

(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2013-529173

(P2013-529173A)

(43) 公表日 平成25年7月18日 (2013.7.18)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C03C 17/30 (2006.01)	C O 3 C 17/30 A	4 G O 5 9
A01N 25/34 (2006.01)	A O 1 N 25/34 Z	4 H O 1 1
A01N 33/12 (2006.01)	A O 1 N 33/12 I O 1	5 B O 6 8
A01N 55/00 (2006.01)	A O 1 N 55/00 B	5 B O 8 7
A01P 3/00 (2006.01)	A O 1 P 3/00	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 32 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2013-512180 (P2013-512180)
 (86) (22) 出願日 平成23年5月25日 (2011.5.25)
 (85) 翻訳文提出日 平成25年1月18日 (2013.1.18)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2011/037825
 (87) 国際公開番号 W02011/149998
 (87) 国際公開日 平成23年12月1日 (2011.12.1)
 (31) 優先権主張番号 61/348,157
 (32) 優先日 平成22年5月25日 (2010.5.25)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
 -3427, セント ポール, ポスト オ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100173107
 弁理士 胡田 尚則

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 抗微生物コーティング

(57) 【要約】

本開示は、上部にコーティングされた抗微生物組成物を有するケイ酸質基材を提供する。本開示は、抗微生物組成物で物品をコーティングする方法も含む。この方法は、抗微生物組成物を熱処理した基材と接触させる工程に先立ち、ケイ酸質基材を4時間以下熱処理する工程を含む。

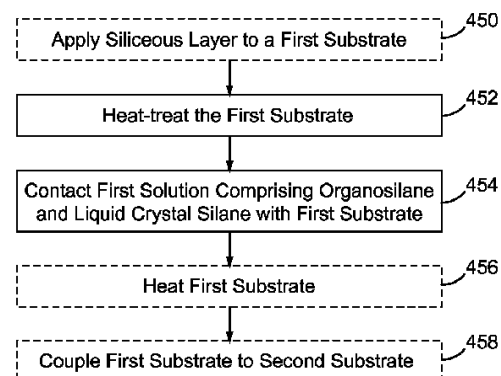


FIG. 4

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

コーティングされた物品の製造方法であって、
ケイ酸質基材を熱処理する工程と、
前記ケイ酸質基材を、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシラン化合物を含む第 1
の組成物と接触させる工程と、
を含み、
前記基材を熱処理する工程が、前記基材を十分な時間及び十分な温度で加熱し、揮発性
表面不純物を除去する工程を含み、
前記ケイ酸質基材を前記第 1 の組成物と接触させる工程が、前記ケイ酸質基材の熱処理
工程後に、前記ケイ酸質基材を前記第 1 の組成物と 4 時間以下接触させる工程を含む、方
法。

10

【請求項 2】

前記第 1 の組成物が接着促進試薬を更に含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第 1 の組成物が触媒を更に含む、請求項 1 又は請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第 1 の組成物が水を更に含む、請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記水が酸性化水を更に含む、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 6】

前記第四級アンモニウム化合物が、N, N - ジメチル - N - (3 - (トリメトキシシリ
ル) プロピル) - 1 - オクタデカンアミニウムクロライドを含む、請求項 1 ～ 5 のいずれ
か一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記オルガノシラン化合物が、3 - クロロプロピルトリメトキシシランを含む、請求項
1 ～ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記第 1 の組成物が、
第 1 の第四級アンモニウム構成部分を含む第 1 のペンダント基と、
非極性構成部分を含む第 2 のペンダント基と、
第 1 のオルガノシラン構成部分を含む第 3 のペンダント基と、
を含む、複数のペンダント基を有する抗微生物ポリマーを更に含む、請求項 1 ～ 7 のい
ずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 9】

溶媒中に接着促進試薬を含有する第 2 の組成物を、接着促進試薬とケイ酸質基材との間
に共有結合を形成するのに適した条件下で、前記ケイ酸質基材と接触させる工程を更に含
み、

前記第 2 の組成物を前記ケイ酸質基材と接触させる工程が、第 1 の組成物を前記ケイ酸
質基材と接触させる工程の前に行われる、請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の方法。

40

【請求項 10】

表面を含むケイ酸質基材と、
前記表面の上にコーティングされた、接着促進試薬を含む第 1 の層と、
前記第 1 の層の上にコーティングされた、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシラ
ン化合物を含む第 2 の層と、
を含む、物品。

【請求項 11】

前記第 1 又は第 2 の層が触媒を更に含む、請求項 10 に記載の物品。

【請求項 12】

前記接着促進試薬が、3 - トリエトキシシリル - N - (1 , 3 - ジメチル - ブチリデン

50

）プロピルアミン、N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、並びに 3 - [2 - (2 - アミノエチルアミノ) エチルアミノ] プロピル - トリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - (2 - アミノエチル) アミノプロピルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、ビス - (- トリエトキシシリルプロピル) アミン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリブトキシシラン、6 - (アミノヘキシルアミノプロピル) トリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリエトキシシラン、p - (2 - アミノエチル) フェニルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリス (メトキシエトキシエトキシ) シラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、テトラエトキシシラン及びそのオリゴマー類、メチルトリエトキシシラン及びそのオリゴマー類、オリゴマーアミノシラン、6 , 3 - (N - メチルアミノ) プロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3 - アミノプロピルジメチルメトキシシラン、並びに 3 - アミノプロピルジメチルエトキシシランからなる群から選択される、請求項 10 又は請求項 11 に記載の物品。

10

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、米国特許仮出願第 61 / 348 , 157 号 (2010 年 5 月 25 日出願) の利益を請求するものであり、この開示内容全体が本明細書に参考として組み込まれている。

【背景技術】

【0002】

タッチパネルは、ATM からカジノ、POS 端末装置 (point of sale terminals) 及び携帯コンピュータまでの用途に見出され得る。タッチパネルは、コンピュータの入力装置としてますます一般的になっている。指又はスタイラスがタッチパネルの最外部表面と接触すると、タッチパネルが接触を感知する。この接触が、パネル上の指はスタイラスの x 及び y 座標に変換される。一部のタッチパネルは、ディスプレイ上に置かれた透明なオーバーレイである。別のタッチパネルは、例えば、ポータブルコンピュータ上のカーソルの動きを制御するのに通常用いられる不透明な装置、又はコンピュータに入力する書き込み若しくはサインなどの用途に対するペン型入力装置である。データ入力には接触に基づくため、タッチパネルは本来、スクラッチ及び細菌汚染を受けやすい。

30

【0003】

タッチパネルが使用される環境では、タッチパネルは微生物コロニーの形成や損傷を受ける。これらのパネルは、適量の水分、温度、栄養、及び受け入れ可能な表面の利用可能性を根拠として繁殖及び繁殖するバクテリア、真菌、藻類、及び他の単細胞生物に適した生息地を提供する。これらの生物が代謝すると、副生成物である化学物質を産生する。これらの化学物質は、タッチセンシティブパネルを腐食させて臭気を発生することが知られている。更に、それらのコロニーのバイオマスは、パネルの光学的性質を曇らせ又は覆い隠し、タッチパネルを回復不可能に損傷する。生物に浸出し、生物を毒する化学物質による清浄化及び殺菌と、水分を最小限にする環境制御とが、この問題に対するこれまでの対応である。清浄化及び殺菌が通常実施されるが、致死量に満たない用量レベル、無効な用量、耐性生物、環境暴露、ヒト暴露、及びこれら清浄剤の最初の処理後のわずかな持続時間のリスクを理解した上で行われている。実際に、微生物の除去のためパネルを拭こうと

40

50

試みたとしても、パネル自体を破壊しないスクラッチが微生物にとって安全な場所を提供する。

【 0 0 0 4 】

典型的なタッチスクリーンパネル、例えば容量性タッチスクリーンパネルは、ユーザーの指の皮膚との直接接触を必要とする。それ故、これらのパネルは、多数の異なるユーザーにより直接、接触される。これら生物が増殖するにつれて、それらが産生する多様な化学物質が、ヒトユーザーに影響を与えることも既知である。それ故、これらの微生物及びそれらの代謝産物は、軽傷の皮膚炎から、より重篤な毒性反応及び疾病にわたる重大な健康上のリスクをユーザーに提示し得る。このようなタッチパネルの需要が高まると、大衆がだんだんとこれらパネル上の微生物の存在、及び汚染された表面との接触により生じ得る結果に気づき、それを気にするようになっていく。

10

【 0 0 0 5 】

微生物汚染に加え、時として使用される厳しい環境では、タッチパネルは硬貨、瓶、及びガラスによるスクラッチを受け、また浮遊片や更には破壊行為を受ける厳しい屋外要素に曝される。スクラッチの深刻度により、ディスプレイの機能に大きく影響する場合がある。表面のスクラッチは製品外観に影響し、好ましくないように機能する。これは、フィルターや誘電体コーティングなど特定の機能の提供を意図する単一層又は複数層でディスプレイ表面をコーティングする、光学及びディスプレイ業界では特に当てはまる。具体的には、コンピュータタッチスクリーンパネルは特に傷つきやすい。

20

【 0 0 0 6 】

前述した懸念は、コンピュータタッチパネル上の、微生物による増大する有害効果、及びこれらのタッチセンシティブパネル上に配置され得る微生物を制御する必要性を示している。環境制御を用いることは、微生物の阻止にわずかな有効性を有し、これは一部には、様々な微生物が生き延びることができる非常に多様な環境的条件が存在し、また一部には、細菌増殖を最小限にするのに十分低い水分レベルを実際に維持することが困難であることによる。

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 7 】

微生物による物品のコロニー形成を予防する平易な手段、及び / 又は例えばタッチパネルなどの表面に存在するようになる生存微生物数を低減する手段に対するニーズがある。

30

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 8 】

ユーザーが意図的に触れる表面の上の生存可能な微生物の数を制御する一般的な必要性に鑑みて、本開示は、いくつかの実施形態では、表面（例えばタッチセンシティブ表面）に結合されるコーティングを形成するのに使用できる方法及び抗微生物組成物を提供する。抗微生物コーティングは、これが適用される物品の他の所望の特性（例えば、接着特性、耐スクラッチ特性、帯電防止特性）を付与する化学成分を含んでもよい。いくつかの実施形態では、抗微生物コーティングの構成部分は、その光透過特性によって選択してよい。

40

【 0 0 0 9 】

したがって、一態様では、本開示は、コーティングされた物品の製造方法を提供する。この方法は、ケイ酸質基材を熱処理する工程と、ケイ酸質基材を、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシランを含む第 1 の組成物と接触させる工程と、を含んでよい。ケイ酸質基材を熱処理する工程は、ケイ酸質基材を十分な時間及び十分な温度で加熱し、揮発性表面不純物を除去する工程を含んでよい。ケイ酸質基材を第 1 の組成物と接触させる工程は、ガラス基材の熱処理工程後に、ケイ酸質基材を第 1 の組成物と 4 時間以下接触させる工程を含んでよい。

