第 3 の深さは、（圧縮応力層の）第 1 の深さより小さい、（抗菌剤含有領域の）第 2 の深さより小さい、または第 1 の深さと第 2 の深さの両方より小さいことがある。この第 2 の圧縮応力層は、S L G 物品の平均表面圧縮応力を増加させる（例えば、約 50 メガパスカル以上、約 100 メガパスカル以上、または約 200 メガパスカル以上）。ある場合には、第 2 の圧縮応力層は、抗菌剤含有層と同時に、または抗菌剤含有層とは別に（すなわち、抗菌剤含有層の形成前または後）、形成してもよい。

40

【 0 0 4 0 】

1 つ以上の実施の形態において、S L G 物品は、約 100 メガパスカル以上、約 120

50

メガパスカル以上、約 200 メガパスカル以上、または約 300 メガパスカル以上の平均表面圧縮応力を有することがある。いくつかの実施の形態において、その平均表面圧縮応力は、約 100 メガパスカルから約 300 メガパスカル、約 100 メガパスカルから約 200 メガパスカル、または約 100 メガパスカルから約 120 メガパスカルの範囲にあることがある。上述したように、圧縮応力層の深さ（または層の深さ）は、基板の厚さの約 0.15 倍以上であることがある。ある場合には、層の深さは、約 25 マイクロメートルから約 100 マイクロメートルの範囲にあることがある。ある場合には、層の深さは、約 100 マイクロメートル以上であることがある。

【0041】

前記 S L G 物品は、約 1 質量パーセント以上の表面濃度の抗菌剤を有することがある。ある場合には、表面での抗菌剤の濃度は、約 40 質量パーセントまで（例えば、約 1 質量パーセントから約 40 質量パーセント、約 2 質量パーセントから約 40 質量パーセント、約 3 質量パーセントから約 40 質量パーセント、または約 5 質量パーセントから約 40 質量パーセント）であることがある。ある場合には、表面での抗菌剤の濃度は、約 1 質量パーセントから約 25 質量パーセント、約 1 質量パーセントから約 20 質量パーセント、約 1 質量パーセントから約 15 質量パーセント、約 5 質量パーセントから約 25 質量パーセント、約 5 質量パーセントから約 20 質量パーセント、約 10 質量パーセントから約 30 質量パーセント、約 15 質量パーセントから約 25 質量パーセント、または約 6 質量パーセントから約 27 質量パーセントの範囲にある。

10

【0042】

抗菌剤含有領域の第 2 の深さまたは厚さは、約 100 マイクロメートル未満、約 15 マイクロメートル未満、約 10 マイクロメートル未満、約 5 マイクロメートル未満、または約 2 マイクロメートル未満である。ある場合には、抗菌剤含有領域の第 2 の深さまたは厚さは、約 5 マイクロメートルから約 15 マイクロメートルの範囲にあることがある。抗菌剤の濃度は、特定の深さ内で、カリウム、ナトリウムまたはその組合せなどの、その特定の深さ内のアルカリ成分の濃度に関して、特徴付けられることがある。いくつかの実施の形態において、S L G 物品は、前記表面（主面であってよい）から約 2 マイクロメートルまたは約 5 マイクロメートルの基板の厚さ内に、ある合計量のカリウム、ナトリウムおよび抗菌剤を含むことがあり、カリウムの濃度は、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約 75 % 未満であってよい。他の場合には、抗菌剤は、特定の厚さ内の、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約 0.5 % 以上を占める。他の実施の形態において、カリウム濃度は、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約 75 % 以上を占めることがある。そのような場合、抗菌剤は、その厚さ内の、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の合計量の約 0.5 % 以上を占めることがある。

20

30

【0043】

ここに記載された抗菌 S L G 物品は、改善された強度を示すことがある。いくつかの実施の形態において、その改善された強度は、リング・オン・リング（「R O R」）試験により測定して、改善された平均曲げ強度に関する。いくつかの実施の形態において、抗菌 S L G 物品は、約 500 k g f（約 4900 N）以上、約 600 k g f（約 5880 N）以上、または約 700 k g f（約 6860 N）以上の平均曲げ強度を示す。この R O R 試験は、一般に、ここに引用する米国特許出願公開第 2013/0045375 号明細書の段落 [0027] に概要が述べられているように、試験装置および試験条件にいくつか変更を加えた、Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient temperatures に関する ASTM C - 1499 - 03 標準試験法にしがって行った。特に明記のない限り、R O R 試験の前に、物品は研磨しなかった。

40

【0044】

ここで検討される S L G 物品の平均厚さには、特定の制限はない。しかしながら、多くの例示の用途において、平均厚さは、約 15 ミリメートル（mm）以下である。抗菌 S L G 物品を、質量、費用、および強度の特徴（例えば、電子機器などにおける）のために厚

50

さを最適化することが望ましいことがある用途に使用すべき場合、さらに薄い基板（例えば、約 5 mm 以下）を使用することができる。一例として、抗菌ガラス物品を、建築用途において働かせることを目的とする場合、その基板の平均厚さは、約 7 mm 以下（例えば、3.6 mm、6 mm など）であり得る。

【0045】

平均表面圧縮応力および圧縮応力層の深さまたは厚さに対する究極限界が、ガラス物品を壊れやすくすることを避けることであるのに対し、圧縮応力層の平均深さは、一般に、ガラス基板の厚さの約三分の一未満であることがある。しかしながら、ほとんどの用途において、圧縮応力層の平均深さは、約 25 μm 以上かつ約 100 μm 以下であろう。同様に、平均表面 CS は、約 100 メガパスカル (MPa) と約 1.2 ギガパスカル (GPa) の間であろう。ほとんどの用途において、平均表面 CS は、400 MPa 超かつ約 600 MPa 未満であろう。特定の態様において、SLG 物品は、熱処理されたガラス基板を使用しており、100 マイクロメートルを超える圧縮応力層を有し得る。

10

【0046】

上述したように、前記 SLG 物品の抗菌剤含有領域の厚さは、ガラス物品における目に見える着色を避けるように、また SLG 基板内の陽イオンの銀の抗菌効果を最大にするように、制限されるべきである。圧縮応力層の厚さのように、抗菌剤含有領域の平均厚さまたは深さは、一般に、ガラス基板の厚さの約三分の一未満である。特定の実施において、抗菌剤含有領域の深さは、圧縮応力層の深さより小さいことがある。しかしながら、正確な厚さは、抗菌剤含有領域がどのように形成されるかに応じて様々である。

20

【0047】

一般に、抗菌 SLG 物品の光透過率は、選択される材料に種類に依存する。例えば、どのような顔料も添加されていないガラス基板を使用する場合、および / またはいずれの随意的な追加の層も十分に薄い場合、その物品は、少なくとも約 85 % の、全可視スペクトル（すなわち、約 380 nm から約 780 nm）に亘る透明度を有し得る。例えば、抗菌ガラス物品が、電子機器のタッチ画面の構造に使用される特定の場、抗菌 SLG 物品の透明度は、可視スペクトルに亘り少なくとも約 90 % であり得る。ガラス基板が顔料を含む（または材料成分の理由で無色ではない）および / またはいずれかの随意的な追加の層が十分に厚い状況において、透明度は、可視スペクトルに亘り不透明である点までさえ、減少し得る。このように、抗菌ガラス物品自体の光透過率について、特定の制限はない。

30

【0048】

透過率のように、抗菌 SLG 物品のヘイズを、特定の用途に合わせて調整することができる。ここに用いたように、「ヘイズ」および「透過ヘイズ」という用語は、その内容が、下記に完全に述べられているかのようにここに全て引用される、ASTM 手順 D1003 にしたがって、 $\pm 4.0^\circ$ の円錐の外側に散乱する透過光の百分率を称する。光学的に滑らかな表面について、透過ヘイズは概してゼロに近い。抗菌ガラス物品が、電子機器のタッチ画面の構造に使用される状況において、その物品のヘイズは、約 5 % 以下であり得る。

【0049】

用途または使用にかかわらず、ここに記載された抗菌 SLG 物品は、既存の抗菌ガラス物品と比べて改善された、苛酷な条件（ここに記載されたような）に対する変色抵抗を提供する。変色抵抗は、定性的、かつ潜在的に主観的な特徴のように思えるが、変色抵抗の定量化できる表示が数多くあり、その例をここで説明する。

40

【0050】

この変色に対する改善された抵抗の定量化できる表示の 1 つは、時間の経過で観察される光透過率の変化で分かる。この変化は、抗菌剤含有領域の形成後であるが、SLG 物品がいずれかの苛酷な条件に暴露される前、およびそのガラス物品が苛酷な条件に暴露された後に測定することができる。一般に、ここに記載された SLG 物品の光透過率は、苛酷な条件への暴露の前後の両方で実質的に同程度であり得る。特定の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品の透過率の変化は、約 $\pm 3\%$ であり得る

50

。他の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品の透過率の変化は、約 $\pm 0.5\%$ であり得る。

【0051】

変色に対する改善された抵抗の別の定量化できる表示は、時間の経過によるSLG物品中の（陽イオンの銀種からの）金属銀ナノ粒子の形成に関連するプラズモン共鳴に相当する、約430nmでの吸光度の変化である。この変化は、抗菌剤含有領域の形成後であるが、ガラス物品がいずれかの苛酷な条件に暴露される前、およびそのガラス物品が苛酷な条件に暴露された後に測定することができる。一般に、ここに記載されたガラス物品の約430nmでの吸光度は、苛酷な条件への暴露の前後の両方で実質的に同程度であり得る。特定の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品の約430nmでの吸光度の変化は、約 $\pm 25\%$ であり得る。他の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたSLG物品の約430nmでの吸光度の変化は、 $\pm 10\%$ に制限できる。

10

【0052】

変色に対する改善された抵抗のさらに別の定量化できる表示は、時間の経過で観察されるヘイズの変化である。この変化は、抗菌剤含有領域の形成後であるが、SLG物品がいずれかの苛酷な条件に暴露される前、およびそのガラス物品が苛酷な条件に暴露された後に測定することができる。一般に、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品の全ヘイズは、製造されたままのガラス物品のヘイズと実質的に同程度であり得る。特定の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたSLG物品のヘイズの変化は、約 $\pm 5\%$ であり得る。他の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品のヘイズの変化は、約 $\pm 2\%$ であり得る。

20

【0053】

変色に対する改善された抵抗のまた別の定量化できる表示は、時間の経過で観察される、CIE 1976色空間座標（透過または反射）の変化である。この変化は、抗菌剤含有領域の形成後であるが、SLG物品10、10hがいずれかの苛酷な条件に暴露される前、およびそのガラス物品が苛酷な条件に暴露された後に測定することができる。一般に、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたガラス物品の個々の座標（すなわち、 L^* 、 a^* 、および b^* ）は、製造されたままのガラス物品の個々の座標と実質的に同程度であり得る。特定の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたSLG物品の L^* 、 a^* 、および b^* 座標の変化は、それぞれ、約 ± 0.2 、 ± 0.1 、および ± 0.1 であり得る。他の実施において、苛酷な条件への暴露後の、ここに記載されたSLG物品の L^* 、 a^* 、および b^* 座標の変化は、それぞれ、約 ± 0.1 、 ± 0.05 、および ± 0.05 であり得る。変色に対する抵抗は、SLG物品は、透過および/または反射において約(0,0)である、または座標(0,0)に対する色ずれが小さい、CIE 1976色空間座標を示すという点で、絶対項で記載されることもある。色ずれは、色： $((a^*)^2 + (b^*)^2)$ により決定した。さらに別の実施において、抗菌SLG物品は、 $0 < b^* < 2$ （または1.5、1、0.5または0.1）となるようなCIE 1976色座標 b^* を示すことができる。

30

【0054】

ここに記載された抗菌SLG物品10、10hの抗菌活性および抗菌効果は、極めて高くあり得る。抗菌活性および抗菌効果は、その内容が、下記に完全に述べられているかのようにここに全て引用される、「抗菌加工製品 - 抗菌性試験方法・抗菌効果」と題する日本工業規格JIS Z 2801(2000)にしたがって測定できる。この試験の「湿式」条件（すなわち、約24時間に亘る約37 および90%超の湿度）下で、ここに記載された抗菌ガラス物品は、*S. aureus*、*E. aerogenes*、*E. Coli*、および*P. aeruginosa*の細菌の1つ以上の濃度の対数値で少なくとも5の減少（または99.999%の殺傷率）を示すことができる。特定の実施において、ここに記載された抗菌SLG物品は、これらの試験条件下で暴露されたいずれかの細菌の濃度の対数値で少なくとも7の減少を示すことができる。

