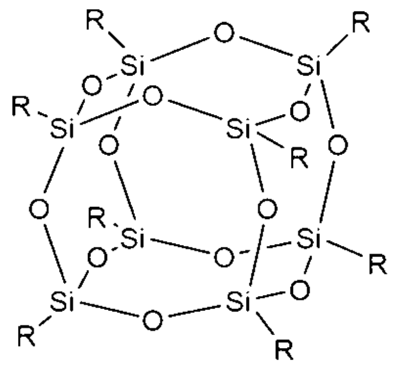
【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第２部門第１区分
【発行日】令和1年6月27日(2019.6.27)

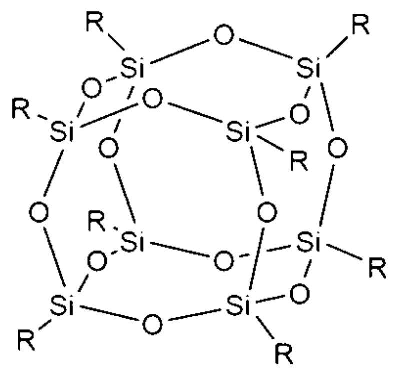
【公開番号】特開2018-27531(P2018-27531A)
【公開日】平成30年2月22日(2018.2.22)
【年通号数】公開・登録公報2018-007
【出願番号】特願2017-111628(P2017-111628)
【国際特許分類】
Ｂ０５Ｄ　 7/24　　(2006.01)
Ｃ０９Ｄ 183/04　　(2006.01)
Ｃ０９Ｄ　 7/40　　(2018.01)
Ｂ０５Ｄ　 3/06　　(2006.01)
Ｂ３２Ｂ　27/00　　(2006.01)
Ｃ０３Ｃ　17/30　　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｂ０５Ｄ　 7/24　　３０２Ｙ
Ｃ０９Ｄ 183/04
Ｃ０９Ｄ　 7/12
Ｂ０５Ｄ　 3/06　　　　Ｚ
Ｂ３２Ｂ　27/00　　１０１
Ｃ０３Ｃ　17/30　　　　Ａ

【手続補正書】
【提出日】令和1年5月21日(2019.5.21)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
基材上に耐指紋性コーティングを形成する方法であって、
ａ）前記基材を、不活性ガス、N_2、O_2、および前記ガスの少なくとも２つの混合物からなる群から選択される少なくとも１つのガスのプラズマに曝すことによって、前記基材を活性化する工程、そして
ｂ）前記工程ａ）の活性化した前記基材上に、アルキルシランおよびヒドロキシル末端かご型シルセスキオキサン（ＯＨ－ＰＯＳＳ）を含む疎水性コーティングのための溶液を堆積させる工程、
を含む方法。
【請求項２】
前記コーティングは７０～８５°の水接触角および３０～４０°のジヨードメタン接触角を有する、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記工程ｂ）における前記疎水性コーティングのための溶液は以下を含む、請求項１に記載の方法：
ａ）以下の式のアルキルシラン（ＡＳ）
$H_3C-(CH_2)_n-Si(X)_{3-p}(R)_p$　（式１）、
式１において、ｎは０～１５であり、
ｐは０、１または２のいずれかであり、

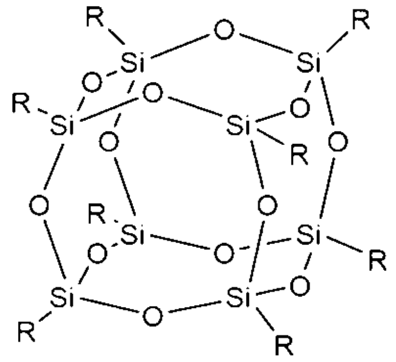
Ｒはアルキル基または水素原子のいずれかであり、
Ｘは加水分解性基であり、または
式（ＥｔＯ）$_3$Ｓｉ（ＣＨ$_2$）$_8$Ｃｌのアルキルシラン（ＡＳ）、
ｃ）ヒドロキシル末端かご型シルセスキオキサン（ＯＨ－ＰＯＳＳ）、および
ｄ）少なくとも１つの水性酸または少なくとも１つの水性塩基のいずれか。
【請求項４】
式１において、ｎは３～５である、請求項３に記載の方法。
【請求項５】
式１において、ｐは０または１のいずれかである、請求項３に記載の方法。
【請求項６】
式１において、ｐは０である、請求項３に記載の方法。
【請求項７】
式１において、Ｘはハライド基およびアルコキシ基からなる群から選択される、請求項３に記載の方法。
【請求項８】
前記ＯＨ－ＰＯＳＳは、以下の構造を有し、
【化８】



