(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 20 2013 012 666 U1** 2018.06.07

(12) # Gebrauchsmusterschrift

(21) Aktenzeichen: **20 2013 012 666.3**
(22) Anmeldetag: **28.02.2013**
(67) aus Patentanmeldung: **EP 13 70 9281.3**
(47) Eintragungstag: **26.04.2018**
(45) Bekanntmachungstag im Patentblatt: **07.06.2018**

(51) Int Cl.: ***C03C 17/28*** (2006.01)

(30) Unionspriorität:

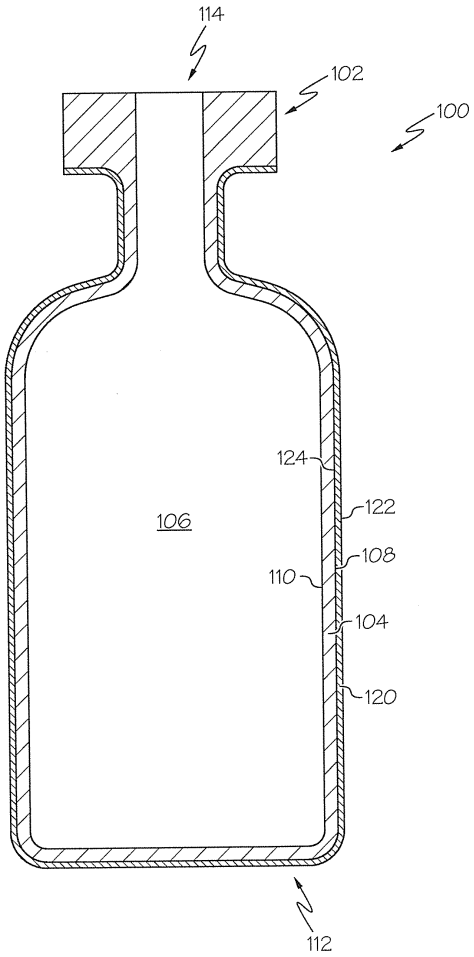
61/604,220	**28.02.2012**	**US**
61/665,682	**28.06.2012**	**US**

(73) Name und Wohnsitz des Inhabers:
Corning Incorporated, Corning, N.Y., US

(74) Name und Wohnsitz des Vertreters:
Patentanwaltskanzlei Wittmann, 81479 München, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Glaserzeugnisse mit reibungsarmen Beschichtungen**



(57) Hauptanspruch: Eine pharmazeutische Verpackung, die Folgendes aufweist:
einen Glaskörper, der ein inneres Volumen einschließt und der eine äußere Oberfläche aufweist, wobei der Glaskörper aus einem Borosilikatglas hergestellt ist, das die Typ 1 Kriterien gemäß USP <660> erfüllt;
eine Kopplungsmittelschicht mit einer ersten Dicke von 100 nm oder weniger, die auf der äußeren Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist; und
eine Polymerschicht mit einer zweiten Dicke von weniger als 50 nm, die über der Kopplungsmittelschicht angeordnet ist, wobei die äußere Oberfläche des Glaskörpers mit der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht einen Reibungskoeffizienten von 0.7 oder weniger aufweist.

Beschreibung

[0001] Diese Anmeldung beansprucht die Priorität der vorläufigen U.S.-Patentanmeldung Nr. 61/604, 220 eingereicht am 28. Februar 2012 mit dem Titel „Glass Container with a Surface Treatment that Enhances Glass Reliability and Methods for Manufacturing the Same“ und der vorläufigen U.S.-Patentanmeldung Nr. 61/665,682, eingereicht am 28. Juni 2012 mit dem Titel „Delamination Resistant Glass Containers with Heat Resistant Coatings“.

HINTERGRUND

Gebiet

[0002] Die vorliegende Erfindung bezieht sich allgemein auf Beschichtungen und insbesondere auf reibungsarme Beschichtungen, die auf Glasbehälter, wie zum Beispiel pharmazeutische Verpackungen, aufgetragen werden.

Technischer Hintergrund

[0003] Historisch ist Glas aufgrund seiner Dichtheit, seiner optischen Klarheit und seiner ausgezeichneten chemischen Beständigkeit im Vergleich zu anderen Materialien als das bevorzugte Material zum Verpacken von Pharmazeutika eingesetzt worden. Spezifisch muss das in pharmazeutischen Verpackungen eingesetzte Glas eine angemessene chemische Beständigkeit aufweisen, um die Stabilität der darin enthaltenen pharmazeutischen Zusammensetzung nicht zu beeinträchtigen. Zu Glasarten mit angemessener chemischer Beständigkeit zählen Glaszusammensetzungen mit dem ASTM-Standard „Typ 1B“, die eine belegte chemische Beständigkeit aufweisen.

[0004] Allerdings ist der Einsatz von Glas für diese Anwendungen durch die mechanische Leistungsfähigkeit des Glases beschränkt. In der pharmazeutischen Industrie ist Glasbruch ein Sicherheitsrisiko für den Endverbraucher, da die zerbrochene Verpackung und/oder die Inhalte der Verpackung den Endverbraucher verletzen können. Ferner kann nichtzerstörender Glasbruch (d. h. wenn das Glas reißt, aber nicht bricht) dazu führen, dass die Inhalte ihre Sterilität verlieren, was wiederum zu kostspieligen Rückrufen führen kann.

[0005] Spezifisch können die hohen Verarbeitungsgeschwindigkeiten, die beim Herstellen und Befüllen von pharmazeutischen Glasverpackungen verwendet werden, zu einer mechanischen Beschädigung der Oberfläche der Verpackung, wie etwa Abrieb, führen, wenn die Verpackungen mit Verarbeitungsvorrichtungen, Handhabungsvorrichtungen und/oder anderen Verpackungen in Berührung kommen. Diese mechanische Beschädigung verringert die Festigkeit der pharmazeutischen Glasverpackung deutlich, was zu einer erhöhten Wahrscheinlichkeit, dass sich Risse im Glas ausbilden, die potenziell die Sterilität des in der Verpackung enthaltenen Pharmazeutikums beeinträchtigt wird oder zu einem vollständigen Versagen der Verpackung führen.

[0006] Eine Herangehensweise, die mechanische Beständigkeit der Glasverpackung zu verbessern ist es, die Glasverpackung thermisch und/oder chemisch zu härten. Thermisches Härten erhöht die Festigkeit des Glases durch Einbringen einer Oberflächendruckspannung während des zügigen Abkühlens nach dem Formen. Diese Technik funktioniert gut bei Glaserzeugnissen mit flachen Geometrien (wie etwa Fenstern), Glaserzeugnissen mit einer Dicke von über etwa 2 mm und Glaszusammensetzungen mit einer hohen Wärmeausdehnung. Pharmazeutische Glasverpackungen weisen aber typischerweise komplexe Geometrien (Fläschchen, Röhrenförmig, Ampulle usw.) und dünne Wände (manchmal zwischen etwa 1-1,5 mm) auf und sind aus Glasarten mit einer geringen Ausdehnung gefertigt, was pharmazeutische Glasverpackungen für das Erhöhen der Festigkeit durch thermisches Härten ungeeignet macht. Chemisches Härten erhöht ebenfalls die Festigkeit von Glas, indem eine Oberflächendruckspannung eingebracht wird. Die Spannung wird eingebracht, indem das Erzeugnis in ein Bad aus geschmolzenem Salz eingetaucht wird. Wenn Ionen aus dem Glas durch größere Ionen aus dem geschmolzenen Salz ersetzt werden, wird eine Druckspannung in die Oberfläche des Glases eingebracht. Der Vorteil des chemischen Härtens ist es, dass es bei komplexen Geometrien und bei dünnen Proben eingesetzt werden kann und dass es vergleichsweise unempfindlich gegenüber den Wärmeausdehnungscharakteristika des Glassubstrats ist.

[0007] Wenngleich die obigen Härtungstechniken die Fähigkeit des Glases stumpfen Stößen zu widerstehen verbessern, sind diese Techniken weniger wirksam dafür, den Widerstand des Glases gegenüber Abrieb, wie etwa Kratzern, zu verbessern, der bei Fertigung, Transport und Handhabung auftreten kann.

[0008] Dementsprechend besteht ein Bedarf nach alternativen Glaserzeugnissen die einen erhöhten Widerstand gegenüber mechanischen Beschädigungen aufweisen.

Zusammenfassung

[0009] Gemäß einer Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, aufweist, wobei die reibungsarme Beschichtung ei-

ne chemische Polymerzusammensetzung aufweist. Das beschichtete Glaserzeugnis kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis kann etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm betragen. Die reibungsarme Beschichtung kann einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse aufweisen, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0010] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen der eine äußere Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die auf zumindest einem Teil der äußeren Oberfläche angeordnet ist, aufweist, wobei die reibungsarme Beschichtung eine chemische Polymerzusammensetzung aufweist. Ein Reibungskoeffizient (coefficient of friction, COF) eines abgeriebenen Bereichs des Teils der äußeren Oberfläche mit der reibungsarmen Beschichtung kann, nach einem Aussetzen an eine erhöhte Temperatur von 280°C über 30 Minuten und einem Abrieb unter einer Last von 30 N, weniger als 0,7 betragen und weist keine sichtbare Beschädigung auf. Eine beibehaltene Festigkeit des beschichteten Glaserzeugnisses unter horizontalem Druck darf nach einem Aussetzen an eine erhöhte Temperatur von 280°C über 30 Minuten und Abrieb unter einer Last von 30 N um nicht mehr als 20% abfallen.

[0011] In noch einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper mit einer ersten Oberfläche aufweisen. Eine reibungsarme Beschichtung kann auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet sein. Die reibungsarme Beschichtung kann eine chemische Polymerzusammensetzung und ein Kopplungsmittel aufweisen, wobei das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweist: eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet aus der Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung. Die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung können verschiedene chemische Zusammensetzungen sein. Das beschichtete Glaserzeugnis kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis beträgt etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm. Die reibungsarme Beschichtung kann einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse aufweisen, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0012] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, aufweist. Die reibungsarme Beschichtung kann ein Kopplungsmittel enthalten, das ein Oligomer einer oder mehrerer chemischer Silanzusammensetzungen aufweist. Das Oligomer kann eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung sein und zumindest eine der chemischen Silanzusammensetzungen weist zumindest einen aromatischen Rest und zumindest einen Aminrest auf. Die reibungsarme Beschichtung kann ferner eine chemische Polyimidzusammensetzung aufweisen, die durch die Polymerisierung von zumindest einer ersten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung, einer zweiten chemischen Diaminzusammensetzung und einer chemischen Dianhydridmonomerzusammensetzung gebildet wird. Die erste chemische Diaminmonomerzusammensetzung kann von der zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung verschieden sein.

[0013] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche angeordnet ist, aufweist. Die reibungsarme Beschichtung kann eine chemische Polymerzusammensetzung aufweisen. Das beschichtete Glaserzeugnis kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 300°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis kann etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm betragen.

[0014] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine der ersten Oberfläche gegenüberliegende zweite Oberfläche aufweist. Die erste Oberfläche kann eine äußere Oberfläche eines Glasbehälters sein. Eine reibungsarme Beschichtung kann mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden sein. Die reibungsarme Beschichtung kann eine chemische Polymerzusammensetzung aufweisen. Das beschichtete Glaserzeugnis kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 280°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis kann etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschich-

tetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm betragen.

[0015] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden ist, aufweist. Die reibungsarme Beschichtung kann eine Kopplungsmittelschicht aufweisen, die auf der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist. Die Kopplungsmittelschicht kann ein Kopplungsmittel aufweisen, das zumindest eines der folgenden aufweist: eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung. Eine Polymerschicht kann über der Kopplungsmittelschicht angeordnet sein. Die Polymerschicht kann eine chemische Polyimidzusammensetzung aufweisen. Die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung können verschiedene chemische Zusammensetzungen sein. Das beschichtete Glaserzeugnis kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 280°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis kann etwa 55% oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm betragen.

[0016] In einer weiteren Ausführungsform kann ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper aufweisen, der eine erste Oberfläche und eine reibungsarme Beschichtung, die mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden ist, aufweist. Die reibungsarme Beschichtung kann eine Kopplungsmittelschicht aufweisen, die ein Kopplungsmittel aufweist, das ein Oligomer einer oder mehrerer chemischer Silanzusammensetzungen aufweist. Das Oligomer kann eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung sein und zumindest eine der chemischen Silanzusammensetzungen weist zumindest einen aromatischen Rest und zumindest einen Aminrest auf. Die reibungsarme Beschichtung kann ferner eine Polymerschicht aufweisen, die eine chemische Polyimidzusammensetzung aufweist, die durch Polymerisierung von zumindest einer ersten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung, einer zweiten chemischen Diaminzusammensetzung und einer chemischen Dianhydridmonomerzusammensetzung gebildet wird. Die erste chemische Diaminmonomerzusammensetzung kann von der zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung verschieden sein. Die reibungsarme Beschichtung kann ferner eine Grenzschicht enthalten, die eine oder mehrere chemische Zusammensetzungen der Polymerschicht aufweist, die an eine oder mehrere der chemischen Zusammensetzungen der Kopplungsmittelschicht gebunden sind.

[0017] In einer weiteren Ausführungsform kann eine reibungsarme Beschichtung für ein Substrat eine chemische Polyimidzusammensetzung und ein Kopplungsmittel aufweisen. Das Kopplungsmittel kann zumindest eines der folgenden aufweisen: ein Gemisch aus einer ersten chemischen Silanzusammensetzung, einem Hydrolysat davon oder einem Oligomer davon und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung, einem Hydrolysat davon oder einem Oligomer davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung sein kann, und wobei die zweite chemische Silanzusammensetzung eine aliphatische chemische Silanzusammensetzung sein kann; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung von zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung. Die Beschichtung kann bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C 30 Minuten lang thermisch stabil sein. Eine Lichttransmission durch die Beschichtung kann etwa 55 % oder mehr betragen. Die reibungsarme Beschichtung weist einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse auf, wenn mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0018] Weitere Merkmale und Vorteile der beschichteten Glaserzeugnisse und Verfahren und Herstellungsverfahren für diese werden in der folgenden detaillierten Beschreibung dargelegt, und sind zum Teil für Fachleute aus dieser Beschreibung heraus offensichtlich sind, oder durch Ausführen der hierin beschriebenen Ausführungsformen einschließlich der folgenden detaillierten Beschreibung, der Ansprüche und der angehängten Zeichnungen erkennbar.

[0019] Es versteht sich, dass sowohl die obige allgemeine Beschreibung als auch die folgende detaillierte Beschreibung verschiedene Ausführungsformen beschreiben und dazu gedacht sind, einen Überblick oder einen Rahmen für das Verständnis der Natur und des Charakters des beanspruchten Gegenstands bereitzustellen. Die beiliegenden Zeichnungen sind enthalten um ein weiteres Verständnis der verschiedenen Ausführungsformen bereitstellen und sind in diese Patentschrift eingebunden und bilden einen Teil derselben. Die Zeichnungen stellen die verschiedenen hierin beschriebenen Ausführungsformen dar und dienen gemeinsam mit der Beschreibung dazu, die Grundlagen und Abläufe des beanspruchten Gegenstands zu erklären.

Figurenliste

Fig. 1 zeigt schematisch einen Querschnitt eines Glasbehälters mit einer reibungsarmen Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 2 zeigt schematisch einen Querschnitt eines Glasbehälters mit einer reibungsarmen Beschichtung, die eine Polymerschicht und eine Kopplungsmittelschicht aufweist, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 3 zeigt schematisch einen Querschnitt eines Glasbehälters mit einer reibungsarmen Beschichtung, die eine Polymerschicht, eine Kopplungsmittelschicht und eine Grenzschicht aufweist, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 4 zeigt ein Beispiel für eine chemische Diaminmonomerzusammensetzung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 5 zeigt ein Beispiel für eine chemische Diaminmonomerzusammensetzung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 6 zeigt die chemischen Strukturen von Monomeren, die als auf Glasbehälter aufgetragene Polyimidbeschichtungen eingesetzt werden können, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 7 ist ein Flussdiagramm einer Ausführungsform eines Verfahrens zum Formen eines Glasbehälters mit einer reibungsarmen Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 8 zeigt schematisch die Schritte des Flussdiagramms aus **Fig. 7** nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 9 zeigt schematisch einen Prüfaufbau zum Bestimmen des Reibungskoeffizienten zwischen zwei Oberflächen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 10 zeigt schematisch einen Apparat zum Prüfen des Massenverlusts eines Glasbehälters nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 11 zeigt grafisch die Lichttransmissionsdaten für beschichtete und unbeschichtete Fläschchen, gemessen im sichtbaren Lichtspektrum von 400-700 nm, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 12 zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für Fläschchen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 13 enthält eine Tabelle, in der die Last und der gemessene Reibungskoeffizient für Glasfläschchen vom Typ Schott 1B sowie Fläschchen aus einer Referenzglaszusammensetzung nach Ionenaustausch und Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen angegeben sind;

Fig. 14 zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit der aufgebrachten Spannung beim Vier-Punkte-Biegen für Röhren, die aus einer Referenzglaszusammensetzung hergestellt wurden, jeweils in einem unveränderten Zustand, in einem Zustand nach Ionenaustausch (unbeschichtet), in einem Zustand nach Ionenaustausch (beschichtet und abgerieben), in einem Zustand nach Ionenaustausch (unbeschichtet und abgerieben), sowie für Röhren, die aus Glas vom Typ Schott 1B hergestellt wurden, jeweils, in unverändertem Zustand und nach Ionenaustausch nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 15 zeigt Gaschromatographie-Massenspektrometer-Ausgabedaten für eine APS/Novastrat® 800-Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 16 zeigt Gaschromatographie-Massenspektrometer-Ausgabedaten für eine DC806A-Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 17 enthält eine Tabelle, die verschiedene reibungsarme Beschichtungszusammensetzungen darstellt, geprüft unter Lyophilisierungsbedingungen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 18 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für blanke Glasfläschchen und Fläschchen mit einer Silikonharzbeschichtung darstellt, geprüft in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 19 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für Fläschchen, die mit einer APS/Kapton-Polyimidbeschichtung beschichtet und mehrfach unter verschiedenen aufgebrachten Lasten, in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau abgerieben wurden, darstellt

nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 20 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für Fläschchen, die mit einer APS-Beschichtung beschichtet und mehrfach unter verschiedenen aufgebrachten Lasten, in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau abgerieben wurden, darstellt nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 21 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für Fläschchen, die mit einer APS/Kapton-Polyimidbeschichtung beschichtet und mehrfach unter verschiedenen aufgebrachten Lasten, in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau abgerieben wurden, darstellt, nachdem die Fläschchen 12 Stunden lang 300°C ausgesetzt wurden, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 22 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für Fläschchen, die mit einer APS-Beschichtung beschichtet und mehrfach unter verschiedenen aufgebrachten Lasten, in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau abgerieben wurden, darstellt, nachdem die Fläschchen 12 Stunden lang 300°C ausgesetzt wurden, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 23 enthält ein Diagramm, das den Reibungskoeffizienten für Fläschchen vom Typ Schott 1B, die mit einer Kapton-Polyimidbeschichtung beschichtet und mehrfach unter verschiedenen aufgebrachten Lasten, in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau abgerieben wurden, darstellt nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 24 zeigt den Reibungskoeffizienten für APS/Novastrat® 800-beschichtete Fläschchen vor und nach Lyophilisierung, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 25 zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für Fläschchen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 26 zeigt den Reibungskoeffizienten für APS/Novastrat® 800-beschichtete Fläschchen vor und nach Autoklavieren, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen; und

Fig. 27 zeigt graphisch den Reibungskoeffizienten für beschichtete Glasbehälter, die verschiedenen Temperaturbedingungen ausgesetzt wurden, sowie für einen unbeschichteten Glasbehälter;

Fig. 28 enthält eine Tabelle, in der die Änderung des Reibungskoeffizienten mit Veränderungen der Zusammensetzung des Kopplungsmittels einer auf einen hierin beschriebenen Glasbehälter aufgetragenen reibungsarmen Beschichtung dargestellt wird;

Fig. 29 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungskraft für beschichtete Glasbehälter vor und nach Entpyrogenisierung;

Fig. 30 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungskraft für verschiedene Entpyrogenisierungsbedingungen;

Fig. 31 zeigt ein schematisches Diagramm von Reaktionsschritten eines sich mit einem Substrat verbindenden Silans nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 32 zeigt ein schematisches Diagramm von Reaktionsschritten eines sich mit einem Silan verbindenden Polyimids nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 33 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die beschichteten unveränderten Fläschchen eines Vergleichsbeispiels;

Fig. 34 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die wärmebehandelten Fläschchen eines Vergleichsbeispiels;

Fig. 35 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die beschichteten unveränderten Fläschchen eines Vergleichsbeispiels;

Fig. 36 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die wärmebehandelten Fläschchen eines Vergleichsbeispiels;

Fig. 37 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungs-

kraft für beschichtete Glasbehälter vor und nach Entpyrogenisierung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 38 zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für Fläschchen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 39 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungskraft für beschichtete Glasbehälter vor und nach Entpyrogenisierung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 40 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten nach dem Variieren von Wärmebehandlungszeiten nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 41 zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungskraft für beschichtete Glasbehälter vor und nach Entpyrogenisierung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 42 zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für Fläschchen nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 43 zeigt ein Rasterelektronenmikroskopbild einer Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 44 zeigt ein Rasterelektronenmikroskopbild einer Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen;

Fig. 45 zeigt ein Rasterelektronenmikroskopbild einer Beschichtung nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen; und

Fig. 46 zeigt grafisch die Lichttransmissionsdaten für beschichtete und unbeschichtete Fläschchen, gemessen im sichtbaren Lichtspektrum von 400-700 nm, nach einer oder mehreren hierin gezeigten und beschriebenen Ausführungsformen.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG

[0020] In der Folge wird detailliert auf verschiedene Ausführungsformen von reibungsarmen Beschichtungen, Glaserzeugnissen mit reibungsarmen Beschichtungen und Verfahren zur Herstellung derselben eingegangen, für die Beispiele schematisch in den Figuren dargestellt sind. Diese beschichteten Glaserzeugnisse können Glaserbehälter sein, die für den Gebrauch in verschiedenen Verpackungsanwendungen geeignet sind, einschließlich, aber ohne darauf beschränkt zu sein, als pharmazeutische Verpackungen. Diese pharmazeutischen Verpackungen können eine pharmazeutische Zusammensetzung enthalten, oder auch nicht. Verschiedene Ausführungsformen von reibungsarmen Beschichtungen, Glaserzeugnissen mit reibungsarmen Beschichtungen und Verfahren zum Herstellen derselben werden hierin genauer beschrieben, wobei besonders auf die angehängten Zeichnungen Bezug genommen wird. Wenngleich Ausführungsformen der hierin beschriebenen reibungsarmen Beschichtungen auf die äußere Oberfläche eines Glasbehälters aufgetragen werden, wird darauf hingewiesen, dass die beschriebenen reibungsarmen Beschichtungen als Beschichtung auf zahlreichen verschiedenen Materialien eingesetzt werden können, einschließlich glasfreier Materialien, sowie auf anderen Substraten als Behältern, einschließlich, aber ohne darauf beschränkt zu sein, Glasanzeigepanels und dergleichen.