40

50

【0055】

JIS Z 2801の湿式試験条件が、ここに記載された抗菌SLG物品の実際の使用条件を反映していない状況（例えば、SLG物品が電子機器などに使用される場合）において、抗菌活性および抗菌効果は、「より乾燥した」条件を使用して測定することができる。例えば、ガラス物品は、約24時間に亘り、約23と約37の間および約38%から約42%の湿度で試験することができる。詳しくは、5個の対照サンプルおよび5個の試験サンプルを使用することができ、ここで、各サンプルは、そこに施された特定の接種組成物および体積を有し、既知の表面積上の均一な広がりを実質的にするために、接種されたサンプルに無菌カバースリップが施される。覆われたサンプルは、上述した条件下で接種され、約6から約24時間に亘り乾燥させ、緩衝溶液で濯ぎ、寒天プレート上で培養することにより計数することができ、その最後の二段階は、JIS Z 2801試験に使用される手順と似ている。この試験を使用すると、ここに記載された抗菌ガラス物品は、*S. aureus*、*E. aerogenes*、*E. Coli*、および*P. aeruginosa*の細菌の1つ以上の濃度の対数値で少なくとも3の減少（または99.9%の殺傷率）を示すことができる。

10

【0056】

JIS Z 2801および/または改定JIS Z 2801試験の湿式試験条件が、ここに記載された抗菌SLG物品10、10hの実際の使用条件を反映していない状況（例えば、ガラス物品が電子機器などに使用される場合）において、抗菌活性および抗菌効果は、乾式試験条件を使用して測定することもできる。この乾式試験条件は、Cu含有表面の抗菌効果を評価するためのU.S.EPA試験プロトコルに基づいてモデル化されている。ここに記載されたこれらの条件は、「乾式試験」または「改定EPA試験」条件と集合的にここに称される。抗菌SLG物品は、米国仮特許出願第61/908401号明細書に記載され、下記に完全に述べられているかのようにここに全て引用される、乾式試験下で試験した場合、*S. aureus*、*E. aerogenes*、*E. Coli*、および*P. aeruginosa*の細菌の1つ以上の濃度の対数値で少なくとも2の減少（または99%の殺傷率）を示すことがある。

20

【0057】

特定の実施において、抗菌SLG物品は、ガラス基板の表面に配置された追加の層を備えることができる。随意的な追加の層は、抗菌ガラス物品に追加の特徴（例えば、反射抵抗または反射防止、眩光抵抗または防眩性、指紋抵抗または防指紋性、汚れ抵抗または防汚性、色、不透明性、耐環境保護、電子機能など）を与えるために使用できる。いくつかの実施の形態において、追加の層は、主面を含んでよい表面上に配置された装飾層、もしくは高分子材料、インクまたはフリットの層を含んでもよい。1つ以上の実施の形態において、追加の層は、抗菌剤含有領域、圧縮応力層または抗菌剤含有領域と圧縮応力層の両方の形成前に存在する。ここに記載された方法のいくつかの実施の形態は、主面上に配置された追加の層により、またはその追加の層を備えた状態で、追加の層を変えずに（機械的、電気的および/または光学的性質に関して）、またはSLG物品を実質的に変色させずに、抗菌剤含有領域、圧縮応力層または抗菌剤含有領域と圧縮応力層の両方の形成を可能にする。随意的な追加の層を形成するために使用できる材料は、概して、本開示の関連する技術分野の当業者に公知である。

30

40

【0058】

上述した物品を製造する方法は、概して、厚さ t を有するSLG基板であって、そのガラス基板の表面から内側に第1の深さまで延在する圧縮応力層を有するSLG基板を提供する工程、および製造されたままのガラス物品が、苛酷な条件に暴露されたときにほとんどから全く変色を経験しないように、ガラス基板の表面から内側に第2の深さまで延在する抗菌剤含有領域を形成する工程を有してなる。いくつかの実施の形態において、この方法は、SLG基板内に、第1の深さまで延在する圧縮応力層を形成する工程を有する。この圧縮応力層の第1の深さは、約 $0.15 * t$ 以上であることがある。さらに、抗菌剤含有領域の第2の深さは、圧縮応力層の第1の深さより小さいことがある。1つ以上の実施

50

の形態において、この方法は、ここに記載されるように、SLG基板の表面から第3の深さまで延在する第2の圧縮応力層を形成する工程を有することがある。第2の圧縮応力層を形成する工程は、SLG基板の平均表面圧縮応力を増加させる工程と記載してもよい。

【0059】

随意的な追加の層を実装する実施の形態において、前記方法は、概して、基板の表面の少なくとも一部の上に追加の層を形成する追加の工程を有する。

【0060】

SLG基板および随意的な追加の層に使用される材料の選択は、最終的なガラス物品に望まれる特定の用途に基づいて行うことができる。しかしながら、一般に、特定の材料は、上述したものから選択される。

10

【0061】

SLG基板の提供は、製造されたままのガラス物体の選択を含んで差し支えない、または製造されたままのガラス物体に、その後の工程のいずれの準備の処理を行う工程を伴っても差し支えない。そのような処理の例としては、物理または化学洗浄、物理または化学エッチング、物理または化学研磨、他の材料表面の材料除去過程、焼き鈍し、焼き入れ、および造形が挙げられ、これらの処理の様々な組合せおよび順序も含まれる。

【0062】

SLG基板が一旦選択および/または調製されたら、その中に、圧縮応力層および/または抗菌剤含有領域を形成して差し支えない。すなわち、圧縮応力層は、抗菌剤含有領域の前、または同時に形成することができる。

20

【0063】

圧縮応力層の形成は様々な様式で行うことができ、その内で、熱(heat or thermal)処理(熱的焼き入れを含む)および化学処理(イオン交換など)が最も一般的である。同様に、抗菌剤含有領域は様々な様式で形成することができ、その内で、銀含有媒質(例えば、ペースト、分散体、溶融塩のイオン交換浴など)からの陽イオンの銀の化学拡散(必要に応じて、ガラスから出る別の陽イオンの交換を伴って差し支えない)が最も一般的である。

【0064】

1つの例示の実施において、第1の深さまで延在する圧縮応力層は、熱処理または化学処理により形成され、これは、抗菌剤含有領域の形成前に行って差し支えない。この方法が、第2の圧縮応力層を形成する工程を有する場合、そのような第2の圧縮応力層は、抗菌剤含有領域の形成前、後、または同時に形成してよい。

30

【0065】

1つの例示の実施において、前記方法は、抗菌剤含有領域を形成する前に圧縮応力層(または第2の圧縮応力層)を形成する工程を有し、 KNO_3 、 NaNO_3 、 LiNO_3 またはその組合せを含む溶融浴中にSLG基板を浸漬させて、イオン交換により圧縮応力を与え、その後、 AgNO_3 含有溶融塩浴(例えば、 AgNO_3 を含有し、残りが、 KNO_3 、 NaNO_3 、 LiNO_3 またはその組合せである溶融塩浴)または AgNO_3 を含有する水溶液に強化ガラスを浸漬して、 Ag^+ をガラス中にイオン交換する第2の工程を伴う(すなわち、「二段階イオン交換過程」)。この第2の浴は、約150 から約450 の範囲の温度を有してよく、約1質量%から約100質量%の AgNO_3 を含み、残りが KNO_3 、 NaNO_3 、 LiNO_3 またはその組合せであってよい。

40

【0066】

別の例示の実施において、前記方法は、抗菌剤含有領域を形成する前に、SLG基板を熱処理して、圧縮応力層を生成する工程を有する。抗菌剤含有領域を形成するために、下記に記載される二段階イオン交換過程および一段階イオン交換過程に使用されるのと同じ浴を使用してもよい。

【0067】

方法の別の例示の実施は、圧縮応力層(または第2の圧縮応力層)および抗菌剤含有領域を同時に形成する工程を有し、 AgNO_3 と、 KNO_3 、 NaNO_3 、 LiNO_3 またはそ

50

の組合せとを含む溶融塩浴中にガラスを浸漬して、 K^+ および/または Na^+ 並びに Ag^+ をSLG中に一緒にイオン交換する工程を伴う(すなわち、「一段階イオン交換過程」)。

【0068】

前記方法の別の例示の実施は、 $AgNO_3$ と、 KNO_3 および $NaNO_3$ の共晶塩混合物とを含む溶融浴中にSLG基板を浸漬して、一段階イオン交換過程において、同時に、イオン交換により圧縮応力を与え、 Ag^+ をガラス中にイオン交換することにより、抗菌剤含有領域を形成する工程を有する。この共晶塩混合物は、 KNO_3 、 $NaNO_3$ 、および $LiNO_3$ の組合せを含んでもよい。別の例示の実施において、この方法は、水溶液を使用して抗菌剤含有領域を形成する工程を有する。そのような実施の形態において、SLG基板は、熱処理、化学処理またはその組合せにより形成された圧縮応力層を備えてもよい。この方法は、SLG基板(1つ以上の圧縮応力層を備えることがある)を、 $AgNO_3$ を含有する水溶液中に浸漬する工程を有する。

10

【0069】

図1Aを参照すると、抗菌SLG物品を製造する方法100aが提供されている。方法100aにおいて、主面12および複数のイオン交換可能な金属イオンを有する、SLG物品10が使用される。例示の実施の形態において、ガラス物品10は、イオン交換可能な金属イオンを有するソーダ石灰ガラス組成物から作ることができる。その金属イオンは、他の金属イオンを含有する浴にガラス物品10および主面12を暴露すると、ガラス物品10中の金属イオンのいくらかが、その浴からの金属イオンと交換され得るという意味で交換可能である。その浴は、ここに記載されたような、溶融塩、共晶塩混合物を有する溶融塩、または水溶液を含んでもよい。1つ以上の実施の形態において、ガラス物品10、具体的には主面12中の複数の第1の金属イオンが、複数の第2の金属イオン(複数の第1の金属イオンよりイオン半径が大きい)と交換され、よって、ガラス物品10のある領域が複数の第2の金属イオンを含む、このイオン交換過程により圧縮応力が生じる。より大きい第2の金属イオンがこの領域中に存在するので、この領域に圧縮応力が生じる。第1の金属イオンは、リチウム、ナトリウム、カリウム、およびルビジウムなどのアルカリ金属イオンであってよい。第2の金属イオンは、第2のアルカリ金属イオンのイオン半径が、第1のアルカリ金属イオンのイオン半径よりも大きいという条件で、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、およびセシウムなどのアルカリ金属イオンであってよい。

20

30

【0070】

方法100aに使用されるSLG物品10は、ガラス基板を含む様々な物理的形狀をとることができる。すなわち、断面の観点から、ガラス物品10は、基板として作られた場合、平らまたは平面であっても、湾曲されておよび/または鋭く曲げられていても差し支えない。同様に、ガラス物品10は、単一物体であっても、多層構造体または積層体であっても差し支えない。

【0071】

SLG物品10は、1つ以上の主面12上に配置された、機能層などの層と組み合わされてもよい。例えば、その層としては、反射防止コーティング、防眩コーティング、防指紋コーティング、防汚コーティング、色付与組成物、耐環境コーティング、装飾コーティング、または導電性コーティングが挙げられる。

40

【0072】

図1Aを再び参照すると、抗菌ガラス物品を製造する方法100aは、主面12の一部を除去して、エッチングされた主面12aを形成する随意的な工程110をさらに有しても差し支えない。工程110において、SLG物品10は、主面12の一部をエッチングするために、所定の時間に亘りエッチング温度に設定されたエッチング浴15中に浸される。特定の実施において、エッチング浴15は1.5MのHF/0.9Mの H_2SO_4 を含むことができ、エッチングは、主面12から、約2 μm から約20 μm の材料を除去するために、約4から約40分間に亘り行うことができる。別の実施において、エッチング浴15は20%のHFおよび10%の HNO_3 を含むことができ、エッチングは、主面12

50

から約 30 μm の材料を除去するために、約 10 分間に亘り行うことができる。SLG 物品 10 から主面 12 の一部をエッチングすることにより、高濃度の金属イオン（例えば、 Sn^{2+} イオン）を含有する物品の部分除去し、それゆえ、SLG 物品 10 の基礎ソーダ石灰ガラス組成物とより一致する組成を有する、エッチングされた主面 12a を露出することができる。このように、これらの金属イオンは、その後の処理工程においてその物品に含まれる抗菌剤（例えば、 Ag^{+} イオン）との反応に利用できなくなり、最終的な製造されたままの SLG 物品 10 における変色の傾向が低下する。