【 0 0 1 0 】

本方法の任意の実施形態では、第 1 の組成物は接着促進試薬を更に含んでよい。任意の

50

上記実施形態では、第 1 の組成物は触媒を更に含んでよい。任意の上記実施形態では、第 1 の組成物は水を更に含んでよい。任意の実施形態では、水は酸性化水を更に含んでよい。

【0011】

任意の上記実施形態では、第四級アンモニウム化合物は、N, N - ジメチル - N - (3 - (トリメトキシシリル) プロピル) - 1 - オクタデカンアミニウムクロライドを含んでよい。任意の上記実施形態では、オルガノシラン化合物は 3 - クロロプロピルトリメトキシシランを含んでよい。

【0012】

任意の上記実施形態では、第 1 の組成物は、第 1 の第四級アンモニウム構成部分を含む第 1 のペンダント基と、非極性構成部分を含む第 2 のペンダント基と、第 1 のオルガノシラン構成部分を含む第 3 のペンダント基と、を含む、複数のペンダント基を有する抗微生物ポリマーを更に含んでよい。

10

【0013】

任意の上記実施形態では、本方法は、第 1 の組成物をケイ酸質基材に接触させる工程に先立ち、溶媒中に接着促進試薬を含有する第 2 の組成物を、接着促進試薬とケイ酸質基材との間に共有結合を形成するのに適した条件下で、ケイ酸質基材と接触させる工程を更に含んでよい。

【0014】

別の態様では、本開示は物品を提供する。物品は、表面と、表面の上にコーティングされた第 1 の層と、第 1 の層の上にコーティングされた第 2 の層と、を含むケイ酸質基材を備えてよい。第 1 の層は接着促進試薬を含み、第 2 の層は第四級アンモニウム化合物及びオルガノシランを含んでよい。物品の任意の実施形態では、第 1 の層又は第 2 の層は触媒を更に含んでよい。本物品の上記任意の実施形態において、接着促進試薬は、3 - トリエトキシシリル - N - (1, 3 - ジメチル - ブチリデン) プロピルアミン、N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、並びに 3 - [2 - (2 - アミノエチルアミノ) エチルアミノ] プロピル - トリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - (2 - アミノエチル) アミノプロピルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、ビス - (- トリエトキシシリルプロピル) アミン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリブトキシシラン、6 - (アミノヘキシルアミノプロピル) トリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリエトキシシラン、p - (2 - アミノエチル) フェニルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリス(メトキシエトキシエトキシ) シラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、テトラエトキシシラン及びそのオリゴマー類、メチルトリエトキシシラン及びそのオリゴマー類、オリゴマーアミノシラン、6, 3 - (N - メチルアミノ) プロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル(aminoethyl)) - 3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3 - アミノプロピルジメチルメトキシシラン、並びに 3 - アミノプロピルジメチルエトキシシランからなる群から選択することができる。

20

30

40

【0015】

用語「好ましい」及び「好ましくは」は、特定の状況下で、特定の利点をもたらし得る本発明の実施形態を指す。しかしながら、同じ又は他の状況下においては他の実施形態が好ましい場合もある。更に、1 つ以上の好ましい実施形態の引用は、他の実施形態が有用ではないという意味を含むものではなく、他の実施形態を本発明の範囲から除外することを意図しない。

50

【 0 0 1 6 】

本明細書で使用するところの「a」、「an」、「the」、「少なくとも1つの」及び「1以上の」は、互換可能に使用される。したがって、例えば、「a」ケイ酸質基材を含む物品は、その物品が「1つ以上の」ケイ酸質基材を含み得ることを意味するものと解釈され得る。

【 0 0 1 7 】

用語「及び/又は」は、1つ若しくは全ての列挙した要素、又は2つ以上の列挙した要素のいずれかの組み合わせを意味する。

【 0 0 1 8 】

また、本明細書における端点による数の範囲の記載には、その範囲に含まれる全ての数が含まれる（例えば、1～5には、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5、などが含まれる）。

【 0 0 1 9 】

上記の本発明の概要は、開示される本発明の実施形態のそれぞれ又は全ての実施の態様を説明することを目的としたものではない。以下の説明は、実例となる実施形態をより詳細に例示するものである。本明細書にわたっていくつかの箇所で、実施例の一覧を通してガイダンスを提供するが、実施例は様々な組合せにおいて使用できる。それぞれの場合において記載される一覧はあくまで代表的な群として与えられるものであって、排他的な羅列として解釈されるべきものではない。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 0 】

本発明は、以下に列挙される図面を参照して更に説明され、類似構造は、いくつかの図にわたって、類似番号によって参照される。

【 図 1 a 】本開示による、容量性の層を有する抗微生物タッチスクリーン物品の実施形態の上部斜視図。

【 図 1 b 】本開示による、容量性の層を有さない抗微生物タッチスクリーン物品の実施形態の上部斜視図。

【 図 2 】本開示による抗微生物タッチスクリーン物品の別の実施形態の上部斜視図。

【 図 3 】本開示による抗微生物タッチスクリーン物品の別の実施形態の上部斜視図。

【 図 4 】本開示によるコーティング物品の作製方法の一実施形態のブロック図。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 2 1 】

複数の異なるペンダント基を含有し得る高分子材料が提供される。高分子材料及び高分子材料を含有する組成物の製造方法もまた提供される。加えて、高分子材料を含有するコーティングを有する物品が提供される。コーティング中のかかる高分子材料は、多くの場合、架橋されている。コーティングは、抗微生物性、耐スクラッチ性、又はこれらの両方であってもよい。

【 0 0 2 2 】

本発明の実施形態を詳細に説明する前に、本発明はその応用において、下記の説明文に記載されるか又は付属の図面に示される構成の細部及び要素の配置に限定されないものである点は理解されるべきである。本発明には他の実施形態が可能であり、本発明は様々な方法で実施又は実行することが可能である。また、本明細書で使用する語法及び専門用語は、説明を目的としたものであり、発明を限定するものとして見なされるべきでない点は理解されるべきである。本明細書における、「including（含む、有する）」、「comprising（備える、有する、含む）」、「containing（含有する、含む）」、又は「having（有する）」及びこれらの変形の使用は、その後に列記される要素及びその均等物、並びに更なる要素を包含するものとする。特に特定又は限定されない限り、「支持された」及び「結合された」なる用語並びにその変形は広義の意味で用いられ、直接的及び間接的な支持及び結合の両方を包含するものである。他の実施形態が利用されてもよく、また構造的又は論理的な変更が、本開示の範囲から逸脱するこ

10

20

30

40

50

となくなされ得ることを理解されたい。更に、「前方」、「後方」、「上」、「下」といった用語は、各要素の互いに対する関係を説明するためにのみ用いられるものであり、装置の特定の向きを説明すること、装置に必要とされる若しくは求められる向きを指示又は示唆すること、又は本明細書に記載される発明が、使用時にどのように使用、装着、表示、又は配置されるかを特定することを目的とするものでは決していない。

【0023】

用語「抗菌性」は、微生物を殺菌する、又は微生物の成長を阻害する材料を指す。

【0024】

用語「シラン」は、ケイ素原子に結合した4つの基を有する化合物を指す。すなわち、シランはケイ素含有基を有する。

10

【0025】

用語「アルコキシシリル」は、ケイ素原子と直接結合したアルコキシ基を有する、ケイ素含有基を指す。例えばアルコキシシリルは、式 - Si (OR) (Rx)₂ であってよく、式中、R はアルキルであり、各 Rx は独立してヒドロキシ、アルコキシ、アルキル、ペルフルオロアルキル、アリール、アラルキルであり、又はシリコーンの一部である。

【0026】

用語「エステル等価物」は、熱的及び/又は触媒的に R'OH で置換可能なシランアミド類 (RNR'Si)、シランアルカノエート類 (RC(O)OSi)、Si-O-Si、SiN(R)-Si、SiSR 及び RC ONR'Si 等の基を意味する。R 及び R' は独立して選択され、これらとして水素、アルキル、アリールアルキル、アルケニル、アルキニル、シクロアルキル、並びにアルコキシアルキル、アミノアルキル、及びアルキルアミノアルキルなどの置換類縁体を挙げることができる。R' は R 及び R' と同じであってよいが、H であってはならない。

20

【0027】

用語「ヒドロキシルシリル」は、ケイ素原子と直接結合したヒドロキシル基を有する、ケイ素含有基を指す。例えばヒドロキシルシリルは、式 - Si (OH) (Rx)₂ であってよく、式中、Rx はアルキル、ペルフルオロアルキル、アリール、アラルキル、アルコキシ、ヒドロキシルであり、又はシリコーンの一部である。ヒドロキシシリル基を有する化合物は、多くの場合、「シラノール」と呼ばれる。シラノールはシランのサブセットである。

30

【0028】

用語「シリコーン」は、ケイ素 - 酸素 - ケイ素連結基を含有する部分を指す。任意の他の適した基がケイ素原子に結合し得る。このような連結は、第1シラン（例えば、第1アルコキシシリル基又は第1ヒドロキシシリル基などの、第1ケイ素含有基）と第2シラン（例えば、第2アルコキシシリル基又は第2ヒドロキシシリル基などの、第2ケイ素含有基）との反応からもたらされ得る。いくつかの実施形態では、シリコーンは「シリコーンネットワーク」の一部分である。シリコーンネットワークは、第1シラン（すなわち、第1ケイ素含有基）が、第2シラン（例えば、第2ケイ素含有基）と、第3シラン（例えば、第3アルコキシシリル基又は第3ヒドロキシシリル基などの第3ケイ素含有基）とで反応して、あるいは第1シラン（例えば、第1ケイ素含有基）が、第2シラン（例えば、第2ケイ素含有基）と、第3シラン（例えば、第3ケイ素含有基）と、第4シラン（例えば、第4アルコキシシリル基又は第4ヒドロキシシリル基などの第4ケイ素含有基）とで反応して得られる。

40

【0029】

本明細書で使用するとき、表現「複数のペンダント基を有する高分子材料」、「多数のペンダント基を有する高分子材料」、「抗微生物ポリマー」、又は類似の表現は、少なくとも3つの異なるタイプのペンダント基を有する高分子材料を指すために互換的に使用される。多数のペンダント基は、(1) 第4級アミノ基を含む第1のペンダント基、(2) 非極性基を含む第2のペンダント基、及び(3) オルガノシラン基を有する第3のペンダント基を含む。多数のペンダント基を有する高分子材料は、多数のオルガノシラン基の縮

50

合反応により架橋することができる。更に、高分子材料は、シラノール基、又は好ましくは複数のシラノール基を含む表面に共有結合することができる。高分子材料の例は、米国特許仮出願番号 6 1 / 3 4 8 0 4 4 号に見出すことができる。