[0021] Im Allgemeinen kann eine reibungsarme Beschichtung auf eine Oberfläche eines Glaserzeugnisses aufgetragen werden, wie etwa auf einen Behälter, der als eine pharmazeutische Verpackung eingesetzt werden kann. Die reibungsarme Beschichtung kann dem beschichteten Glaserzeugnis vorteilhafte Eigenschaften verleihen, wie etwa einen verringerten Reibungskoeffizienten und einen erhöhten Widerstand gegenüber Beschädigungen. Der verringerte Reibungskoeffizient kann dem Glaserzeugnis eine verbesserte Festigkeit und Beständigkeit verleihen, indem Reibungsschäden am Glas gemindert werden. Ferner kann die reibungsarme Beschichtung die obige verbesserte Festigkeits- und Beständigkeitseigenschaften nach einem Aussetzen an erhöhte Temperaturen sowie anderen Bedingungen erhalten, wie etwa denen, die während der Verpackungs- und Vorverpackungsschritte, die beim Verpacken von Pharmazeutika eingesetzt werden, wie zum Beispiel Entpyrogenisieren, Autoklavieren und dergleichen. Dementsprechend sind die reibungsarmen Beschichtungen und Glaserzeugnisse mit reibungsarmen Beschichtungen thermisch stabil.

[0022] Die reibungsarme Beschichtung kann im Allgemeinen ein Kopplungsmittel, wie etwa ein Silan, und eine chemische Polymerzusammensetzung, wie etwa ein Polyimid, aufweisen. In manchen Ausführungsformen kann das Kopplungsmittel in einer Kopplungsmittelschicht angeordnet sein, die auf der Oberfläche des Glaserzeugnisses angeordnet ist, und die chemische Polymerzusammensetzung kann in einer Polymerschicht angeordnet sein, die auf der Kopplungsmittelschicht angeordnet ist. In anderen

Ausführungsformen können das Kopplungsmittel und die chemische Polymerzusammensetzung in einer einzigen Schicht vermischt sein.

[0023] Fig. 1 zeigt schematisch einen Querschnitt eines beschichteten Glaserzeugnisses, spezifisch eines beschichteten Glasbehälters **100**. Der beschichtete Glasbehälter **100** weist einen Glaskörper **102** und eine reibungsarme Beschichtung **120** auf. Der Glaskörper **102** weist eine Glasbehälterwand **104** auf, die sich zwischen einer äußeren Oberfläche **108** (d. h. einer ersten Oberfläche) und einer inneren Oberfläche **110** (d. h. einer zweiten Oberfläche) erstreckt. Die innere Oberfläche **110** der Glasbehälterwand **104** definiert ein inneres Volumen **106** des beschichteten Glasbehälters **100**. Eine reibungsarme Beschichtung **120** ist auf zumindest einem Teil der äußeren Oberfläche **108** des Glaskörpers **102** angeordnet. In manchen Ausführungsformen kann die reibungsarme Beschichtung **120** im Wesentlichen auf der gesamten äußeren Oberfläche **108** des Glaskörpers **102** angeordnet sein. Die reibungsarme Beschichtung **120** weist eine äußere Oberfläche **122** und eine den Glaskörper berührende Oberfläche **124** an der Grenzschicht des Glaskörpers **102** und der reibungsarmen Beschichtung **120** auf. Die reibungsarme Beschichtung **120** kann an der äußeren Oberfläche **108** mit dem Glaskörper **102** verbunden sein.

[0024] In einer Ausführungsform ist der beschichtete Glasbehälter **100** eine pharmazeutische Verpackung. Der Glaskörper **102** kann zum Beispiel in der Form eines Fläschchens, einer Ampulle, einer Flasche, einer Phiole, eines Becherglases, eines Eimers, einer Karaffe, einer Wanne, eines Spritzenkörpers oder dergleichen vorliegen. Der beschichtete Glasbehälter **100** kann eingesetzt werden, um jegliche Zusammensetzung zu enthalten und kann in einer Ausführungsform eingesetzt werden, eine pharmazeutische Zusammensetzung zu enthalten. Eine pharmazeutische Zusammensetzung kann jegliche chemische Substanz enthalten, die für den Gebrauch in der medizinischen Diagnose, Heilung, Behandlung oder Krankheitsvorbeugung vorgesehen ist. Zu Beispielen für pharmazeutische Zusammensetzungen zählen, ohne darauf beschränkt zu sein, Medizin, Medikamente, Medikationen, Arzneimittel, Heilmittel und dergleichen. Die pharmazeutische Zusammensetzung kann in der Form einer Flüssigkeit, eines Feststoffs, eines Gels, einer Suspension, eines Pulvers oder dergleichen vorliegen.

[0025] Unter Bezugnahme auf **Fig. 1** und **Fig. 2** weist die reibungsarme Beschichtung **120** in einer Ausführungsform eine zwei-Schicht Struktur auf. **Fig. 2** zeigt einen Querschnitt eines beschichteten Glasbehälters **100**, wobei die reibungsarme Beschichtung eine Polymerschicht **170** und eine Kopplungsmittelschicht **180** aufweist. Eine chemische Polymerzusammensetzung kann in Polymerschicht **170** enthalten sein und ein Kopplungsmittel kann in einer Kopplungsmittelschicht **180** enthalten sein. Die Kopplungsmittelschicht **180** kann in direkter Berührung mit der äußeren Oberfläche **108** der Glasbehälterwand **104** stehen. Die Polymerschicht **170** kann in direkter Berührung mit der Kopplungsmittelschicht **180** stehen und kann die äußere Oberfläche **122** der reibungsarmen Beschichtung **120** bilden. In manchen Ausführungsformen ist die Kopplungsmittelschicht **180** an die Glaswand **104** gebunden und die Polymerschicht **170** ist an einer Grenzschicht an die Kopplungsmittelschicht **180** gebunden. Es wird allerdings darauf hingewiesen, dass in manchen Ausführungsformen die reibungsarme Beschichtung **120** kein Kopplungsmittel enthalten kann und die chemische Polymerzusammensetzung in einer Polymerschicht **170** angeordnet sein kann, die in direkter Berührung mit der Außenoberfläche **108** der Glasbehälterwand **104** steht. In einer weiteren Ausführungsform sind die chemische Polymerzusammensetzung und das Kopplungsmittel im Wesentlichen in einer einzigen Schicht vermischt. In manchen anderen Ausführungsformen kann die Polymerschicht über der Kopplungsmittelschicht angeordnet sein, dies bedeutet, dass die Polymerschicht **170** bezogen auf die Kopplungsmittelschicht **180** und die Glaswand **104** sich in einer außenliegenden Schicht befindet. Wie hierin gebraucht bedeutet das Anordnen einer ersten Schicht „über“ einer zweiten Schicht, dass die erste Schicht in direkter Berührung mit der zweiten Schicht steht kann, oder dass sie von der zweiten Schicht getrennt ist, zum Beispiel durch eine dritte Schicht, die zwischen der ersten und der zweiten Schicht angeordnet ist.

[0026] Unter Bezugnahme auf **Fig. 3** kann in einer Ausführungsform die reibungsarme Beschichtung **120** ferner eine Grenzschicht **190** aufweisen, die zwischen der Kopplungsmittelschicht **180** und der Polymerschicht **170** angeordnet ist. Die Grenzschicht **190** kann eine oder mehrere chemische Zusammensetzungen der Polymerschicht **170** aufweisen, die mit einer oder mehreren der chemischen Zusammensetzungen der Kopplungsmittelschicht **180** verbunden sind. In dieser Ausführungsform bildet die Grenzschicht der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht eine Grenzschicht **190**, in der das Verbinden zwischen der chemischen Polymerzusammensetzung und dem Kopplungsmittel stattfindet. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass in manchen Ausführungsformen keine erkennbare Schicht an der Grenzschicht zwischen der Kopplungsmittelschicht **180** und der Polymerschicht **170** vorliegt, in der das Polymer und das Kopplungsmittel chemisch aneinandergebunden sind, wie zuvor unter Bezugnahme auf **Fig. 2** beschrieben.

[0027] Die auf den Glaskörper **102** aufgetragene reibungsarme Beschichtung **120**, kann eine Dicke von weniger als etwa 100 µm oder auch etwa 1 µm

oder weniger haben. In manchen Ausführungsformen kann die Dicke der reibungsarmen Beschichtung **120** etwa 100 nm oder weniger betragen. In anderen Ausführungsformen kann die reibungsarme Beschichtung **120** weniger als etwa 90 nm, weniger als etwa 80 nm, weniger als etwa 70 nm, weniger als etwa 60 nm, weniger als etwa 50 nm oder weniger als etwa 25 nm dick sein. In manchen Ausführungsformen kann die reibungsarme Beschichtung **120** über die Gesamtheit des Glaskörpers **102** hinweg nicht einheitlich dick sein. So kann der beschichtete Glasbehälter **100** zum Beispiel aufgrund des Verfahrens zum Inberührungbringen des Glaskörpers **102** mit einer oder mehreren Beschichtungslösungen, die eine reibungsarme Beschichtung **120** ausbilden, in manchen Bereichen eine dickere reibungsarme Beschichtung **120** aufweisen. In manchen Ausführungsformen kann die reibungsarme Beschichtung **120** eine nicht einheitliche Dicke aufweisen. So kann die Dicke der Beschichtung in verschiedenen Bereichen eines beschichteten Glasbehälters **100** variiert werden, wodurch ein Schutz in einem ausgewählten Bereich gefördert wird.

[0028] In Ausführungsformen, die zumindest zwei Schichten enthalten, wie etwa die Polymerschicht **170**, die Grenzschicht **190** und/oder die Kopplungsmittelschicht **180**, kann jede Schicht eine Dicke von weniger als etwa 100 µm oder auch von etwa 1 µm oder weniger aufweisen. In manchen Ausführungsformen kann die Dicke jeder Schicht etwa 100 nm oder weniger betragen. In anderen Ausführungsformen kann jede Schicht weniger als etwa 90 nm, weniger als etwa 80 nm, weniger als etwa 70 nm, weniger als etwa 60 nm, weniger als etwa 50 nm oder weniger als etwa 25 nm dick sein.

[0029] Wie zuvor erwähnt weist die reibungsarme Beschichtung **120** in manchen Ausführungsformen ein Kopplungsmittel auf. Das Kopplungsmittel kann das Anhaften oder Anbinden der chemischen Polymerzusammensetzung am Glaskörper **102** verbessern und ist im Allgemeinen zwischen dem Glaskörper **102** und der chemischen Polymerzusammensetzung angeordnet oder mit der chemischen Zusammensetzung vermischt. Anhaften, wie hierin gebraucht, bezieht sich auf die Festigkeit des Anhaftens oder Anbindens der reibungsarmen Beschichtung vor und nach einer Behandlung die auf den beschichteten Glasbehälter angewendet wird, wie etwa einer Wärmebehandlung. Zu den Wärmebehandlungen zählen, ohne darauf beschränkt zu sein, Autoklavieren, Entpyrogenisieren, Lyophilisieren und dergleichen.

[0030] In einer Ausführungsform kann das Kopplungsmittel zumindest eine chemische Silanzusammensetzung aufweisen. Wie hierin gebraucht ist eine chemische „Silan“zusammensetzung eine beliebige chemische Zusammensetzung, die einem Silanrest aufweist, einschließlich funktioneller Organosilane sowie Silanole, die in wässrigen Lösungen aus Silanen gebildet werden. Die chemischen Silanzusammensetzungen des Kopplungsmittels können aromatisch oder aliphatisch sein. In manchen Ausführungsformen kann die zumindest eine Silanzusammensetzung einen Aminrest wie etwa einen primären Aminrest oder einen sekundären Aminrest, aufweisen. Ferner kann das Kopplungsmittel Hydrolysate und/oder Oligomere dieser Silane, wie etwa eine oder mehrere chemische Silsesquioxanzusammensetzungen, die aus einer oder mehreren chemischen Silanzusammensetzungen gebildet sind, aufweisen. Die chemischen Silsesquioxanzusammensetzungen können eine vollständige Käfigstruktur, eine teilweise Käfigstruktur oder keine Käfigstruktur aufweisen.

[0031] Das Kopplungsmittel kann eine beliebige Anzahl von chemischen Zusammensetzungen, wie etwa eine chemische Zusammensetzung, zwei verschiedene chemische Zusammensetzungen oder mehr als zwei verschiedene chemische Zusammensetzungen, einschließlich von Oligomeren aufweisen, die aus mehr als einer monomeren chemischen Zusammensetzung gebildet sind. In einer Ausführungsform kann das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweisen (**1**) eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon und (**2**) eine chemische Zusammensetzung, die durch Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung gebildet wird. In einer anderen Ausführungsform weist das Kopplungsmittel ein erstes und ein zweites Silan auf. Wie hierin gebraucht, sind eine „erste“ chemische Silanzusammensetzung und eine „zweite“ chemische Silanzusammensetzung Silane mit verschiedenen chemischen Zusammensetzungen. Die erste chemische Silanzusammensetzung kann eine aromatische oder eine aliphatische chemische Zusammensetzung sein, kann optional einen Aminrest aufweisen und kann optional ein Alkoxysilan sein. Auf ähnliche Weise kann die zweite chemische Silanzusammensetzung eine aromatische oder eine aliphatische chemische Zusammensetzung sein, kann optional einen Aminrest aufweisen und kann optional ein Alkoxysilan sein.

[0032] So wird zum Beispiel in einer Ausführungsform nur eine chemische Silanzusammensetzung als das Kopplungsmittel aufgetragen. In einer derartigen Ausführungsform kann das Kopplungsmittel eine chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon aufweisen.

[0033] In einer weiteren Ausführungsform können mehrere chemische Silanzusammensetzungen als das Kopplungsmittel aufgetragen werden. In einer derartigen Ausführungsform kann das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweisen (**1**) ei-

ne Mischung der ersten chemische Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung und (**2**) eine chemische Zusammensetzung, die durch Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung gebildet wird.

[0034] Mit Bezug auf die zuvor beschriebenen Ausführungsformen können die erste chemische Silanzusammensetzung, die zweite chemische Silanzusammensetzung oder beide aromatische chemische Zusammensetzungen sein. Wie hierin gebraucht enthält eine aromatische chemische Zusammensetzung einen oder mehrere sechsgliedrige Kohlenstoffringe, die charakteristisch für die Benzolreihe und damit verwandte organische Reste sind. Die aromatische chemische Silanzusammensetzung kann ein Alkoxysilan sein, wie zum Beispiel, ohne darauf beschränkt zu sein, eine chemische Dialkoxysilanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, oder eine chemische Trialkoxysilanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon. In manchen Ausführungsformen kann das aromatische Silan einen Aminrest aufweisen und kann ein Alkoxysilan sein, das einen Aminrest aufweist. In einer weiteren Ausführungsform kann die aromatische chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung, eine aromatische chemische Acyloxysilanzusammensetzung, eine aromatische chemische Halogensilanzusammensetzung oder eine aromatische chemische Aminosilanzusammensetzung sein. In einer weiteren Ausführungsform kann die aromatische chemische Silanzusammensetzung ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus den Aminophenyl-, 3-(m-Aminophenoxy)propyl-, N-Phenylaminopropyl- oder (Chlormethy)phenylsubstituierten Alkoxy-, Acyloxy-, Halogen- oder Aminosilanen. Das aromatische Alkoxysilan kann zum Beispiel folgendes sein, ohne darauf beschränkt zu sein, Aminophenyltrimethoxysilan (hierin manchmal als „APhTMS“ bezeichnet), Aminophenyldimethoxysilan, Aminophenyltriethoxysilan, Aminophenyldiethoxysilan, 3-(m-Aminophenoxy)propyltrimethoxysilan, 3-(m-Aminophenoxy)propyldimethoxysilan, 3-(m-Aminophenoxy)propyltriethoxysilan, 3-(m-Aminophenoxy)propyldiethoxysilan, N-Phenylaminopropyltrimethoxysilan, N-Phenylaminopropyldimethoxysilan, N-Phenylaminopropyltriethoxysilan, N-Phenylaminopropyldiethoxysilan, Hydrolysate davon oder oligomerisierte chemische Zusammensetzungen davon. In einem Ausführungsbeispiel kann die aromatische chemische Silanzusammensetzung Aminophenyltrimethoxysilan sein.

[0035] Wieder mit Bezug auf die zuvor beschriebenen Ausführungsformen können die erste chemische Silanzusammensetzung, die zweite chemische Silanzusammensetzung oder beide aliphatische chemische Zusammensetzungen sein. Wie hierin gebraucht ist eine aliphatische chemische Zusammensetzung nichtaromatisch, wie etwa eine chemische Zusammensetzung mit einer offenkettigen Struktur, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu sein, Alkane, Alkene und Alkine. In manchen Ausführungsformen kann das das Kopplungsmittel zum Beispiel eine Chemische Zusammensetzung aufweisen, die ein Alkoxysilan ist, und die ein aliphatisches Alkoxysilan sein kann, wie zum Beispiel, ohne darauf beschränkt zu sein, eine chemische Dialkoxysilanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, oder eine chemische Trialkoxysilanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon. In manchen Ausführungsformen kann das aliphatische Silan einen Aminrest aufweisen und kann ein Alkoxysilan sein, das einen Aminrest aufweist, wie etwa ein Aminoalkyltrialkoxysilan. In einer Ausführungsform kann eine aliphatische chemische Silanzusammensetzung ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus den 3-Aminopropyl-, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-, Vinyl-, Methyl-, N-Phenylaminopropyl-, (N-Phenylamino)methyl-, N-(2-Vinylbenzylaminoethyl)-3-aminopropylsubstituierten Alkoxy-, Acyloxy-, Halogen- oder Aminosilanen, Hydrolysaten davon oder Oligomeren davon. Aminoalkyltrialkoxysilane schließen folgendes ein, sind aber nicht darauf beschränkt, 3-Aminopropyltrimethoxysilan (hierin manchmal als „GAPS“ bezeichnet), 3-Aminopropyldimethoxysilan, 3-Aminopropyltriethoxysilan, 3-Aminopropyldiethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyldimethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyltriethoxysilan, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyldiethoxysilan, Hydrolysate davon und oligomerisierte chemische Zusammensetzungen davon. In anderen Ausführungsformen kann die aliphatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung keinen Aminrest aufweisen, wie etwa ein Alkyltrialkoxysilan oder ein Alkylbialkoxysilan. Solche Alkyltrialkoxysilane oder Alkylbialkoxysilane schließen folgendes ein, sind aber nicht darauf beschränkt, Vinyltrimethoxysilan, Vinyldimethoxysilan, Vinyltriethoxysilan, Vinyldiethoxysilan, Methyltrimethoxysilan, Methyltdimethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Methyldiethoxysilan, Hydrolysate davon oder oligomerisierte chemische Zusammensetzungen davon. In einem Ausführungsbeispiel ist die aliphatische chemische Silanzusammensetzung 3-Aminopropyltrimethoxysilan.