構造中、Ｒは－（ＣＨ$_2$）$_n$－ＯＨであり、かつ
ｎは０～５である、
請求項３に記載の方法。
【請求項９】
ｎは１である、請求項８に記載の方法。
【請求項１０】
前記ＯＨ－ＰＯＳＳの構造は以下の構造であり、
【化９】

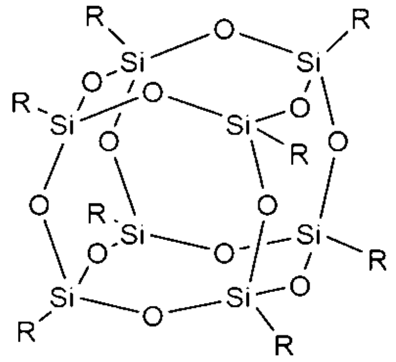


構造中、Ｒは－（ＣＨ$_2$）$_3$Ｎ（ＣＨ$_2$ＣＨ$_2$ＯＨ）$_2$である、請求項３に記載の方法。
【請求項１１】
前記ＯＨ－ＰＯＳＳの構造は以下の構造であり、
【化１０】



構造中、Ｒは－（ＣＨＯＨ）$_n$ＣＨ$_2$ＯＨ（式中、ｎは１～１０である）である、請求項３に記載の方法。
【請求項１２】
前記堆積させる工程ｂ）は、アルキルシラン（ＡＳ）の求核反応を補助するために水性酸または水性塩基のいずれかを含む溶液を用いて実施され、前記酸はアスコルビン酸、クエン酸、サリチル酸、酢酸、塩酸、シュウ酸、リン酸、および硫酸からなる群から選択される少なくとも１つの物質であり、前記塩基は水酸化アンモニウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、および水酸化カリウムからなる群から選択される少なくとも１つの物質である、請求項１に記載の方法。
【請求項１３】
前記基材はガラス、セラミック、および金属酸化物からなる群から選択される、請求項１に記載の方法。
【請求項１４】
指紋非視認性コーティングであって、プロトン性溶媒および非プロトン性溶媒からなる群から選択された溶媒中で調製され、さらに水性酸または水性塩基のいずれかを含むアルキルシラン（ＡＳ）およびＯＨ－ＰＯＳＳ、を含む、コーティング。
【請求項１５】
方法によって得られたコーティングされた基材であって、前記方法は
ａ）前記基材を、不活性ガス、Ｎ$_2$、Ｏ$_2$、および前記ガスの少なくとも２つの混合物からなる群から選択される少なくとも１つのガスのプラズマに曝すことによって、前記基材を活性化する工程、そして
ｂ）前記工程ａ）の活性化した前記基材上に、少なくとも１つのアルキルシラン骨格単層およびヒドロキシル末端かご型シルセスキオキサン（ＯＨ－ＰＯＳＳ）を含む疎水性コーティングを堆積させる工程、
を含む、基材。
【請求項１６】
前記コーティングは光学的に透明であり、機械的磨耗に対して耐性があり、自己修復性である、請求項１５に記載のコーティングされた基材。
【請求項１７】
前記コーティングの厚さは２０～２００ｎｍである、請求項１５に記載の基材。
【請求項１８】
７０～８５°の範囲の水接触角および３０～４０°の範囲のジヨードメタン接触角を有するヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料、を含む、指紋非視認性コーティングを提供するための組成物。

【請求項１９】
指紋非視認性コーティング材料であって、７０～８５°の範囲の水接触角および３０～４０°の範囲のジヨードメタン接触角を有する、少なくとも１つのアルキルシラン材料、およびヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料、を含む、コーティング材料。
【請求項２０】
ヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料は以下の構造を含み、
【化１１】