【0030】

本開示は、一般に、抗微生物コーティングを備えた物品と、前記抗微生物コーティングを備えた物品の作製方法とに関する。物品は、ケイ酸質基材（例えば、ガラス又はガラスコーティングした材料）を更に含む。いくつかの実施形態において、基材は、タッチセンシティブ基材（例えば、コンピュータディスプレイタッチパネル）を含む。タッチセンシティブ基材は、活性部分を含んでもよい。基材の活性部分は、（例えば、指、スタイラス等が）触れるように構成された表面を含む。「活性部分」は、本明細書では最も広い意味で使用され、触刺激を電気信号に変換できる基材の領域を指す。「活性部分」を有する基材を含む装置の非限定的な例としては、タッチスクリーン（例えば、コンピュータタッチスクリーン、携帯情報端末タッチスクリーン、電話タッチスクリーン、カードリーダータッチスクリーン、カジノゲーミング装置、タッチイネーブル型の工業機器制御装置、タッチイネーブル型の自動車付属品制御装置等）が挙げられる。例示的なタッチスクリーンは、米国特許第 6, 5 0 4, 5 8 2 号、同第 6, 5 0 4, 5 8 3 号、同第 7, 1 5 7, 6 4 9 号、及び米国特許出願公開第 2 0 0 5 / 0 2 5 9 3 7 8 号に開示されている。

10

【0031】

図面を参照して、図 1 a は、本開示による抗微生物タッチセンサ 1 1 0 の一実施形態を示す。タッチセンサ 1 1 0 は、例えば、3 M Touch Systems (Methuen, Massachusetts) から入手可能な「表面容量性」コンピュータタッチパネル等のタッチセンシティブパネルであってもよく、パネルは、数個の異なる層から構成されている。タッチセンサ 1 1 0 は、抗微生物タッチパネル 1 1 2 を特徴とする。

20

【0032】

タッチパネル 1 1 2 は、電氣的に絶縁された基材 1 1 4 を含む。絶縁基材 1 1 4 は、例えばガラス、プラスチック又は他の透明媒体から構成されてもよい。タッチパネル 1 1 2 は、絶縁基材 1 1 4 上のタッチセンシティブ活性部分 1 1 5 を更に含む。活性部分 1 1 5 は、基材 1 1 4 上に直接蒸着された、透明な導電層 1 1 6 を含む。導電層 1 1 6 は、例えば、20 ~ 60 ナノメートルの厚さを有する酸化スズ層であってもよく、スパッタリング、真空蒸着、及び当該技術分野にて既知の他の技術により蒸着されてもよい。層の厚さは、図 1 a では単に例示目的により誇張され、原寸に比例した層を表すことを意図するものではない。導電層 1 1 6 は、導電高分子材料、又は導電有機 - 無機複合材料も含み得る。

30

【0033】

導電パターン（図示せず）は、導電層 1 1 6 (116) の周辺の周りに配置されて、層 1 1 6 全体に均一の電界を提供し、パネル 1 1 2 と指又はスタイラス (stylus) との間の接触点を確立してもよい。

【0034】

活性部分 1 1 5 は、導電層 1 1 6 上に堆積されて、導電層 1 1 6 を保護する耐摩耗性を提供する保護層 1 1 8 も含み得る。保護層 1 1 8 は、メチルトリエトキシシラン、オルトケイ酸テトラエチル、イソプロパノール及び水を含有する組成物（例えば、溶液）を物品に適用することにより形成されたオルガノシロキサン層であってもよい。加えて、又は代替的に、保護層は、ハードコート材料（例えば、米国特許第 7, 2 9 4, 4 0 5 号の実施例 1 に記載されている耐グレア性ハードコート）を含んでもよい。

40

【0035】

第 2 の導電層 1 2 0 は、ディスプレイユニット（図示せず）の電気回路から生じ得るノイズからタッチセンサ 1 1 0 を遮蔽するよう提供されてもよく、ディスプレイユニットにディスプレイ 1 1 0 が取り付けられてもよく、またディスプレイユニットは、導電層 1 1 6 を参照して論じた方法と同様の方法で蒸着された酸化スズ層を同様に含んでもよい。しかしながら、タッチセンサ 1 1 0 が導電層を有さずとも機能できるため、導電層 1 2 0 は、本発明を必ずしも限定するものではない。

50

【 0 0 3 6 】

本開示による抗微生物層 1 2 2 は、通常、保護層 1 1 8 上において活性部分 1 1 5 に結合され、又は保護層 1 1 8 が存在しない場合、導電層 1 1 6 にさえも直接結合され、又はタッチセンサ 1 1 0 に接触する物体のエネルギー散逸を低減する追加の層（図示せず）が存在する場合、最外部層に結合される。本明細書で使用するとき、「抗微生物層」は、共有結合（例えば $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 結合）、イオン結合、水素結合、及び／又は疎水性相互作用を介して基材に結合される（接着される）抗微生物化合物（例えば第四級アンモニウム化合物）を含むコーティングされた層を指す。更に、抗微生物層は、共有結合（covalent bond）、イオン結合を介して、及び／又は疎水性相互作用により互いに結合される 2 つ以上の抗微生物性化合物を含んでよい。結合化合物は、共有結合（例えば $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 結合）、イオン結合、及び／又は疎水性相互作用を介して基材に結合されてよい。所望により、抗微生物層は、共有結合（例えば $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 結合）、イオン結合、及び／又は疎水性相互作用を介して、基材及び／又は第四級アンモニウム化合物に結合されるオルガノシラン化合物を更に含んでよい。

10

【 0 0 3 7 】

有利には、本開示の抗微生物層は、コーティングされた基材に他の所望の特性を更に付与してよい。例えば、層中の第四級アンモニウム化合物のイオン特性により、コーティングされた基材に帯電防止特性を与えることができる。更に、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシラン化合物は、コーティングされた基材に耐スクラッチ特性を与えることができる。

20

【 0 0 3 8 】

この構成において、抗微生物層 1 2 2 は、タッチスクリーンのユーザーに容易な滑り体験を提供して、タッチセンサ 1 1 0 に対する損傷を最小限にし又は防止し、またタッチセンサ 1 1 0 上に置かれた状態となる微生物の生存及び増殖を阻害することができる。

【 0 0 3 9 】

図 1 b は、本開示による別の抗微生物タッチセンサ 1 1 0 の一実施形態を示す。タッチセンサ 1 1 0 は、例えば、数個の異なる層から構成される、投影容量性タッチスクリーン内の「投影容量性」コンピュータタッチパネル等のタッチセンシティブパネルであってもよい。タッチセンサ 1 1 0 は、抗微生物タッチパネル 1 1 2 を特徴とする。

【 0 0 4 0 】

タッチパネル 1 1 2 は、電氣的に絶縁された基材 1 1 4 を含む。絶縁基材 1 1 4 は、例えばガラス、プラスチック又は他の透明媒体から構成されてもよい。

30

【 0 0 4 1 】

導電層 1 2 4 は、基材 1 1 4 の真下に配置されて、パネル 1 1 2 と指又はスタイラス（stylus）との間の接点確立してもよい。いくつかの実施形態（図示せず）では、導電層 1 2 4 は、導電層 1 2 4 の間に誘電体層が配置された複数の導電層（例えば、電極のレイ）であってもよい。この構成を有するタッチセンサは、米国特許出願第 1 2 / 6 5 2 , 3 4 3 号に開示されている。

【 0 0 4 2 】

タッチパネル 1 1 2 は、絶縁基材 1 1 4 上に堆積されて、耐摩耗性を提供して絶縁基材 1 1 4 を保護する保護層 1 1 8 も含み得る。保護層 1 1 8 は、メチルトリエトキシシラン、オルトケイ酸テトラエチル、イソプロパノール及び水を含む組成物（例えば、溶液）を物品に適用することにより形成されたオルガノシロキサン層であってもよい。加えて、又は代替的に、保護層は、ハードコート材料（例えば、米国特許第 7 , 2 9 4 , 4 0 5 号の実施例 1 に記載されている耐グレア性ハードコート）を含んでもよい。

40

【 0 0 4 3 】

本開示による抗微生物層 1 2 2 は、保護層 1 1 8 に結合され、又は保護層 1 1 8 が存在しない場合、絶縁基材 1 1 4 にさえも直接結合され、又はタッチセンサ 1 1 0 に接触する物体のエネルギー散逸を低減するための追加の層（図示せず）が存在する場合、最外部層に結合される。この構成において、抗微生物層 1 2 2 は、タッチスクリーンのユーザーに

50

容易な滑り体験を提供して、タッチセンサ 110 に対する損傷を最小限にし又は防止し、また、タッチセンサ 110 上に置かれた状態となる微生物の生存及び増殖を阻害することができる。

【0044】

図 2 は、タッチセンサ 210 の別の実施形態を示す。タッチセンサ 210 は、例えば、Elo Touch Systems (Freemont, Calif.) から入手可能な抵抗性コンピュータタッチパネル 212 を含んでもよく、抵抗性コンピュータタッチパネル 212 は、図 1a と同様に、絶縁基材 214 及び導電層 216 を含む。保護層 218 は、導電層 216 と保護層 218 との間に挟まれた変形可能な導電層 224 を保護及び支持するハードコーティングを含んでもよい。適したハードコーティングの非限定例としては、米国特許第 7,294,405 号の実施例 1 に記載されている耐グレア性ハードコートが挙げられる。タッチセンサ 210 が指又はスタイラスにより接触されると、変形可能な導電層 224 が圧縮され、導電層 216 と接触して接触の位置を指示する。抗微生物層 222 は、保護層 218 に適用される。

10

【0045】

図 3 は、矩形タッチプレート 370 と、角部に位置し、タッチプレートに結合されている振動センサ 360、362、364、及び 366 と、を含む、振動 - 感知タッチセンサ 350 の一実施形態を示す。例えば、電子ディスプレイの表面を覆ってシステムと一体化された際、タッチセンサ 350 の縁部 375 はベゼルにより覆われて、ユーザーに露出される、意図されるタッチ範囲 380 を残留させてもよい。破線 390 を使用して、縁範囲 375 と意図されるタッチ範囲 380 との間の区別を示す。破線 390 は恣意的な指示物であり、必ずしも破線 390 が記した範囲の外部のタッチが検出できないことを示すものではない。反対に、破線 390 は単に、タッチ入力が意図され又は生じると予想される範囲を記し、範囲は、タッチプレート全体又はタッチプレートのある一部分又は多数の部分を含み得る。本書類において、意図されるタッチ範囲を指定するために破線を使用する場合、それらはこの様式で使用される。本開示の抗微生物層（図示せず）は、振動 - 感知タッチセンサ 350 のタッチ範囲 380 の表面に直接又は間接的に適用され得る。間接的な適用の例は、ポリマーフィルムの片面に抗微生物層を適用し、フィルムの他方の面に感圧接着剤を適用し、その後、フィルムの接着剤面を振動 - 感知タッチセンサのタッチ範囲に適用することを含む。

20

30

【0046】

タッチプレートは図 3 にて矩形で示されているが、タッチプレートは任意の恣意的な形状であってもよい。タッチプレートは、タッチプレートに対するタッチ入力により生じ又は変更され得、振動センサにより感知できる振動を伝搬することが可能な、ガラス、アクリル樹脂、ポリカーボネート、金属、木、又は任意の他の材料であってもよい。タッチプレート上の 2 次元における位置を検出するために、少なくとも 3 つの振動センサを使用してもよく、センサは、一般にタッチプレートの周辺部に位置しているが、他の位置を使用してもよい。利便性、剰余、又は他の理由により、例えば図 3 に示す矩形タッチプレートの各角部に 1 つずつ、少なくとも 4 つの振動センサを使用することが望ましい場合がある。振動センサは、タッチにより生じ又は作用するタッチプレート内の振動、例えば屈曲波振動を検出することが可能な任意のセンサであってもよい。