[0036] Es hat sich herausgestellt, dass das Bilden des Kopplungsmittels aus Kombinationen von verschiedenen chemischen Zusammensetzungen, insbesondere Kombinationen von chemischen Silanzusammensetzungen, die thermische Stabilität der reibungsarmen Beschichtung **120** verbessern kann. So hat sich zum Beispiel herausgestellt, dass Kombinationen aus aromatischen Silanen und aliphatischen Silanen, wie etwa den zuvor beschriebenen, die

thermische Stabilität der reibungsarmen Beschichtung verbessern, wodurch eine Beschichtung gebildet wird, die ihre mechanischen Eigenschaften, wie etwa den Reibungskoeffizienten und die Haftleistung, nach einer Wärmebehandlung bei erhöhten Temperaturen beibehält. Dementsprechend weist in einer Ausführungsform das Kopplungsmittel eine Kombination aus aromatischen und aliphatischen Silanen auf. In diesen Ausführungsformen kann das Verhältnis von aliphatischen Silanen zu aromatischen Silanen (aliphatisch:aromatisch) von etwa 1:3 bis etwa 1:0,2 reichen. Wenn das Kopplungsmittel zwei oder mehr chemische Zusammensetzungen aufweist, wie etwa zumindest ein aliphatisches Silan und ein aromatisches Silan, kann das Gewichtsverhältnis der zwei chemischen Zusammensetzungen jedes beliebige Verhältnis sein, wie beispielsweise ein Gewichtsverhältnis einer ersten chemischen Silanzusammensetzung zu einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung (erstes Silan:zweites Silan) von etwa 0,1:1 bis etwa 10:1. So kann das Verhältnis in manchen Ausführungsformen zum Beispiel von etwa 0,5:1 bis etwa 2:1 reichen, wie etwa 2:1, 1:1, 0,5:1. In manchen Ausführungsformen kann das Kopplungsmittel Kombinationen aus mehreren aliphatischen Silanen und/oder mehreren aromatischen Silanen aufweisen, die in einem oder mehreren Schritten mit oder ohne organische oder anorganische Füllstoffe auf den Glasbehälter aufgetragen werden können. In manchen Ausführungsformen weist das Kopplungsmittel Oligomere auf, wie etwa Silsesquioxane, die sowohl aus den aliphatischen als auch den aromatischen Silanen gebildet sind.

[0037] In einem Ausführungsbeispiel ist die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung ist eine aliphatische chemische Silanzusammensetzung. In einem Ausführungsbeispiel ist die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung, die zumindest einen Aminrest aufweist, und die zweite chemische Silanzusammensetzung ist eine aliphatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung, die zumindest einen Aminrest aufweist. In einem weiteren Ausführungsbeispiel weist das Kopplungsmittel ein Oligomer einer oder mehrerer chemischen Silanzusammensetzungen auf, wobei das Oligomer eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung ist und wobei zumindest eine der chemischen Silanzusammensetzungen zumindest einen aromatischen Rest und zumindest einen Aminmrest aufweist. In einem bestimmten Ausführungsbeispiel ist die erste chemische Silanzusammensetzung Aminophenyltrimethoxysilan und die zweite chemische Silanzusammensetzung ist 3-Aminopropyltrimethoxysilan. Das Verhältnis von aromatischem Silan zu aliphatischem Silan kann etwa 1:1 betragen. In einem weiteren besonderen Ausführungsbeispiel weist das Kopplungsmittel ein Oligomer auf, das aus Aminophenyltrimethoxy und 3-Aminopropyltrimethoxy gebildet ist. In einer weiteren Ausführungsform kann das Kopplungsmittel sowohl eine Mischung aus Aminophenyltrimethoxy und 3-Aminopropyltrimethoxy als auch aus diesen beiden gebildete Oligomere aufweisen.

[0038] In einer weiteren Ausführungsform kann das Kopplungsmittel eine chemische Zusammensetzung aufweisen, die ein Aminoalkylsilsesquioxan ist. In einer Ausführungsform weist das Kopplungsmittel ein Aminopropylsilsesquioxan(APS)-Oligomer auf (kommerziell erhältlich als wässrige Lösung von Gelest).

[0039] In einer Ausführungsform ist die aromatische chemische Silanzusammensetzung eine chemische Chlorsilanzusammensetzung.

[0040] In einer anderen Ausführungsform kann das Kopplungsmittel chemische Zusammensetzungen aufweisen, bei denen es sich um hydrolysierte Analoga von Aminoalkoxysilanen handelt, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu sein, (3-Aminopropyl)silantriol, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-silantriol und/oder Gemische daraus.

[0041] In einer weiteren Ausführungsform kann das Kopplungsmittel ein anorganisches Material, wie etwa ein Metall- und/oder ein Keramikfilm sein. Zu nicht einschränkenden Beispielen für geeignete anorganische Materialien, die als Kopplungsmittel eingesetzt werden, zählen Titanate, Zirconate, Zinn, Titan und/oder Oxide davon.

[0042] In einer Ausführungsform wird das Kopplungsmittel auf die äußere Oberfläche **108** des Glaskörpers **102** aufgetragen, indem diese über einen Eintauchvorgang mit dem verdünnten Kopplungsmittel in Berührung gebracht wird. Das Kopplungsmittel kann mit einem Lösungsmittel vermischt sein, wenn es auf den Glaskörper **102** aufgetragen wird. In einer weiteren Ausführungsform kann das Kopplungsmittel durch Sprühen oder andere geeignete Mittel auf den Glaskörper **102** aufgetragen werden. Der Glaskörper **102** mit dem Kopplungsmittel kann dann bei etwa 120°C etwa 15 Minuten lang oder über jeglichen Zeitraum bei jeglicher Temperatur getrocknet werden, die ausreichen, das Wasser und/oder andere organische Lösungsmittel, die an der äußeren Oberfläche **108** der Glasbehälterwand **104** vorliegen, angemessen freizusetzen.

[0043] Mit Bezug auf **Fig. 2** ist in einer Ausführungsform das Kopplungsmittel als eine Kopplungsmittelschicht **180** auf dem Glasbehälter angeordnet und wird als eine Lösung aufgetragen, die etwa 0, 5 Gew-% eines ersten Silans und etwa 0,5 Gew.-% eines zweiten Silans (insgesamt 1 Gew.-% Silan), vermischt mit Wasser und/oder einem organischen Lösungsmittel, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu

sein, Methanol aufweist. Es wird allerdings darauf hingewiesen, dass die gesamte Silankonzentration in der Lösung mehr oder weniger als etwa 1 Gew.-% betragen kann, wie zum Beispiel von etwa 0,1 Gew.-% bis etwa 10 Gew.-%, von etwa 0,3 Gew.-% bis etwa 5,0 Gew.-% oder von etwa 0,5 Gew.-% bis etwa 2,0 Gew.-%. In einer Ausführungsform kann das Gewichtsverhältnis von organischem Lösungsmittel zu Wasser (organisches Lösungsmittel: Wasser) zum Beispiel von etwa 90:10 bis etwa 10: 90 betragen und kann in einer Ausführungsform etwa 75:25 betragen. Das Gewichtsverhältnis von Silan zu Lösungsmittel kann sich auf die Dicke der Kopplungsmittelschicht auswirken, wobei ein erhöhter Prozentsatz der chemischen Silanzusammensetzung im Kopplungsmittel die Dicke der Kopplungsmittelschicht **180** erhöhen kann. Allerdings versteht es sich, dass andere Variablen sich auf die Dicke der Kopplungsmittelschicht **180** auswirken können, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu sein, die Details des Eintauchbeschichtungsvorgangs, wie etwa die Auszugsgeschwindigkeit aus dem Bad. So kann zum Beispiel eine schnellere Auszugsgeschwindigkeit eine dünnere Kopplungsmittelschicht **180** ausbilden.

[0044] In einer weiteren Ausführungsform kann die Kopplungsmittelschicht **180** als eine Lösung aufgebracht werden, die 0,1 Vol-% eines im Handel verfügbaren Aminopropylsilsesquioxanoligomers aufweist. Kopplungsmittelschichtlösungen mit anderen Konzentrationen können eingesetzt werden, einschließlich, ohne darauf beschränkt zu sein, von Lösungen mit 0,01-10,0 Vol-% Aminopropylsilsesquioxanoligomer.

[0045] Wie hierin angegeben weist die reibungsarme Beschichtung auch eine chemische Polymerzusammensetzung auf. Die chemische Polymerzusammensetzung kann ein thermisch stabiles Polymer oder ein Gemisch aus Polymeren sein, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu sein, Polyimide, Polybenzimidazole, Polysulfone, Polyetheretheketone, Polyetherimide, Polyamide, Polyphenyle, Polybenzothiazole, Polybenzoxazole, Polybisthiazole und polyaromatische heterozyklische Polymere mit und ohne organische oder anorganische Füllstoffe. Die chemische Polymerzusammensetzung kann aus anderen thermisch stabilen Polymeren gebildet werden, wie etwa Polymeren, die sich bei Temperaturen im Bereich von 200°C bis 400°C, einschließlich 250°C, 300°C und 350°C nicht zersetzen. Diese Polymere können mit oder ohne ein Kopplungsmittel aufgetragen werden.

[0046] In einer Ausführungsform ist die chemische Polymerzusammensetzung eine chemische Polyimidzusammensetzung. Wenn die reibungsarme Beschichtung **120** ein Polyimid aufweist, kann die Polyimidzusammensetzung von einer Polyamsäure abgeleitet sein, die in einer Lösung durch Polymerisierung von Monomeren gebildet wird. Eine solche Polyamsäure ist Novastrat® 800 (kommerziell erhältlich von NeXolve). Ein Härtungsschritt imidisiert die Polyamsäure, um das Polyimid zu bilden. Die Polyamsäure kann durch die Reaktion eines Diaminmonomers, wie etwa eines Diamins, und eines Anhydridmonomers, wie etwa eines Dianhydrids gebildet werden. Wie hierin verwendet werden Polyimidmonomere als Diaminmonomere und Dianhydridmonomere beschrieben. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass, auch wenn ein Diaminmonomer zwei Aminreste aufweist, in der folgenden Beschreibung jedes Monomer, das zumindest zwei Aminreste aufweist, als Diaminmonomer geeignet sein kann. Ebenso wird darauf hingewiesen, dass, auch wenn ein Dianhydridmonomer zwei Anhydridreste aufweist, in der folgenden Beschreibung jedes Monomer, das zumindest zwei Anhydridreste aufweist, als Dianhydridmonomer geeignet sein kann. Die Reaktion zwischen den Anhydridresten des Anhydridmonomers und den Aminresten des Diaminmonomers bildet die Polyamsäure. Demnach bezeichnet eine chemische Polyimidzusammensetzung, die aus der Polymerisierung von bestimmten Monomeren erzeugt wurde, wie hierin verwendet, das Polyimid, das im Anschluss an die Imidisierung einer Polyamsäure erzeugt wird, die aus diesen spezifizierten Monomeren gebildet wird. Im Allgemeinen ist das Molverhältnis der gesamten Anhydridmonomere und Diaminmonomere etwa 1: 1. Auch wenn das Polyimid aus nur zwei separaten chemischen Zusammensetzungen (einem Anhydridmonomer und einem Diaminmonomer) gebildet werden kann, kann zumindest ein Anhydridmonomer polymerisiert werden und zumindest ein Diaminmonomer polymerisiert werden, um das Polyimid auszubilden. So kann zum Beispiel ein Anhydridmonomer mit zwei verschiedenen Diaminmonomeren polymerisiert werden. Eine beliebige Anzahl von monomeren Spezieskombinationen kann eingesetzt werden. Ferner kann das Verhältnis eines Anhydridmonomers zu einem anderen Anhydridmonomers oder eines oder mehrerer Diaminmonomere zu einem anderen Diaminmonomer ein beliebiges Verhältnis sein, wie zum Beispiel zwischen etwa 1:0,1 und 0,1:1, wie zum Beispiel etwa 1:9, 1:4, 3:7, 2:3, 1:1, 3:2, 7:3, 4:1 oder 1:9.

[0047] Das Anhydridmonomer, aus dem, zusammen mit dem Diaminmonomer, das Polyimid gebildet wird, kann ein beliebiges Anhydridmonomer aufweisen. In einer Ausführungsform weist das Anhydridmonomer eine Benzophenonstruktur auf. In einem Ausführungsbeispiel kann Benzophenon-3,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid zumindest eines der Anhydridmonomere sein, aus dem das Polyimid gebildet wird. In anderen Ausführungsformen kann das Diaminmonomer eine Anthracenstruktur, eine Phenanthrenstruktur, eine Pyrenstruktur oder eine Pentacenstruktur aufweisen, einschließlich substituierter Versionen der oben genannten Dianhydride.

[0048] Das Diaminmonomer, aus dem, zusammen mit dem Anhydridmonomer, das Polyimid gebildet wird, kann ein beliebiges Diaminmonomer aufweisen. In einer Ausführungsform weist das Diaminmonomer zumindest einen aromatischen Ringrest auf. **Fig. 4** und **Fig. 5** zeigen Beispiele von Diaminmonomeren, die zusammen mit einem oder mehreren ausgewählten Anhydridmonomeren das Polyimid bilden können, das die chemische Polymerzusammensetzung aufweist. Das Diaminmonomer kann ein oder mehrere Kohlenstoffmoleküle aufweisen, die zwei aromatische Ringreste miteinander verbinden, wie in **Fig. 4** gezeigt, wobei R in **Fig. 5** einem Alkylrest entspricht, der ein oder mehrere Kohlenstoffatome aufweist. Alternativ dazu kann das Diaminmonomer zwei aromatische Ringreste aufweisen, die direkt verbunden sind und nicht durch zumindest ein Kohlenstoffmolekül getrennt sind, wie in **Fig. 5** gezeigt. Das Diaminmonomer kann einen oder mehrere Alkylreste aufweisen, wie in **Fig. 4** und **Fig. 5** durch R' und R" dargestellt. So können zum Beispiel in **Fig. 4** und **Fig. 5** R' und R" einen Alkylrest darstellen, wie etwa Methyl-, Ethyl-, Propyl- oder Butylreste, die an einen oder mehrere aromatischen Ringreste gebunden sind. So kann das Diaminmonomer zum Beispiel zwei aromatische Ringreste aufweisen, wobei jeder aromatische Ringrest einen Alkylrest aufweist, der daran gebundenen ist und einem Aminrest benachbart ist, der an den aromatischen Ringrest gebunden ist. Es wird darauf hingewiesen, dass R' und R" in **Fig. 4** sowie 5 derselbe chemische Rest oder verschiedene chemische Reste sein können. Alternativ können R' und/oder R" in **Fig. 4** sowie 5 auch gar keine Atome darstellen.

[0049] Zwei verschiedene chemische Zusammensetzungen von Diaminmonomeren können das Polyimid bilden. In einer Ausführungsform weist ein erstes Diaminmonomer zwei aromatische Ringreste auf, die direkt aneinander gebunden sind und nicht durch ein verbindendes Kohlenstoffmolekül voneinander getrennt sind, und ein zweites Diaminmonomer weist zwei aromatische Ringreste auf, die über zumindest ein Kohlenstoffmolekül miteinander verbunden sind, dass die beiden aromatischen Ringreste miteinander verbindet. In einem Ausführungsbeispiel weisen das erste Diaminmonomer, das zweite Diaminmonomer und das Anhydridmonomer ein Molverhältnis (erstes Diaminmonomer:zweites Diaminmonomer:Anhydridmonomer) von etwa 0,465:0,035:0,5 auf. Das Verhältnis des ersten Diaminmonomer zum zweiten Diaminmonomer kann jedoch in einem Bereich von etwa 0,01:0,49 bis etwa 0,40:0,10 variieren, während der Anteil des Anhydridmonomers bei etwa 0,5 bleibt.

[0050] In einer Ausführungsform wird die Polyimidzusammensetzung durch Polymerisierung von zumindest einem ersten Diaminmonomer, einem zweiten Diaminmonomer und einem Anhydridmonomer gebildet, wobei das erste und das zweite Diaminmonomer verschiedene chemische Zusammensetzungen sind. In einer Ausführungsform ist das Anhydridmonomer ein Benzophenon, das erste Diaminmonomer weist zwei direkt aneinander gebundene aromatische Ringe auf und das zweite Diaminmonomer weist zwei aromatische Ringe auf, die über zumindest ein Kohlenstoffmolekül aneinander gebunden sind, das den ersten und den zweiten aromatischen Ring miteinander verbindet. Das erste Diaminmonomer, das zweite Diaminmonomer und das Anhydridmonomer können ein Molverhältnis (erstes Diaminmonomer:zweites Diaminmonomer:Anhydridmonomer) von etwa 0,465:0,035:0,5 aufweisen.

[0051] In einem Ausführungsbeispiel ist das erste Diaminmonomer ortho-Tolidin, das zweite Diaminmonomer ist 4,4'-Methylen-bis(2-methylanilin), und das Anhydridmonomer ist Benzophenon-3,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid. Das erste Diaminmonomer, das zweite Diaminmonomer und das Anhydridmonomer können ein Molverhältnis (erstes Diaminmonomer:zweites Diaminmonomer:Anhydridmonomer) von etwa 0,465:0,035:0,5 aufweisen.

[0052] In manchen Ausführungsformen kann das Polyimid durch die Polymerisierung von einem oder mehreren der folgenden gebildet werden: Bicyclo[2.2.1]heptan-2,3,5,6-tetracarbonsäuredianhydrid, Cyclopentan-1,2,3,4-tetracarbonsäure-1,2;3,4-dianhydrid, Bicyclo[2.2.2]octan-2,3,5,6-tetracarbonsäuredianhydrid, 4arH,8acH)-Decahydro-1t,4t:5c,8c-dimethanonaphthalin-2t,3t,6c,7c-tetracarbonsäure-2,3:6,7-dianhydrid, 2c,3c,6c,7c-Tetracarbonsäure-2,3:6,7-dianhydrid, 5-endo-Carboxymethylbicyclo[2.2.1]-heptan-2-exo,3-exo,5-exo-tricarbonsäure-2,3:5,5-dianhydrid, 5-(2,5-Dioxotetrahydro-3-furanyl)-3-methyl-3-cyclohexen-1,2-dicarbonsäureanhydrid, Isomeren von Bis(aminomethyl)bicyclo[2.2.1]heptan oder 4,4'-Methylenbis(2-methylcyclohexylamin), Pyromellitsäuredianhydrid (PMDA) **3**,3',4,4'-Biphenyldianhydrid (**4**,4'-BPDA), 3,3',4,4'-Benzophenondianhydrid (**4**,4'-BTDA), 3,3',4,4'-Oxydiphthalsäureanhydrid (**4**,4'-ODPA), 1,4-Bis(3,4-dicarboxyl-phenoxy)benzoldianhydrid (**4**,4'-HQDPA), 1,3-Bis(2,3-dicarboxyl-phenoxy)benzoldianhydrid (**3**,3'-HQDPA), 4,4'-Bis(3,4-dicarbonsäurephenoxyphenyl)-isopropylidendianhydrid (**4**,4' -BPADA), 4,4'-(2,2,2-Trifluor-1-pentafluorphenylethyliden)-diphthalsäuredianhydrid (3FDA), 4,4'-Oxydianilin (ODA), m-Phenylendiamin (MPD), p-Phenylendiamin (PPD), m-Toluoldiamin (TDA), 1,4-Bis(4-aminophenoxy)benzol (1,4,4-APB), 3,3'-(m-Phenylenbis(oxy))dianilin (APB), 4,4'-Diamino-3,3'-dimethyldiphenylmethan (DMMDA), 2,2'-Bis(4-(4-aminophenoxy)phenyl)propan (BAPP), 1,4-Cyclohexandiamin 2,2'-Bis[4-(4-aminophenoxy)phenyl]hexafluorisopropyliden (4-BDAF), 6-Amino-1-(4'-aminophenyl)-1,3,3-trimethylindan (DAPI), Maleinsäureanhydrid (MA), Citraconsäureanhydride (CA), Nadinsäureanhydrid (NA), 4-(Phenylethinyl)-1,2-benzoldi-

carbonsäueanhydrid (PEPA), 4,4'-Diaminobenzanilid (DABA), 4,4'-(Hexafluorisopropyliden)di-phthalsäureanhydrid (6-FDA), Pyromellitsäuredianhydrid, Benzophenon-**3**,3',4,4'-tetracarbonsäuedianhydrid, 3,3', 4,4'-Biphenyltetracarbonsäuedianhydrid, 4,4'-(Hexafluorisopropyliden)diphthalsäureanhydrid, Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuedianhydrid, 4,4'-Oxydiphthalsäureanhydrid, 4,4'-(Hexafluorisopropyliden)diphthalsäureanhydrid, 4,4'-(4,4'-Isopropylidendiphenoxy)bis(phthalsäureanhydrid), 1,4,5,8-Naphthalintetracarbonsäuedianhydrid, 2,3,6,7-Naphthalintetracarbonsäuedianhydrid, sowie die Materialien, die beschrieben sind im U.S.-Pat. Nr. 7,619,042, im U.S.-Pat. Nr. 8,053,492, im U.S.-Pat. Nr. 4,880,895, im U.S.-Pat. Nr. 6,232,428, im U.S.-Pat. Nr. 4,595,548, in der WO-Veröffentlichung Nr. 2007/016516, in der U.S.-Patentveröffentlichung Nr. 2008/0214777, im U.S.-Pat. Nr. 6,444,783, im U.S.-Pat. Nr. 6,277,950 und im U.S.-Pat. Nr. 4,680,373. **Fig. 6** zeigt die chemische Struktur einiger geeigneter Monomere, die eingesetzt werden können, eine Polyimidbeschichtung zu bilden, die auf den Glaskörper **102** aufgetragen ist. In einer weiteren Ausführungsform kann die Polyamidsäurelösung, aus der das Polyimid gebildet wird, Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäure (kommerziell erhältlich von Aldrich) aufweisen.