【0073】

方法 100a のいくつかの実施の形態において、除去工程 110 は、材料が、SLG 物品 10 から、主面 12 より約 2 μm から約 30 μm の除去深さ（DOR）まで除去されるように制御される。DOR は、約 2 μm と約 20 μm の間に設定することもでき、DOR が 20 μm に近いことが好ましい。方法 100a の他の実施において、除去工程 110 は、材料が、SLG 物品 10 から、約 2 μm 、3 μm 、4 μm 、5 μm 、6 μm 、7 μm 、8 μm 、9 μm 、10 μm 、11 μm 、12 μm 、13 μm 、14 μm 、15 μm 、16 μm 、17 μm 、18 μm 、19 μm 、または 20 μm の DOR まで除去されるように制御される。

10

【0074】

方法 100a の除去工程 110 に、以下に限られないが、接触研磨、研削、酸エッチング、およびこれらの過程の組合せを含む様々な過程を使用することができる。光学的透明度に影響を与えずに、ガラスの表面と中の傷を除去するように適応されるという条件で、他の材料除去過程を用いてもよいことが当業者に理解されるであろう。除去工程 110 は、随意的であるか、または方法 100a のいくつかの実施、および記載される方法 100b、100c および 100d のいくつかの実施に用いられないことを理解すべきである。

20

【0075】

いくつかの実施の形態において、方法 100a の除去工程 110 は、SLG 物品 10 の製造より前から存在する、および / または圧縮応力層または領域および抗菌剤含有層または領域の形成の前の取扱いおよび他の加工に関連する、表面と中の傷を除去する。したがって、除去工程 110 は、例えば、工程 120 における圧縮応力層 24 の形成（図 1A 参照）またさらには、SLG 物品を製造するために使用される熱処理工程 40、60（すなわち、図 5A および 5B に示されている方法 100c および 100d に用いられるような）から得られる強度の向上の他に、SLG 物品 10 の全体的な強度を向上させる役割を果たすことができる。

30

【0076】

再び図 1A を参照すると、抗菌 SLG 物品を製造する方法 100a は、第 1 の浴 20 を使用する。図示された実施の形態における第 1 の浴 20 は、複数のイオン交換性金属イオンを含有する。いくつかの実施の形態において、例えば、浴 20 は、SLG 物品 10 中に含まれる、ナトリウムなどのイオン交換可能なイオンよりもサイズが大きい複数のカリウムイオンを含有することがある。浴 20 に含まれるこれらのイオン交換性イオンは、ガラス物品 10 が浴 20 内に浸されたときに、その物品 10 中のイオン交換可能なイオンと優先的に交換される。いくつかの実施の形態において、第 1 の浴 20 は、当業者が理解するような添加剤を含み、100% に近い濃度で、またはガラス物品 10 の加工中に KNO_3 が溶融状態のままであることを確実にする温度に十分に加熱されて、100% の濃度で、溶融 KNO_3 浴から作られる。いくつかの態様において、100% の KNO_3 からなる第 1 の浴 20 は、約 430 に設定される。第 1 の浴 20 は、 KNO_3 と、 NaNO_3 および LiNO_3 の一方または両方との組合せを含んでもよい。

40

【0077】

さらに図 1A を参照すると、抗菌 SLG 物品を製造する方法 100a は、ガラス物品 10 を第 1 の浴 20 中に浸す工程 120 を有する。第 1 の浴 20 中に浸した際に、SLG 物品 10 中の複数のイオン交換可能なイオン（例えば、 Na^{+} イオン）の一部は、第 1 の浴 20 に含まれる複数のイオン交換性イオン（例えば、 K^{+} イオン）の一部と交換される。

50

いくつかの実施の形態によれば、浸漬工程 120 は、浴 20 の組成、浴 20 の温度、ガラス物品 10 の組成および / またはガラス物品 10 中のイオン交換性イオンの所望の濃度に基づいて、所定の時間に亘り行われる。いくつかの実施において、SLG 物品 10 は、工程 120 において、約 7 時間に亘り 430 で、100%の KNO_3 からなる浴 20 内に浸される。

【0078】

浸漬工程 120 が終わった後、SLG 物品 10 のエッチングされた主面 12a 上に残留する第 1 の浴 20 からの材料を除去するために、洗浄工程を行っても差し支えない。洗浄工程に、例えば、脱イオン水を使用して、SLG 物品 10 の表面上の、第 1 の浴 20 からの材料を除去することができる。媒質が、第 1 の浴 20 からの材料および / またはガラス物品 10 のガラス組成物とのどのような反応も避けるように選択されるという条件で、ガラス物品 10 の表面を洗浄するために、他の媒質も使用してよい。

10

【0079】

元々ガラス物品 10 中にあるイオン交換可能なイオンを犠牲にして、第 1 の浴 20 からのイオン交換性イオンが SLG 物品 10 中に分布されるので、ガラス物品 10 中に圧縮応力層 24 が形成される。圧縮応力層 24 (「CS 層 24」と称されることもある) は、エッチングされた主面 12a から SLG 物品 10 中の第 1 の CS 層の深さ 22 まで延在する。一般に、浸漬工程 120 およびいずれかのその後の洗浄工程の後に、強化浴 20 からのかなりの濃度のイオン交換性イオン (例えば、 K^+ イオン) が、第 1 の CS 層 24 中に存在する。これらのイオン交換性イオンは、一般に、イオン交換可能なイオン (例えば、 Na^+ イオン) よりも大きく、それにより、SLG 物品 10 内の第 1 の CS 層 24 中の圧縮応力レベルが増加する。その上、第 1 の CS 層 24 および第 1 の深さ 22 に関連する圧縮応力の量の各々は、SLG 物品 10 の目的とする使用法に基づいて、変えることができる (例えば、浸漬工程 120 の条件に基づいて)。いくつかの実施の形態において、圧縮応力層 24 中の表面 CS は、CS 層 24 の結果としてガラス物品 10 内に生じた引張応力が、ガラス物品 10 を壊れやすくする点まで過剰にならないように制御される。いくつかの実施の形態において、CS 層 24 中の平均表面 CS は、約 200 MPa 以上であることがある。例えば、層 24 中の平均表面 CS レベルは、約 300 MPa、約 400 MPa までであろう。いくつかの実施において、SLG 物品 10 の CS 層 24 内の平均表面 CS レベルは、約 200 から 600 MPa に及び得る。イオン交換性イオンおよびそれゆえの層 24 の第 1 の深さ 22 は、層の深さ (DOL) としばしば称され、約 15 マイクロメートルから約 50 マイクロメートル、約 15 マイクロメートルから約 50 マイクロメートル、約 20 マイクロメートルから約 45 マイクロメートル、または約 30 マイクロメートルから約 40 マイクロメートルであることがある。

20

30

【0080】

1 つ以上の実施の形態において、ここに記載されるように、SLG 基板は、熱処理されて、第 1 の深さ 22 まで CS 層 24 が与えられる。そのような実施の形態において、第 1 の深さ 22 は、SLG 物品の厚さの約 0.15 倍以上である。したがって、いくつかの実施の形態において、熱的に形成された CS 層 24 を備えた SLG 基板は、第 1 の浴 20 中に浸漬して、第 2 の圧縮応力層を形成することによりさらに強化しても、第 1 の浴 20 中に浸漬せずに、図 1A に示された、抗菌浴 40 中に浸漬してもよい。

40

【0081】

再び図 1A を参照すると、抗菌ガラス物品を製造する方法 100a は、抗菌効果を与えられる複数の金属イオンを含む抗菌浴 40 をさらに使用する。いくつかの実施の形態において、抗菌浴 40 は、各々が抗菌効果を与えられる複数の抗菌剤イオンを含む。その抗菌剤イオンとしては、銀イオンまたは公知の抗菌剤の他のイオンが挙げられるであろう。抗菌浴 40 は、製造されたままの SLG 物品 10 中に存在するものに一致する複数のイオン交換可能な金属イオン、第 1 の浴 20 中に存在するものに一致する複数のイオン交換性イオン、またはそれらの組合せも最適に含んでよい。例示の実施の形態によれば、方法 100a に使用される浴 40 は、約 0.01 質量パーセントから約 50 質量パーセント (例え

50

ば、約 0.1 質量% から約 5 質量%、約 0.01 質量パーセントから約 0.1 質量パーセント) の浴濃度で、溶融 AgNO_3 に由来する複数の銀イオンを有することができる。浴 40 の溶融浴の残りは、溶融 KNO_3 、溶融 NaNO_3 、溶融 LiNO_3 、溶融 KNO_3 と NaNO_3 の組合せ、または KNO_3 、 NaNO_3 および LiNO_3 のいずれかの組合せの共晶塩混合物を含んでよい。共晶塩混合物を使用する場合、 AgNO_3 の濃度は、先に記載したように、約 0.1 質量パーセントから約 3 質量パーセントの範囲にあるであろう。

【0082】

いくつかの実施の形態において、抗菌浴 40 は、 AgNO_3 の水溶液を含んでもよい。その水溶液中の AgNO_3 の濃度は、約 15 モル Ag / リットル以下 (例えば、約 12 モル Ag / リットル以下、約 10 モル Ag / リットル以下、約 9 モル Ag / リットル以下、約 8 モル Ag / リットル以下、または約 7 モル Ag / リットル以下) であってよい。

10

【0083】

いくつかの実施の形態によれば、方法 100a に用いられる抗菌浴 40 は、抗菌浴 40 の組成に応じる温度に設定することができる。溶融 KNO_3 、溶融 NaNO_3 、および溶融 KNO_3 と溶融 NaNO_3 の組合せ (非共晶) が使用される場合、抗菌浴 40 の温度は、約 340 から約 400 の範囲にあるであろう。抗菌浴 40 が約 0.1 質量% から約 0.4 質量% の浴濃度で溶融 AgNO_3 を含む場合、浴 40 が、約 15 から約 90 分に及ぶ浸漬時間に亘り、約 350 から約 390 に及ぶ温度に設定されることが好ましい。方法 100a の 1 つの実施において、約 0.1 質量% から約 0.5 質量% の溶融 AgNO_3 と、残りの量の溶融 KNO_3 からなる抗菌浴 40 が約 390 に設定され、相当な濃度の Ag^+ イオンが、SLG 物品 10 のエッチングされた主面 12a 中に含まれるために、30 から 60 分の浸漬時間がうまく用いられた。

20

【0084】

抗菌浴 40 が共晶塩混合物を含む場合、共晶塩混合物を含む浴の温度は、約 300 以下 (例えば、約 275 以下、約 250 以下、約 200 以下、もしくは約 200 から約 300、または約 250 から約 300 の範囲) であってよい。共晶塩混合物を含む浴は、約 0.1 質量パーセントから約 3 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 2 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 1 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 0.9 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 0.8 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 0.7 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 0.6 質量パーセント、約 0.1 質量パーセントから約 0.5 質量パーセント、約 0.3 質量パーセントから約 0.8 質量パーセント、約 0.3 質量パーセントから約 0.6 質量パーセント、または約 0.3 質量パーセントから約 0.5 質量パーセントの範囲の濃度の AgNO_3 を含んでよい。共晶塩混合物を含む浴中の浸漬期間は、約 5 分から約 4 時間、約 10 分から約 2 時間、約 15 分から約 1 時間、約 15 分から約 45 分、約 20 分から約 40 分、または約 30 分であってよい。

30

【0085】

抗菌浴 40 が水溶液を含む場合、その溶液は、約 15 モル Ag / リットル以下 (例えば、約 12 モル Ag / リットル以下、約 10 モル Ag / リットル以下、約 9 モル Ag / リットル以下、約 8 モル Ag / リットル以下、または約 7 モル Ag / リットル以下) の濃度を有してよい。その水溶液の温度は、約 250 以下 (例えば、約 225 以下、約 200 以下、約 175 以下、約 150 以下、約 140 以下、約 120 以下、約 100 以下、または約 90 以下) であってよい。その浸漬期間は、約 10 時間以上、約 12 時間以上、約 16 時間以上、約 20 時間以上、約 24 時間以上、約 36 時間以上、約 48 時間以上、約 60 時間以上、約 72 時間以上、または約 84 時間以上であってよい。この浸漬期間は、 AgNO_3 の濃度を増加させる、および / または溶液の温度を上昇させる、ことにより減少させてもよい。

40

【0086】

さらに図 1A を参照すると、抗菌 SLG 物品を製造する方法 100a は、SLG 物品 10 を抗菌浴 40 中に浸漬して、抗菌浴 40 からの複数の銀金属イオンを SLG 基板中に交

50

換して、S L G 物品 1 0 中に抗菌性を与える工程 1 4 0 を有する。Na⁺、K⁺、Li⁺ またはそれらの組合せを抗菌剤と交換してもよい。その結果、S L G 物品 1 0 内の抗菌剤含有領域 2 8 内に抗菌性が生じる。いくつかの実施の形態において、浴 4 0 中に K N O₃ 成分が存在すると、浸漬工程 1 4 0 中に、多量の強度強化 K⁺ イオンが、S L G 物品 1 0 内の圧縮応力層 2 4 および抗菌剤含有領域 2 8 から除去されるのを防ぐのに役立ち得る。