40

【0047】

圧電材料は、例示的な振動センサを提供することができる。振動センサは、接着剤、はんだ、又は他の適した材料を使用することにより、タッチプレートに機械的に結合することができる。導電トレース又はワイヤ（図示せず）を振動センサのそれぞれに接続して、コントローラ電子機器（図示せず）と通信させてもよい。例示的な振動 - 感応タッチセンサ、それらの作動、それらの構成要素、及びそれらのセンサ上での配置は、同一譲渡人の米国特許出願公開第 2004/0233174 号及び同第 2005/0134574 号に開示されている。

【0048】

50

抗微生物コーティング：

本開示は、ケイ酸質基材上の抗微生物コーティングを提供する。抗微生物コーティングは、適した溶媒（例えば有機溶媒）中で、2つ以上の化学基を含み、コーティング中で各基が1つ以上の機能（例えば、抗菌活性、ケイ酸質基材への結合性、耐スクラッチ性、他の化合物への結合性、及び/又は存在する場合、ポリマー構成要素への結合性）を果たす化合物を反応させることにより形成される。

【0049】

抗菌活性は、例えば、JIS-Z 2801 (Japanese Industrial Standards; Japanese Standards Association (Tokyo, Japan)) などの標準化された抗菌力耐性検査法を用いて試験できる。コーティングは、耐スクラッチ特性を更に有してよい。本開示のコーティングの耐スクラッチ特性は、ASTM試験法D 7027、26676を用いて試験できる。

10

【0050】

本開示のコーティング組成物は、例えば、化合物及び所望により高分子構成部分を可溶化 (solublize) 又は分散化する任意の適した溶媒（例えば、イソプロピルアルコールなどの有機溶媒）を含む第1の組成物として調製される。適した溶媒は、200 以下の沸点を有し、溶媒特性を実質的に劣化させることなく少量の (<10%、w/w) 酸性化水と混合してもよい。酸性化水を溶媒に加えると、シラン基の完全な加水分解を促進し、第1の組成物及び/又は基材中のシラン処理化構成部分（例えば、シラン処理化第四級アンモニウム化合物、オルガノシラン化合物、シラン処理化抗微生物ポリマー）間の -Si-O-Si- 結合の形成が最適化される。これにより、基材上の抗菌剤コーティングの耐久性が改善される結果になる。好ましくは、溶媒の引火点は100 以下である。適した有機溶媒の非限定例として、アルコール（例えば、イソプロピルアルコール、メタノール）、MEK、アセトン、DMF、DMAC（ジメチルアセトアミド）、エチルアセテート、THFなどが挙げられる。抗微生物コーティングの構成部分を溶媒と混合し、本明細書に記載する任意の適した基材をコーティングする。

20

【0051】

接着促進試薬：

本開示による抗微生物コーティングの作製方法の任意の実施形態において、プロセスに1つ以上の接着促進試薬を使用してもよい。任意の実施形態において、接着促進試薬は、抗微生物構成部分（例えば、第四級アンモニウムシラン化合物）と共に、本明細書に記載する第1の組成物に加えてよい。適した接着促進試薬としては、反応してSi-O-Si結合と脱離基（例えば、アルコキシ基）とを形成できるシラン基を有するオルガノシラン化合物を含む。

30

【0052】

接着促進試薬は、別のオルガノシラン化合物（例えば未反応第四級アンモニウムシラン化合物）、オルガノシラン含有抗微生物ポリマー、及び/又はケイ酸質基材（例えばガラス）とSi-O-Si結合を形成することができる。有利には、接着促進試薬は、抗微生物構成部分の接着性の改善を促進する。更に、接着促進試薬は、抗微生物化合物（及び存在する場合、抗微生物ポリマー）と基材との間の共有結合数を増やすことにより、抗微生物コーティングの耐久性の改善を促進する。

40

【0053】

適した接着促進試薬の非限定的な例としては、N-2（アミノエチル）-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-2-（アミノエチル）-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-2-（アミノエチル）-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-トリエトキシシリル-N-（1,3-ジメチル-ブチリデン）プロピルアミン及びN-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシランが挙げられる。本開示に鑑みれば、他の適した接着促進試薬が当業者に明らかとなるであろう。

【0054】

50

他の適した接着促進試薬は、米国特許公開第US 2008/0064825号に開示されている。例えば、アミノ-置換オルガノシランエステル類(例えば、アルコキシシラン類)は、好ましい接着促進試薬である。本開示の抗菌性物品は、アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物と、そのシランエステル又はエステル等価物との組み合わせで反応性のある複数の極性官能基を有する抗菌性ポリマーと、を反応させることにより作製できる。アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、少なくとも1つのエステル又はエステル等価基、好ましくは2つ、又はより好ましくは3つの基をケイ素原子上に有する。エステル等価物は、当業者には周知であり、シランアミド($RNR'Si$)、シランアルカノエート($RC(O)OSi$)、 $Si-O-Si$ 、 $SiN(R)-Si$ 、 $SiSR$ 及び $RCONR'Si$ などの化合物が挙げられる。これらエステル等価物はまた、例えばエチレングリコール、エタノールアミン、エチレンジアミン及びこれらのアミドから誘導されたものなどの環式化合物であってもよい。R及びR'は、本明細書の定義「エステル等価物」と定義される。

【0055】

3-アミノプロピルアルコキシシランは、加熱により環化することが周知であり、これら $RNHSi$ 化合物は本発明で有用であろう。好ましくは、アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、境界面における結合を妨げ得る脱離残基がないように、エステル基、例えばメタノールとして容易に揮発するメトキシを有する。アミノ置換オルガノシランは少なくとも1つのエステル等価物を有さなくてはならず、例えば、トリアルコキシシランであってよい。

【0056】

例えば、アミノ置換オルガノシランは、式： $ZNH-L-SiX'X''X'''$ (式中、Zは水素、アルキル、又はアミノ置換アルキルを含む置換アルキルであり、Lは二価の直鎖 $C1\sim12$ アルキレンであり、又は $C3\sim8$ シクロアルキレン、 $3\sim8$ 員環のヘテロシクロアルキレン、 $C2\sim12$ アルケニレン、 $C4\sim8$ シクロアルケニレン、 $3\sim8$ 員環のヘテロシクロアルケニレン若しくはヘテロアリーレン単位を含んでよい)を有してよい。Lは、1つ以上の二価の芳香族基又はヘテロ原子基で割り込みされてよい。芳香族基は複素環式芳香族を含んでよい。ヘテロ原子は好ましくは窒素、イオウ又は酸素である。Lは、 $C1\sim4$ アルキル、 $C2\sim4$ アルケニル、 $C2\sim4$ アルキニル、 $C1\sim4$ アルコキシ、アミノ、 $C3\sim6$ シクロアルキル、 $3\sim6$ 員環のヘテロシクロアルキル、単環式アリール、 $5\sim6$ 員環のヘテロアリール、 $C1\sim4$ アルキルカルボニルオキシ、 $C1\sim4$ アルキルオキシカルボニル、 $C1\sim4$ アルキルカルボニル、ホルミル、 $C1\sim4$ アルキルカルボニルアミノ、又は $C1\sim4$ アミノカルボニルで所望により置換される。Lは、場合により、 $-O-$ 、

$-S-$ 、 $-N(Rc)-$ 、 $-N(Rc)-C(O)-$ 、 $-N(Rc)-C(O)-N(Rd)-$ 、 $-O-C(O)-$ 、 $-O-C(O)-N(Rc)-$ 、 $-N(Rc)-C(O)-N(Rd)-$ 、 $-O-C(O)-$ 、 $-C(O)-O-$ 、又は $-O-C(O)-O-$ により更に中断される。Rc及びRdのそれぞれは、独立して、水素、アルキル、アルケニル、アルキニル、アルコキシアルキル、アミノアルキル(第1級、第2級又は第3級)、又はハロアルキルであり； X' 、 X'' 及び X''' のそれぞれは、 $C1\sim18$ アルキル、ハロゲン、 $C1\sim8$ アルコキシ、 $C1\sim8$ アルキルカルボニルオキシ又はアミノ基であるが、但し X' 、 X'' 及び X''' のうちの少なくとも1つは、不安定基であるものとする。更に、 X' 、 X'' 及び X''' の任意の2つ、又は全ては共有結合により結合されてよい。アミノ基はアルキルアミノ基であってよい。アミノ置換オルガノシランの例として、3-アミノプロピルトリメトキシシラン(SILQUEST A-1110)、3-アミノプロピルトリエトキシシラン(SILQUEST A-1100)、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン(SILQUEST A-1120)、SILQUEST A-1130、(アミノエチルアミノメチル)フェネチルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル)フェネチルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン(SILQUEST A-2120)、ビス-(

10

20

30

40

50

トリエトキシシリルプロピル)アミン(SILQUEST A-1170)、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリブトキシシラン、6-(アミノヘキシルアミノプロピル)トリメトキシシラン、4-アミノブチルトリメトキシシラン、4-アミノブチルトリエトキシシラン、p-(2-アミノエチル)フェニルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリス(メトキシエトキシエトキシ)シラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、DYNASYLAN 1146などのオリゴマーアミノシラン、3-(N-メチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3-アミノプロピルジメチルエトキシシランが挙げられる。

10

【0057】

追加の「前駆体」化合物、例えばビス-シリル尿素 $[R O)_3 S i (C H_2) N R]_2$ C=Oも、まず熱的に解離することによりアミンを遊離するアミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物の例である。アミノシランの量は、官能性ポリマーに対して0.01重量%~10重量%、好ましくは0.03重量%~3重量%、及びより好ましくは0.1重量%~1重量%である。

20

【0058】

いくつかの実施形態では、接着促進試薬は、本明細書に開示するように、第四級アンモニウム化合物、及び任意にオルガノシラン化合物を含むコーティング混合物に添加され、本明細書に記載するように、Si-O-Si結合の形成を促進する条件下で、基材(例えば、ガラス基材)と接触させてもよい。コーティング混合物を本明細書に記載されるような適した基材と接触させ得る。結果的に、接着促進試薬中のシラン基が、任意のシラン処理化合物を別のシラン処理化合物(任意に高分子構造の構成要素であってよい)又は基材に結合できる。

【0059】

いくつかの実施形態において、接着促進試薬は、第1の第4級アンモニウム構成部分を含む第1のペンダント基、非極性構成部分を含む第2のペンダント基、続いてオルガノシラン又は有機シランエステル構成部分を含む第3のペンダント基を含む複数のペンダント基を有するポリマーを含むコーティング混合物に添加されてもよい。本明細書に記載するようなSi-O-Si結合の形成を促進する条件下で、コーティング混合物を適した基材と接触させてよい。