[0053] In einer weiteren Ausführungsform kann die chemische Polymerzusammensetzung ein Fluorpolymer aufweisen. Das Fluorpolymer kann ein Copolymer sein, wobei beide Monomere hochgradig fluoriert sind. Manche der Monomere des Fluorpolymers können Fluorethylen sein. In einer Ausführungsform weist die chemische Polymerzusammensetzung ein amorphes Fluorpolymer, wie zum Beispiel, ohne darauf beschränkt zu sein, Teflon AF (kommerziell erhältlich von DuPont), auf. In einer weiteren Ausführungsform weist die chemische Polymerzusammensetzung Perfluoralkoxy(PFA)-Harzpartikel, wie zum Beispiel, ohne darauf beschränkt zu sein, Teflon PFA TE-7224 (kommerziell erhältlich von DuPont), auf.

[0054] In einer weiteren Ausführungsform kann die chemische Polymerzusammensetzung ein Silikonharz aufweisen. Das Silikonharz kann ein hochgradig verzweigtes dreidimensionales Polymer sein, das durch verzweigte, käfigartige Oligosiloxane mit der allgemeinen Formel $R_nSi(X)_mO_y$ gebildet wird, wobei R ein nichtreaktiver Substituent, üblicherweise Methyl oder Phenyl, ist und X OH oder H ist. Ohne sich auf eine bestimmte Theorie festlegen zu wollen, wird davon ausgegangen, dass das Aushärten des Harzes durch eine Kondensationsreaktion der Si-OH-Reste mit Ausbildung von Si-O-Si-Bindungen erfolgt. Das Silikonharz kann zumindest eine von vier möglichen funktionellen Monomereinheiten, die M-Harze, D-Harze, T-Harze und Q-Harze einschließen, aufweisen, wobei M-Harze Harze mit der allgemeinen Formel R_3SiO bezeichnet, D-Harze Harze mit der allgemeinen Formel R_2SiO_2 bezeichnet, T-Harze Harze mit der allgemeinen Formel $RSiO_3$ bezeichnet und Q-Harze Harze mit der allgemeinen Formel SiO_4 (ein Quarzglas) bezeichnet. In manchen Ausführungsformen werden Harze aus D- und T-Einheiten (DT-Harze) oder aus M- und Q-Einheiten (MQ-Harze) gebildet. In anderen Ausführungsformen werden auch andere Kombinationen (MDT, MTQ, QDT) eingesetzt.

[0055] In einer Ausführungsform weist die chemische Polymerzusammensetzung Phenylmethylsilikonharze auf und zwar aufgrund ihrer höheren thermischen Stabilität im Vergleich zu Methyl- oder Phenylsilikonharzen. Das Verhältnis von Phenyl zu Methylresten in den Silikonharzen kann in der chemischen Polymerzusammensetzung variiert werden. In einer Ausführungsform ist das Verhältnis von Phenyl zu Methyl etwa 1,2. In einer weiteren Ausführungsform ist das Verhältnis von Phenyl zu Methyl etwa 0,84. In anderen Ausführungsformen kann das Verhältnis von Phenyl- zu Methylresten etwa 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,3, 1,4 oder 1,5 sein. In einer Ausführungsform ist das Silikonharz DC **255** (kommerziell erhältlich von Dow Coming). In einer weiteren Ausführungsform ist das Silikonharz DC806A (kommerziell erhältlich von Dow Coming). In anderen Ausführungsformen kann die chemische Polymerzusammensetzung jegliches der Harze der DC-Serie (kommerziell erhältlich von Dow Corning) und/oder der Hardsil AP- und der AR-Serie (kommerziell erhältlich von Gelest) aufweisen. Die Silikonharze können ohne Kopplungsmittel oder mit Kopplungsmittel eingesetzt werden.

[0056] In einer weiteren Ausführungsform kann die chemische Polymerzusammensetzung Polymere auf Silsesquioxanbasis, wie zum Beispiel, ohne darauf beschränkt zu sein, T-214 (kommerziell erhältlich von Honeywell), SST-3M01 (kommerziell erhältlich von Gelest), POSS Imiclear (kommerziell erhältlich von Hybrid Plastics) und FOX-**25** (kommerziell erhältlich von Dow Coming), aufweisen. In einer Ausführungsform kann die chemische Polymerzusammensetzung einen Silanolrest aufweisen.

[0057] Mit Bezug wieder auf **Fig. 1** und **Fig. 2** kann die reibungsarme Beschichtung **120** in einem mehrstufigen Vorgang aufgebracht werden, wobei der Glaskörper **102** mit der Lösung des Kopplungsmittels in Berührung gebracht wird, um die Kopplungsmittelschicht **180** (wie zuvor beschrieben) zu bilden, und getrocknet wird und dann mit einer Lösung der chemischen Polymerzusammensetzung in Berührung gebracht wird, wie etwa einer Polymer- oder Polymerpräkursorlösung, wie etwa in einem Eintauchvorgang, oder alternativ kann die chemische Polymerzusammensetzungsschicht **170** durch Sprühen oder durch andere geeignete Mittel aufgebracht und getrocknet und dann bei hohen Temperaturen gehärtet werden. Alternativ kann, wenn die Kopplungs-

mittelschicht **180** nicht eingesetzt wird, die chemische Polymerzusammensetzung der Polymerschicht **170** direkt auf die äußere Oberfläche **108** des Glaskörpers **102** aufgetragen werden. In einer weiteren Ausführungsform können die chemische Polymerzusammensetzung und das Kopplungsmittel in der reibungsarmen Beschichtung **120** gemischt werden und eine Lösung, die die chemische Polymerzusammensetzung und das Kopplungsmittel aufweist, kann in einem einzigen Beschichtungsschritt auf den Glaskörper **102** aufgetragen werden.

[0058] In einer Ausführungsform weist die chemische Polymerzusammensetzung ein Polyimid auf, wobei eine Polyamsäurelösung über der Kopplungsmittelschicht **180** aufgetragen wird. In anderen Ausführungsformen kann ein Polyamsäurederivat eingesetzt werden, wie zum Beispiel ein Polyamsäuresalz, ein Polyamsäureester oder Ähnliches. In einer Ausführungsform kann die Polyamsäurelösung ein Gemisch aus 1 Vol.-% Polyamsäure und 99 Vol.-% organischem Lösungsmittel aufweisen. Das organische Lösungsmittel kann ein Gemisch aus Toluol und zumindest einem der folgenden Lösungsmitteln N,N-Dimethylacetamid (DMAc), N,N-Dimethylformamid (DMF) und 1-Methyl-2-pyrrolidinon (NMP) oder einem Gemisch davon, aufweisen. In einer Ausführungsform weist die organische Lösungsmittellösung etwa 85 Vol.-% zumindest eines von DMAc, DMF und/oder NMP und etwa 15 Vol.-% Toluol auf. Allerdings können auch andere geeignete organische Lösungsmittel eingesetzt werden. Der beschichtete Glasbehälter **100** kann dann etwa bei etwa 150°C 20 Minuten lang oder über jeglichen Zeitraum und bei jeglicher Temperatur getrocknet werden, die ausreichend sind, dass in der reibungsarmen Beschichtung **120** vorliegende organische Lösungsmittel freizusetzen.

[0059] In der Ausführungsform mit einer geschichteten reibungsarmen Beschichtung kann der beschichtete Glasbehälter **100**, nachdem der Glaskörper **102** mit dem Kopplungsmittel in Berührung gebracht wurde, um die Kopplungsmittelschicht **180** zu bilden und mit der Polyamsäurelösung Berührung gebracht wurde, um die Polymerschicht **170** zu bilden, bei hohen Temperaturen gehärtet werden. Der beschichtete Glasbehälter **100** kann bei 300°C etwa 30 Minuten lang oder weniger gehärtet werden oder kann über einen kürzeren Zeitraum bei höheren Temperaturen als 300°C gehärtet werden, wie zum Beispiel bei zumindest 320°C, 340°C, 360°C, 380°C oder 400°C. Es wird davon ausgegangen, ohne sich auf eine bestimmte Theorie beschränken zu wollen, dass der Härtungsschritt die Polyamsäure in der Polymerschicht **170** durch eine Reaktion der Carbonsäurereste und der Amidreste imidisiert, um eine Polymerschicht **170** zu erzeugen, die ein Polyimid aufweist. Das Aushärten kann ferner Bindungen zwischen dem Polyimid und dem Kopplungsmittel fördern. Der beschichtete Glasbehälter **100** wird dann auf Raumtemperatur abgekühlt.

[0060] Ferner wird, ohne sich zu beschränken, davon ausgegangen, dass das Aushärten des Kopplungsmittels, der chemischen Polymerzusammensetzung oder von beidem flüchtige Materialien, wie etwa Wasser und andere organische Moleküle, austreibt. Demnach liegen diese flüchtigen Materialien, die während des Aushärtens freigesetzt werden, nicht vor, wenn das Erzeugnis, wenn als ein Behälter verwendet, wärmebehandelt wird (etwa zur Entpyrogenisierung) oder mit dem Material in Berührung gebracht wird, für das es eine Verpackung ist, wie etwa einem Pharmazeutikum. Es wird darauf hingewiesen, dass die hierin beschriebenen Härtungsvorgänge Erwärmungsvorgänge sind, die sich von anderen hierin beschriebenen Erwärmungsvorgängen unterschieden, wie beispielsweise solchen Erwämungsvorgängen, die Vorgängen in der pharmazeutischen Verpackungsindustrie, wie etwa Entpyrogenisierung, ähneln oder damit identisch sind, oder Wärmebehandlungen, die zum Definieren der thermischen Stabilität verwendet werden, wie hierin beschrieben.

[0061] Die Glasbehälter, auf die die reibungsarme Beschichtung **120** aufgetragen werden kann, können aus einer Vielfalt von verschiedenen Glaszusammensetzungen hergestellt sein. Die spezifische Zusammensetzung des Glaserzeugnisses kann gemäß der spezifischen Anwendung ausgewählt werden, so dass das Glas einen gewünschten Satz von physikalischen Eigenschaften aufweist.

[0062] Die Glasbehälter können aus einer Glaszusammensetzung gebildet sein, die einen Wärmeausdehnungskoeffizienten im Bereich von etwa 25×10^{-7}/°C bis 80×10^{-7}/°C aufweist. So ist zum Beispiel in manchen hierin beschriebenen Ausführungsformen der Glaskörper **102** aus Alkalialuminosilikatglaszusammensetzungen gebildet, die einer Stärkung durch Ionenaustausch zugänglich sind. Zu diesen Zusammensetzungen zählt im Allgemeinen eine Kombination aus SiO_2, Al_2O_3, zumindest einem Erdalkalioxid und einem oder mehreren Alkalioxiden, wie etwa Na_2O und/oder K_2O. In manchen dieser Ausführungsformen kann die Glaszusammensetzung frei von Bor und Verbindungen, die Bor enthalten sein. In manchen anderen Ausführungsformen kann die Glaszusammensetzung ferner geringe Mengen von einem oder mehreren zusätzlichen Oxiden, wie zum Beispiel SnO_2, ZrO_2, ZnO, TiO_2, As_2O_3 oder dergleichen, aufweisen. Diese Komponenten können als Klärmittel und/oder zum weiteren Verbessern der chemischen Beständigkeit der Glaszusammensetzung hinzugefügt werden. In einer anderen Ausführungsform kann die Glasoberfläche eine Metalloxidbeschichtung aufweisen, die SnO_2, ZrO_2, ZnO, TiO_2, AS_2O_3 oder dergleichen aufweist.

[0063] In manchen hierin beschriebenen Ausführungsformen wird der Glaskörper **102** gefestigt, etwa durch eine Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch, hierin bezeichnet als „Ionenaustauschglas". So kann der Glaskörper **102** zum Beispiel eine Druckspannung von etwa 300 MPa oder mehr oder sogar etwa 350 MPa oder mehr aufweisen. In manchen Ausführungsformen kann die Druckspannung in einem Bereich von etwa 300 MPa bis etwa 900 MPa liegen. Es wird allerdings darauf hingewiesen, dass in manchen Ausführungsformen die Druckspannung in dem Glas weniger als etwa 300 MPa oder mehr als etwa 900 MPa betragen kann. In manchen Ausführungsformen kann der Glaskörper **102** eine Schichttiefe von 20 µm oder mehr aufweisen. In manchen dieser Ausführungsformen beträgt die Schichttiefe **50** µm oder mehr oder sogar 75 µm oder mehr. In anderen Ausführungsformen beträgt die Schichttiefe bis zu oder mehr als 100 µm. Die Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch kann in einem Bad aus geschmolzenem Salz ausgeführt werden, das bei Temperaturen von etwa 350°C bis etwa 500°C gehalten wird. Um die erwünschte Druckspannung zu erzielen, kann der Glasbehälter (unbeschichtet) weniger als etwa 30 Stunden lang oder sogar weniger als etwa 20 Stunden lang in das Salzbad eingetaucht werden. So wird zum Beispiel in einer Ausführungsform der Glasbehälter bei 450°C etwa 8 Stunden lang in ein 100%iges KNO_3-Salzbad eingetaucht.

[0064] In einem bestimmten Ausführungsbeispiel kann der Glaskörper **102** aus einer ionenaustauschbaren Glaszusammensetzung gebildet werden, wie sie in der anhängigen U.S.-Patentanmeldung mit der Seriennummer **13/660894**, eingereicht am 25. Oktober **2012**, mit dem Titel „Glass Compositions with Improved Chemical and Mechanical Durability", im Namen von Coming, Incorporated beschrieben ist.

[0065] Allerdings wird darauf hingewiesen, dass die hierin beschriebenen beschichteten Glasbehälter **100** aus anderen Glaszusammensetzungen gebildet werden können, einschließlich, ohne darauf beschränkt zu sein, ionenaustauschbarer Glaszusammensetzungen und nichtionenaustauschbarer Glaszusammensetzungen. So kann in manchen Ausführungsformen der Glasbehälter aus Glaszusammensetzungen des Typs **1B** gebildet werden, wie zum Beispiel Schott-Aluminosilikatglas vom Typ **1B**.

[0066] In manchen hierin beschriebenen Ausführungsformen kann das Glaserzeugnis aus einer Glaszusammensetzung gebildet werden, die die Kriterien für pharmazeutisches Gläser erfüllt, wie sie durch Regulierungsbehörden, wie die USP (United States Pharmacopeia), die EP (European Pharmacopeia) und die JP (Japanese Pharmacopeia), auf der Grundlage ihrer hydrolytischen Beständigkeit beschrieben sind. Nach USP **660** und EP **7** erfüllen Borosilikatgläser die Kriterien vom Typ I und werden routinemäßig für parenterale Verpackungen eingesetzt. Zu Beispielen für Borosilikatgläser zählen, ohne darauf beschränkt zu sein, Corning® Pyrex® 7740, 7800 und Wheaton 180, 200 und 400, Schott Duran, Schott Fiolax, KIMAX® N-51A, Gerrescheimer GX-**51** Flint und Andere. Kalknatronglas erfüllt die Kriterien vom Typ III und ist akzeptabel beim Verpacken von Trockenpulvern, die dann aufgelöst werden, um Lösungen oder Puffer herzustellen. Gläser vom Typ III sind ferner zum Verpacken von flüssigen Formulierungen geeignet, die sich als gegen Alkali unempfindlich erwiesen haben. Zu Beispielen für Kalknatronglas vom Typ III zählen Wheaton **800** und 900. Entalkalisierte Kalknatrongläser weisen einen höheren Gehalt an Natriumhydroxid und Calciumoxid auf und erfüllen die Kriterien vom Typ II. Diese Gläser sind gegen Auswaschen weniger beständig als Gläser vom Typ I, aber besser beständig als Gläser vom Typ III. Gläser vom Typ II können für Erzeugnisse eingesetzt werden, die über ihre gesamte Lagerzeit unter einem pH-Wert von 7 bleiben. Zu Beispielen zählen mit Ammoniumsulfat behandelte Kalknatrongläser. Diese pharmazeutischen Gläser weisen verschiedene chemische Zusammensetzungen auf und weisen einen linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten (coefficient of linear thermal expansion - CTE) im Bereich von 20-85 × 10^{-7} °C^{-1} auf.

[0067] Wenn die hierin beschriebenen beschichteten Glaserzeugnisse Glasbehälter sind, kann der Glaskörper **102** der beschichteten Glasbehälter **100** zahlreiche verschiedene Formen annehmen. So können die hierin beschriebenen Glaskörper zum Beispiel eingesetzt werden, um beschichtete Glasbehälter **100**, wie zum Beispiel Fläschchen, Ampullen, Kartuschen, Spritzenkörper und/oder beliebige andere Glasbehälter zum Lagern von pharmazeutischen Zusammensetzungen, zu bilden. Darüber hinaus kann die Möglichkeit, die Glasbehälter vor dem Beschichten chemisch zu festigen, dazu eingesetzt werden, die mechanische Beständigkeit der Glasbehälter weiter zu verbessern. Dementsprechend wird darauf hingewiesen, dass in zumindest einer Ausführungsform die Glasbehälter vor dem Aufbringen der reibungsarmen Beschichtung einer Festigkeitssteigerung durch Ionenaustausch unterzogen werden können. Alternativ dazu können andere Festigungsverfahren, wie etwa Wärmehärten, Flammenpolieren und Laminieren, wie im U.S.-Patent Nr. 7,201,965 beschrieben, eingesetzt werden, um das Glas vor dem Beschichten zu festigen.

[0068] In einer Ausführungsform weist das Kopplungsmittel eine chemische Silanzusammensetzung, wie etwa ein Alkoxysilan, auf, die die Haftung der chemischen Polymerzusammensetzung an dem Glaskörper verbessern kann. Ohne sich auf eine bestimmte Theorie beschränken zu wollen, wird davon ausgegangen, dass Alkoxysilanmoleküle in Wasser zügig hydrolysieren und isolierte Monomere, cyclische

Oligomere und große intramolekulare Ringe ausbilden. In verschiedenen Ausführungsformen kann die Kontrolle darüber welche Spezies überwiegt durch den Silantyp, die Konzentration, den pH-Wert, die Temperatur, die Lagerungsbedingungen und die Zeit, bestimmt werden. So kann Aminopropyltrialkoxysilan (APS) zum Beispiel bei niedrigen Konzentrationen in wässriger Lösung stabil sein und Trisilanolmonomere und oligomere Ringe mit sehr geringem Molekulargewicht ausbilden.

[0069] Ferner wird davon ausgegangen, noch immer ohne sich auf eine bestimmte Theorie beschränken zu wollen, dass die Reaktion einer oder mehrerer chemischen Silanzusammensetzungen mit dem Glaskörper mehrere Schritte beinhalten kann. Wie in **Fig. 31** dargestellt kann in manchen Ausführungsformen nach der Hydrolyse der chemischen Silanzusammensetzung ein reaktiver Silanolrest gebildet werden, der mit anderen Silanolresten, zum Beispiel mit denen auf der Oberfläche eines Substrats, wie etwa eines Glaskörpers, kondensieren kann. Nachdem der erste und der zweite hydrolysierbare Rest hydrolysiert sind, kann eine Kondensationsreaktion gestartet werden. In manchen Ausführungsformen kann die Neigung zur Selbstkondensierung durch Verwenden von frischen Lösungen, alkoholischen Lösungsmitteln, durch Verdünnen und durch sorgfältiges Auswählen der pH-Wert-Bereiche kontrolliert werden. So sind zum Beispiel Silantriole bei pH 3-6 am stabilsten, kondensieren aber bei pH 7-9,3 zügig, und eine teilweise Kondensation von Silanolmonomeren kann Silsesquioxane erzeugen. Wie in **Fig. 31** gezeigt können die Silanolreste der gebildeten Spezies Wasserstoffbindungen mit Silanolresten auf dem Substrat ausbilden und während des Trocknens oder Härtens kann unter Eliminierung von Wasser eine kovalente Bindung mit dem Substrat gebildet werden. So kann zum Beispiel ein gemäßigter Härtungszyklus (110°C über 15 Minuten) Silanolreste in freier Form zurücklassen und kann gemeinsam mit jeglicher Silanorganofunktionalität mit der darauffolgenden Deckschicht binden und eine verbesserte Haftung bereitstellen.

[0070] In manchen Ausführungsformen können die eine oder mehreren chemischen Silanzusammensetzungen des Kopplungsmittels einen Aminrest aufweisen. Es wird davon ausgegangen, noch immer ohne sich auf eine bestimmte Theorie beschränken zu wollen, dass dieser Aminrest in der Hydrolyse und der Co-Kondesationspolymerisierung als basischer Katalysator wirken kann und die Absorptionsrate der Silane mit einem Aminrest an einer Glasoberfläche verbessert. Ferner kann er einen hohen pH-Wert (9,0-10,0) in wässriger Lösung erzeugen, der die Glasoberfläche aufbereitet und die Dichte der Silanolreste an der Oberfläche erhöht. Eine starke Wechselwirkung mit Wasser und protischen Lösungsmitteln erhält die Löslichkeit und die Stabilität von chemischen Zusammensetzungen eines Silans mit einem Aminrest, wie etwa APS.