【 0 0 8 7 】

方法 1 0 0 a のいくつかの実施の形態において、S L G 物品 1 0 を抗菌浴 4 0 中に浸漬する工程 1 4 0 は、所望の抗菌性のために、ガラス物品 1 0 中に抗菌性付与イオン（例えば、A g⁺ イオン）を含ませるのに十分な、少なくとも約 1 5 分の期間に亘り制御される。いくつかの実施の形態によれば、A g⁺ イオンは、工程 1 4 0 において、約 1 質量% から約 4 0 質量% の濃度（A g₂ O の質量%）で、ガラス物品 1 0 の主面 1 2 またはエッチングされた主面 1 2 a に与えられる。ある場合には、エッチングされた主面 1 2 a での A g⁺ イオンの濃度は、4 0 % をわずかに上回り得る。さらに別の実施の形態において、A g⁺ イオンは、約 2 %、3 %、5 %、1 0 %、1 5 %、2 0 %、2 5 %、3 0 %、3 5 %、または 4 0 % の濃度で S L G 物品 1 0 のエッチングされた主面 1 2 a に与えられる。特定の実施において、工程 1 4 0 は、主面 1 2 またはエッチングされた主面 1 2 a で、6 質量% から約 2 7 質量%、約 2 5 質量% から約 3 0 質量% の A g₂ O 濃度を生じるように制御できる。さらに、工程 1 4 0 の期間は、浴 4 0 の組成と温度、S L G 物品 1 0 の組成および主面 1 2 および / またはエッチングされた主面 1 2 a に関連する所望の抗菌性に基づいて制御される。いくつかの実施の形態において、工程 1 4 0 の期間は、約 1 5 分から（例えば、約 2 0 分以上、約 2 5 分以上、約 3 0 分以上、または約 3 5 分以上）約 1 0 時間までに制御される。他の実施の形態において、工程 1 4 0 の期間は、約 1 5 分から約 9 0 分である。方法 1 0 0 a のいくつかの追加の実施の形態において、工程 1 4 0 は、約 3 0 分から約 6 0 分の期間に制御される。いくつかの追加の実施の形態において、工程 1 4 0 は、4 日間までの期間に制御される。

【 0 0 8 8 】

図 1 A に示された抗菌 S L G 物品を製造する方法 1 0 0 a は、材料除去工程、例えば、除去工程 1 1 0 が、その後の工程において A g⁺ イオンを導入する前に用いられるという意味で、有利であり得る。したがって、浸漬工程 1 4 0 中にガラス物品 1 0 中に含まれる A g⁺ イオンは、先の除去工程 1 1 0 により影響を受けず、それゆえ、物品中に含まれる A g 材料が維持される。方法 1 0 0 a のいくつかの実施の形態において、浸漬工程 1 4 0 は、A g⁺ イオンが、ガラス物品 1 0 中に、抗菌剤含有領域 2 8 内で第 2 の深さ 2 6 まで与えられることを確実にするように構成される。第 2 の深さ 2 6 は、ある場合には、1 μ m に達し、2 μ m まで、またさらには 2 μ m 超（例えば、1 5 μ m まで）であり得、濃度プロファイルは、主面 1 2 a での高濃度の A g⁺ イオン（例えば、1 質量% から 4 0 質量% の A g₂ O）を示す。特定の実施において、抗菌剤含有層の深さ 2 6 は、C S 層 2 4 の第 1 の深さ 2 2 より小さい。

【 0 0 8 9 】

方法 1 0 0 a にしたがって浸漬工程 1 4 0 が終わった後、エッチングされた主面 1 2 a を含む S L G 物品 1 0 の表面上に残る、浴 4 0 からの材料を除去するために、洗浄工程 1 6 0 を行っても差し支えない。いくつかの実施において、S L G 物品 1 0 は、浸漬工程 1 4 0 の後に行われる工程 1 6 0 において、過酸化アンモニウム溶液（例えば、5 % の過酸化アンモニウムおよび 5 % の過酸化水素）中で濯いで差し支えない。洗浄工程 1 6 0 に、例えば、脱イオン水を使用して、S L G 物品 1 0 の表面上の、浴 4 0 からの材料を除去しても差し支えない。媒質が、浴 4 0 からの材料および / または S L G 物品 1 0 のガラス組成物とのどのような反応も避けるように選択されるという条件で、S L G 物品 1 0 の表面を洗浄するために、他の媒質も使用してよい。洗浄工程 1 6 0 の終わりに、S L G 物品 1 0 は、十分に空気乾燥されるか、または担当者および / または処理装置との接触を最小にする他の手段により乾燥される。

【 0 0 9 0 】

図 1 B を参照すると、抗菌 S L G 物品を製造する方法 1 0 0 b が提供されている。方法 1 0 0 b は、大体は方法 1 0 0 a と同一である；したがって、同様の番号の要素および工程は、以下のように、特に明記のない限り、同じ構造および / または機能を有する。しかしながら、方法 1 0 0 b は、S L G 物品 1 0 中に圧縮応力層 2 4 および抗菌剤含有領域 2 8 を形成するために一段階イオン交換過程を使用する。このように、工程 1 2 0 および浴 2 0 (図 1 A を参照) は、図 1 B に示された方法 1 0 0 b には用いられない。例えば、方法 1 0 0 b の工程 1 4 0 において、抗菌浴 4 0 は、約 0 . 1 質量 % から約 5 質量 % の溶融 AgNO_3 を含み、残りが溶融 KNO_3 、 NaNO_3 および / または LiNO_3 であり得る。追加の実施の形態において、浴 4 0 は、約 0 . 1 質量 %、0 . 2 質量 %、0 . 3 質量 % または約 0 . 4 質量 % の AgNO_3 を有し、残りが溶融 KNO_3 である。方法 1 0 0 b の工程 1 4 0 において、例えば、抗菌浴 4 0 は、方法 1 0 0 a に使用された抗菌浴 4 0 に関して先に記載されたように、 NaNO_3 、 KNO_3 と NaNO_3 の組合せ、共晶塩混合物または水溶液を含み得る。方法 1 0 0 b において、抗菌浴 4 0 に KNO_3 が使用される場合、S L G 物品 1 0 内に圧縮応力層 2 4 および抗菌剤含有領域 2 8 を同時に形成するために、工程 1 4 0 が使用される。いくつかの実施の形態において、S L G 基板は、熱処理により形成された圧縮応力層を備え、それゆえ、さらに強化されなくてもよい。例えば、追加の強化 (熱により生じた圧縮応力層に加え) が不要な場合、水溶液または NaNO_3 を含むが KNO_3 を含まない抗菌浴 4 0 を使用してもよい。他の実施の形態において、S L G 基板はまだ、 KNO_3 を含む抗菌浴 4 0 を使用して、さらに強化してもよい。いくつかの実施の形態において、S L G 基板は、抗菌浴 4 0 中に浸漬される前に加熱してもよい (例えば、基板の厚さに応じて、2 0 から 4 5 分間に亘り 2 0 0 °C に予熱してもよい) 。

【 0 0 9 1 】

最終的に、方法 1 0 0 a および 1 0 0 b を使用して、優れた抗菌効果を持ちつつ、着色がわずかなまたは無色である抗菌 S L G 物品 1 0 を形成することができる。特に、ここに記載されたような抗菌浴 4 0 を使用することにより、これらの方法にしたがって、約 1 ~ 3 0 質量 % (または約 6 % から約 2 7 %) の Ag_2O 表面濃度を有する S L G 物品が製造された。これらの S L G 物品は、乾式試験において、対数値で 2 以上の殺傷値の抗菌効果を示した。方法 1 0 0 a および 1 0 0 b のいくつかの実施に使用されたように、材料除去工程 1 1 0 (すなわち、高い金属イオン濃度を有する主面 1 2 の一部を除去した工程) は、浸漬工程 1 4 0 において抗菌剤含有領域 2 8 のその後の形成中に、これらの S L G 物品が変色しないことを確実にするのに役立つ。しかしながら、方法 1 0 0 b および方法 1 0 0 b に記載された抗菌浴 4 0 のいくつかを使用しても、主面 1 2 の一部が除去されない場合でさえも、変色を生じないことがあることを理解すべきである。詳しくは、共晶塩混合物または水溶液を含む抗菌浴 4 0 を使用すると、材料除去工程 1 1 0 の必要性がなくなり、それでも、変色が実質的にない S L G 物品が提供される。ある場合には、共晶塩混合物を含む抗菌浴を使用すると、リング・オン・リング試験により測定されるように、改善された平均曲げ強度から明らかなように、強度が上昇する。

【 0 0 9 2 】

上述した工程のいずれの間に、S L G 物品 1 0、1 0 h は、その後の工程のいずれの準備の処理を受けても差し支えないことを留意すべきである。上述したように、そのような処理の例としては、物理または化学洗浄、物理または化学エッチング、物理または化学研磨、焼き鈍し、造形などが挙げられる。

【 0 0 9 3 】

S L G 物品において、圧縮応力層が形成される前または後に抗菌剤含有領域が形成されるか、もしくは圧縮応力層および抗菌剤含有領域の両方が形成され、所望であれば、S L G 基板の 1 つ以上の主面 1 2 またはエッチングされた主面 1 2 a 上に、随意的な追加の層を配置しても差し支えない。選択された材料に応じて、これらのコーティングは、様々な技法を使用して形成することができる。例えば、随意的な追加の層は、化学的気相成長法 (C V D) の変種のいずれか (例えば、プラズマ C V D、エアロゾル支援 C V D、有機金属 C V D など)、物理的気相成長法の変種のいずれか (例えば、イオンアシスト P V D、

パルスレーザ堆積、陰極アーク堆積、スパッタリングなど)、吹付け塗布、回転塗布、浸漬被覆、インクジェット法、ゾルゲル処理などを使用して、別々に製造することができる。そのような処理は、本開示が関連する技術分野の当業者に公知である。

【0094】

S L G 物品 10、10 h が一旦形成されたら、それらは、物品が望ましくない微生物と接触する様々な用途に使用することができる。これらの用途は、いくつかの機器を挙げると、様々な電子機器(例えば、携帯電話、個人情報端末、コンピュータ、タブレット、全地球測位システムナビゲーション装置など)のタッチ感応性表示画面またはカバープレート、電子機器の非タッチ感応性部材、家電製品(例えば、冷蔵庫、電子レンジ、レンジの上面、オーブン、食洗機、洗濯機、乾燥機など)の表面、医療機器、生物学的または医療包装容器、建築部材および用途(例えば、壁、エレベータ、カウンター甲板、シャワー室など)、および車両部材を包含する。

【0095】

ここに記載された方法 100 a および 100 b、100 c および 100 d により製造された改善された抗菌 S L G 物品 10、10 h の潜在的な用途の広さを考えると、特定の物品の具体的な特徴または性質は、その最終的な用途または使用によることを理解すべきである。しかしながら、以下の説明は、いくつかの一般的な検討事項を与える。

【0096】

図 2 を参照すると、本開示の態様による一段階または二段階イオン交換過程を使用して形成された S L G 物品に関する C I E 1976 の色度値(b^*)を示す棒グラフが与えられている。図 2 に示されたデータは、方法 100 a および 100 b にしたがって製造された S L G 物品(例えば、S L G 物品 10)から得た。図 2 の斜線の棒および白抜きの棒は、それぞれ、一段階および二段階イオン交換過程により製造された S L G 物品を反映している。一段階イオン交換工程は、390 で、0.4 質量%の AgNO_3 および 99.6 質量%の KNO_3 により行った。二段階イオン交換工程は、430 で、7 時間に亘り、100%の KNO_3 により行い、続いて、390 で、0.4 質量%の AgNO_3 および 99.6 質量%の KNO_3 への浸漬を行った。A 1 および A 2 の群、並びに B 1、B 2 および B 3 の群は、それぞれ、60 分および 30 分の合計抗菌浸漬時間(例えば、図 1 A および 1 B における工程 140 中)を表す。A 1 群および B 1 群には、圧縮応力層および抗菌剤含有層の形成前に、いずれの材料除去工程(例えば、図 1 A および 1 B における工程 110)も行わなかった。A 2 群および B 3 群には、20 μm の D O R の材料除去工程を行い、B 2 群には、2 μm の D O R の材料除去工程を行った。