30

【0060】

代替的な実施形態では、1つ以上の接着促進試薬を有機溶媒に溶解し、本明細書に記載するように適した第1の基材(例えばガラス)上にコーティングして第1のコーティングを形成してよい。蒸発による溶媒の除去後、第1の基材は、基材上にコーティングされた接着促進試薬の層(すなわち、「プライマー層」又は「接着促進」層)を更に含む。続いて、有機溶媒中に本開示の任意の抗微生物コーティング組成物を含む組成物(例えば溶液)を、第1の基材のプライマー層の上にコーティングできる。蒸発による溶媒の除去後、第1の基材は、今回は2つの層、「プライマー層」及び抗微生物ポリマー層を含む。ここで2つのコーティングされた層を含む第1の基材を加熱(例えば、約120℃に約3分間~約15分間)してSi-O-Si結合の形成を促進し、これによりコーティング混合物のシラン処理化構成部分を第1の基材に共有結合できる。代替的な実施形態では、第1の組成物をコーティングされた第1の基材と接触させる工程に先立ち、Si-O-Si結合の形成を促進する条件下で接着促進試薬を含むプライマー層を加熱してよい。

40

【0061】

触媒:

本開示による抗菌剤コーティングの製造方法の任意の実施形態では、1つ以上の触媒を

50

プロセス中で用いてよい。適した触媒として、Si-O-Si結合の形成を促進する任意の化合物が挙げられる。適した触媒の非限定的な例には、酸（例えば、有機酸）、塩基（例えば、有機塩基）、スズオクトエート及び1,8-ジアザビシクロウンデセン（DBU）が挙げられる。任意の実施形態において、触媒は、抗微生物構成部分、及び存在する場合、接着促進試薬と共に、本明細書に記載した第1の組成物に加えられてもよい。

【0062】

使用時、触媒は、本明細書に記載した第1の組成物、第2の組成物、第1の混合物及び/又は第2の混合物中に溶解されてもよい。典型的には、任意のコーティング組成物中の触媒の最終濃度は比較的低い（例えば、約0.04重量パーセント）。当業者は、触媒の濃度は、架橋反応を触媒するのに十分高い一方で、コーティングの光学特性（例えば、色）に対する実質的な妨害、及び/又はコーティング混合物の有効期間に対する妨害を避ける必要があることを認識するであろう。

10

【0063】

基材及び物品：

本開示の抗微生物層を様々なケイ酸質基材に適用できる。有用な基材として、例えば、ガラス、ガラスコーティング、及びケイ酸塩含有セラミック材料などのケイ酸塩含有材料が挙げられる。

【0064】

基材を用いて、様々な有用な物品（例えば、物品の部品、一部、又は全体として）を製造できる。物品は、日常的な使用中、微生物学的に汚染された品目により故意に又は偶然に接触され得る多様な表面を備えている。物品は、例えば、電子ディスプレイ（例えば、コンピュータタッチスクリーン）を備える。適した物品は、食品加工環境（例えば、食品加工室、装置、調理台）及び医療環境（例えば、患者ケア室、作業台）で見ることができる。

20

【0065】

抗菌剤コーティングされた物品の調製方法：

本開示は、本開示の抗微生物コーティング組成物を基材上にコーティングする方法を提供する。少なくとも1つの抗微生物構成部分を有機溶媒中に含む溶液（すなわち、反応混合物）を基材と接触させてよい。溶媒を蒸発させ、耐久性抗微生物コーティングを基材上に残してよい。いくつかの実施形態では、接触工程の前及び/又はその間に基材を加熱し、溶媒の蒸発を早めることができる。好ましくは、抗微生物層、又は抗微生物コーティング組成物がコーティングされている基材の構成要素の機能（例えば、抗菌活性、耐スクラッチ性）を低下させない温度まで基材を加熱する。ポリマー組成物をガラス基材（substrate）上で接触させるのに適した温度は、室温～約120℃である。温度を高くすると、ポリマー組成物からの有機溶媒の除去が早まることは、当業者により認識されるであろう。

30

【0066】

いくつかの実施形態では、希釈溶液を使用して抗微生物コーティング組成物を基材上にコーティングするのに先立って、抗微生物構成部分を有機溶媒で最終濃度1重量%～約20重量%に希釈してよい。いくつかの実施形態では、希釈溶液を使用して抗微生物コーティング組成物を基材上にコーティングするのに先立って、抗微生物構成部分を有機溶媒で最終濃度1重量%～約5重量%に希釈する。ポリマーを希釈するための適した有機溶媒は、150℃を下回る引火点を有し、エーテル、ケトン、エステル及びアルコール、例えば、イソプロピルアルコールが挙げられる。

40

【0067】

再び図を参照して、図4は、本開示によるコーティング物品の調製方法の一実施形態を示す。本方法は、ガラス、つまりケイ酸質表面に適用された抗微生物コーティングに特に高い耐久性をもたらし得る。本方法には、ケイ酸質層を第1の基材に適用する任意工程450が含まれる。第1の基材は、ケイ酸質層が適用され得る、本明細書に記載した任意の適した基材であってもよい。いくつかの実施形態では、第1の基材は、ガラスコーティングされたポリマーフィルム又はダイヤモンド様ガラス材料であってもよい。当業者に既知の

50

方法を用いて、ケイ酸質層を第1の基材に適用してよい。基材にケイ酸質層を適用する非限定例は、米国特許第7,294,405号の実施例1に記載されており、ここではガラス防止ハードコートケイ酸質層をガラス基材に適用している。

【0068】

本方法は、第1の基材を準備する工程452を更に含む。第1の基材は、ガラス層、耐熱性基材（例えば金属）上のガラスコーティング、又はガラス粒子などのケイ酸質材料を含んでよい。例えば、水及び有機残留物（例えば、炭化水素、脂質、油類、有機溶媒）などの揮発性表面不純物の除去に適した十分な時間及び十分な温度で熱処理することにより、第1の基材を調製してよい。当業者は、時間及び温度両方の組み合わせが、基材から揮発性表面不純物を除去するのに適した処理を提供すると認識するであろう。

10

【0069】

基材の準備に適した熱処理として、ケイ酸質基材を約475～約550の温度に曝露することが挙げられる。いくつかの実施形態では、熱処理の持続時間は少なくとも約3分間以上である。いくつかの実施形態では、熱処理の持続時間は約3分間～約10分間である。いくつかの実施形態では、熱処理の持続時間は約6分間～約10分間である。

【0070】

その他適した熱処理として、例えば、ケイ酸質基材を約130の温度に約30分間曝露することが挙げられる。例えば、比較的厚い（例えば約2mm以上）ケイ酸質基材を約475～約550に加熱してよい。具体的には、基材を約100度～約150度で20分間～60分間加熱すると、抗微生物構成部分と基材との間の結合を改善できる。いくつかの実施形態では、抗微生物コーティング組成物を適用する直前に基材を加熱することにより、（例えば、コーティングの耐久性により測定するとき）コーティングと基材との間の結合の改善がもたらされる。この改善された結合は、基材上の抗微生物層の非常に高い耐久性につながり得る。このことは、例えば、本明細書に記載する消しゴム試験を用いて証明することができる。理論に束縛されるものではないが、加熱による基材の前処理により、基材（例えばケイ酸塩含有材料）の表面の上に存在する過剰な水分が除去され、表面シラン基が抗微生物コーティング組成物中のオルガノシラン基と反応する能力が増大すると考えられる。

20

【0071】

理論に束縛されるものではないが、熱処理により、ケイ酸塩含有材料の表面から水及び他の不純物（例えば有機残留物）が除去され、シラン化合物との反応性を高くすると考えられる。

30

【0072】

本方法は、オルガノシラン（例えば抗微生物オルガノシラン）を含み、抗微生物ポリマー（例えば、米国特許仮出願番号61/348,157号に開示される抗微生物ポリマー）、及び液晶シラン（例えばホメオトロピック液晶シラン）を任意に含んでよい第1の組成物を、第1の基材と接触させる工程454を更に含む。適したダイヤモンド様ガラス材料は、米国特許第6,696,157号、同第6,015,597号、及び同第6,795,636号、並びに米国特許公開第US 2008/196664号に記載されている。好ましくは、組成物は、オルガノシラン構成部分として抗微生物性四級アンモニウム基を含む。

40

【0073】

いくつかの実施形態では、溶媒の比較的わずかな部分（例えば3%）を酸性化水で構成する。抗微生物コーティング組成物中の酸性化水により、シラン基間の結合形成を更に促進できる。

【0074】

第1の組成物を、例えば、ワイピング、ブラッシング、ディップコーティング、カーテンコーティング、グラビアコーティング、キスクーティング、スピンコーティング、及び吹き付けなどの当該技術分野において既知の様々なプロセスを用いて基材に適用してよい。

50

【0075】

第1の組成物を基材と接触させる工程は、Si-O-Si結合の形成を促進する条件下で、第1の組成物を接触させる工程を更に含む。当業者は、第1の組成物の溶媒が蒸発する期間中及び期間後、第1の組成物の構成部分が互いの及び/又はケイ酸質基材との反応を開始して、Si-O-Si結合を形成することを理解するであろう。この反応は、周囲温度(約23)で比較的ゆっくりと進行する。基材を加熱することにより、抗微生物コーティング組成物中のシラン基と、第1の基材の表面の上のシラン基との間の架橋共有結合の形成が促進され得る。それ故、所定の好ましい実施形態では、コーティング基材を高温に暴露する、所望による工程456により、Si-O-Si結合の形成が加速され得る。理論に束縛されるものではないが、他の力(例えば、疎水性相互作用、接着力)も、第1の基材に対する抗微生物コーティング組成物の構成部分の結合を促進し得る。

10

【0076】

一般に、第1の基材を第1の組成物と接触させる間に、第1の基材をより高い温度に加熱することにより、溶媒が蒸発するのに必要な時間、及び抗微生物構成部分が第1の基材に結合するのに必要な時間が短縮されるであろう。しかしながら、接触工程は、シロキサン結合が解離する温度を上回る温度で実行する必要がある。例えば、いくつかの実施形態では、接触工程を周囲温度付近(20~25)で約10分間~約24時間実施できる。いくつかの実施形態では、接触工程を約130で約30秒間~約3分間実施できる。

【0077】

接触工程454及び又は加熱工程456の条件は、基材上の抗微生物コーティングの特性に大きく影響し得る。例えば、室温で24時間接触させた(「硬化させた」)抗微生物コーティング組成物は、約130で約3分間硬化させた抗微生物コーティング組成物よりもある程度疎水性が高くなり得る。いくつかの実施形態では、コーティングの疎水性は、基材上にコーティングされた抗微生物層の耐久性と相関する。

20

【0078】

いくつかの実施形態では、本方法は、場合により、基材に対するコーティングの界面接着の更なる改善のための、加熱又はIRプラズマ、E-ビームなどの照射によるコーティングの後処理(図示せず)を含む。第1の基材が接触工程454中に加熱される場合、本方法は、基材を冷却する工程(図示せず)を含んでよい。典型的には、基材を室温まで冷却する。