[0071] In einem Ausführungsbeispiel kann der Glaskörper ionenausgetauschtes Glas aufweisen und das Kopplungsmittel kann ein Silan sein. In manchen Ausführungsformen kann die Haftung der reibungsarmen Beschichtung an einem ionenausgetauschten Glaskörper stärker sein als die Haftung der reibungsarmen Beschichtung an einem nicht ionenausgetauschten Glaskörper. Ohne sich auf eine bestimmte Theorie beschränken zu wollen wird davon ausgegangen, dass jeder von mehreren Aspekten von ionenausgetauschtem Glas die Bindung und/oder Haftung im Vergleich zu nicht ionenausgetauschtem Glas fördern kann. Erstens kann ionenausgetauschtes Glas eine erhöhte chemische/hydrolytische Stabilität aufweisen, die sich auf die Stabilität des Kopplungsmittels und/oder seine Haftung an der Glasoberfläche auswirken kann. Nicht ionenausgetauschtes Glas weist typischerweise eine geringere hydrolytische Stabilität auf und unter feuchten Bedingungen und/oder Bedingungen mit erhöhter Temperatur können Alkalimetalle aus dem Glaskörper heraus zu der Grenzschicht zwischen der Glasoberfläche und der Kopplungsmittelschicht (falls vorhanden) migrieren oder sogar in die Kopplungsmittelschicht (falls vorhanden) migrieren. Falls Alkalimetalle wie zuvor beschrieben migrieren und eine Änderung des pH-Werts vorliegt, kann eine Hydrolyse von Si-O-Si-Bindungen an der Glas/Kopplungsmittelschicht-Grenzschicht oder in der Kopplungsmittelschicht selbst entweder die mechanischen Eigenschaften des Kopplungsmittels oder dessen Haftung an das Glas schwächen. Zweitens werden, wenn ionenausgetauschte Gläser bei erhöhten Temperaturen, wie etwa 400°C bis 450°C, Bädern mit starken Oxidationsmitteln, wie etwa Kaliumnitritbädem, ausgesetzt werden und entfernt werden, organische chemische Zusammensetzungen auf der Oberfläche des Glases entfernt, was es ohne weitere Reinigung besonders gut geeignet für Silankopplungsmittel macht. So muss zum Beispiel ein nicht ionenausgetauschtes Glas möglicherweise einer zusätzlichen Oberflächenreinigungsbehandlung ausgesetzt werden, was den Vorgang länger und teurer macht.

[0072] In einem Ausführungsbeispiel kann das Kopplungsmittel zumindest ein Silan aufweisen, das einen Aminrest aufweist, und die chemische Polymerzusammensetzung kann eine chemische Polyimidzusammensetzung aufweisen. Nun, unter Bezugnahme auf **Fig. 32**, wird ohne sich auf eine auf eine bestimmte Theorie zu beschränken, davon ausgegangen, dass die Wechselwirkung zwischen dieser Aminrestwechselwirkung und dem Polyamsäurepräkursor des Polyimid einem schrittweisen Vorgang folgt. Wie in **Fig. 32** dargestellt, ist der erste Schritt die Bildung eines Polyamsäuresalzes zwischen einem Carboxylrest der Polyamsäure und dem Amin-

rest. Der zweite Schritt ist die thermische Umwandlung des Salzes in einen Amidrest. Der dritte Schritt ist eine weitere Umwandlung des Amidrests in einen Imidrest unter Spaltung der Amidbindungen des Polymers. Das Ergebnis ist eine kovalente Imid-Anbindung einer verkürzten Polymerkette (Polyimidkette) an einen Aminrest des Kopplungsmittels, wie dargestellt in **Fig. 32**.

[0073] Unter gemeinsamer Bezugnahme auf **Fig. 7** und **Fig. 8** enthält **Fig. 7** ein Prozessflussdiagramm **500** eines Verfahrens zur Herstellung eines beschichteten Glasbehälters **100** mit einer reibungsarmen Beschichtung und **Fig. 8** zeigt schematisch den in dem Flussdiagramm dargestellten Prozess. In einem ersten Schritt **502** wird das Glasröhrenmaterial **1000**, das aus einer ionenaustauschbaren Glaszusammensetzung hergestellt ist, anfänglich mit herkömmlichen Formgebungs- und Formtechniken zu Glasbehältern **900** (in der dargestellten Ausführungsform spezifisch Glasfläschchen) geformt. In Schritt **504** werden die Glasbehälter **900** mit einer mechanischen Magazinladevorrichtung **602** in ein Magazin **604** geladen. Die Magazinladevorrichtung **602** kann eine mechanische Greifvorrichtung, wie etwa eine Zange oder Ähnliches, sein, die in der Lage ist, mehrere Glasbehälter gleichzeitig zu greifen. Alternativ dazu kann die Greifvorrichtung ein Vakuumsystem einsetzen, um die Glasbehälter **900** zu greifen. Die Magazinladevorrichtung **602** kann an einen Roboterarm oder eine andere ähnliche Vorrichtung gekoppelt sein, die in der Lage ist, die Magazinladevorrichtung **602** mit Bezug auf die Glasbehälter **900** und das Magazin **604** zu positionieren.

[0074] In einem nächsten Schritt **506** wird das mit Glasbehältern **900** beladene Magazin **604** mit einem mechanischen Fördersystem, wie etwa einem Förderband **606**, einem Überkopfkran oder dergleichen in einen Kassettenladebereich überführt. Danach wird in Schritt **508** das Magazin **604** in eine Kassette **608** geladen. Die Kassette **608** ist dazu ausgelegt eine Vielzahl von Magazinen aufzunehmen, so dass eine große Anzahl von Glasbehältern gleichzeitig verarbeitet werden kann. Jedes Magazin **604** wird mit einer Kassettenladevorrichtung **610** in der Kassette **608** positioniert. Die Kassettenladevorrichtung **610** kann eine mechanische Greifvorrichtung, wie etwa eine Zange oder dergleichen, sein, die in der Lage ist, ein oder mehrere Magazine gleichzeitig zu greifen. Alternativ dazu kann die Greifvorrichtung ein Vakuumsystem einsetzen, um die Magazine **604** zu greifen. Die Kassettenladevorrichtung **610** kann an einen Roboterarm oder eine andere ähnliche Vorrichtung gekoppelt sein, die in der Lage ist, die Kassettenladevorrichtung **610** mit Bezug auf die Kassette **608** und das Magazin **604** zu positionieren.

[0075] In einem weiteren Schritt **510**, wird die Kassette **608**, die die Magazine **604** und die Glasbehälter **900** enthält, in eine Ionenaustauschstation überführt und in einen Ionenaustauschbehälter **614** geladen, um das chemische Festigen der Glasbehälter **900** zu erleichtern. Die Kassette **608** wird mit einer Kassettentransfervorrichtung **612** in die Ionenaustauschstation überführt. Die Kassettentransfervorrichtung **612** kann eine mechanische Greifvorrichtung, wie etwa eine Zange oder dergleichen, sein, die in der Lage ist, die Kassette **608** zu greifen. Alternativ dazu kann die Greifvorrichtung ein Vakuumsystem einsetzen, um die Kassette **608** zu greifen. Die Kassettentransfervorrichtung **612** und die damit verbundene Kassette **608** können mit einem Überkopfschienensystem, wie etwa einem Brückenkran oder dergleichen, automatisch von dem Kassettenladebereich in die Ionenaustauschstation befördert werden. Alternativ dazu können die Kassettentransfervorrichtung **612** und die damit verbundene Kassette **608** mit einem Roboterarm von dem Kassettenladebereich in die Ionenaustauschstation befördert werden. In noch einer weiteren Ausführungsform können die Kassettentransfervorrichtung **612** und die damit verbundene Kassette **608** mit einem Transportband von dem Kassettenladebereich in die Ionenaustauschstation transportiert und danach mit einem Roboterarm oder einem Überkopfkran von dem Transportband in den Ionenaustauschbehälter **614** befördert werden.

[0076] Sobald sich die Kassettentransfervorrichtung **612** und die damit verbundene Kassette in der Ionenaustauschstation befinden, können die Kassette **608** und die darin enthaltenen Glasbehälter **900** vor dem Eintauchen der Kassette **608** und der Glasbehälter **900** in den Ionenaustauschbehälter **614** vorgewärmt werden. Die Kassette **608** kann auf eine Temperatur über der Raumtemperatur und bis zu der Temperatur des geschmolzenen Salzbads in dem Ionenaustauschbehälter vorgewärmt werden. So können die Glasbehälter zum Beispiel auf eine Temperatur von etwa 300°C bis 500°C vorgewärmt werden.

[0077] Der Ionenaustauschbehälter **614** enthält ein Bad aus geschmolzenem Salz **616**, wie etwa einem geschmolzenen Alkalisalz, wie etwa KNO_3, $NaNO_3$ und/oder Kombinationen davon. In einer Ausführungsform besteht das Bad aus geschmolzenem Salz zu 100 % aus geschmolzenem KNO_3, das bei einer Temperatur von etwa 350°C oder mehr und etwa 500°C oder weniger gehalten wird. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass Bäder aus geschmolzenem Alkalisalz mit verschiedenen anderen Zusammensetzungen und/oder Temperaturen ebenfalls eingesetzt werden können, um einen Ionenaustausch der Glasbehälter zu erleichtern.

[0078] In Schritt **512** werden die Glasbehälter **900** im Ionenaustauschbehälter **614** einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen. Spezifisch werden die Glasbehälter in das geschmolzene Salz eingetaucht und dort über einen ausreichend langen

Zeitraum gehalten, um die erwünschte Druckspannung und Schichttiefe in den Glasbehältern **900** zu erzielen. So können zum Beispiel in einer Ausführungsform die Glasbehälter **900** über einen ausreichend langen Zeitraum in dem Ionenaustauschbehälter **614** gehalten werden, um eine Schichttiefe von bis zu etwa 100 µm mit einer Druckspannung von zumindest etwa 300 MPa oder sogar 350 MPa zu erzielen. Der Haltezeitraum kann weniger als 30 Stunden oder sogar weniger als 20 Stunden betragen. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass der Zeitraum, über den die Glasbehälter in dem Behälter **614** gehalten werden, abhängig von der Zusammensetzung des Glasbehälters, der Zusammensetzung des Bads aus geschmolzenem Salz **616**, der Temperatur des Bads aus geschmolzenem Salz **616** und der gewünschten Schichttiefe und der gewünschten Druckspannung variieren kann.

[0079] Nachdem die Glasbehälter **900** einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen wurden, werden die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** mit der Kassettentransfervorrichtung **612** in Verbindung mit einem Roboterarm oder einem Überkopfkran aus dem Ionenaustauschbehälter **614** entnommen. Während dem Entnehmen aus dem Ionenaustauschbehälter **614** werden die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** über dem Ionenaustauschbehälter **614** aufgehängt und die Kassette **608** wird derart um eine horizontale Achse gedreht, dass alles geschmolzene Glas, das in den Glasbehältern **900** verbleibt, in den Ionenaustauschbehälter **614** zurück entleert wird. Danach wird die Kassette **608** zurück in ihre ursprüngliche Position gedreht und die Glasbehälter werden, vor dem Spülen, abkühlen gelassen.

[0080] Die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** werden dann mit der Kassettentransfervorrichtung **612** in eine Spülstation überführt. Die Überführung kann wie zuvor beschrieben mit einem Roboterarm oder einem Überkopfkran oder alternativ mit einem automatischen Fördermittel, wie etwa einem Förderband oder etwas Ähnlichem ausgeführt werden. In einem nächsten Schritt **514** werden die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** in einen Spülbehälter **618** abgelassen, der ein Wasserbad **620** enthält, um jegliches überschüssige Salz von den Oberflächen der Glasbehälter **900** zu entfernen. Die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** können mit einem Roboterarm, einem Überkopfkran oder mit einer ähnlichen Vorrichtung, die an die Kassettentransfervorrichtung **612** koppelt, in den Spülbehälter **618** abgelassen werden. Die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** werden dann aus dem Spülbehälter **618** entnommen, über dem Spülbehälter **618** aufgehängt und die Kassette **608** wird derart um eine horizontale Achse gedreht, dass alles Spülwasser, das in den Glasbehältern **900** verbleibt, in den Spülbehälter **618** zurück entleert wird. In manchen Ausführungsformen kann der Spülvorgang mehrmals ausgeführt werden, bevor die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** in die nächste Verarbeitungsstation bewegt werden.

[0081] In einer besonderen Ausführungsform werden die Kassette **608** und die Glasbehälter **900** zumindest zweimal in ein Wasserbad eingetaucht. So kann zum Beispiel die Kassette **608** in ein erstes Wasserbad und danach in ein zweites anderes Wasserbad eingetaucht werden, um sicherzustellen, dass alle verbleibenden Alkalisalze von der Oberfläche des Glaserzeugnisses entfernt werden. Das Wasser aus dem ersten Wasserbad kann in eine Abwasserbehandlungsvorrichtung oder in einen Verdampfer geleitet werden.

[0082] In einem nächsten Schritt **516** werden die Magazine **604** mit der Kassettenladevorrichtung **610** aus der Kassette **608** entfernt. Danach werden in Schritt **518** die Glasbehälter **900** mit der Magazinladevorrichtung **602** aus dem Magazin **604** entladen und in eine Waschstation überführt. In Schritt **520** werden die Glasbehälter mit einem Strahl aus deionisiertem Wasser **624**, der von einer Düse **622** abgegeben wird, gewaschen. Der Strahl aus entionisiertem Wasser **624** kann mit Druckluft vermischt sein.

[0083] Optional werden in Schritt **521** (nicht in **Fig. 8** dargestellt) die Glasbehälter **900** in eine Inspektionsstation überführt, in der die Glasbehälter auf Fehler, Ablagerungen, Verfärbungen und dergleichen untersucht werden.

[0084] In Schritt **522** werden die Glasbehälter **900** mit der Magazinladevorrichtung **602** zu der Beschichtungsstation überführt, in der die reibungsarme Beschichtung auf die Glasbehälter **900** aufgetragen wird. In manchen Ausführungsformen kann das Auftragen der reibungsarmen Beschichtung das Auftragen eines Kopplungsmittels direkt auf die Oberfläche des Glasbehälters und einer chemischen Polymerzusammensetzung auf das Kopplungsmittel, wie zuvor beschrieben, aufweisen. In diesen Ausführungsformen werden die Glasbehälter **900** teilweise in einen ersten Eintauchbehälter **626** eingetaucht, der das Kopplungsmittel **628** enthält, um die äußere Oberfläche der Glasbehälter mit dem Kopplungsmittel zu beschichten. Alternativ dazu kann das Kopplungsmittel aufgesprüht werden. Danach werden die Glasbehälter aus dem ersten Eintauchbehälter **626** entnommen und das Kopplungsmittel wird getrocknet. In manchen Ausführungsformen, wie etwa in Ausführungsformen, in denen das Kopplungsmittel eine oder mehrere chemische Silanzusammensetzungen wie zuvor beschrieben aufweist, können die Glasbehälter **900** in einen Ofen überführt werden, in dem die Glasbehälter **900** bei etwa 120°C 15 Minuten lang getrocknet werden.

[0085] Auch wenn der schematisch in **Fig. 8** dargestellte Prozess einen Schritt des Beschichtens der

Außenseite des Glasbehälters mit einem Kopplungsmittel enthält, wird darauf hingewiesen, dass dieser Schritt nur für solche Beschichtungszusammensetzungen eingesetzt wird, in denen ein Kopplungsmittel erforderlich ist. In anderen Ausführungsformen von reibungsarmen Beschichtungen, in denen kein Kopplungsmittel erforderlich ist, kann der Schritt des Auftragens des Kopplungsmittels ausgelassen werden.

[0086] Danach werden die Glasbehälter **900** mit der Magazinladevorrichtung **602** in den Beschichtungseintauchbehälter **630** überführt. Der Beschichtungseintauchbehälter **630** ist mit der chemischen Polymerzusammensetzungs-Beschichtungslösung **632** gefüllt, welche eine hierin zuvor beschriebene chemische Polymerzusammensetzung aufweist. Die Glasbehälter werden zumindest teilweise in die chemische Polymerzusammensetzungs-Beschichtungslösung **632** eingetaucht, um die chemische Polymerzusammensetzung auf die Glasbehälter aufzutragen, und zwar entweder direkt auf die äußere Oberfläche des Glasbehälters **900** oder auf das Kopplungsmittel, das bereits auf die Glasbehälter **900** aufgetragen ist. Danach wird die chemische Polymerzusammensetzungslösung getrocknet, um jegliche Lösungsmittel zu entfernen. In einer Ausführungsform, in der die chemische Polymerzusammensetzungs-Beschichtungslösung Novastrat® 800 wie zuvor beschrieben enthält, kann die Beschichtungslösung getrocknet werden, indem die Glasbehälter **900** in einen Ofen überführt werden und die Glasbehälter bei 150°C 20 Minuten lang erwärmt werden. Sobald die chemische Polymerzusammensetzungs-Beschichtungslösung getrocknet ist, können die Glasbehälter **900** (optional) nochmals in den Beschichtungseintauchbehälter **630** der chemischen Polymerzusammensetzung eingetaucht werden, um eine oder mehrere zusätzliche Schichten der chemischen Polymerzusammensetzung aufzutragen. In manchen Ausführungsformen wird die Beschichtung der chemischen Polymerzusammensetzung auf die gesamte äußere Oberfläche des Behälters aufgetragen, während in anderen Ausführungsformen die reibungsarme Beschichtung nur auf einen Teil der äußeren Oberfläche des Behälters aufgetragen wird. Auch wenn hierin in manchen Ausführungsformen beschrieben ist, dass das Kopplungsmittel und die chemische Polymerzusammensetzung in zwei separaten Schritten aufgetragen werden, wird darauf hingewiesen, dass in einer alternativen Ausführungsform das Kopplungsmittel und die reibungsarme Beschichtung in einem einzigen Schritt aufgetragen werden, wie etwa wenn das Kopplungsmittel und die chemische Polymerzusammensetzung in einem Gemisch kombiniert sind.

[0087] Sobald die chemische Polymerzusammensetzungs-Beschichtungslösung **632** auf die Glasbehälter **900** aufgetragen ist, wird die chemische Polymerzusammensetzung auf den Glasbehältern **900** gehärtet. Der Härtungsvorgang ist abhängig vom Typ der chemischen Polymerzusammensetzungsbeschichtung, die im Beschichtungsvorgang aufgetragen wurde und kann das thermische Aushärten der Beschichtung, das Aushärten der Beschichtung mit UV-Licht und/oder eine Kombination davon enthalten. In den hierin beschriebenen Ausführungsformen, in denen die chemische Polymerzusammensetzungsbeschichtung ein Polyimid aufweist, wie etwa das durch die zuvor beschriebene Novastrat® 800-Polyamsäure-Beschichtunglösung gebildete Polyimid, werden die Glasbehälter **900** in einen Ofen überführt, in dem diese über einen Zeitraum von etwa 5 bis 30 Minuten von 150°C auf etwa 350°C erwärmt werden. Nach dem Entfernen der Glasbehälter aus dem Ofen ist die chemische Polymerzusammensetzung ausgehärtet, wodurch ein beschichteter Glasbehälter mit einer reibungsarmen Beschichtung erzeugt wird.

[0088] Nachdem die reibungsarme Beschichtung auf den Glasbehälter aufgetragen worden ist, werden die beschichteten Glasbehälter **100** in einen Verpackungsvorgang, in dem die Behälter befüllt werden, und/oder in eine zusätzliche Inspektionsstation überführt.

[0089] Verschiedene Eigenschaften der beschichteten Glasbehälter (d. h. Reibungskoeffizient, horizontale Druckfestigkeit, 4-Punkt-Biegefestigkeit) können gemessen werden, wenn die beschichteten Glasbehälter in einem unveränderten beschichteten Zustand vorliegen (d. h. nach dem Auftragen der Beschichtung ohne weitere Behandlung) oder nach einer oder mehreren Verarbeitungsbehandlungen, wie etwa denen, die Behandlungen, die in einer pharmazeutischen Befüllungsstraße durchgeführt werden, ähneln oder mit diesen identisch sind, einschließlich, ohne darauf beschränkt zu sein, Waschen, Lyophilisieren, Entpyrogenisieren, Autoklavieren oder dergleichen.

[0090] Entpyrogenisieren ist ein Prozess, in dem Pyrogene aus einer Substanz entfernt werden. Eine Entpyrogenisierung von Glaserzeugnissen, wie etwa pharmazeutischen Verpackungen, kann durch eine thermische Behandlung ausgeführt werden, die auf eine Probe angewandt wird, in der die Probe über einen Zeitraum auf eine erhöhte Temperatur erwärmt wird. So kann Entpyrogenisierung zum Beispiel das Erwärmen eines Glasbehälters auf eine Temperatur von zwischen etwa 250°C und etwa 380°C über einen Zeitraum von etwa 30 Sekunden bis etwa 72 Stunden, einschließlich von, ohne darauf beschränkt zu sein, 20 Minuten, 30 Minuten, 40 Minuten, 1 Stunde, 2 Stunden, 4 Stunden, 8 Stunden, 12 Stunden, 24 Stunden, 48 Stunden und 72 Stunden, einschließen. Nach der Wärmebehandlung wird der Glasbehälter auf Raumtemperatur abgekühlt. Eine herkömmliche Entpyrogenisierungsbedingung, die häufig in der pharmazeutischen Industrie eingesetzt wird,

ist die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von etwa 250°C über etwa 30 Minuten. Es wird aber in Betracht gezogen, dass die Dauer der Wärmebehandlung verringert werden kann, wenn höhere Temperaturen eingesetzt werden. Die beschichteten Glasbehälter, wie hierin beschrieben, können über einen Zeitraum erhöhten Temperaturen ausgesetzt werden. Die hierin beschriebenen erhöhten Temperaturen und Erwärmungszeiträume können ausreichen, einen Glasbehälter zu entpyrogenisieren oder auch nicht. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass manche der hierin beschriebenen Temperaturen und Erwärmungszeiträume ausreichend sind, um einen beschichteten Glasbehälter, wie etwa die hierin beschriebenen beschichteten Glasbehälter, zu dehydrogenisieren. So können zum Beispiel, wie hierin beschrieben, die beschichteten Glasbehälter über einen Zeitraum von 30 Minuten Temperaturen von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt werden.