【0097】

図 2 に示されるように、一段階および二段階処理条件に関する材料の除去レベルを増加させると、C I E 1976 b^* の着色レベルが減少する。例えば、20 μm の D O R では、30 分の一段階イオン交換浸漬工程により処理された S L G 物品における非 D O R 条件と比べて、C I E 1976 b^* の着色レベルが約 5 分の 1 に減少した。S L G 物品の主面で Sn^{2+} イオンを除去すると、図 2 に観察された着色レベルの低減がもたらされ、その理由は、これらのイオンが、その後の抗菌浸漬工程中に反応して、 Ag 結晶を析出するのに利用できなかったからであると考えられる。同様に、二段階イオン交換浸漬工程により製造された、20 μm の D O R を有する S L G 物品について、非 D O R 条件と比べて、C I E 1976 b^* の着色レベルが約 3 分の 1 に減少した。

【0098】

図 3 を参照すると、本開示の態様による一段階または二段階イオン交換過程により化学強化された S L G 物品における深さ(μm)の関数としての抗菌剤 [Ag_2O (質量%)] の測定濃度(S I M S を使用した)を示すグラフが与えられている。図 3 に示されたデータは、方法 100 a および 100 b にしたがって製造された S L G 物品から得た。より詳しくは、一段階イオン交換工程は、60 分の浸漬時間に亘り、390 で、0.4 質量%の AgNO_3 および 99.6 質量%の KNO_3 により行った。二段階イオン交換工程は、430 で、7 時間に亘り、100%の KNO_3 により行い、続いて、60 分間に亘り、

390 で、0.4 質量%の AgNO_3 および 99.6 質量%の KNO_3 への浸漬を行った。A1 群（例えば、1 段階および 2 段階イオン交換過程を行った SLG 物品）には、イオン交換過程の工程前に、いずれの材料除去工程も行わなかった。A2 群には、20 μm の DOR の材料除去工程を行った（例えば、1 段階および 2 段階イオン交換過程を後で行った SLG 物品）。

【0099】

図3に示されるように、それぞれ、20 μm の DOR の材料除去工程を行った、一段階および二段階の SLG サンプル（すなわち、A2 群）において、約 26 質量%および約 19 質量%の Ag_2O 表面濃度が得られた。材料除去工程を行わなかった SLG サンプル（すなわち、A1 群）は、20 μm の DOR を行ったサンプルよりも、わずかに低い Ag_2O 表面濃度を示した。そのため、スズ除去工程は、より高濃度の Ag^+ イオンの発生を促進させることにより、抗菌剤含有層の形成を向上させると考えられる。さらに、図3は、60 分の浸漬時間と共に、390 での、0.4 質量%の AgNO_3 および 99.6 質量%の KNO_3 を有する浴を使用した抗菌浸漬工程により一段階イオン交換過程を行った SLG 物品の表面に、より高濃度の Ag^+ イオンが得られることを示している。最後に、二段階および一段階イオン交換過程により処理された SLG サンプルは、それぞれ、少なくとも 2 μm および 4 μm の深さ（例えば、図1A および 1B に示された SLG 物品 10 の深さ 26）を有する抗菌剤含有層を得たことが図3のデータから明らかである。

【0100】

ここで図4を参照すると、一段階および二段階イオン交換過程により処理された SLG 物品に関する乾式試験による抗菌効果を示す、本開示の態様による棒グラフが与えられている。図4に示されたサンプルの A1 群および A2 群は、図3に示された試験に用いられた同様に名付けられたサンプルと同じ抗菌 SLG 物品の条件に相当する。いずれの材料除去工程も行わなかった SLG サンプル（すなわち、A1 群）は、対数値で 1 未満の殺傷値しか示さなかった。対照的に、20 μm の DOR の材料除去工程を行った SLG サンプルは、対数値で 2 に近づくかそれを超える殺傷値を示した。図4に示されたデータを考慮すると、方法 100a および 100b に関連する材料除去工程 110（図1A および 1B を参照）は、抗菌剤含有層の形成に関連する変色を最小にするまたはなくすること（図2およびそれに相当する説明を参照のこと）に加え、SLG 物品の抗菌効果も改善することができる。

【0101】

一段階イオン交換過程により処理された SLG 物品は、二段階イオン交換過程により処理されたサンプルと比べて、乾式試験において、わずかに高い対数値の殺傷値を示したことも図4から分かる。これらの結果は、二段階イオン交換過程により処理されたサンプルと比べて、一段階イオン交換過程により処理されたサンプルに観察された Ag^+ イオン表面濃度がより高いことをおそらく示している（図3およびそれに相当する説明を参照のこと）。

【0102】

ここで、図5A および 5B を参照すると、それぞれ、方法 100c および 100d が、抗菌 SLG 物品 10h を製造するための説明図として示されている。方法 100c および 100d は、大部分は、それぞれ、方法 100a および 100b と同一である；したがって、同様の番号の要素および工程は、以下のように、特に明記のない限り、同じ構造および/または機能を有する。しかしながら、方法 100c および 100d において、SLG 物品 10 には、その物品を強化し、それらを、熱処理 SLG 物品 10h として熱処理形態にするために、熱処理工程 40 および/または 60 が行われる。図5A および 5B に示されるような、方法 100c および 100d において、熱処理工程 40 および/または 60 は、材料除去工程（いくつかの実施の形態において用いられるような）110、並びに圧縮応力層 24 および抗菌剤含有層 28 を形成するための工程（すなわち、工程 120 および/または 140）の前に行われる。いくつかの実施において、熱処理工程 40 および/または 60 は、それぞれ、材料除去工程 110 の後、並びに圧縮応力層 24 および抗菌剤

含有層 28 を形成するための工程の前に行うことができる。

【0103】

工程 40 において、SLG 物品 10 を炉内で焼き鈍しした。1 つの実施において、工程 40 は約 550 で行われ、次いで、物品 10 はゆっくりと周囲温度まで冷まされる（例えば、冷却支援なく、炉が冷めることにより）。図 5 A および 5 B に示された方法 100 c および 100 d の特定の実施において、SLG 物品 10 に、随意的な焼き入れ工程 60 も行って差し支えない。焼き入れ工程 60 は、SLG 物品 10 を数分間約 700 に加熱し、次いで、それに空気を高速および / または高圧で向けることにより、物品を急冷することにより行って差し支えない。ある場合には、追加の焼き入れ工程 60 は、焼き鈍された SLG 物品 10 の強度を 4 または 5 倍、改善することができる。

10

【0104】

実際には、焼き入れ工程 60 に関連する速い冷却速度は、SLG 物品に蓄積した歪みエネルギーをもたらし得る。破壊の際に、焼き入れされた SLG 物品 10 h は、一般に、多くの小さい無害な破片に砕け散る。このように、焼き入れされた SLG 物品 10 h は、自動車、建築（例えば、窓）、電化製品（例えば、冷蔵庫の棚）、メガネなどのガラスの安全性を要求する数多くの用途に適している。

【0105】

方法 100 c および 100 d において行われるように、加熱処理工程 40 および / または 60 は、それぞれ、圧縮応力層 24 および抗菌剤含有層 28 の形成をもたらしやすい SLG 物品 10 h におけるより開いた微小構造の発生に関する利点も与えることができる。例えば、 Ag^+ イオン拡散速度は、イオン交換過程の前にいずれの熱処理も行われなかった SLG 物品と比べて、熱処理 SLG 物品 10 h において、より高いようである。このように、圧縮応力層 24 および抗菌剤含有層 28 を形成するために SLG 物品 10 h に、いずれの事前の熱処理も行われなかった SLG 物品 10 におけるこれらの層の形成と比べて、より短いイオン交換浸漬時間を用いることができる。

20

【0106】

図 6 を参照すると、本開示の態様による様々な濃度の $AgNO_3$ の一段階イオン交換過程により処理された熱処理 SLG 物品に関する CIE 1976 の色度値 (b^*) を示す棒グラフが与えられている。図 6 において、C 群のデータは、圧縮応力層および抗菌剤含有層を生じさせるためにいずれのイオン交換過程も行われていない、一連の焼き入れされた SLG 物品（例えば、SLG 物品 10）に対応する。A1、A2、および A3 群のデータは、30 μm の材料除去工程、およびそれぞれ、0.1 質量%、0.2 質量% または 0.4 質量% の $AgNO_3$ と残りが KNO_3 である溶融塩浴を使用した一段階イオン交換過程が行われた焼き入れされた SLG 物品に対応する。図 6 に示されるように、0.1 質量% または 0.2 質量% の $AgNO_3$ 溶融塩浴により生じた抗菌剤含有層を備えた、焼き入れされた SLG 物品（すなわち、サンプル群 A1 および A2）は、抗菌剤含有層を備えていない受け取ったままの焼き入れされた SLG 物品（すなわち、サンプル群 C）に匹敵する 0.5 未満の CIE 1976 b^* を示している。0.4 質量% の $AgNO_3$ 溶融塩浴により生じた抗菌剤含有層を備えた、焼き入れされた SLG 物品は、2.5 に近づく CIE 1976 b^* 値でも分かるように、低レベルの着色を示すことも図 6 から明らかである。

30

40

【0107】

図 7 A を参照すると、熱処理および / または化学強化過程が施された強化 SLG 物品の表面とその下でのモデル化圧縮応力プロファイルを示すグラフが与えられている。図 7 A において、C1 サンプル群は、強度強化イオン交換過程が施され、一段階または二段階イオン交換過程の前に熱処理が行われていない SLG 物品（例えば、図 1 A および 1 B における方法 100 a または 100 b により製造された SLG 物品 10）に関する深さの関数としての CS プロファイルを示している。C2 サンプル群は、対照的に、熱処理が行われたが、さらなるイオン交換過程が行われていない SLG 物品に関する、深さの関数としての CS プロファイルを示している。最後に、A サンプル群は、強度強化イオン交換過程、

50

および一段階または二段階イオン交換過程の前の熱処理が行われた S L G 物品（例えば、図 1 A および 1 B における方法 1 0 0 a または 1 0 0 b により製造された S L G 物品 1 0 ）に関する、深さの関数としての C S プロファイルを示している。

【 0 1 0 8 】

図 7 A に示されるように、イオン交換過程の前に、A 群の物品の処理に熱処理工程を加えると、C 1 群と比べて、物品の表面での圧縮応力のレベルを減少させる一方で、C S 層に関連する D O L を増加させる傾向にある。先に述べたように、熱処理工程は、S L G 物品においてより開いた微小構造をもたらし、それゆえ、より大きい D O L 値および減少した表面圧縮応力レベルに示されるような、イオン交換過程の拡散を促進させ得ると考えられる。図 7 A は、A 群の物品に用いられるイオン交換過程は、いずれのイオン交換過程も行われない C 2 群と比べて、表面での圧縮応力レベルをより高くする傾向にあることも示している。このように、A 群を示すイオン交換過程と熱処理工程の組合せは、高い表面圧縮応力およびかなりの D O L 値の良好な釣り合いをもたらす。

10

【 0 1 0 9 】

図 7 B において、グラフは、本開示の態様による様々な濃度の $A g N O_3$ の一段階イオン交換過程により化学強化された熱処理 S L G 物品における深さの関数としての抗菌剤（ $A g_2 O$ ）の測定濃度（S I M S を使用）を示している。図 7 B に示された A 1、A 2 および A 3 群のデータを生成するために使用した S L G サンプルの全てに、焼き入れ工程および材料除去工程を行った（例えば、図 5 A および 5 B に示される方法 1 0 0 c および 1 0 0 d の工程 4 0、6 0 および 1 1 0）。具体的には、A 1、A 2 および A 3 群のデータは、3 0 μm の材料除去工程およびそれぞれ、0 . 1 質量%、0 . 2 質量%または 0 . 4 質量%の $A g N O_3$ と残りが $K N O_3$ である溶融塩浴を使用した一段階イオン交換過程が行われた焼き入れされた S L G 物品に対応する。図 7 B に示されるように、A 1、A 2 および A 3 群のサンプルは、それぞれ、4 0 質量%、3 0 質量%および 5 質量%の $A g_2 O$ に近づく抗菌剤表面濃度レベルと、5 μm を超える D O L レベルを示した。焼き入れされた S L G 物品において 0 . 2 質量%の $A g N O_3$ を含有し、残りが $K N O_3$ である溶融塩浴を使用すると、0 . 4 質量%の $A g N O_3$ を含有し、残りが $K N O_3$ である溶融塩浴により製造された焼き入れされた S L G 物品と比べて、 $A g^+$ イオンの表面濃度が約 1 0 質量%低下し、変色を少なくとも 5 倍改善できることも図 6 および 7 B から明らかである。