30

【0079】

いくつかの実施形態では、本方法は、場合により、第1の基材を第2の基材に結合する工程458を含む。工程454の前又は工程456の後のいずれかに、第1の基材を第2の基材に結合させてよい。第2の基材は、本明細書に記載される任意の適した基材であってよい。例えば、第1の基材は、フィルムの一方の主表面に接着剤層がコーティングされ得るポリマーフィルムであってよい。この実施形態では、抗微生物層をフィルムの第1の主表面に適用してよく、接着剤をフィルムの反対側の主表面に適用してよい。したがって、一方の主表面の上に抗微生物層を、別の主表面の上に接着剤層を有するフィルムを、続いて、例えばガラス又はポリマー基材などの第2の基材に、接着剤層を介して結合してよい。

40

【0080】

本開示の抗微生物コーティング組成物の適用前に、ケイ酸塩含有層又は基材を前処理することによって、抗微生物構成部分と基材(例えばケイ酸塩含有材料)との間の結合が改善され得ることに留意するべきである。ケイ酸塩含有層又は基材の前処理には、例えば、層若しくは基材を揮発性溶媒(例えばイソプロピルアルコール)中に浸漬する工程、及び/又は層若しくは基材を揮発性溶媒で拭う工程を挙げることができる。場合により、溶媒は、例えば水酸化カリウム等の塩基性化合物の溶液を更に含んでもよい。いくつかの実施形態において、溶媒は塩基性化合物の溶液で飽和されてもよい。

【0081】

任意の上記実施形態(図示せず)では、この方法は、第1の基材を第1の組成物と接触

50

させる工程に先立ち、接着促進試薬を含む第 2 の組成物で第 1 基材をコーティングする工程を更に含んでよい。第 1 の基材は、本明細書で開示される任意のケイ酸質基材であってよい。接着促進試薬は、本明細書で開示される任意の接着促進試薬であってよい。所望により、第 2 の組成物は本明細書で開示されるような触媒を更に含んでよい。この実施形態では、接着促進試薬を有機溶媒に溶解し、本明細書に記載するように適した第 1 の基材（例えばガラス）上にコーティングして第 1 のコーティングを形成する。蒸発による溶媒の除去後、第 1 の基材は、基材上にコーティングされた接着促進試薬の層（すなわち、「プライマー層」又は「接着促進」層）を更に含む。続いて、本開示の任意の抗微生物コーティング組成物を適した溶媒中に含む組成物を、第 1 の基材のプライマー層の上にコーティングできる。蒸発による溶媒の除去後、第 1 の基材は、今回は 2 つの層、「プライマー層」及び抗微生物組成物層を含む。ここで 2 つのコーティングされた層を含む第 1 の基材を処理（例えば、約 120 に約 3 分間～約 15 分間加熱）して、本明細書で開示されるような Si-O-Si 結合の形成を促進することができる。代替的な実施形態では、第 1 の組成物を硬化したプライマー層を含む第 1 の基材と接触させる工程に先立ち、接着促進試薬を含むプライマー層を処理（例えば、加熱、つまり「硬化」）し、Si-O-Si 結合の形成を促進してよい。

10

【0082】

実施形態

実施形態 A は、コーティング物品の製造方法であって、

ケイ酸質基材を熱処理する工程と、

20

ケイ酸質基材を、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシラン化合物を含む第 1 の組成物と接触させる工程と、を含む、

ケイ酸質基材を第 1 の組成物と接触させる工程が、ケイ酸質基材の熱処理工程後に、ケイ酸質基材を第 1 の組成物と 4 時間以下接触させる工程を含む、方法である。

【0083】

実施形態 B は、第 1 の組成物が接着促進試薬を更に含む、実施形態 A に記載の方法である。

【0084】

実施形態 C は、第 1 の組成物が触媒を更に含む、実施形態 A 又は実施形態 B に記載の方法である。

30

【0085】

実施形態 D は、第 1 の組成物が水を更に含む、実施形態 A ～ C のいずれか 1 つに記載の方法である。

【0086】

実施形態 E は、かかる水が酸性化水を更に含む、実施形態 A ～ D のいずれか 1 つに記載の方法である。

【0087】

実施形態 F は、第四級アンモニウム化合物が N, N - ジメチル - N - (3 - (トリメトキシシリル)プロピル) - 1 - オクタデカンアミニウムクロライドを含む、実施形態 A ～ E のいずれか 1 つに記載の実施形態である。

40

【0088】

実施形態 G は、オルガノシラン化合物が 3 - クロロプロピルトリメトキシシランを含む、実施形態 A ～ F のいずれか 1 つに記載の実施形態である。

【0089】

実施形態 H は、第 1 の組成物が、

第 1 の第四級アンモニウム構成部分を含む第 1 のペンダント基と、

非極性構成部分を含む第 2 のペンダント基と、

第 1 のオルガノシラン構成部分を含む第 3 のペンダント基と、を含む、複数のペンダント基を有する抗微生物ポリマーを更に含む、実施形態 A ～ G のいずれか 1 つに記載の方法である。

50

【0090】

実施形態 I は、

溶媒中に接着促進試薬を含有する第 2 の組成物を、接着促進試薬とケイ酸質基材との間に共有結合を形成するのに適した条件下で、ケイ酸質基材と接触させる工程を更に含み、

第 2 の組成物をケイ酸質基材と接触させる工程が、第 1 の組成物をケイ酸質基材と接触させる工程の前に行われる、実施形態 A ~ H のいずれか 1 つに記載の方法である。

【0091】

実施形態 J は、

表面を含むケイ酸質基材と、

表面の上にコーティングされた、接着促進試薬を含む第 1 の層と、

第 1 の層の上にコーティングされた、第四級アンモニウム化合物及びオルガノシラン化合物を含む第 2 の層と、を含む、物品である。

【0092】

実施形態 K は、第 1 又は第 2 の層が触媒を更に含む、実施形態 J に記載の物品である。

【0093】

実施形態 L は、接着促進試薬が、3 - トリエトキシシリル - N - (1 , 3 - ジメチル - ブチリデン) プロピルアミン、N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、並びに 3 - [2 - (2 - アミノエチルアミノ) エチルアミノ] プロピル - トリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - (2 - アミノエチル) アミノプロピルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル) フェネチルトリエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、ビス - (- トリエトキシシリルプロピル) アミン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリブトキシシラン、6 - (アミノヘキシルアミノプロピル) トリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリメトキシシラン、4 - アミノブチルトリエトキシシラン、p - (2 - アミノエチル) フェニルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリス (メトキシエトキシエトキシ) シラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、テトラエトキシシラン及びそのオリゴマー類、メチルトリエトキシシラン及びそのオリゴマー類、オリゴマーアミノシラン、6 , 3 - (N - メチルアミノ) プロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - (2 - アミノエチル) - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3 - アミノプロピルジメチルメトキシシラン、並びに 3 - アミノプロピルジメチルエトキシシランからなる群から選択される、実施形態 J 又は実施形態 K に記載の物品である。

【0094】

本発明は、以下の非制限的な実施例の参照により更に説明される。他に指定のない限り、全ての部及び百分率は重量部として表される。

【実施例】

【0095】

本発明について以下の実施例でより具体的に説明するが、本発明の範囲内での多数の修正及び変形が当業者には明らかとなるため、以下の実施例は例示のみを目的としたものである。特に注釈がない限り、以下の実施例において記載する全ての部、割合及び比率は重量を基準としたものであり、また実施例において使用する全ての試薬は、下記の化学薬品供給業者から得られた若しくは入手可能なものであり、従来の技法によって合成されてもよい。

【0096】

以下の実施例で用いた試薬の一覧を表 1 に示す。

【0097】

【表 1】

表 1

略称	化学名	供給元
A-174	メタクリロイルプロピルトリメトキシシラン	Aldrich (Milwaukee, WI)
AA	アクリル酸	BASF (Florham, NJ)
A1120	N (β-アミノエチル) γ-アミノプロピルトリメトキシシラン	ShinEtsu (Akron, OH)
AEM5700	3- (トリメトキシシリル) -プロピルジメチルオクタデシル アンモニウムクロライド (オルガノシラン液晶) 及び クロプロピルトリメトキシシラン (オルガノシラン) の メタノール中混合物	Aegis Environmental (Midland, MI)
BHT	2, 6-ジ-第三級-4-メチルフェノール	Aldrich (Milwaukee, WI)
C ₁₆ H ₃₃ Br	1-プロモヘキシルデカン	Chemtura Corporation (Bay Minette, AL)
DMAEA	ジメチルアミノエチルアクリレート	CIBA (Marietta, GA)
DMAEA-C16Br	ジメチルアミノエチルアクリレートC16プロミド	実施例2 参照
EtOAc	エチルアセテート	J. T. Baker (Austin, TX)
EtOH	エタノール	J. T. Baker (Austin, TX)
HEMA	ヒドロキシエチルメタクリレート	Cyrol Industries (Parsippany, NJ)
IOA	イソオクチルアクリレート	Sartomer USA, LLC (Exton, PA)
IPA	イソプロピルアルコール	VWR (Houston, TX)
MEHQ	4-メトキシフェノール	Alfa Aesar (Ward Hill, MA)
NHMAC	N- (ヒドロキシメチル) -アクリルアミド	Aldrich (Milwaukee, WI)
NVP	N-ビニルピロリジン	ISP Chemicals, Inc. (Calvary City, KY)

【0098】

(実施例 1)

コーティングされたガラス基材の物理的試験方法

ASTM試験方法は、ASTM International (West Consh

10

20

30

40

50

o h o c k e n , P A) により発行されている。コーティングガラス基材の様々な物理的特性を試験した。A S T M D 7 3 3 4 , 7 6 0 6 試験方法を用いて、脱イオン水の液滴の接触角を測定することにより、コーティングされた表面の疎水性を試験した。A S T M D 7 0 2 7 - 0 5 試験 (「スクラッチ試験」) により、モース硬度ペン (Moh ' s h a r d n e s s p e n) を使用して 1 0 0 0 g の一定荷重を用いてコーティングされた表面の耐スクラッチ性を試験した。1 0 0 0 g 荷重でスクラッチを生じなかった最も硬いペンとして、結果を報告する。ポリマー - コーティングガラス基材の透過ヘイズ及び透過率を、A S T M D 1 0 0 3 を用いて、B Y K - G a r d n e r G m b H (G e r e t s r i e d , G e r m a n y) 製の H a z e G a r d P l u s メーター上で測定し、試料を透過した光の百分率として透過率を報告する。0 % (黒色カバー) 基準を使用して校正した B Y K - G a r d n e r H a z e G a r d P l u s 器具と、B Y K - G a r n e r (カタログ # 4 7 3 2) により提供される 7 7 . 8 % の透明度基準とを使用して透明度を測定した。試験方法 A S T M E 4 3 0 に従って、反射ヘイズを測定した。A S T M D 5 2 3 試験方法を用いて、2 0 ° 及び 6 0 ° での光沢を B Y K 光沢メーター上で測定した。