[0091] Wie hierin verwendet beziehen sich Lyophilisierungsbedingungen (d. h. Gefriertrocknen) auf einen Prozess, in dem eine Probe mit einer Protein enthaltenden Flüssigkeit gefüllt und dann bei - 100°C eingefroren wird, gefolgt von einer Wasser-Sublimation für 20 Stunden bei -15°C unter Vakuum.

[0092] Wie hierin verwendet beziehen sich Autoklavierungsbedingungen auf das Dampfspülen einer Probe für 10 Minuten bei 100°C, gefolgt von 20 Minuten Ruhen, wobei die Probe einer Umgebung von 121°C ausgesetzt wird, gefolgt von 30 Minuten Wärmebehandlung bei 121°C.

[0093] Der Reibungskoeffizient (μ) des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung kann einen niedrigeren Reibungskoeffizienten aufweisen als eine Oberfläche eines unbeschichteten Glasbehälters, der aus derselben Glaszusammensetzung gebildet ist. Ein Reibungskoeffizient (μ) ist ein quantitatives Maß der Reibung zwischen zwei Oberflächen und ist abhängig von den mechanischen und chemischen Eigenschaften der ersten und der zweiten Oberfläche, einschließlich Oberflächenrauheit, sowie von Umweltbedingungen, wie etwa, ohne darauf beschränkt zu sein, Temperatur und Feuchtigkeit. Wie hierin gebraucht wird eine Messung des Reibungskoeffizienten für einen beschichteten Glasbehälter **100** als der Reibungskoeffizient zwischen der äußeren Oberfläche eines ersten Glasbehälters (mit einem Außendurchmesser von zwischen etwa 16,00 mm und etwa 17,00 mm) und der äußeren Oberfläche eines zweiten Glasbehälters, der mit dem ersten Glasbehälter identisch ist, angegeben, wobei der erste und der zweite Glasbehälter denselben Körper und dieselbe Beschichtungszusammensetzung (wenn aufgetragen) aufweisen und vor der Fertigung, während der Fertigung und nach der Fertigung denselben Umgebungen ausgesetzt worden sind. Falls nicht anderweitig hierin angegeben bezieht sich der Reibungskoeffizient auf den maximalen Reibungskoeffizienten, gemessen mit einer Normallast von 30 N, gemessen in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau, wie hierin beschrieben. Allerdings wird darauf hingewiesen, dass ein beschichteter Glasbehälter, der bei einer bestimmten aufgebrachten Last einen bestimmten maximalen Reibungskoeffizienten aufweist, auch bei einer geringeren Last denselben oder einen besseren (d. h. niedrigeren) maximalen Reibungskoeffizienten aufweist. Wenn zum Beispiel ein beschichteter Glasbehälter unter einer aufgebrachten Last von 50 N einen maximalen Reibungskoeffizienten von höchstens 0,5 aufweist, dann wird der beschichtete Glasbehälter unter einer aufgebrachten Last von 25 N auch einen maximalen Reibungskoeffizienten von 0,5 oder weniger aufweisen.

[0094] In den hierin beschriebenen Ausführungsformen wird der Reibungskoeffizient der Glasbehälter (sowohl beschichtet als unbeschichtet) in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau gemessen. Der Prüfaufbau **200** ist schematisch in **Fig. 9** dargestellt. Dieselbe Vorrichtung kann auch eingesetzt werden, um die Reibungskraft zwischen zwei im Prüfaufbau positionierten Glasbehältern zu messen. Der Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau 200 weist eine erste Klemme **212** und eine zweite Klemme **222** auf, die in einer Kreuzanordnung angeordnet sind. Die erste Klemme **212** weist einen ersten Sicherungsarm **214** auf, der an einer ersten Basis **216** befestigt ist. Der erste Sicherungsarm **214** ist mit dem ersten Glasbehälter **210** verbunden und hält den ersten Glasbehälter **210** mit Bezug auf die erste Klemme **212** ortsfest. Auf ähnliche Weise weist die zweite Klemme **222** einen zweiten Sicherungsarm **224** auf, der an einer zweiten Basis **226** befestigt ist. Der zweite Sicherungsarm **224** ist mit dem zweiten Glasbehälter **220** verbunden und hält ihn mit Bezug auf die zweite Klemme **222** ortsfest. Der erste Glasbehälter **210** ist auf der ersten Klemme **212** angeordnet und der zweite Glasbehälter **220** ist auf der zweiten Klemme **222** angeordnet, so dass die Längsachse des ersten Glasbehälters **210** und die Längsachse des zweiten Glasbehälters **220** mit einem Winkel von etwa 90° relative zueinander und in einer durch die x-y-Achsen definierten horizontalen Ebene angeordnet sind.

[0095] Ein erster Glasbehälter **210** ist in einem Kontaktpunkt **230** in Berührung mit dem zweiten Glasbehälter **220** an angeordnet. Eine Normalkraft wird in einer Richtung senkrecht zu der durch die x-y-Achsen definierten horizontalen Ebene angewendet. Die Normalkraft kann mit einem statischen Gewicht oder einer anderen auf die zweite Klemme **222** angewendeten Kraft auf eine stillstehende erste Klemme **212** an-

gewendet werden. So kann zum Beispiel ein Gewicht auf der zweite Basis **226** angeordnet werden und die erste Basis **216** kann auf einer stabilen Oberfläche angeordnet werden, wodurch am Kontaktpunkt **230** zwischen dem ersten Glasbehälter **210** und dem zweiten Glasbehälter **220** eine messbare Kraft induziert wird. Alternativ dazu kann die Kraft mit einem mechanischen Apparat, wie etwa mit einer universellen mechanischen Testvorrichtung (UMT) angewendet werden.

[0096] Die erste Klemme **210** oder die zweite Klemme **222** kann mit Bezug auf die jeweils andere in einer Richtung bewegt werden, die in einem Winkel von 45° zur Längsachse des ersten Glasbehälters **210** und des zweiten Glasbehälters **220** liegt. So kann zum Beispiel die erste Klemme **210** ortsfest gehalten werden und die zweite Klemme **222** kann bewegt werden, so dass sich der zweite Glasbehälter **220** in der Richtung der x-Achse über den ersten Glasbehälter **210** hinweg bewegt. Ein ähnlicher Aufbau wird von R. L. De Rosa et al. in „Scratch Resistant Polyimide Coatings for Alumino Silicate Glass surfaces“ in The Journal of Adhesion, 78: 113-127, 2002 beschrieben. Um den Reibungskoeffizienten zu messen, werden die erforderliche Kraft zum Bewegen der zweiten Klemme **222** und die auf den ersten und den zweiten Glasbehälter **210**, **220** aufgebrachte Normalkraft mit Lastzellen gemessen und der Reibungskoeffizient wird als der Quotient der Reibungskraft und der Normalkraft berechnet. Der Prüfaufbau wird in einer Umgebung bei 25 °C und 50 % relativer Luftfeuchtigkeit betrieben.

[0097] In den hierin beschriebenen Ausführungsformen weist der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung bezogen auf einen in gleicher Weise beschichteten Glasbehälter einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger auf, wie mit dem zuvor beschriebenen Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau bestimmt. In anderen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient etwa 0,6 oder weniger oder sogar nur etwa 0, 5 oder weniger betragen. In manchen Ausführungsformen weist der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,4 oder weniger oder sogar nur etwa 0,3 oder weniger auf. Beschichtete Glasbehälter mit Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger weisen im Allgemeinen einen besseren Widerstand gegen Reibungsschäden auf und weisen als ein Ergebnis davon verbesserte mechanische Eigenschaften auf. So können zum Beispiel herkömmliche Glasbehälter (ohne eine reibungsarme Beschichtung) einen Reibungskoeffizienten von über 0,7 aufweisen.

[0098] In manchen hierin beschriebenen Ausführungsformen ist der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung zumindest 20 % kleiner als ein Reibungskoeffizient einer Oberfläche eines unbeschichteten Glasbehälters, der aus derselben Glaszusammensetzung hergestellt ist. So kann zum Beispiel der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung zumindest 20 % kleiner, zumindest 25 % kleiner, zumindest 30 % kleiner, zumindest 40 % kleiner oder zumindest 50 % kleiner sein als ein Reibungskoeffizient einer Oberfläche eines unbeschichteten Glasbehälters, der aus derselben Glaszusammensetzung hergestellt ist.

[0099] In manchen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen, nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen (d. h. etwa 0,6 oder weniger, etwa 0,5 oder weniger, etwa 0,4 oder weniger oder sogar etwa 0,3 oder weniger), nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen, nachdem er 30 Minuten lang einer Temperatur von etwa 260°C ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % (d. h. etwa 25 %, etwa 20 %, etwa 15 % oder sogar etwa 10 %) ansteigen, nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 0,5 (d. h. etwa 0,45, etwa 0,4, etwa 0,35, etwa 0,3, etwa 0, 25, etwa 0,2, etwa 0,15, etwa 0,1, oder sogar etwa 0,5) anteigen, nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa

390°C oder etwa 400°C ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung überhaupt nicht ansteigen, nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt wurde.

[0100] In manchen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen, nachdem er 10 Minuten lang in ein Wasserbad mit einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen (d. h. etwa 0,6 oder weniger, etwa 0,5 oder weniger, etwa 0,4 oder weniger oder sogar etwa 0,3 oder weniger), nachdem er 5 Minuten lang, 10 Minuten lang, 20 Minuten lang, 30 Minuten lang, 40 Minuten lang, 50 Minuten lang oder sogar 1 Stunde lang in ein Wasserbad mit einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen, nachdem er 10 Minuten lang in ein Wasserbad mit einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen (d. h. etwa 25 %, etwa 20 %, etwa 15 % oder sogar etwa 10 %), nachdem er 5 Minuten lang, 10 Minuten lang, 20 Minuten lang, 30 Minuten lang, 40 Minuten lang, 50 Minuten lang oder sogar 1 Stunde lang in ein Wasserbad mit einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung überhaupt nicht ansteigen, nachdem er 5 Minuten lang, 10 Minuten lang, 20 Minuten lang, 30 Minuten lang, 40 Minuten lang, 50 Minuten lang oder sogar 1 Stunde lang in ein Wasserbad mit einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht wurde.

[0101] In manchen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen, nachdem er Lyophilisierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen (d. h. etwa 0,6 oder weniger, etwa 0,5 oder weniger, etwa 0,4 oder weniger oder sogar etwa 0,3 oder weniger), nachdem er Lyophilisierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen, nachdem er Lyophilisierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In andere Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen (d.h., etwa 25%, etwa 20%, etwa 15% oder sogar etwa 10%), nachdem er Lyophilisierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung überhaupt nicht ansteigen, nachdem er Lyophilisierungsbedingungen ausgesetzt wurde.

[0102] In manchen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen, nachdem er Autoklavierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Teil des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,7 oder weniger aufweisen (d. h. etwa 0,6 oder weniger, etwa 0,5 oder weniger, etwa 0,4 oder weniger oder sogar etwa 0,3 oder weniger), nachdem er Autoklavierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % ansteigen, nachdem er Autoklavierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In anderen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung um nicht mehr als etwa 30 % (d.h., etwa 25%, etwa 20%, etwa 15% oder sogar etwa 10%) ansteigen, nachdem er Autoklavierungsbedingungen ausgesetzt wurde. In manchen Ausführungsformen kann der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glasbehälters mit der reibungsarmen Beschichtung überhaupt nicht ansteigen, nachdem er Autoklavierungsbedingungen ausgesetzt wurde.

[0103] Die hierin beschriebenen beschichteten Glasbehälter weisen eine horizontale Druckfestigkeit auf. Mit Bezug auf **Fig. 1** wird die horizontale Druckfestigkeit wie hierin beschrieben gemessen, indem der beschichtete Glasbehälter **100** horizontal zwischen zwei parallelen Platten angeordnet wird, die parallel zu der Längsachse des Glasbehälters ausgerichtet sind. Dann wird mit den Platten in der Richtung senkrecht zu der Längsachse des Glasbehälters eine mechanische Last auf den beschichteten Glasbehälter **100** aufgebracht. Die Belastungsrate für Druck auf Fläschchen beträgt 0,5 Zoll/Minute, dies bedeu-

tet, dass die Platten sich mit einer Geschwindigkeit von 0,5 Zoll/Minute aufeinander zubewegen. Die horizontale Druckfestigkeit wird bei 25°C und 50 % relativer Luftfeuchtigkeit gemessen. Als ein Messwert der horizontalen Druckfestigkeit kann eine Versagenswahrscheinlichkeit bei einer ausgewählten normalen Drucklast angegeben werden. Wie hierin gebraucht, kommt es zu einem Versagen, wenn der Glasbehälter in zumindest 50 % der Proben unter einem horizontalen Druck bricht. In manchen Ausführungsformen kann ein beschichteter Glasbehälter eine horizontale Druckfestigkeit aufweisen, die zumindest 10 %, 20 % oder 30 % höher ist als bei einem unbeschichteten Fläschchen.

[0104] Nun unter Bezugnahme auf **Fig. 1** und **Fig. 9** kann die Messung der horizontalen Druckfestigkeit auch an einem abgeriebenen Glasbehälter ausgeführt werden. Spezifisch kann das Betreiben des Prüfaufbaus **200** die Außenoberfläche **122** des beschichteten Glasbehälters beschädigen, wie etwa mit einem Oberflächenkratzer oder einem Abrieb, der die Festigkeit des beschichteten Glasbehälters **100** schwächt. Der Glasbehälter wird dann der zuvor beschriebenen horizontalen Druckprozedur ausgesetzt, wobei der Behälter zwischen zwei Platten angeordnet wird und der Kratzer parallel zu den Platten nach außen weist. Der Kratzer kann durch den ausgewählten mit dem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau aufgebrachten Normaldruck und durch die Kratzerlänge charakterisiert werden. Falls nicht anderweitig identifiziert, sind Kratzer für abgeriebene Glasbehälter für die horizontale Druckprozedur durch eine Kratzerlänge von 20 mm, erzeugt durch eine Normallast von 30 N, gekennzeichnet.

[0105] Die beschichteten Glasbehälter können auf die horizontale Druckfestigkeit nach einer Wärmebehandlung hin bewertet werden. Die Wärmebehandlung kann ein Aussetzen an eine Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten sein. In manchen Ausführungsformen wird die horizontale Druckfestigkeit des beschichteten Glasbehälters um nicht mehr als etwa 20 %, 30 % oder sogar 40 % verringert, nachdem dieser einer Wärmebehandlung, wie zuvor beschrieben, ausgesetzt wurde und dann wie zuvor beschrieben abgerieben wurde. In einer Ausführungsform wird die horizontale Druckfestigkeit des beschichteten Glasbehälters um nicht mehr als etwa 20 % verringert, nachdem er über einen Zeitraum von 30 Minuten einer Temperatur von etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C ausgesetzt und dann abgerieben wurde.

[0106] Die hierin beschriebenen beschichteten Glaserzeugnisse können thermisch stabil sein, nachdem sie über einen Zeitraum von 30 Minuten auf an eine Temperatur von zumindest 260°C erwärmt wurden. Der Begriff „thermisch stabil“, wie hierin gebraucht, bedeutet, dass die auf das Glaserzeugnis aufgetragene reibungsarme Beschichtung, nach einem Aussetzen an erhöhte Temperaturen, auf der Oberfläche des Glaserzeugnisses im Wesentlichen intakt bleibt, so dass nach dem Aussetzen die mechanischen Eigenschaften des beschichteten Glaserzeugnisses, insbesondere der Reibungskoeffizient und die horizontale Druckfestigkeit, wenn überhaupt nur minimal beeinträchtigt werden. Dies deutet darauf hin, dass die reibungsarme Beschichtung, nach einem Aussetzen an eine erhöhte Temperatur, an der Oberfläche des Glases weiterhin anhaftet und das Glaserzeugnis weiterhin vor mechanischen Schäden, wie etwa Abrieb, Schlag und dergleichen schützt.

[0107] In den hierin beschriebenen Ausführungsformen wird ein Glaserzeugnis als thermisch stabil erachtet, wenn das beschichtete Glaserzeugnis sowohl einen Reibungskoeffizientstandard als auch einen horizontalen Druckfestigkeitsstandard erfüllt, nachdem es auf eine vorgegebene Temperatur erwärmt wurde und über den vorgegebenen Zeitraum bei dieser Temperatur gehalten wurde. Um zu bestimmen, ob der Reibungskoeffizientstandard erfüllt wird, wird der Reibungskoeffizient eines ersten beschichteten Glaserzeugnisses mit dem in **Fig. 9** dargestellten Prüfaufbau und einer aufgebrachten Last von 30 N in einem Ausgangszustand (d. h. vor einem Aussetzen an eine Temperatur) bestimmt. Ein zweites beschichtetes Glaserzeugnis (d. h. ein Glaserzeugnis mit derselben Glaszusammensetzung und derselben Beschichtungszusammensetzung wie das erste beschichtete Glaserzeugnis) wird unter den vorgegebenen Bedingungen einer Temperatur ausgesetzt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach wird der Reibungskoeffizient des zweiten Glaserzeugnisses mit dem in **Fig. 9** dargestellten Prüfaufbau bestimmt, um das beschichtete Glaserzeugnis mit einer aufgebrachten Last von 30 N abzureiben, was zu einem Abrieb (d. h. einem „Kratzer“) mit einer Länge von etwa 20 mm führt. Wenn der Reibungskoeffizient des zweiten Glaserzeugnisses weniger als 0,7 beträgt und die Oberfläche des Glases des zweiten Glaserzeugnisses im abgeriebenen Bereich keinen sichtbaren Schaden aufweist, dann gilt der Reibungskoeffizient für die Zwecke des Bestimmens der thermischen Stabilität der reibungsarmen Beschichtung als erfüllt. Der Begriff „sichtbarer Schaden“, wie hierin gebraucht, bedeutet, dass die Oberfläche des Glases im abgeriebenen Bereich des Glaserzeugnisses, bei Betrachtung mit einem Nomarski oder differentiellen Interferenzkontrast (differential interference contrast - DIC)-Spektroskopiemikroskop mit einer Vergrößerung von 100X mit LED- oder Halogen-Lichtquellen, weniger als sechs Glasfrakturen (glass checks) je 0,

5 cm Länge des abgeriebenen Bereichs enthält. Eine Standarddefinition für eine Glasfraktur (glass checking) ist beschrieben in G. D. Quinn „NIST Recommended Practice Guide: Fractography of Ceramics and Glasses“ NIST-Sonderveröffentlichung **960**-**17** (**2006**).

[0108] Um zu bestimmen, ob der horizontale Druckfestigkeitsstandard erfüllt wird, wird ein erstes beschichtetes Glaserzeugnis in dem in **Fig. 9** dargestellten Prüfaufbau unter einer Last von 30 N abgerieben, um einen 20 mm langen Kratzer auszubilden. Das erste beschichtete Glaserzeugnis wird dann einem horizontalen Drucktest ausgesetzt, wie hierin beschrieben, und die beibehaltene Festigkeit des ersten beschichteten Glaserzeugnisses wird bestimmt. Ein zweites beschichtetes Glaserzeugnis (d. h. ein Glaserzeugnis mit derselben Glaszusammensetzung und derselben Beschichtungszusammensetzung wie das erste beschichtete Glaserzeugnis) wird unter den vorgegebenen Bedingungen einer Temperatur ausgesetzt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach wird das zweite beschichtete Glaserzeugnis in dem in **Fig. 9** dargestellten Prüfaufbau unter einen Last von 30 N abgerieben. Das zweite beschichtete Glaserzeugnis wird dann einem horizontalen Drucktest ausgesetzt, wie hierin beschrieben, und die beibehaltene Festigkeit des zweiten beschichteten Glaserzeugnisses wird bestimmt. Wenn die beibehaltene Festigkeit des zweiten beschichteten Glaserzeugnisses nicht um mehr als 20 % im Vergleich zu dem ersten beschichteten Glaserzeugnis abfällt, dann gilt der horizontale Druckfestigkeitsstandard für die Zwecke des Bestimmens der thermischen Stabilität der reibungsarmen Beschichtung als erfüllt.

[0109] In den hierin beschriebenen Ausführungsformen werden die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil erachtet, wenn der Reibungskoeffizientstandard und der horizontale Druckfestigkeitsstandard erfüllt sind, nachdem die beschichteten Glasbehälter über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten einer Temperatur von zumindest etwa 260°C ausgesetzt wurden (d. h. die beschichteten Glasbehälter sind bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten thermisch stabil). Die thermische Stabilität kann auch bei Temperaturen von etwa 260°C bis etwa 400°C bewertet werden. So gelten in manchen Ausführungsformen die beschichteten Glasbehälter zum Beispiel als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 270°C oder sogar etwa 280°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In noch anderen Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 290°C oder sogar etwa 300°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In weiteren Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 310°C oder sogar etwa 320°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In noch anderen Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 330°C oder sogar etwa 340°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In noch weiteren anderen Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 350°C oder sogar etwa 360°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In manchen anderen Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 370°C oder sogar etwa 380°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden. In noch anderen Ausführungsformen gelten die beschichteten Glasbehälter als thermisch stabil, wenn die Standards bei einer Temperatur von zumindest etwa 390°C oder sogar etwa 400°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten erfüllt werden.