構造中、Ｒ＝（ＣＨ$_2$）$_n$－ＯＨであり、前記ヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料に対する前記少なくとも１つのアルキルシラン材料の比が５：１の比を有する、請求項１９に記載の指紋非視認性コーティング材料。
【請求項２１】
前記コーティング材料はさらに水性酸、非水性酸、水性塩基、および非水性塩基からなる群から選択される材料を含む溶媒を含む、請求項２０に記載の材料。
【請求項２２】
方法に従って製造された材料でコーティングされた基材、を含む、コーティングされた材料であって、前記方法は
ａ）前記基材を、不活性ガス、Ｎ$_2$、Ｏ$_2$、および前記ガスの少なくとも２つの混合物からなる群から選択される少なくとも１つのガスのプラズマに曝すことによって、前記基材を活性化する工程、そして
ｂ）前記工程ａ）の活性化した前記基材上に、少なくとも１つのアルキルシラン骨格単層およびヒドロキシル末端かご型シルセスキオキサン（ＯＨ－ＰＯＳＳ）を含む疎水性コーティングを堆積させる工程、
を含む、コーティングされた材料。
【請求項２３】
前記基材はガラス、金属酸化物、およびアクリルポリマーからなる群から選択された少なくとも１つの材料で形成される、請求項２２に記載のコーティングされた材料。
【請求項２４】
基材上に耐指紋性コーティングを形成する方法であって、
基材の表面上に、アルキルシランおよびヒドロキシル末端かご型シルセスキオキサン（ＯＨ－ＰＯＳＳ）を含む疎水性コーティングのための溶液を堆積させてコーティングされた基材を形成する工程、
を含み、
前記コーティングされた基材は７０～８５°の水接触角および３０～４０°のジヨードメタン接触角を有する、方法。
【請求項２５】
前記方法はさらに、
前記基材の表面を、不活性ガス、Ｎ$_2$、Ｏ$_2$、および前記ガスの少なくとも２つの混合物からなる群から選択される少なくとも１つのガスのプラズマに曝すことによって、前記基材の表面を活性化する工程、を含む、請求項２４に記載の方法。

【請求項２６】
前記アルキルシラン（ＡＳ）は式（ＥｔＯ）$_3$Ｓｉ（ＣＨ$_2$）$_8$ＣｌのＡＳであるかまたは式１のＡＳ

$$H_3C-(CH_2)_n-Si(X)_{3-p}(R)_p \qquad (式1)、$$

式１において、ｎは０～１５であり、
ｐは０、１または２のいずれかであり、
Ｒはアルキル基または水素原子のいずれかであり、
Ｘは加水分解性基である。

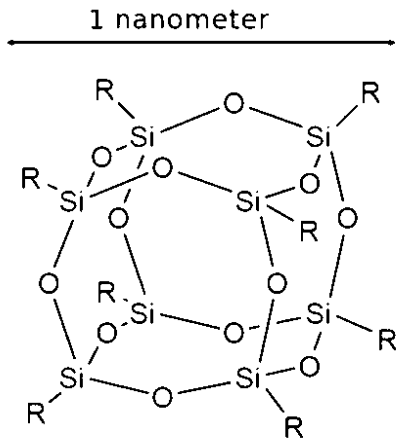
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００２８
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２８】
グレージング（基材）上にコーティング層の形態で使用することができる指紋非視認特性を付与することが知られている薬剤には、これらに限定されないが、酸性またはアルカリ性溶液中のアルキルシラン（ＡＳ）およびヒドロキシル末端Ｔ８　ＰＯＳＳナノ粒子が含まれる。本明細書に記載するように、コーティング層は、水性または非水性の酸性または塩基性溶媒中にＡＳ材料およびヒドロキシルＰＯＳＳを含有する溶液を基材の表面に適用することによって得ることができる。

【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４１
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４１】
１つの例示的な方法によれば、前記コーティングを堆積させる工程は、アルキルシラン（ＡＳ）または以下の式、ヒドロキシル末端Ｔ８かご型シルセスキオキサンのいずれかと、水性酸または水性塩基のいずれかとの混合物から得られた溶液を用いて行われる：

$$H_3C-(CH_2)_n-Si(X)_{3-p}(R)_p$$

式中：
・１つの例示的な実施形態では、ｎ＝０～１５；さらに他の例示的な実施形態では、ｎ＝３～５であり；
・１つの例示的な実施形態では、ｐ＝０、または２であり；さらに別の例示的な実施形態では、ｐ＝０または１であり；さらに別の例示的な実施形態では、ｐ＝０であり；
・Ｒはアルキル基または水素原子であり；そして、
・Ｘは加水分解性基であり、例えば、これらに限定されないが、ハライド基またはアルコキシ基である。

【化１】



【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８９】
条項２．
前記コーティングは７０～８５°の水接触角を有する、条項１に記載の方法。
【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９０】
条項３．
前記コーティングは３０～４０°のジヨードメタン接触角を有する、条項１に記載の方法。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１１２】
条項２５．
７０～８５°の範囲の水接触角および３０～４０°の範囲のジヨードメタン接触角を有するヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料を含む、指紋非視認性コーティングを提供するための組成物。
【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】０１１３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【０１１３】
条項２６．
指紋非視認性コーティング材料であって、７０～８５°の範囲の水接触角および３０～４０°の範囲のジヨードメタン接触角を有する、少なくとも１つのアルキルシラン材料、

およびヒドロキシル化ＰＯＳＳ材料を含む、コーティング材料。