20

【 0 1 1 0 】

図 8 A および 8 B を参照すると、棒グラフが、本開示の態様による一段階イオン交換過程により化学強化された熱処理 S L G 物品に関する、それぞれ、S . A u r e u s 細菌についての J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験および E . C o l i 細菌についての 4 での J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験による抗菌効果を示している。図 8 A において、0 . 1 質量%または 0 . 2 質量%の $A g N O_3$ を含有し、残りが $K N O_3$ である溶融塩浴中でイオン交換された焼き入れされた S L G 物品が、S . A u r e u s 細菌を用いた J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 抗菌効果試験において、対数値で約 6 以上の殺傷値を示すことが実証された。同様に、図 8 B において、0 . 1 質量%または 0 . 1 5 質量%の $A g N O_3$ を含有し、残りが $K N O_3$ である溶融塩浴中でイオン交換された焼き入れされた S L G 物品が、E . C o l i 細菌を用いた 4 での J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 抗菌効果試験において、対数値で約 5 以上の殺傷値を示すことが実証された。図 8 A および 8 B の結果により、高い抗菌効果を示す焼き入れされた S L G 物品に抗菌剤含有層を生じさせるために、比較的低濃度の抗菌剤含有浸漬浴（例えば、約 0 . 1 から 0 . 2 質量%の $A g N O_3$ を含有し、残りが $K N O_3$ である溶融塩浴）を使用できることが明白になる。焼き入れされた抗菌 S L G 物品は、低い変色レベルも示すまたは無色である（図 6、サンプル群 A 1 および A 2 参照のこと）ことが都合よい。

30

40

【 0 1 1 1 】

図 9 は、 $K N O_3$ および $N a N O_3$ の共晶塩混合物と、0 . 1 質量パーセント、0 . 3 質量パーセント、または 0 . 5 質量パーセントいずれかの $A g N O_3$ とを有する抗菌浴を含む、一段階イオン交換過程を使用して形成された熱処理 S L G 物品の C I E 1 9 7 6 の

50

色度値 (b^*) を示す棒グラフである。図 9 において、C は、圧縮応力層および抗菌剤含有層を形成するためのいずれのイオン交換過程も行われていない焼き入れされた S L G 物品 (例えば、S L G 物品 10) に対応する。B 1、B 2、および B 3 は、それぞれ、0.1 質量%、0.3 質量%、または 0.5 質量%の $AgNO_3$ と、残りの量の KNO_3 および $NaNO_3$ の共晶塩混合物とを有する熔融塩浴を使用した一段階イオン交換過程が行われた焼き入れされた S L G 物品に対応する。B 1 は、30 分間に亘り 300 の温度を有する抗菌浴内に焼き入れされた S L G 物品を浸漬させることにより形成した。B 2 は、45 分間に亘り 250 の温度を有する抗菌浴内に焼き入れされた S L G 物品を浸漬させることにより形成した。B 3 は、30 分間に亘り 250 の温度を有する抗菌浴内に焼き入れされた S L G 物品を浸漬させることにより形成した。C、B 1、B 2 および B 3 には、材料除去工程は行われなかった (すなわち、C、B 1、B 2 および B 3 の各々の主面 12 は、スズを含んでいた)。図 9 に示されるように、0.1 質量%、0.3 質量%の $AgNO_3$ の熔融塩浴により生じた抗菌剤含有層を備えた焼き入れされた S L G 物品は、抗菌剤含有層を備えていない受け取ったままの焼き入れ S L G 物品 (すなわち、サンプル群 C) に匹敵する、0.5 未満の C I E 1976 b^* 着色レベルを示している。0.5 質量%の $AgNO_3$ の熔融塩浴により生じた抗菌剤含有層を備えた焼き入れされた S L G 物品 (B 3) は、0.6 未満の C I E 1976 b^* 値でも分かるように、低レベルの着色を示すことも図 9 から明白である。

10

【0112】

図 10 は、図 9 に示された A 1、A 2、A 3 の深さの関数としての Ag_2O 濃度 (質量%) プロファイルを示している。図 10 に示されたデータは、二次イオン質量分析法 (SIMS) 顕微鏡法を使用して測定した。B 1 (30 分間にわたり、300 の温度を有する、0.1 質量%の $AgNO_3$ と、 KNO_3 および $NaNO_3$ の共晶塩混合物とを有する熔融塩浴内に S L G 物品を浸漬することにより形成された) は、最も深い銀拡散を示した。図 10 に示されたプロファイルは、浴の温度が、銀拡散深さを促進させるであろう (すなわち、浴の温度がより高いと、銀拡散の深さがより深くなるであろう) ことを示している。

20

【0113】

図 11 は、本開示の態様による一段階イオン交換過程で化学強化された熱処理 S L G 物品に関する、それぞれ、S . Aureus 細菌についての J I S Z 2801 (2000) 試験による抗菌効果、および E . Coli 細菌についての 2 および 4 での J I S Z 2801 (2000) 試験による抗菌効果を示す棒グラフを示している。図 11 において、図 9 に示された B 3 の焼き入れされた抗菌 S L G 物品は、S . Aureus 細菌を用いた J I S Z 2801 (2000) 抗菌効果試験、および E . Coli 細菌についての 2 および 4 での J I S Z 2801 (2000) 試験において、対数値で約 5 以上の殺傷値を示した。図 11 の結果により、高い抗菌効果を示す焼き入れされた S L G 物品に抗菌剤含有層を生じさせるために、比較的低濃度の抗菌剤含有浸漬浴 (例えば、約 0.5 質量%の $AgNO_3$ と、 KNO_3 および $NaNO_3$ の共晶塩混合物とを有する熔融塩浴) を使用できることが明白になる。これらの熱処理された抗菌 S L G 物品は、低い変色レベルも示すまたは無色である (図 9、サンプル群 B 3 参照のこと) ことが都合よい。

30

40

【0114】

図 12 は、サンプルが、1 時間に亘り 98 の温度を有する水中に浸漬された後、並びにサンプルが、24 時間に亘り 60 および 85 %の相対湿度の環境に暴露された後の、S . Aureus 細菌についての J I S Z 2801 (2000) 試験による抗菌効果を示す棒グラフを示している。図 12 において、各サンプルは、図 9 に示された B 3 の焼き入れされた抗菌 S L G 物品を含み、各サンプルは、両方の経時変化条件後に、対数値で約 5 以上の殺傷値を示した。図 12 の結果により、抗菌効果は、経時変化条件後に維持できることが明白になる。

【0115】

B 3 および C のサンプルにリング・オン・リング試験を行って、平均曲げ強度を決定し

50

た。リング・オン・リング試験の結果が、表 1 に示されている。表 1 に示されるように、B 3 は、C より約 2 3 % 大きい平均曲げ強度を示し、約 0 . 5 質量 % の AgNO_3 と、 KNO_3 および NaNO_3 の共晶塩混合物 (5 0 : 5 0) とを有する抗菌浴を使用した一段階イオン交換過程を使用して、焼き入れされた抗菌 S L G 物品を形成した場合でさえも、表面圧縮応力が増加したことを示している。抗菌浴の温度は 2 5 0 であり、ガラスをその浴中に約 3 0 分間に亘り浸漬した。

【 0 1 1 6 】

【表 1】

表 1 : B 3 および C の平均曲げ強度

	ROR 破壊荷重 (kgf)
C	844
B3	1040

10

【 0 1 1 7 】

C、B 1、B 2 および B 3 の、C I E 1 9 7 6 色座標 L^* 、 a^* 、および b^* 、質量 % で表された銀濃度 (誘電結合プラズマ質量分析法 (I C P - M S) により測定)、質量 % で表された表面 Ag_2O 濃度 (S I M S により測定)、並びにマイクロメートルで表された Ag_2O の深さ (S I M S により測定) を測定した。その結果が表 2 に示されている。

20

【 0 1 1 8 】

【表 2】

表 2 : B 1、B 2 および B 3 に関する色、銀濃度、および深さの情報

IOX 条件	L	a^*	b^*	ICP による Ag , 質量%	SIMS による表 面 Ag_2O , 質量%	SIMS による Ag_2O の深さ, μm
そのままの SLG	95.82	-0.65	0.27	0	0	0
B1 (0.1% AgNO_3 , 300 °C/30 分)	95.73	-0.61	0.50	0.006	6	2.1
B2 (0.3% AgNO_3 , 250 °C/45 分)	95.71	-0.61	0.43	0.011	14	1.4
B3 (0.5% AgNO_3 , 250 °C/30 分)	95.57	-0.62	0.58	0.016	27	1.4

30

【 0 1 1 9 】

図 1 3 は、圧縮応力層および抗菌剤含有層を生成するためのいずれのイオン交換過程も行わなかった焼き入れされた S L G 物品 (例えば、S L G 物品 1 0) (C により示されている)、および 8 . 6 5 モル Ag / リットルを含む水溶液の抗菌浴を含む一段階イオン交換過程を使用して形成した、焼き入れされた S L G 物品 (D により示されている) の画像を示している。D は、9 6 時間に亘り、室温で、9 5 の温度を有する飽和水溶液中に S L G 基板を浸漬することによって形成した。C および D の両方において、材料除去は行わなかった (すなわち、C および D の両方は、スズを含む主面を備えていた)。図 1 3 に示されるように、C (イオン交換過程の経験無し) および D (AgNO_3 を含む水溶液中のイオン交換過程を行った) に、同様の光学的透明度が観察された。表 3 は、C および D に関する、測定した C I E 1 9 7 6 色座標 L^* 、 a^* 、および b^* を示している。色ずれは、色 : $((L^*_C - L^*_D)^2 + (a^*_C - a^*_D)^2 + (b^*_C - b^*_D)^2)$ により決定した。

40

50

【 0 1 2 0 】

【表 3】

表 3：C および D に関する CIE 1976 色座標 L^* , a^* , および b^*

	L^*	a^*	b^*	差分 (C および D の間の変化)			色ずれ
				L^*	a^*	b^*	
C	94.55	-1.27	2.69	-	-	-	-
D	94.49	-1.27	2.76	-0.06	0	0.07	0.09

10

【 0 1 2 1 】

図 1 4 は、図 1 3 の D、および焼き入れされた S L G 基板が、1 5 分間に亘り、3 5 0 の温度を有する 5 質量 % の $A g N O_3$ および 9 5 質量 % の $K N O_3$ の溶融塩浴中に浸漬される、一段階過程により形成された加熱された抗菌 S L G 物品 (E により示されている) に関する乾式試験による抗菌効果の棒グラフを示している。D および E は、いずれの材料除去工程も行わず、対数値で 1 . 5 超の殺傷値を示した。

【 0 1 2 2 】

ここに開示された実施の形態を説明目的のために述べてきたが、先の説明は、本開示の範囲または付随する特許請求の範囲に対する限定と考えるべきではない。したがって、本開示の精神および範囲または付随の特許請求の範囲から逸脱せずに、様々な改変、適用、および選択肢が当業者に想起されるであろう。

20

【 0 1 2 3 】

以下、本発明の好ましい実施形態を項分け記載する。

【 0 1 2 4 】

実施形態 1

抗菌ガラス物品において、

基板厚さ、主面およびソーダ石灰ガラス組成を有するガラス基板、

前記主面から、前記基板厚さの 0 . 1 5 倍以上である第 1 の深さまで延在する圧縮応力層、および

30

前記主面から第 2 の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層、を備え、

前記物品の抗菌剤の濃度が、前記主面で約 1 質量パーセント以上であり、

前記物品の吸光度が、4 5 0 ~ 5 5 0 n m の波長で約 0 . 1 0 以下である、物品。

【 0 1 2 5 】

実施形態 2

前記主面上に配置された機能層であって、反射防止コーティング、防眩コーティング、防指紋コーティング、防汚コーティング、色付与組成物、耐環境コーティング、および導電性コーティングの少なくとも 1 つを含む機能層、をさらに備えた、実施形態 1 に記載の物品。

40

【 0 1 2 6 】

実施形態 3

前記第 1 の深さが約 2 5 マイクロメートルと約 1 0 0 0 マイクロメートルの間であり、前記圧縮応力層内の平均圧縮応力が少なくとも約 1 0 0 M P a である、実施形態 1 または 2 に記載の物品。

【 0 1 2 7 】

実施形態 4

前記主面から前記基板内の第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層をさらに備えた、実施形態 1 から 3 いずれか 1 つに記載の物品。

50

【 0 1 2 8 】

実施形態 5

前記物品が約 2 0 0 M P a 以上の平均圧縮応力を有し、前記第 3 の深さが前記第 2 の深さ以下である、実施形態 4 に記載の物品。

【 0 1 2 9 】

実施形態 6

前記主面から約 2 マイクロメートルの前記基板の厚さ内に、ある量のカリウム、ナトリウムおよび抗菌剤をさらに含み、カリウムが、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の前記量の約 7 5 % 未満を占める、実施形態 1 から 5 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 0 】

実施形態 7

前記抗菌剤が、約 2 マイクロメートルの前記厚さ内の、カリウム、ナトリウムおよび抗菌剤の前記量の約 0 . 5 % 以上を占め、前記抗菌剤の深さが約 5 マイクロメートル以下である、実施形態 6 に記載の物品。