[0110] Die hierin offenbarten beschichteten Glasbehälter können auch über einen Temperaturbereich thermisch stabil sein, dies bedeutet, dass die beschichteten Glasbehälter thermisch stabil sind, indem sie den Reibungskoeffizientstandard und den horizontalen Druckfestigkeitsstandard bei jeder Temperatur in dem Bereich erfüllen. So können zum Beispiel in den hierin beschriebenen Ausführungsformen die beschichteten Glasbehälter von zumindest etwa 260°C bis zu einer Temperatur von etwa 400°C oder weniger thermisch stabil sein. In manchen Ausführungsformen können die beschichteten Glasbehälter in einem Bereich von zumindest etwa 260°C bis etwa 350°C thermisch stabil sein. In manchen anderen Ausführungsformen können die beschichteten Glasbehälter von zumindest etwa 280°C bis etwa 350°C thermisch stabil sein. In noch anderen Ausführungsformen können die beschichteten Glasbehälter von zumindest etwa 290°C bis etwa 340°C thermisch stabil sein. In einer weiteren Ausführungsform kann der beschichtete Glasbehälter in einem Temperaturbereich von etwa 300°C bis etwa 380°C thermisch stabil sein. In einer weiteren Ausführungsform kann der beschichtete Glasbehälter in einem Bereich von Temperaturen von etwa 320°C bis etwa 360°C thermisch stabil sein.

[0111] Die hierin beschriebenen beschichteten Glasbehälter weisen eine vier-Punkt-Biegefestigkeit auf. Um die vier-Punkt-Biegefestigkeit eines Glasbehälters zu messen, wird eine Glasröhre für die Messung eingesetzt, die ein Vorläufer des beschichteten Glasbehälters **100** ist. Die Glasröhre weist einen Durchmesser auf, der identisch ist mit dem des Glasbehälters, enthält aber keine Glasbehälterbasis und keinen Glasbehältermund (d. h. vor dem Umformen der Röhre in einen Glasbehälter). Die Glasröh-

re wird dann einem vier-Punkt-Biegespannungstest ausgesetzt, um mechanisches Versagen hervorzurufen. Der Test wird bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit durchgeführt, wobei äußere Kontaktelemente um 9" voneinander beabstandet sind und innere Kontaktelemente um 3" voneinander beabstandet sind, mit einer Belastungsrate von 10 mm/min.

[0112] Die vier-Punkt-Biegespannungsmessung kann auch an einer beschichteten und abgeriebenen Röhre durchgeführt werden. Das Betreiben des Prüfaufbaus **200** kann einen Abrieb auf der Röhrenoberfläche erzeugen, wie etwa einen Oberflächenkratzer, der die Festigkeit der Röhre schwächt, wie beschrieben in der Messung der horizontalen Druckfestigkeit eines abgeriebenen Fläschchens. Die Glasröhre wird dann einem vier-Punkt-Biegespannungstest ausgesetzt, um mechanisches Versagen hervorzurufen. Der Test wird bei 25 °C und bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit und unter Verwendung von äußeren Sonden, die um 9" voneinander beabstandet sind und inneren Kontaktelemente, die um 3" voneinander beabstandet sind, mit einer Belastungsrate von 10 mm/min durchgeführt, wobei die Röhre derart platziert ist, dass der Kratzer während des Tests unter Spannung gesetzt wird.

[0113] In manchen Ausführungsformen weist die vier-Punkt-Biegefestigkeit einer Glasröhre mit einer reibungsarmen Beschichtung nach dem Abreiben im Durchschnitt eine um zumindest10 %, 20 % oder sogar 50 % höhere mechanische Festigkeit auf als eine unbeschichteten Glasröhre, die unter denselben Bedingungen abgerieben wird.

[0114] In manchen Ausführungsformen steigt, nachdem der beschichtete Glasbehälter **100** mit einer Normalkraft von 30 N durch einen identischen Glasbehälter abgerieben wurde, der Reibungskoeffizient des abgeriebenen Bereichs des beschichteten Glasbehälters **100** nach einem weiteren Abreiben mit einer Normalkraft von 30 N durch einen identischen Glasbehälter an derselben Stelle um nicht mehr als etwa 20 % an oder steigt überhaupt nicht an. In anderen Ausführungsformen steigt, nachdem der beschichtete Glasbehälter **100** mit einer Normalkraft von 30 N durch einen identischen Glasbehälter abgerieben wurde, der Reibungskoeffizient des abgeriebenen Bereichs des beschichteten Glasbehälters **100** nach einem weiteren Abreiben mit einer Normalkraft von 30 N durch einen identischen Glasbehälter an derselben Stelle um nicht mehr als etwa 15 % oder sogar 10 % an oder steigt überhaupt nicht an. Allerdings ist es nicht erforderlich, dass alle Ausführungsformen des beschichteten Glasbehälters **100** diese Eigenschaften aufweisen.

[0115] Massenverlust bezieht sich auf eine messbare Eigenschaft des beschichteten Glasbehälters **100**, die sich auf die Menge von flüchtigen Stoffen bezieht, die aus dem beschichteten Glasbehälter **100** freigesetzt werden, wenn der beschichtete Glasbehälter über einen vorgegebenen Zeitraum einer vorgegebenen erhöhten Temperatur ausgesetzt wird. Massenverlust deutet im Allgemeinen auf eine mechanische Schädigung der Beschichtung aufgrund von Wärmeeinwirkung hin. Da der Glaskörper des beschichteten Glasbehälters bei den angegebenen Temperaturen keinen messbaren Massenverlust aufweist, liefert der Massenverlusttest, wie im Detail hierin beschrieben, Massenverlustdaten nur für die reibungsarme Beschichtung, die auf den Glasbehälter aufgetragen ist. Verschiedene Faktoren können sich auf den Massenverlust auswirken. So kann zum Beispiel die Menge von organischem Material, das aus der Beschichtung ausgetragen wird, sich auf den Massenverlust auswirken. Der Abbau des Kohlenstoffrückgrats und der Seitenketten in einem Polymer führt zu einem theoretisch 100%igen Abtragen der Beschichtung. Metallorganische Polymermaterialien verlieren typischerweise ihre gesamte organische Komponente, aber die anorganische Komponente bleibt zurück. Demnach werden die Massenverlustergebnisse auf der Grundlage dessen normalisiert, wie viel der Beschichtung organisch und anorganisch ist (z. B. Siliciumoxidanteil der Beschichtung in %) nach einer theoretisch vollständigen Oxidierung.

[0116] Um den Massenverlust zu bestimmen, wird eine beschichtete Probe, wie etwa ein beschichtetes Glasfläschchen anfänglich auf 150°C erwärmt und 30 Minuten lang bei dieser Temperatur gehalten, um die Beschichtung zu trocknen, wodurch H_2O wirksam aus der Beschichtung ausgetrieben wird. Die Probe wird dann mit einer Anstiegsrate von 10°C/Minute in einer oxidierenden Umgebung, wie etwa Luft, von 150°C auf 350°C erwärmt. Für die Zwecke der Bestimmung des Massenverlusts werden nur Daten berücksichtigt, die von 150°C bis 350°C aufgenommen wurden. In manchen Ausführungsformen weist die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse auf, wenn mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird. In anderen Ausführungsformen weist die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 3 % oder sogar weniger als etwa 2 % ihrer Masse auf, wenn mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird. In manchen anderen Ausführungsformen weist die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 1,5 % auf, wenn mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird. In manchen anderen Ausführungsformen verliert die reibungsarme Beschichtung im Wesentlichen nichts von Masse, wenn mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0117] Massenverlustergebnisse basieren auf einem Vorgang, wobei das Gewicht eines beschichteten Glasbehälters vor und nach einer Wärmebehandlung, wie etwa einem Erhöhen der Temperatur um 10°C/Minute von 150°C bis 350°C, wie hierin beschrieben, verglichen wird. Die Gewichtsdifferenz zwischen dem Fläschchen vor der Wärmebehandlung und nach der Wärmebehandlung ist der Gewichtsverlust der Beschichtung, der als ein prozentualer Gewichtsverlust der Beschichtung standardisiert werden kann, so dass das Gewicht der Beschichtung vor derWärmebehandlung (Gewicht ohne den Glaskörper des Behälters und nach dem vorbereitenden Erwärmungsschritt) bekannt ist, indem das Gewicht eines unbeschichteten Glasbehälters mit einem beschichteten Glasbehälter vor der Behandlung verglichen wird. Alternativ dazu kann die Gesamtmasse der Beschichtung mit einer Messung des gesamten organischen Kohlenstoffs oder mit anderen Mitteln bestimmt werden.

[0118] Ausgasen bezieht sich auf eine messbare Eigenschaft des beschichteten Glasbehälters **100**, die sich auf die Menge von flüchtigen Stoffen bezieht, die aus dem beschichteten Glasbehälter **100** freigesetzt werden, wenn der beschichtete Glasbehälter über einen vorgegebenen Zeitraum einer vorgegebenen erhöhten Temperatur ausgesetzt wird. Ausgasungsmessungen werden hierin als eine Gewichtsmenge von flüchtigen Stoffen angegeben, die, während einem Aussetzen an eine erhöhte Temperatur über einen Zeitraum, je der Fläche der Oberflächen des Glasbehälters freigesetzt werden, die die Beschichtung aufweist. Da der Glaskörper des beschichteten Glasbehälters bei den für das Ausgasen angegebenen Temperaturen kein messbares Ausgasen zeigt, liefert der Ausgasungstest, wie im Detail zuvor beschrieben, Ausgasungsdaten im Wesentlichen nur für die reibungsarme Beschichtung, die auf den Glasbehälter aufgetragen wird. Ausgasungsergebnisse basieren auf einer Prozedur, in der ein beschichteter Glasbehälter in einer Glasprobenkammer der in **Fig. 10** dargestellten Vorrichtung angeordnet wird. Eine Hintergrundprobe der leeren Probenkammer wird vor jedem Probenlauf genommen. Die Probenkammer wird unter einer konstanten Luftspülung von 100 ml/min gehalten, während der Ofen auf 350°C erwärmt und 1 Stunde lang bei der Temperatur gehalten wird, um die Kammerhintergrundprobe zu nehmen. Danach wird der beschichtete Glasbehälter in der Probenkammer angeordnet und die Probenkammer wird unter einer konstanten Luftspülung von 100 ml/min gehalten und auf eine erhöhte Temperatur erwärmt und über einen Zeitraum bei der Temperatur gehalten, um eine Probe des beschichteten Glasbehälters **100** zu nehmen. Die Glasprobenkammer besteht aus Pyrex, wodurch die maximale Temperatur der Analyse auf 600°C begrenzt wird. Eine Carbotrap 300-Adsorptionsfalle wird am Auslass der Probenkammer angebaut, um die sich ergebenden flüchtigen Spezies zu adsorbieren, wenn diese aus der Probe freigesetzt werden und von dem Luftspülungsgas über das absorbierende Harz gespült werden, wo die flüchtigen Spezies adsorbiert werden. Das absorbierende Harz wird dann direkt in eine Gerstel Thermal Desorption-Einheit platziert, die direkt mit einem Hewlett-Packard **5890** Series II-Gaschromatographen / einer Hewlett-Packard **5989** MS-Vorrichtung verbunden ist. Die ausgasenden Spezies werden bei 350°C von dem adsorbierenden Harz thermisch desorbiert und kryogen am Kopf einer nichtpolaren Gaschromatographiesäule (DB-5MS) fokussiert. Die Temperatur im Gaschromatographen wird mit einer Rate von 10°C/min auf eine Endtemperatur von 325°C erhöht, um die Trennung und Aufreinigung von flüchtigen und halbflüchtigen organischen Spezies zu erzielen. Der Trennungsmechanismus basiert erwiesenermaßen auf den Verdampfungstemperaturen verschiedener organischer Spezies, was im Grunde zu einem Siedepunkt- oder Destillationschromatogramm führt. Nach der Trennung werden die aufgereinigten Spezies mit herkömmlichen Elektronenstoßionisations-Massenspektrometerprotokollen analysiert. Durch Betreiben unter standardisierten Bedingungen können die sich ergebenden Massenspektren mit existierenden Massenspektrumsbibliotheken verglichen werden.

[0119] In manchen Ausführungsformen weisen die hierin beschichteten Glasbehälter ein Ausgasen von etwa 54,6 ng/cm^2 oder weniger, etwa 27,3 ng/cm^2 oder weniger oder sogar etwa 5,5 ng/cm^2 oder weniger auf, wenn sie über Zeiträume von etwa 15 Minuten, etwa 30 Minuten, etwa 45 Minuten oder etwa 1 Stunde erhöhten Temperaturen von etwa 250°C, etwa 275°C, etwa 300°C, etwa 320°C, etwa 360°C oder sogar etwa 400°C ausgesetzt werden. Ferner können die beschichteten Glasbehälter in einem spezifizierten Temperaturbereich thermisch stabil sein, was bedeutet, dass die beschichteten Behälter bei jeder Temperatur in dem spezifizierten Bereich wie zuvor beschrieben ein bestimmtes Ausgasen aufweisen. Vor den Ausgasungsmessungen können die beschichteten Glasbehälter in einem unveränderten beschichteten Zustand (d. h. gleich nach dem Auftragen der reibungsarmen Beschichtung) oder nach eine der folgenden vorliegen, nämlich Entpyrogenisieren, Lyophilisieren oder Autoklavieren. In manchen Ausführungsformen kann der beschichtete Glasbehälter **100** im Wesentlichen kein Ausgasen aufweisen.

[0120] In manchen Ausführungsformen können Ausgasungsdaten eingesetzt werden, um den Massenverlust der reibungsarmen Beschichtung zu bestimmen. Eine Masse der Beschichtung vor der Wärmebehandlung kann bestimmt werden durch die Dicke der Beschichtung (bestimmt durch REM oder auf ähnliche Weise), die Dichte der reibungsarmen Beschichtung und die Größe der Oberfläche der Beschichtung. Danach kann der beschichtete Glasbe-

hälter der Ausgasungsprozedur ausgesetzt werden und der Massenverlust kann bestimmt werden, indem das Verhältnis der beim Ausgasen ausgestoßenen Masse zu der Masse vor derWärmebehandlung ermittelt wird.

[0121] Mit Bezug auf **Fig. 11** kann die Transparenz und die Farbe des beschichteten Behälters bewertet werden, indem die Lichttransmission des Behälters in einem Bereich von Wellenlängen zwischen 400 und 700 nm mit einem Spektralphotometer gemessen wird. Die Messungen werden derart ausgeführt, dass ein Lichtstrahl derart senkrecht auf die Behälterwand gerichtet wird, dass der Strahl zweimal die reibungsarme Beschichtung passiert, einmal beim Eintreten in den Behälter und dann wieder beim Austreten. In manchen Ausführungsformen beträgt die Lichttransmission durch den beschichteten Glasbehälter etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch einen unbeschichteten Glasbehälter bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm. Wie hierin beschrieben kann eine Lichttransmission vor einer Wärmebehandlung oder nach einer Wärmebehandlung, wie etwa den hierin beschriebenen Wärmebehandlungen, gemessen werden. So kann zum Beispiel bei jeder Wellenlänge von etwa 400 nm bis zu etwa 700 nm die Lichttransmission etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch einen unbeschichteten Glasbehälter betragen. In anderen Ausführungsformen beträgt die Lichttransmission durch den beschichteten Glasbehälter etwa 55 % oder mehr, etwa 60 % oder mehr, etwa 65 % oder mehr, etwa 70 % oder mehr, etwa 75 % oder mehr, etwa 80 % oder mehr oder sogar etwa 90 % oder mehr einer Lichttransmission durch einen unbeschichteten Glasbehälter bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm.

[0122] Wie hierin beschrieben kann eine Lichttransmission vor einer Umgebungsbehandlung, wie etwa einer hierin beschriebenen Wärmebehandlung, oder nach einer Umgebungsbehandlung gemessen werden. So beträgt zum Beispiel die Lichttransmission durch den beschichteten Glasbehälter nach einer Wärmebehandlung bei etwa 260°C, etwa 270°C, etwa 280°C, etwa 290°C, etwa 300°C, etwa 310°C, etwa 320°C, etwa 330°C, etwa 340°C, etwa 350°C, etwa 360°C, etwa 370°C, etwa 380°C, etwa 390°C oder etwa 400°C über einen Zeitraum von 30 Minuten oder nach Aussetzen an Lyophilisierungsbedingungen oder nach Aussetzen an Autoklavierungsbedingungen, etwa 55 % oder mehr, etwa 60 % oder mehr, etwa 65 % oder mehr, etwa 70 % oder mehr, etwa 75 % oder mehr, etwa 80 % oder mehr oder sogar etwa 90 % oder mehr einer Lichttransmission durch einen unbeschichteten Glasbehälter für Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm.

[0123] In manchen Ausführungsformen kann der beschichtete Glasbehälter **100** für das nackte menschliche Auge als farblos und transparent erscheinen, wenn aus einem beliebigen Winkel betrachtet. In manchen anderen Ausführungsformen kann die reibungsarme Beschichtung **120** einen erkennbaren Farbstich aufweisen, etwa wenn die reibungsarme Beschichtung **120** ein Polyimid aufweist, das aus Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäure, kommerziell erhältlich von Aldrich, gebildet wurde.

[0124] In manchen Ausführungsformen kann der beschichtete Glasbehälter **100** eine reibungsarme Beschichtung **120** aufweisen, die ein Klebeetikett aufnehmen kann. Dies bedeutet, der beschichtete Glasbehälter **100** kann ein Klebeetikett auf der beschichteten Oberfläche aufnehmen, so dass das Klebeetikett sicher befestigt ist. Allerdings ist die Fähigkeit, ein Klebeetikett zu befestigen, nicht für alle Ausführungsformen der hierin beschriebenen Glasbehälter **100** erforderlich.

Beispiele

[0125] Die verschiedenen Ausführungsformen von Glasbehältern mit reibungsarmen Beschichtungen werden in den folgenden Beispielen weiter geklärt. Die Beispiele sind illustrativ und sollten nicht als den Gegenstand der vorliegenden Offenbarung einschränkend verstanden werden.

Beispiel 1

[0126] Glasfläschchen wurden aus Schott-Glas vom Typ **1B** und der Glaszusammensetzung gebildet, die identifiziert wird als „Beispiel E“ aus Tabelle 1 der U.S.-Patentanmeldung mit der Seriennummer **13/660894**, eingereicht am 25. Oktober **2012** mit dem Titel „Glass Compositions with Improved Chemical and Mechanical Durability“ im Namen von Corning, Incorporated (hiernach als „die Referenzglaszusammensetzung“ bezeichnet). Die Fläschchen wurden mit deionisiertem Wasser gewaschen, mit Stickstoff trockengeblasen und mit einer 0,1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) tauchbeschichtet. Die APS Beschichtung wurde 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen bei 100°C getrocknet. Die Fläschchen wurden dann in eine 0,1%ige Lösung aus Novastrat® 800-Polyamsäure in einer 15/85 Toluol/DMF-Lösung oder in eine 0,1%ige bis 1%ige Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäurelösung (Kapton-Präkursor) in N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) eingetaucht. Die beschichteten Fläschchen wurden auf 150°C erwärmt und 20 Minuten lang gehalten, um die Lösungsmittel zu verdampfen. Danach wurden die Beschichtungen gehärtet, indem die beschichteten Fläschchen **30** Minuten lang in einen vorgewärmten Ofen bei 300°C verbracht wurden. Nach dem Härten wiesen die mit der 0,1%igen Lösung von Novastrat® 800 beschichteten Fläschchen keine sichtbare Färbung auf. Die mit der Lösung

von Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'oxydianilin) beschichteten Fläschchen waren allerdings sichtbar gelb gefärbt. Beide Beschichtungen wiesen einen niedrigen Reibungskoeffizienten in Fläschchen-auf-Fläschchen-Berührungstests auf.

Beispiel 2

[0127] Aus Schott-Glasfläschchen vom Typ **1B** ausgebildete Glasfläschchen (unverändert/unbeschichtet) und mit einer reibungsarmen Beschichtung beschichtete Fläschchen wurden verglichen, um den Verlust von mechanischer Festigkeit aufgrund von Abrieb zu bewerten. Die beschichteten Fläschchen wurden gefertigt, indem zunächst aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigte Glasfläschchen einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen wurden. Die Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch wurde in einem 100%igen KNO_3-Bad bei 450°C über 8 Stunden durchgeführt. Danach wurden die Fläschchen mit deionisiertem Wasser gewaschen, mit Stickstoff trockengeblasen und mit einer 0,1 %igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) tauchbeschichtet. Die APS Beschichtung wurde 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen bei 100°C getrocknet. Die Fläschchen wurden dann in eine 0,1%ige Lösung von Novastrat® 800-Polyamsäure in einer 15/85 Toluol/DMF-Lösung eingetaucht. Die beschichteten Fläschchen wurden auf 150°C erwärmt und 20 Minuten lang gehalten, um die Lösungsmittel zu verdampfen. Danach wurden die Beschichtungen gehärtet, indem die beschichteten Fläschchen 30 Minuten lang in einen vorgewärmten Ofen bei 300°C verbracht wurden. Die beschichteten Fläschchen wurden dann 1 Stunde lang in 70°C warmem deionisiertem Wasser eingeweicht und 2 Stunden lang an Luft auf 320°C erwärmt, um tatsächliche Verarbeitungsbedingungen zu simulieren.