10

20

30

40

50

【 0 0 9 9 】

コーティングの耐久性の尺度である消しゴム擦り試験を、1 9 8 0 年 8 月 2 2 日付の U n i t e d S t a t e s M i l i t a r y S p e c i f i c a t i o n f o r t h e C o a t i n g o f O p t i c a l G l a s s E l e m e n t s (M I L - C - 6 7 5 C) に従って行った。報告した値は、ガラスからコーティングを除去するのに要した消しゴム擦りの回数である。

【 0 1 0 0 】

(実施例 2)

コーティングされたガラス基材の抗菌活性試験方法

コーティングされたガラス基材の抗菌活性を J I S Z 2 8 0 1 試験法 (J a p a n I n d u s t r i a l S t a n d a r d s ; J a p a n e s e S t a n d a r d s A s s o c i a t i o n (T o k y o , J P)) を用いて試験し、抗菌コーティングされたガラス基材の抗菌活性を評価した。微生物の接種材料 (それぞれ黄色ブドウ球菌 A T C C 6 5 3 8 、及び大腸菌 A T C C 2 3 5 7 3) を、栄養ブロス (N B) 1 部及びリン酸緩衝液 4 9 9 部の溶液中に調製した。接種材料の一部分を使用して、接種材料中の生菌の数を決定した。微生物懸濁液 (1 5 0 μ L) の他の一部分をガラス試料の表面の上に配置し、接種したガラス試料を $2 8 \pm 1$ で特定の接触時間インキュベートした。インキュベート後、ガラス試料を 2 0 m L の D / E 中和培養液の中に入れた。S p i r a l P l a t e r W A S P I I , D W S c i e n t i f i c (S h i p l e y , W e s t Y o r k s h i r e , U K) を使用してブロスを栄養寒天培地上に接種し、プレートを $3 5 \pm 1$ で 2 4 時間インキュベートし、コロニー読取機 (colony reader) (P r o t o C o l c o l o n y C o u n t e r ; M i c r o b i o l o g y I n t e r n a t i o n a l (F r e d e r i c k , M D)) を使用してコロニーを計数することにより、中和ブロス中の生存するバクテリアの数を決定した。

【 0 1 0 1 】

(実施例 3)

D M A E A - C ₁₆ B r モノマーの合成

塔頂冷却器、機械的攪拌器、及び温度プローブを備えた清浄な反応器内に、5 4 6 重量部のアセトン、4 8 8 部の C ₁₆ H ₃₃ B r 、2 2 5 部の D M A E A 、1 . 0 部の B H T 、及び 1 . 0 部の M E H Q を入れた。このバッチを 1 5 0 r p m で攪拌し、反応スキーム全体にわたって混合ガス (9 0 / 1 0 O ₂ / N ₂) を溶液中にバージした。混合物を 7 4 まで 1 8 時間加熱した。G C による分析のために試料を採取し、> 9 8 % の反応物が所望の生成物に変換したことが明らかとなった。この時点で、反応混合物の加熱を停止し、非常に高速で攪拌しながら、1 , 0 0 0 部の E t O A c をゆっくり加えた。白色の固体が沈殿し始めた。混合物を室温にまで冷却した。室温で 2 ~ 3 時間静置した後、溶液中に沈殿が蓄積した。反応混合物を濾過し、白色固体濾過物を 1 , 0 0 0 部の冷 E t O A c で

洗浄した。白色固体濾過物を真空炉内にて40℃で8時間乾燥した。固体物質をNMR分光法により分析し、>99.9%の純粋なDMAEA-C₁₆Brモノマーの存在が明らかとなった。

【0102】

比較例4～6

ガラス基材上への抗微生物剤溶液のコーティング方法

導電的にコーティングされたガラス(部番29617)をPilkington North America, Inc. (Toledo, OH)から獲得した。米国特許第7,294,405号の実施例1に記載されている方法に従って、ガラスに耐グレア性ハードコートを適用した。コーティング及び試験を目的として、コーティングガラスをおよそ4"×4"(10.2cm×10.2cm)に切って、切り取り試片とした。

10

【0103】

約2週間後、AEM 5700抗微生物剤溶液をイソプロピルアルコールで1重量%に希釈し、拭き取り用品(Sealed Edge Wiper 6259HC; Coventry (Kennesaw, GA))を用いて(これを直ちに用いて手を使ってガラス切り取り試片の表面に均一に溶液を塗布する)ガラス試料に適用した。抗微生物剤溶液の適用後、コーティングされた試料別々の部分を120℃でそれぞれ3分間、15分間、及び30分間加熱し、室温まで冷却した。室温で24時間保持した後、試料について実施例1に記載の消しゴム擦り試験を行った。

【0104】

20

続いて、コーティングされた試料を、流体ヘッド及びローラー洗浄パンが取り付けられた36インチ(91.4cm)Billco Versa Clean Washer (Billco Manufacturing, Inc. (Zelienople, PA))内で、石鹼(Kyzen North America (Manchester, NH))から入手可能なOptisolve OP7153-LF洗浄剤)、及び脱イオン水を用いて洗浄し、乾燥した。乾燥試料を、以下に記載するように試験した。切り取り試片の洗浄後、コーティングされたガラス試料の異なる部分を用いて消しゴム擦り試験を繰り返した。試料について、上記のように、コーティングされた表面の上の脱イオン水の接触角を測定する試験も実施した。結果を表2に示す。

【0105】

30

(実施例7～9)

前処理済みの導電的にコーティングされたガラス基材上への抗微生物剤溶液のコーティング方法

導電的にコーティングされたガラスを入手し、比較例4～6に記載のように、ガラス防止ハードコートでコーティングした。比較例4～6に記載のように、AEM 5700 (IPA中)の1重量%溶液適用前の4時間以下の時間、表2に示す概要に従って、ガラス試料を10ゾーン対流式オープン(型番CSC #30842; Casso-Solar (Pomona, NY))中で加熱した。加熱後、ガラス試料を室温まで冷却した。

【0106】

【表 2】

表 2 実施例 7～9 のガラス試料の前処理のための加熱概要

ゾーン	ゾーン長さ (m)	曝露時間 (分)	ゾーン温度 (℃)
1	3. 0 5	3	6 1 5
2	3. 0 5	3	5 4 5
3	3. 0 5	3	5 0 6
4	3. 0 5	3	4 8 3
5	3. 0 5	3	4 7 5
6	3. 0 5	3	4 3 0
7	7. 6 2	7. 5	4 8 6
8	7. 6 2	7. 5	4 5 5
9	7. 6 2	7. 5	3 4 0
1 0	7. 6 2	7. 5	1 7 5

10

【 0 1 0 7 】

20

試料について、比較例 4～6 に記載のように消しゴム擦り試験を行った。試料について、実施例 1 に記載のように、コーティングされた表面の上の脱イオン水の接触角を測定する試験も実施した。結果を表 2 に示す。これらの結果は、より長時間 1 2 0 に曝露されたガラス試料（洗浄部分及び未洗浄部分の両方とも）は、コーティングがガラス基材からはがれ落ちる前に、より多くの消しゴム擦り回数に耐えることができた（すなわち、より長時間加熱された試料においてコーティングの耐久性がより高かった）ことを示す。更に、消しゴム擦り試験で測定するとき、抗微生物剤溶液の適用前の熱処理が 4 時間未満の試料は、より高いポリマーコーティングの耐久性を示した。

【 0 1 0 8 】

【表 3】

30

表 2 ガラス試料上の抗微生物コーティングの耐久性

サンプル	接触角	消しゴム擦り回数 (洗浄前)	消しゴム擦り回数 (洗浄後)
比較例 4	8 1. 6 6	2 8	2 0
比較例 5	8 2. 7 5	6 8	5 2
比較例 6	9 1. 1 3	8 7	5 4
実施例 7	7 2. 2 3	3 8	2 5
実施例 8	7 6. 6 9	9 5	6 5
実施例 9	8 9. 5 1	1 0 7	6 8

40

【 0 1 0 9 】

調製実施例 1 0 ～ 1 2

抗微生物ポリマー類の合成

清潔な反応瓶中で、表 3 に示すモノマーを、0. 5 部の V a z o - 6 7 及び 3 0 0 部の I P A と混合した。混合物を乾燥窒素で 3 分間バージした。反応瓶を密封し、6 5 に予め加熱した水浴中に混合しながら置いた。反応混合物を混合しながら 6 5 で 1 7 時間加熱した。粘性反応混合物の % 固体を分析した。残留するモノマーの反応を > 9 9. 5 % 完

50

了まで進めるため、更に 0.1 部の V a z o - 6 7 を混合物に追加し、この溶液をパージして密封した。瓶を混合しながら 6 5 の水浴中に置き、8 時間加熱した。％固体計算により明白なように、(> 9 9 . 5 %) のモノマー類の変換が達成された。このプロセスを用いて表 3 に示す各ポリマーを作製した。

【 0 1 1 0 】

【表 4】

調製実施例番号		ポリマー表記	モノマー比
10		P (DMAEMA-C16Br/A-174/IOA)	50/10/40
11		P (DMAEMA-C16Br/HEMA/NHMAc/IOA	50/10/10/30
12		P (DMAEMA-C16Br/A-174/NVP/IOA)	50/5/15/30

10

20

30

40

【 0 1 1 1 】

(実施例 1 3 ~ 1 7)

50

前処理済みの導電的にコーティングされたガラス基材上への酸性化抗微生物剤溶液のコーティング方法

導電的にコーティングされたガラスを入手し、比較例 4～6 に記載のように、ギラツキ防止ハードコートでコーティングした。コーティング溶液を表 4 に示す。25 ミリリットルの脱イオン水に濃硝酸を 1 滴加えて酸性化水を調製した。実施例 16（酸性化水を含まなかった）以外の全てのコーティング溶液は、酸性化水を 3 重量％含有する IPA 中で調製した。表 4 に示すコーティング溶液の適用前に、4 時間以下の時間、全てのガラス試料を熱処理した（実施例 7～9 に記載の方法）。コーティング溶液を適用し（比較例 4～6 に記載の拭き取り法を用いて）、比較例 4～6 に記載のように切り取り試片を 120 に 3～4 分間加熱した。

10

【0112】

A S T M 試験法 2149（実施例 1）を用いて、黄色ブドウ球菌に対する試料の抗菌活性を試験し、その結果を表 5 に示す。対照ガラスを、コーティングを適用しなかったために試料を 120 に 3～4 分間加熱しなかった以外は、コーティングされた試料と同様に処理した。

【0113】

【表 5】

表 4 ガラス基材上にコーティングした組成物

20

実施例番号	コーティング混合物
13	2.5 重量％の調製実施例 10 のポリマー+0.5 重量％の A E M 5 7 0 0
14	2.5 重量％の調製実施例 11 のポリマー+0.5 重量％の A E M 5 7 0 0
15	2.5 重量％の調製実施例 12 のポリマー+0.5 重量％の A E M 5 7 0 0
16	1 重量％の A E M 5 7 0 0（酸性化水なし）
17	1 重量％の A E M 5 7 0 0