【 0 1 3 1 】

実施形態 8

前記抗菌剤が銀イオンを含み、前記物品が、前記主面で 2 質量パーセントと 4 0 質量パーセントの間の銀イオンの抗菌剤濃度を有する、実施形態 1 から 7 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 2 】

実施形態 9

前記主面が、J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験条件下、改定 J I S Z 2 8 0 1 (2 0 0 0) 試験条件下、または乾式試験の試験条件下で、S . a u r e u s 、 E . a e r o g e n e s 、 E . C o l i 、および P . a e r u g i n o s a のいずれか 1 つ以上の濃度において対数値で 3 以上の殺傷値を示す、実施形態 1 から 8 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 3 】

実施形態 1 0

前記対数値の殺傷値が、
前記物品が、約 1 時間に亘り約 9 8 以上の温度の水中で煮沸されること、
前記物品が、約 2 4 時間に亘り約 6 0 の温度および 8 5 % の相対湿度を有する環境に暴露されること、および
前記物品が、約 1 以上の温度に冷却されること、
のいずれか 1 つの後に維持される、実施形態 9 に記載の物品。

【 0 1 3 4 】

実施形態 1 1

前記基板および層が、過酷な条件に暴露された際に変色を実質的に示さず、該過酷な条件が、前記圧縮応力層および前記抗菌剤含有層の一方または両方を形成するために用いられるイオン交換過程を含む、実施形態 1 から 1 0 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 5 】

実施形態 1 2

約 2 未満の C I E 1 9 7 6 の色座標 b^* を示す、実施形態 1 から 1 1 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 6 】

実施形態 1 3

前記主面がスズを実質的に含まない、実施形態 1 から 1 2 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 7 】

実施形態 1 4

前記主面がスズを含む、実施形態 1 から 1 2 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 8 】

10

20

30

40

50

実施形態 1 5

約 1 % 以下の平坦性を示す、実施形態 1 から 1 4 いずれか 1 つに記載の物品。

【 0 1 3 9 】

実施形態 1 6

抗菌ガラス物品を製造する方法において、

基板厚さ、主面、ソーダ石灰ガラス組成、および前記主面から、前記基板厚さの 0 . 1 5 倍以上である第 1 の深さまで延在する圧縮応力層を有するガラス基板を提供する工程、および

前記主面から前記基板内の第 2 の深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層を形成する工程であって、前記抗菌剤が、前記主面で約 1 質量パーセント以上の銀イオン濃度を有するものである工程、

10

を有してなり、

前記抗菌ガラス物品が、450 ~ 550 nm の波長で約 0 . 1 0 以下の吸光度を示す、方法。

【 0 1 4 0 】

実施形態 1 7

前記主面から前記基板内の第 3 の深さまで延在する第 2 の圧縮応力層を形成する工程をさらに有する実施形態 1 6 に記載の方法。

【 0 1 4 1 】

実施形態 1 8

前記抗菌ガラス物品が、約 200 MPa 以上の圧縮応力を有する、実施形態 1 6 または 1 7 に記載の方法。

20

【 0 1 4 2 】

実施形態 1 9

前記第 2 の圧縮応力層を形成する工程が、前記主面中に複数のアルカリイオンをイオン交換する工程を有し、該複数のアルカリイオンが、ナトリウムおよびカリウムのいずれか 1 つ以上を含む、実施形態 1 6 から 1 8 いずれか 1 つに記載の方法。

【 0 1 4 3 】

実施形態 2 0

前記主面の一部を除去して、加工主面を形成する工程、
をさらに有し、この除去工程が、前記抗菌剤含有層を形成する工程の前に行われ、該除去工程において除去される前記主面の一部が、前記基板の 2 マイクロメートルと 20 マイクロメートルの間からなる、実施形態 1 6 から 1 9 いずれか 1 つに記載の方法。

30

【 0 1 4 4 】

実施形態 2 1

前記主面がスズを含み、前記主面の一部を除去して、加工主面を形成する工程により、前記スズが除去される、実施形態 2 0 に記載の方法。

【 0 1 4 5 】

実施形態 2 2

前記抗菌剤含有層を形成する工程が、抗菌剤前駆体と、 KNO_3 および NaNO_3 のいずれか 1 つ以上とを含む熔融浴中に前記基板を浸漬する工程を有する、実施形態 1 6 から 2 1 いずれか 1 つに記載の方法。

40

【 0 1 4 6 】

実施形態 2 3

前記熔融浴が、 AgNO_3 と、 KNO_3 および NaNO_3 の共晶塩混合物とを含み、該熔融浴が、約 300 以下の温度、および約 0 . 0 1 質量パーセントから約 1 質量パーセントの範囲の AgNO_3 の濃度を有する、実施形態 2 2 に記載の方法。

【 0 1 4 7 】

実施形態 2 4

前記抗菌剤含有層を形成する工程が、抗菌剤前駆体を含む水溶液中に前記基板を浸漬す

50

る工程を有し、該水溶液が、 $A\text{ g N O}_3$ および約 2 5 0 以下の温度を有する、実施形態 1 6 から 2 1 いずれか 1 つに記載の方法。

【0 1 4 8】

実施形態 2 5

前記水溶液が、約 0 . 0 1 質量パーセントから約 5 0 質量パーセントの範囲の $A\text{ g N O}_3$ の濃度を有する、実施形態 2 4 に記載の方法。

【0 1 4 9】

実施形態 2 6

前記主面がスズを含む、実施形態 2 2 または 2 4 に記載の方法。

【0 1 5 0】

実施形態 2 7

前記ガラス基板を加熱して、前記圧縮応力層を形成する工程をさらに有し、該加熱工程が、

前記主面の一部を除去して、加工主面を得る工程であって、前記抗菌剤含有層を形成する工程の前に行われる工程の前、または

前記主面の一部を除去して、加工主面を得る工程であって、前記抗菌剤含有層を形成する工程の前に行われる工程の後、

に行われる、実施形態 2 6 に記載の方法。

【0 1 5 1】

実施形態 2 8

前記加熱工程が、前記基板を約 5 5 0 で焼き鈍し、次いで、炉が冷めることにより、該基板を周囲温度にする工程、または前記基板を約 7 0 0 で焼き入れし、次いで、該基板を高速または高圧空気で急冷する工程を有する、実施形態 2 7 に記載の方法。

【0 1 5 2】

実施形態 2 9

前記基板が、インク層を含む少なくとも 1 つの表面を有し、前記方法が、前記少なくとも 1 つの表面から前記インク層を除去せずに、前記抗菌剤含有層を形成する工程を有する、実施形態 2 7 に記載の方法。

【0 1 5 3】

実施形態 3 0

抗菌ガラス物品であって、
基板厚さ、主面、およびソーダ石灰ガラス組成を有する安全ガラス基板、および
前記主面からある深さまで延在する、抗菌剤を有する抗菌剤含有層、
を備え、

前記物品が、前記主面で、約 1 質量パーセント以上の抗菌剤濃度を有し、

前記物品が、4 5 0 ~ 5 5 0 n m の波長で約 0 . 1 0 以下の吸光度を示し、

前記物品が、リング・オン・リング試験で測定して、約 6 0 0 k g f (約 5 8 8 0 N)
以上の平均曲げ強度を示す、物品。

【符号の説明】

【0 1 5 4】

1 0、1 0 h ガラス物品、S L G 物品

1 2 主面

1 2 a エッチングされた主面

1 5 エッチング浴

2 0 第 1 の浴、強化浴

2 4 圧縮応力層

2 8 抗菌剤含有層または領域

4 0 抗菌浴

10

20

30

40

【図 1 A】

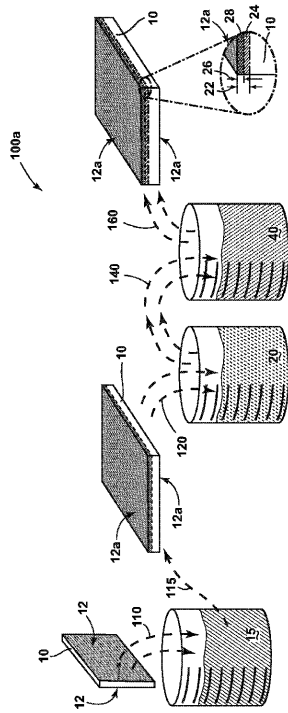


FIG. 1A

【図 1 B】

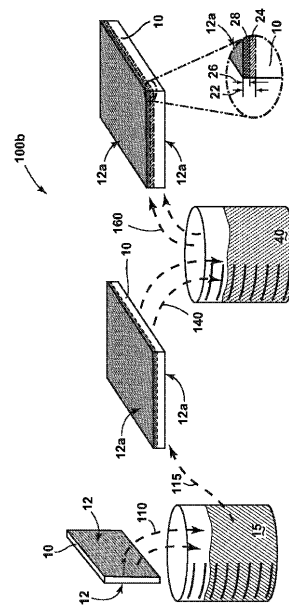
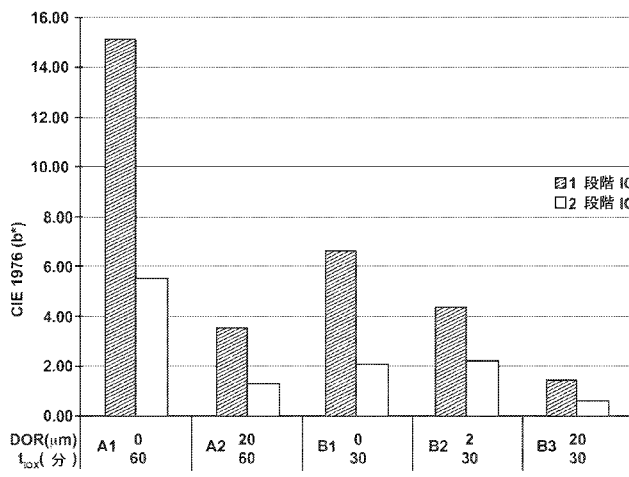
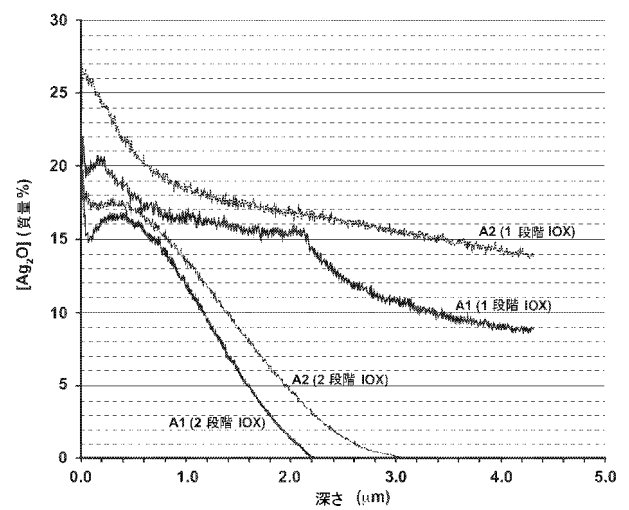


FIG. 1B

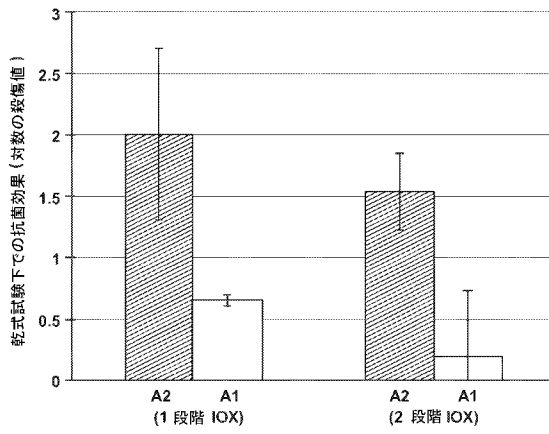
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図 5 A】