【0114】

【表 6】

30

表 5 コーティングされたガラス基材の抗菌活性

サンプル	コロニー形成単位 (Log ₁₀) 0 時間	コロニー形成単位 (Log ₁₀) 24 時間	Log ₁₀ 減少
実施例 13	6.68	3.62	3.06
実施例 14	6.72	5.12	1.6
実施例 15	6.65	3.28	3.37
実施例 16	6.45	2.73	3.72
実施例 17	6.86	3.12	3.74
コントロール	6.71	6.01	0.7

40

【0115】

（実施例 18～33）

前処理済みの導電的にコーティングされたガラス基材上への接着促進溶液及び抗微生物剤溶液のコーティング方法

表面導電性タッチ（S C T）ガラス基材：

導電的にコーティングされたガラスを入手し、比較例 4～6 に記載のように、ギラツキ防止ハードコートでコーティングした。全てのコーティング溶液を IPA 中で調製した。

50

【0116】

表6に示すコーティング溶液の適用前に、4時間以下の時間、全てのガラス試料を熱処理した（実施例7～9に記載の方法）。コーティング溶液を適用した（比較例4～6に記載の拭き取り法を用いて）。

【0117】

以下の方法のうち1つを用いて、反復ガラス試料を処理した。

【0118】

2層コーティング - 1回硬化プロセス（実施例18～21及び26～29）：溶液1を基材に適用し、溶媒を室温で蒸発させた。溶液2を基材の同一部分に適用し、溶媒を室温で蒸発させた。最終硬化温度において表6に特定した時間、この基材をオープン内に置いた。基材をオープンから取り出し、室温で冷却した。

10

【0119】

1層コーティング - 1回硬化プロセス（実施例22～23及び30～31）：コーティング混合物を基材に適用し、溶媒を室温で蒸発させた。最終硬化温度において表6に特定した時間、この基材をオープン内に置いた。基材をオープンから取り出し、室温で冷却した。

【0120】

2層コーティング - 2回硬化プロセス（実施例24～25及び32～33）：溶液1を基材に適用し、溶媒を室温で蒸発させた。コーティングされた基材を120℃で15分間オープン内に置き、その後室温まで冷却した。溶液2を基材の同一部分に適用し、溶媒を室温で蒸発させた。最終硬化温度において表6に特定した時間、この基材をオープン内に置いた。基材をオープンから取り出し、室温で冷却した。

20

【0121】

処理後、比較例4～6に記載したように、ガラス切り取り試片をBillco洗浄機で洗浄し、乾燥し、実施例2に記載の方法に従って抗菌活性について試験した。抗微生物試験の結果を表7に示す。

【0122】

【表 7】

表 6 実施例 18～25 のコーティング溶液

実施例 #	コーティング溶液	最終硬化
18	溶液 1 : A-1120、IPA 中 1 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	3 分
19	溶液 1 : A-1120、IPA 中 2 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	3 分
20	溶液 1 : A-1120、IPA 中 1 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	10 分
21	溶液 1 : A-1120、IPA 中 2 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	10 分
22	A-1120 (IPA 中 1 %) 及び CS3002	120℃、
	(IPA 中 3 %) の 1 : 1 混合物	15 分
23	A-1120 (IPA 中 2 %) 及び CS3002	120℃、
	(IPA 中 3 %) の 1 : 1 混合物	15 分
24	溶液 1 : A-1120、IPA 中 1 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	3 分
25	溶液 1 : A-1120、IPA 中 2 %	120℃、
	溶液 2 : CS3002、IPA 中 3 %	3 分

【0123】

【表 8】

表 6 実施例 18～25 のコーティング溶液 全てのデータは、実施例につき 3 枚のガラス切り取り試片の試験結果を平均して報告している。

実施例 #	Log10 減少 (CFU/mL) 接触時間 2 時間後 (黄色ブドウ球菌)	Log10 減少 (CFU/mL) 接触時間 2 時間後 (大腸菌)
18	2.22	3.36
19	2.33	3.65
20	2.56	3.44
21	5.10	4.97
22	5.10	3.27
23	2.41	3.85
24	5.10	4.97
25	5.10	4.11

【 0 1 2 4 】

以上、本発明を、その実施を可能とする説明文が与えられた、発明者によって予見される複数の具体的な実施形態を参照して説明した。しかしながら、現時点において予見され得ない改変を含む、本発明の実体的でない改変は、これらの実施形態の均等物を構成し得るものである。したがって本発明の範囲は、本明細書に記載された詳細及び構造によって限定されるべきものではなく、以下の請求項及びその均等物によってのみ限定されるべきである。

【 図 1 a 】

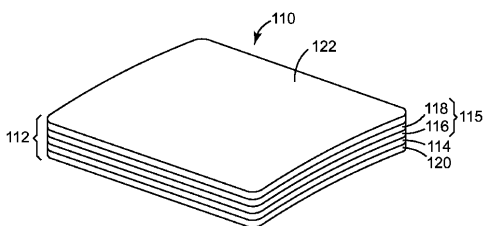


FIG. 1a

【 図 2 】

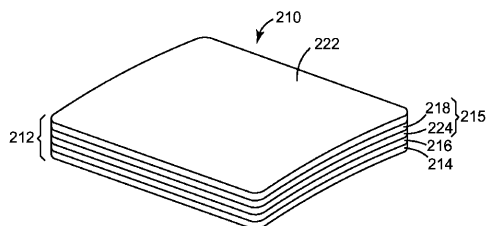


FIG. 2

【 図 1 b 】

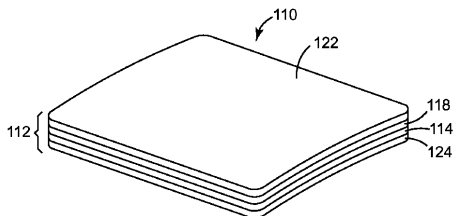


FIG. 1b

【 図 3 】

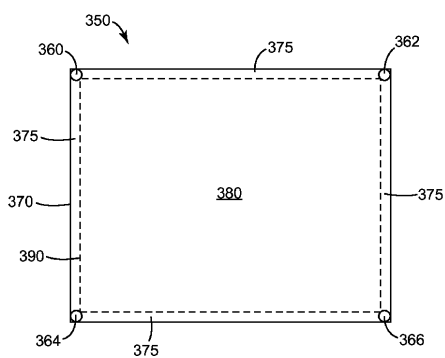
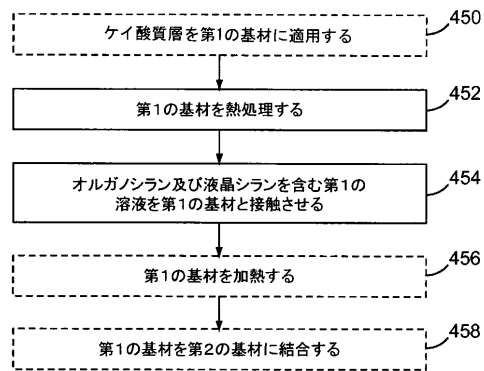


FIG. 3

【 図 4 】

**FIG. 4**

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2011/037825

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C03C17/30 C03C17/34 C03C23/00 A61L2/16
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 A61L

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 practical, 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 2007/163964 A1 (WILLIAMSON J K [US] ET AL) 19 July 2007 (2007-07-19) paragraphs [0002], [0007] - [0015], [0023] - [0027]; claim 1; example 1 -----	1-7,9-11
X	WO 2009/037430 A1 (RECKITT BENCKISER UK LTD [GB]; PERRY LISA [GB]) 26 March 2009 (2009-03-26) page 1, lines 10-17 page 8, line 19 - page 9, line 2 page 19, line 9 - page 22, line 9 page 46, line 31 - page 47, line 10 example 2 page 58, line 12 - page 59, line 15 ----- -/--	1-7

☒ 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 document 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

11 October 2011

Date of mailing of the international search report

26/10/2011

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

Wrba, Jürgen

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2011/037825

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 682 992 A (FUCHS ALFRED E [US]) 28 July 1987 (1987-07-28) column 1, line 5 - column 2, line 57; example 1 -----	1-4,6,7
X	US 2001/013907 A1 (LI CHIA-YEN [US] ET AL) 16 August 2001 (2001-08-16)	10,11
Y	paragraphs [0002], [0012], [0018], [0023], [0038] - [0054]; claims 1-22 -----	12
X	US 2006/046078 A1 (RICHTER PAUL J [US] ET AL) 2 March 2006 (2006-03-02)	10,11
Y	paragraphs [0005], [0006], [0011], [0038] - [0061]; claims 1-29 -----	12
Y	US 2007/160781 A1 (LONDON SHAYNE J [US] ET AL) 12 July 2007 (2007-07-12) paragraph [0047]; claim 11 -----	12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2011/037825

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2007163964	A1	19-07-2007	NONE
WO 2009037430	A1	26-03-2009	EP 2190961 A1 02-06-2010 US 2010255121 A1 07-10-2010
US 4682992	A	28-07-1987	AU 4398085 A 02-01-1986 BR 8503023 A 11-03-1986 CA 1253658 A1 09-05-1989 DE 3520465 A1 02-01-1986 FR 2566417 A1 27-12-1985 GB 2160792 A 02-01-1986 JP 61015804 A 23-01-1986 MX 160620 A 28-03-1990
US 2001013907	A1	16-08-2001	AU 6283899 A 26-04-2000 CN 1328656 A 26-12-2001 EP 1125163 A1 22-08-2001 JP 4579419 B2 10-11-2010 JP 2002526810 A 20-08-2002 JP 2010198036 A 09-09-2010 WO 0020917 A1 13-04-2000 US 6504582 B1 07-01-2003
US 2006046078	A1	02-03-2006	CN 101010602 A 01-08-2007 EP 1782106 A1 09-05-2007 JP 2008512747 A 24-04-2008 KR 20070046137 A 02-05-2007 US 2010136228 A1 03-06-2010 US 2010279070 A1 04-11-2010 US 2008014341 A1 17-01-2008 WO 2006025992 A1 09-03-2006
US 2007160781	A1	12-07-2007	BR P10706382 A2 22-03-2011 CA 2636107 A1 19-07-2007 CN 101400618 A 01-04-2009 EP 1979286 A1 15-10-2008 JP 2009522431 A 11-06-2009 KR 20080081169 A 08-09-2008 WO 2007081898 A1 19-07-2007

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I テーマコード(参考)
G 0 6 F 3/041 (2006.01) G 0 6 F 3/041 3 5 0 C
 G 0 6 F 3/041 3 3 0 B

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, T M), 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, R S, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, I D, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO , NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74)代理人 100111903
 弁理士 永坂 友康

(74)代理人 100128495
 弁理士 出野 知

(72)発明者 マヒューザ ビー・アリ
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ナイヨン ジン
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 バレリ リライン
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 プランニャ ブイ・ナガーカー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 キャロライン エム・イリタロ
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ナンシー エス・レンホフ
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
 ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

F ターム(参考) 4G059 AA01 AC30 FA01 FA05 FB03
 4H011 AA02 BA01 BB04 BB16 BC19 DA07
 5B068 AA04 BC08
 5B087 AA04 CC13 CC14 CC15