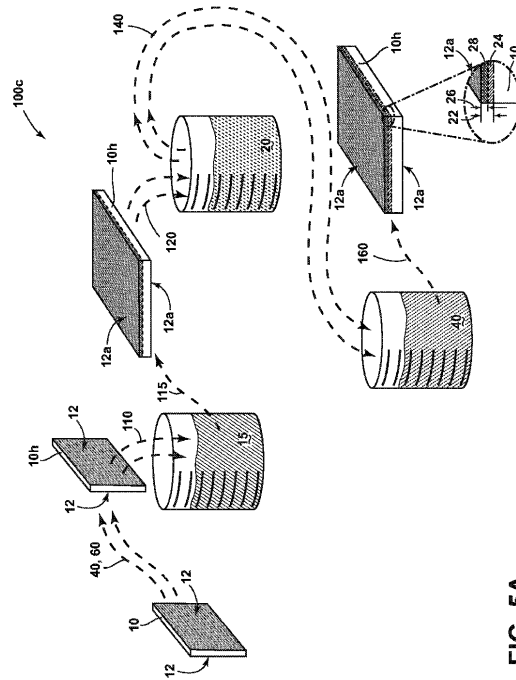


FIG. 5A

【図 5 B】

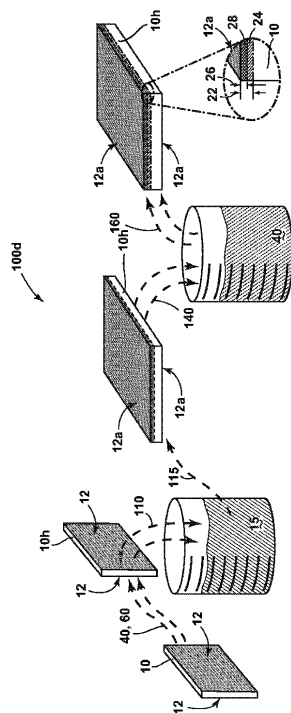
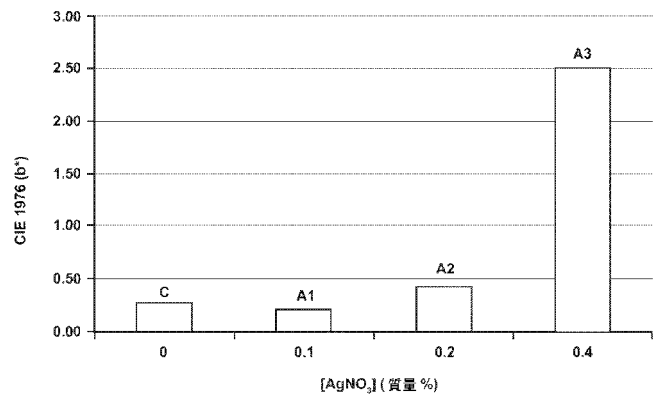


FIG. 5B

【図 6】



【図 7 A】

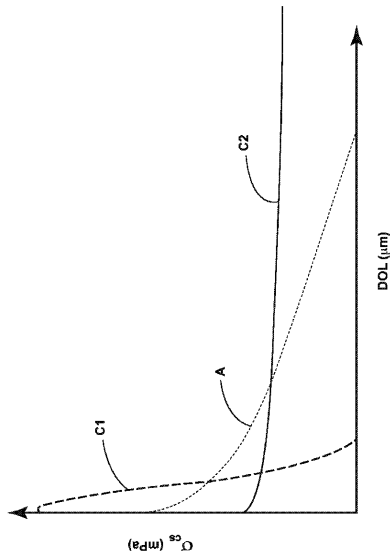
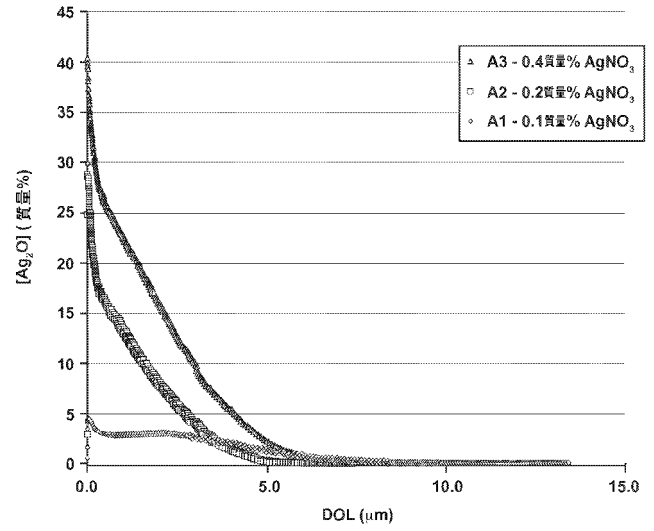
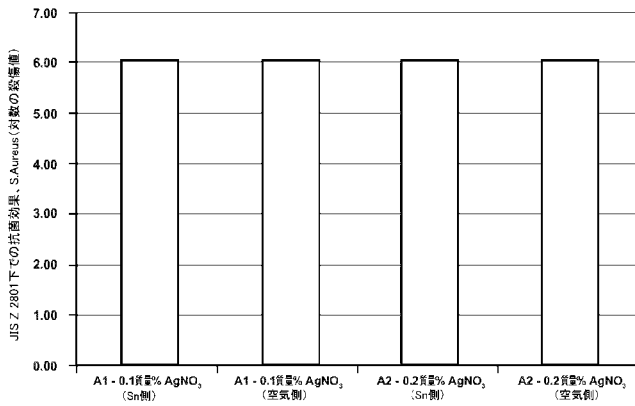


FIG. 7A

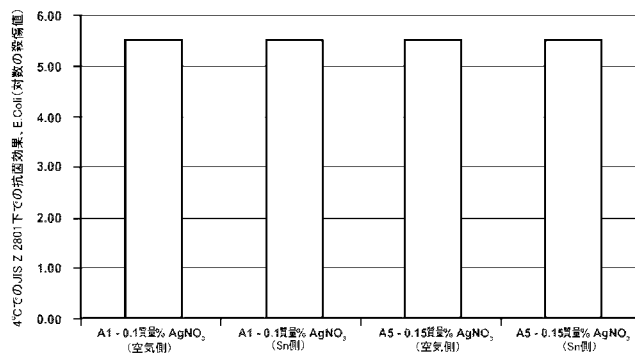
【図 7 B】



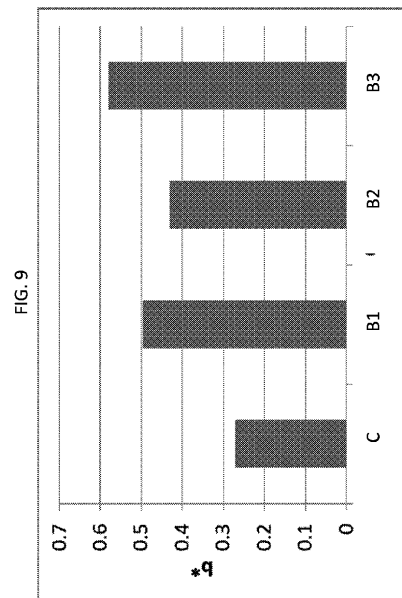
【図 8 A】



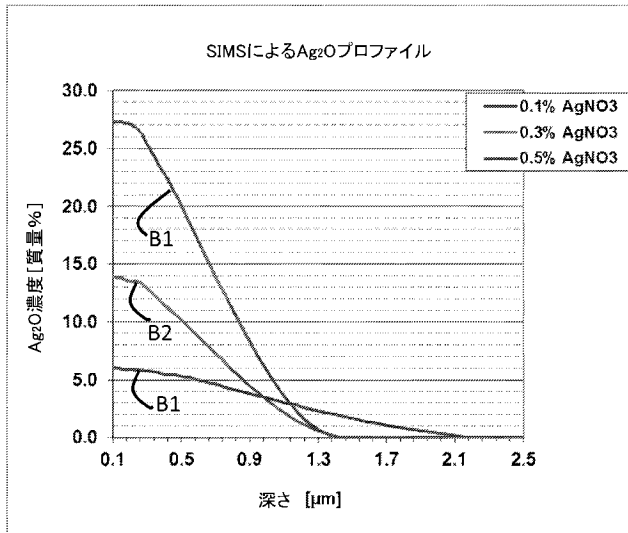
【図 8 B】



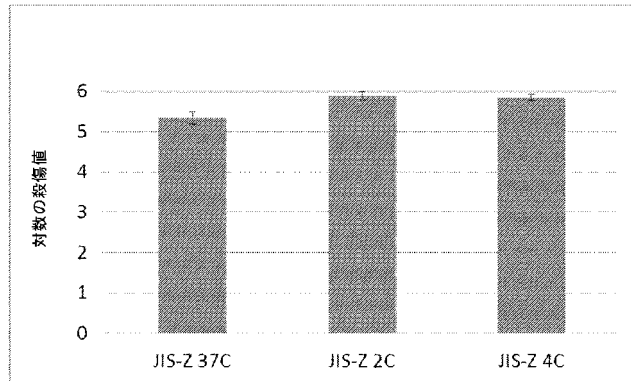
【図 9】



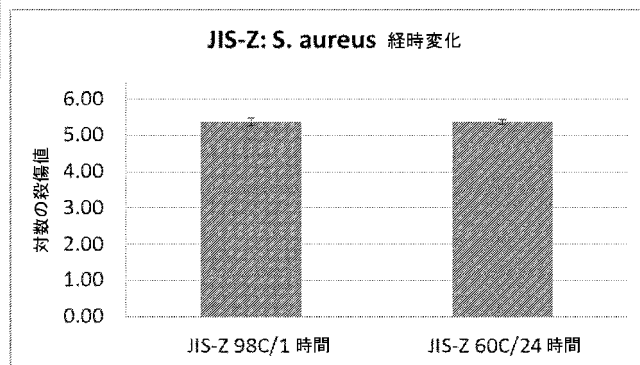
【図 10】



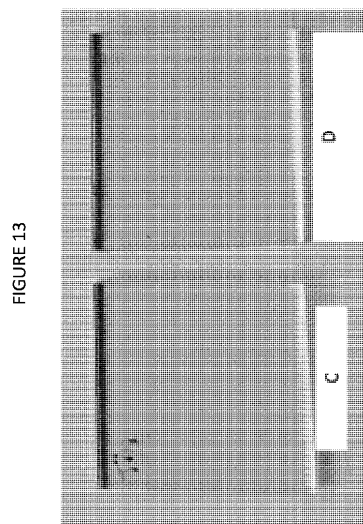
【図 11】



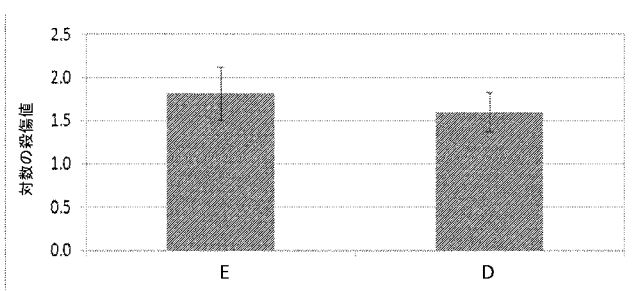
【図 12】



【図 13】



【図 14】



【手続補正書】

【提出日】平成29年4月7日(2017.4.7)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

平均表面圧縮応力および圧縮応力層の深さに対する究極限界が、ガラス物品を壊れやすくすることを避けることであるのに対し、圧縮応力層の平均深さは、一般に、ガラス基板の厚さの約三分の一未満であることがある。しかしながら、ほとんどの用途において、圧縮応力層の平均深さは、約25 μm 以上かつ約100 μm 以下であろう。同様に、平均表面CSは、約100メガパスカル(MPa)と約1.2ギガパスカル(GPa)の間であろう。ほとんどの用途において、平均表面CSは、400MPa超かつ約600MPa未満であろう。特定の態様において、SLG物品は、熱処理されたガラス基板を使用しており、100マイクロメートルを超える圧縮応力層を有し得る。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2015/039190

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C03C15/00 C03C21/00 C03C3/087
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C03C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2012/219792 A1 (YAMAMOTO HIROYUKI [JP] ET AL) 30 August 2012 (2012-08-30)	1-19, 22-30
Y	claim 1 paragraph [0025] - paragraph [0038] examples	20,21
Y	----- US 3 284 181 A (HARRELL WILLIAM C ET AL) 8 November 1966 (1966-11-08) claims 1,2 -----	20,21

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 September 2015

Date of mailing of the international search report

09/10/2015

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Saldamli, Saltuk

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2015/039190

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
US 2012219792	A1	30-08-2012	CN 102939269 A	20-02-2013
			JP 5689075 B2	25-03-2015
			US 2012219792 A1	30-08-2012
			US 2014308512 A1	16-10-2014
			WO 2011065293 A1	03-06-2011

US 3284181	A	08-11-1966	NONE	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(72)発明者 ハント, ジェニファー リン

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 8 3 0 ゴフ ロード 2 6 1 7

(72)発明者 リキトヴァニチクル, スマリー

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 8 7 0 ペインテッド ポスト フィールドストーン レ
イン 3 4 4 5

(72)発明者 サブラマニアン, アナンサ ナラヤナン

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 8 3 0 コーニング ロウワー ペイス ロード 4 1 8
アパートメント 2 0 2

(72)発明者 ヤオ, リー

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 8 7 0 ペインテッド ポスト コンホクトン ロード
3 5 7 9

F ターム(参考) 4G059 AA01 AC16 AC30 HB03 HB13 HB14 HB17 HB23