[0128] Nicht abgeriebene, aus Schott-Glas vom Typ **1B** gefertigte Fläschchen und nicht abgeriebene aus der ionenaustauschgefestigten und beschichteten Referenzglaszusammensetzung wurden in einem horizontalen Drucktest auf Versagen geprüft (d. h. eine Platte wurde über dem oberen Ende des Fläschchens angeordnet und eine Platte wurde unter dem Boden des Fläschchens angeordnet und die Platten wurden zusammengepresst und die aufgebrachte Last zum Zeitpunkt des Versagens wurde mit einer Lastzelle bestimmt). **Fig. 12** zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit der aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für Fläschchen, aus einer Referenzglaszusammensetzung, Fläschchen aus einer Referenzglaszusammensetzung in einem beschichteten und abgeriebenen Zustand, Fläschchen aus Schott-Glas vom Typ **1B** und Fläschchen aus Schott-Glas vom Typ **1B** in einem abgeriebenen Zustand. Die Versagenslasten der nicht abgeriebenen Fläschchen sind grafisch in den Weibull-Graphen dargestellt. Probenfläschchen aus dem Schott-Glas vom Typ **1B** und nicht abgeriebene Fläschchen aus dem ionenaustauschgefestigten und beschichteten Glas wurden dann in den Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau aus **Fig. 9** verbracht, um die Fläschchen abzureiben und den Reibungskoeffizienten zwischen den Fläschchen zu bestimmen, während sie über einen Kontaktbereich mit einem Durchmesser von 0,3 mm aneinander gerieben wurden. Die Last auf den Fläschchen während des Tests wurde mit einer UMT-Vorrichtung aufgebracht und wurde zwischen 24 N und 44 N variiert. Die aufgebrachten Lasten und der entsprechende maximale Reibungskoeffizient sind in der in **Fig. 13** enthaltenen Tabelle angegeben. Für die unbeschichteten Fläschchen variierte der maximale Reibungskoeffizient von 0,54 bis 0,71 (dargestellt in **Fig. 13** als Fläschchenproben „3&4“ bzw. „7&8“) und der maximale Reibungskoeffizient für die beschichteten Fläschchen variierte von 0,19 bis 0,41 (dargestellt in **Fig. 13** als Fläschchenproben „15&16“ bzw. „12&14“). Danach wurden die verkratzten Fläschchen im horizontalen Drucktest geprüft, um den Verlust von mechanischer Festigkeit bezogen auf die nicht abgeriebenen Fläschchen zu bewerten. Die auf die nicht abgeriebenen Fläschchen aufgebrachten Versagenslasten sind grafisch in den Weibull-Graphen von **Fig. 12** dargestellt.

[0129] Wie in **Fig. 12** dargestellt, wiesen die unbeschichteten Fläschchen eine deutliche Verringerung der Festigkeit nach dem Abreiben auf, während die beschichteten Fläschchen nach dem Abreiben nur eine vergleichsweise geringe Verringerung der Festigkeit aufwiesen. Auf der Grundlage dieser Ergebnisse wird davon ausgegangen, dass der Reibungskoeffizient zwischen den Fläschchen weniger als 0,7 oder 0,5 oder sogar weniger als 0,45 betragen sollte, um den Verlust der Festigkeit nach Abrieb von Fläschchen auf Fläschchen zu mindern.

Beispiel 3

[0130] In diesem Beispiel wurden mehrere Sätze aus Glasröhren in einer vier-Punkt-Biegung geprüft, um deren jeweiligen Festigkeiten zu bewerten. Ein erster Satz aus Röhren, die aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigte waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung in einem unveränderten (unbeschichtet, nicht ionenaustauschgefestigt) Zustand geprüft. Ein zweiter Satz aus Röhren, die aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung geprüft, nachdem diese 8 Stunden lang in einem 100%igen KNO_3-Bad bei 450°C einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen wurden. Ein dritter Satz aus Röhren, die aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung geprüft, nachdem diese 8 Stunden lang in einem 100%igen KNO_3-Bad bei 450°C einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen und wie

in Beispiel 2 beschrieben mit 0,1 % APS / 0,1 % Novastrat® 800 beschichtet wurden. Die beschichteten Röhren wurden ebenfalls 1 Stunde lang in 70°C warmem deionisiertem Wasser eingeweicht und 2 Stunden lang an Luft auf 320°C erwärmt, um tatsächliche Verarbeitungsbedingungen zu simulieren. Diese beschichteten Röhren wurden vor der Biegeprüfung ebenfalls in dem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Last von 30 N abgerieben. Ein vierter Satz aus Röhren, die aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung geprüft, nachdem diese 1 Stunde lang in einem 100%igen KNO_3-Bad bei 450°C einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen wurden. Diese unbeschichteten ionenaustauschgefestigten Röhren wurden ebenfalls vor der Biegeprüfung in dem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Last von 30 N abgerieben. Ein fünfter Satz aus Röhren, die aus Schott-Glas vom Typ **1B** gefertigt waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung in einem unveränderten (unbeschichtet, nicht ionenaustauschverfestigt) Zustand geprüft. Ein sechster Satz aus Röhren, die aus Schott-Glas vom Typ **1B** gefertigt waren, wurde in einer vier-Punkt-Biegung geprüft, nachdem diese 1 Stunde lang in einem 100%igen KNO_3-Bad bei 450°C einer Festigkeitserhöhung durch Ionenaustausch unterzogen wurden. Die Testergebnisse sind grafisch in den in **Fig. 14** gezeigten Weibull-Graphen dargestellt.

[0131] Mit Bezug auf **Fig. 14** widerstand der zweite Satz aus Röhren, die nicht abgerieben und aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt und ionenaustauschgefestigt waren der höchsten Spannung vor dem Brechen. Der dritte Satz aus Röhren, die vor dem Abreiben mit 0,1 % APS/0,1 % Novastrat® 800 beschichtet wurden, wies mit Bezug auf ihre unbeschichteten nicht abgeriebenen Äquivalente (d. h. den zweiten Satz aus Röhren) eine leicht verringerte Festigkeit auf. Allerdings war die Verringerung der Festigkeit trotz des Abreibens nach dem Beschichten nur vergleichsweise gering.

Beispiel 4

[0132] Zwei Sätze aus Fläschchen wurden gefertigt und durch eine pharmazeutische Befüllungsstraße geführt. Ein druckempfindliches Band (kommerziell erhältlich von FujiFilm) wurde zwischen den Fläschchen platziert, um die Berührungs-/Aufschlagkräfte zwischen den Fläschchen sowie zwischen den Fläschchen und der Ausrüstung zu messen. Der erste Satz aus Fläschchen war aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt und war nicht beschichtet. Der zweite Satz aus Fläschchen war aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt und war mit einer reibungsarmen Beschichtung auf Polyimidbasis mit einem Reibungskoeffizienten von etwa 0,25 beschichtet, wie zuvor beschrieben. Die druckempfindlichen Bänder wurden, nachdem die Fläschchen durch die pharmazeutische Befüllungsstraße geführt wurden, analysiert und zeigten, dass die beschichteten Fläschchen des zweiten Satzes, im Vergleich mit den unbeschichteten Fläschchen aus dem ersten Satz, eine 2-3malige Reduktion der Belastung aufwiesen.

Beispiel 5

[0133] Drei Sätze aus je vier Fläschchen wurden gefertigt. Alle Fläschchen wurden aus der Referenzglaszusammensetzung gefertigt. Der erste Satz aus Fläschchen wurde mit der APS/Novastrat® 800-Beschichtung beschichtet, wie in Beispiel 2 beschrieben. Der zweite Satz aus Fläschchen wurde mit 0,1 % DC806A in Toluol tauchbeschichtet. Das Lösungsmittel wurde bei 50°C verdampft und die Beschichtung wurde 30 Minuten lang bei 300°C ausgehärtet. Jeder Satz aus Fläschchen wurde in eine Röhre verbracht und 2,5 Stunden lang unter Luftspülung auf 320°C erwärmt, um Spuren von Verunreinigungen zu entfernen, die in der Laborumgebung in die Fläschchen adsorbiert wurden. Jeder Satz aus Proben wurde dann weitere 30 Minuten lang in der Röhre erwärmt und die ausgegasten flüchtigen Stoffe wurden in einer Aktivkohlesorptionsfalle eingefangen. Die Falle wurde über 30 Minuten lang auf 350°C erwärmt, um alles eingefangene Material zu desorbieren, welches in ein Gaschromatographie-Massenspektrometer gegeben wurde. **Fig. 15** zeigt Gaschromatographie-Massenspektrometer-Ausgabedaten für die APS/Novastrat® 800-Beschichtung. **Fig. 16** zeigt Gaschromatographie-Massenspektrometer-Ausgabedaten für die DC 806A-Beschichtung. Es wurde kein Ausgasen aus der 0,1 % APS/0,1 % Novastrat® 800-Beschichtung oder der DC806A-Beschichtung beobachtet.

[0134] Ein Satz aus vier Fläschchen wurde mit einer Haftvermittlerschicht unter Einsatz einer 0,5 %/0,5 % GAPS/APhTMS-Lösung in einem Methanol/Wasser-Gemisch beschichtet. Jedes Fläschchen wies eine beschichtete Oberfläche von etwa 18,3 cm^2 auf. Die Lösungsmittel wurden 15 Minuten lang bei 120°C aus den beschichteten Fläschchen verdampfen gelassen. Dann wurde eine 0,5%ige Novastrat® 800-Lösung in Dimethylacetamid auf die Proben aufgetragen. Das Lösungsmittel wurde 20 Minuten lang bei 150°C verdampft. Diese nicht gehärteten Fläschchen wurden wie zuvor beschrieben einem Ausgasungstest ausgesetzt. Die Fläschchen wurden in einem Luftstrom (100 ml/Minute) auf 320°C erwärmt und beim Erreichen von 320°C wurden die ausgegasten flüchtigen Stoffe alle 15 Minuten auf Aktivkohlesorptionsfallen eingefangen. Die Fallen wurden dann über 30 Minuten auf 350°C erwärmt, um alles eingefangene Material zu desorbieren, welches in ein Gaschromatographie-Massenspektrometer gegeben wurde. Tabelle 1 zeigt die Menge der eingefangenen Materialien über die Zeitsegmente, in denen die Pro-

ben bei 320°C gehalten wurden. Zeitpunkt Null entspricht dem Zeitpunkt, an dem die Probe zum ersten Mal eine Temperatur von 320°C erreichte. Wie in Tabelle 1 zu sehen, sank nach 30 Minuten Erwärmung die Menge der flüchtigen Stoffe unter die Nachweisgrenze des Instruments von 100 ng. Tabelle 1 zeigt ferner die Menge der verlorenen flüchtigen Stoffe je Quadratzentimeter beschichteter Oberfläche.

Tabelle 1. Flüchtige Stoffe je Fläschchen und Fläche.

Zeitraum bei 320°C	Menge, ng/ Fläschchen	Menge, ng/cm^2
Anstieg 25°C auf 320°C (t=0)	60404	3301
t = 0 bis 15 min	9371	512
t = 15 bis 30 min	321	18
t = 30 bis 45 min	< 100	< 5
t = 45 bis 60 min	< 100	< 5
t = 60 bis 90 min	< 100	< 5

Beispiel 6

[0135] Es wurde eine Vielzahl von Fläschchen mit verschiedenen Beschichtungen auf Basis von Siliziumharz oder Polyimiden mit und ohne Kopplungsmittel hergestellt. Wenn Kopplungsmittel eingesetzt wurden, enthielten die Kopplungsmittel APS und GAPS (3-Aminopropyltrialkoxysilan), welches ein Präkursor für APS ist. Die äußere Beschichtungsschicht wurde aus Novastrat® 800, dem zuvor beschriebenen Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'oxydianilin) oder aus Silikonharzen, wie etwa DC806A und DC255 hergestellt. Die APS/Kapton-Beschichtungen wurden mit einer 0,1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) und einer 0,1%igen Lösung, einer 0,5%igen Lösung oder 1,0%igen Lösungen von Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäure (Kapton-Präkursor) in N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) hergestellt. Kaptonbeschichtungen wurden auch ohne ein Kopplungsmittel unter Einsatz einer 1,0%igen Lösung von Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'oxydianilin) in NMP aufgetragen. Die APS/Novastrat® 800-Beschichtungen wurden unter Einsatz einer 0, 1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) und einer 0,1%igen Lösung von Novastrat® 800-Polyamsäure in einer 15/85 Toluol/DMF-Lösung hergestellt. Die DC255-Beschichtungen wurden ohne ein Kopplungsmittel unter Einsatz einer 1,0%igen Lösung von DC255 in Toluol direkt auf das Glas aufgetragen. Die APS/DC806A-Beschichtungen wurden hergestellt, indem zunächst eine 0,1%ige Lösung von APS in Wasser und dann eine 0,1%ige Lösung oder eine 0,5%ige Lösung von DC806A in Toluol aufgetragen wurde. Die GAPS/DC806A-Beschichtungen wurden mit einer 1,0%igen Lösung von GAPS in 95 Gew.-% Ethanol in Wasser als ein Kopplungsmittel und dann einer 1,0%igen Lösung von DC806A in Toluol aufgetragen. Die Kopplungsmittel und die Beschichtungen wurden mit Eintauchbeschichtungsverfahren, wie hierin beschrieben, aufgetragen, wobei die Kopplungsmittel nach dem Auftragen wärmebehandelt wurden und die Siliziumharz- und die Polyimidbeschichtung nach dem Auftragen getrocknet und gehärtet wurden. Die Beschichtungsdicken wurden auf der Grundlage der Konzentrationen der eingesetzten Lösungen geschätzt. Die Tabelle in **Fig. 17** zeigt die verschiedenen Beschichtungszusammensetzungen, die abgeschätzten Beschichtungsdicken und die Testbedingungen.

[0136] Danach wurden einige der Fläschchen durcheinandergeworfen, um eine Beschichtungsbeschädigung zu simulieren und andere wurden in dem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau einem Abrieb unter Lasten von 30 N und 50 N ausgesetzt. Danach wurden alle Fläschchen einer Lyophilisierung (Gefriertrocknung) ausgesetzt, bei der die Fläschchen mit 0,5 ml Natriumchloridlösung gefüllt und bei -100°C gefroren wurden. Die Lyophilisierung wurde dann 20 Stunden lang bei -15°C unter Vakuum durchgeführt. Die Fläschchen wurden mit optischer Qualitätssicherungsausrüstung sowie unter dem Mikroskop inspiziert. Es wurde keine Beschädigung der Beschichtungen aufgrund von Lyophilisierung beobachtet.

Beispiel 7

[0137] Drei Sätze aus je sechs Fläschchen wurden hergestellt, um die Auswirkungen von ansteigender Last auf den Reibungskoeffizienten für unbeschichtete Fläschchen und für Fläschchen, die mit Dow Corning DC 255-Silikonharz beschichtet waren, zu bewerten. Ein erster Satz von Fläschchen wurde aus Glas vom Typ **1B** hergestellt und unbeschichtet gelassen. Der zweite Satz von Fläschchen wurde aus der Referenzglaszusammensetzung hergestellt und mit einer 1%igen Lösung von DC255 in Toluol beschichtet und 30 Minuten lang bei 300°C gehärtet. Der dritte Satz von Fläschchen wurde aus Schott-Glas vom Typ **1** B hergestellt und mit einer 1%igen Lösung von DC255 in Toluol beschichtet. Die Fläschchen eines jeden Satzes wurden in den in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau verbracht und der Reibungskoeffizient wurde gegenüber einem ähnlich beschichteten Fläschchen während eines Abreibens unter statischen Lasten von 10 N, 30 N und 50 N gemessen. Die Ergebnisse sind grafisch in **Fig. 18** dargestellt. Wie in **Fig. 18** gezeigt, wiesen beschichtete Fläschchen, unabhängig von der Glaszusammensetzung, im Vergleich zu unbeschichtete Fläschchen, messbar geringere Reibungskoeffizien-

ten auf, wenn unter denselben Bedingungen abgerieben wurde.

Beispiel 8

[0138] Drei Sätze aus je zwei Glasfläschchen mit einer APS/Kapton-Beschichtung wurden hergestellt. Zunächst wurde jedes der Fläschchen in einer 0,1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) tauchbeschichtet. Die APS Beschichtung wurde 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen bei 100°C getrocknet. Die Fläschchen wurden dann in eine 0,1%ige Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäurelösung (Kapton-Präkursor) in N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) eingetaucht. Danach wurden die Beschichtungen gehärtet, indem die beschichteten Fläschchen **30** Minuten lang in einen vorgewärmten Ofen bei 300°C verbracht wurden.

[0139] Zwei Fläschchen wurden in den in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau platziert und unter einer Last von 10 N abgerieben. Der Abriebvorgang wurde weitere 4mal über den selben Bereich wiederholt und der Reibungskoeffizient wurde für jeden Abrieb bestimmt. Die Fläschchen wurden zwischen den Abriebvorgängen abgewischt und der Startpunkt jedes Abriebs wurde in einem zuvor nicht abgeriebenen Bereich angeordnet. Allerdings bewegte sich jeder Abrieb über derselben „Spur". Die selbe Prozedur wurde für Lasten von 30 N und 50 N wiederholt. Die Reibungskoeffizienten eines jeden Abriebs (d. h. A1-A5) sind für jede Last grafisch in **Fig. 19** dargestellt. Wie in **Fig. 19** dargestellt, lag der Reibungskoeffizient der APS/Kapton-beschichteten Fläschchen im Allgemeinen unter 0,3 für jeden Abrieb bei allen Lasten. Die Beispiele zeigen einen verbesserten Abriebwiderstand für Polyimidbeschichtungen, wenn diese über eine mit einem Kopplungsmittel behandelten Glasoberfläche aufgetragen werden.

Beispiel 9

[0140] Drei Sätze aus je zwei Glasfläschchen mit einer APS-Beschichtung wurden hergestellt. Jedes der Fläschchen wurde in einer 0,1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) tauchbeschichtet und 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen erwärmt bei 100°C. Zwei Fläschchen wurden in dem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau platziert und unter einer Last von 10 N abgerieben. Die Abriebsprozedur wurde weitere 4mal über den selben Bereich wiederholt und der Reibungskoeffizient wurde für jeden Abrieb bestimmt. Die Fläschchen wurden zwischen Abriebvorgängen abgewischt und der Startpunkt jedes Abriebs wurde in einem zuvor nicht abgeriebenen Bereich angeordnet. Allerdings bewegte sich jeder Abrieb über derselben „Spur". Die selbe Prozedur wurde für Lasten von 30 N und 50 N wiederholt. Die Reibungskoeffizienten eines jeden Abriebs (d. h. A1-A5) sind für jede Last grafisch in **Fig. 20** dargestellt. Wie in **Fig. 20** dargestellt, lag der Reibungskoeffizient der nur mit APS-beschichteten Fläschchen im Allgemeinen über 0,3 und häufig bei 0,6 oder sogar höher.

Beispiel 10

[0141] Drei Sätze aus je zwei Glasfläschchen mit einer APS/Kapton-Beschichtung wurden hergestellt. Jedes der Fläschchen wurde in einer 0,1%igen Lösung von APS (Aminopropylsilsesquioxan) tauchbeschichtet. Die APS Beschichtung wurde 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen bei 100°C erwärmt. Die Fläschchen wurden dann in eine 0,1%ige Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäurelösung (Kapton-Präkursor) in N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) eingetaucht. Danach wurden die Beschichtungen gehärtet, indem die beschichteten Fläschchen **30** Minuten lang in einen vorgewärmten Ofen bei 300°C verbracht wurden. Die beschichteten Fläschchen wurden dann 12 Stunden lang bei 300°C entpyrogenisiert (erwärmt).

[0142] Zwei Fläschchen wurden in den in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau platziert und unter einer Last von 10 N abgerieben. Die Abriebsprozedur wurde weitere 4mal über demselben Bereich wiederholt und der Reibungskoeffizient wurde für jeden Abrieb bestimmt. Die Fläschchen wurden zwischen Abriebvorgängen abgewischt und der Startpunkt jedes Abriebs wurde in einem zuvor abgeriebenen Bereich angeordnet und jeder Abrieb wurde über derselben „Spur" ausgeführt. Die selbe Prozedur wurde für Lasten von 30 N und 50 N wiederholt. Die Reibungskoeffizienten eines jeden Abriebs (d. h. A1-A5) sind für jede Last grafisch in **Fig. 21** dargestellt. Wie in **Fig. 21** dargestellt, waren die Reibungskoeffizienten der APS/Kaptonbeschichteten Fläschchen im Allgemeinen einheitlich und lagen bei etwa 0,20 oder weniger für die Abriebe bei Lasten von 10 N und 30 N. Allerdings stieg der Reibungskoeffizient für jeden nachfolgenden Abrieb, wenn die Last auf 50 N erhöht wurde, wobei der fünfte Abrieb einen Reibungskoeffizienten von etwas unter 0,40 aufwies.

Beispiel 11

[0143] Drei Sätze aus je zwei Glasfläschchen mit einer APS(Aminopropylsilsesquioxan)-Beschichtung wurden hergestellt. Jedes der Fläschchen wurde in einer 0,1%igen Lösung von APS tauchbeschichtet und 15 Minuten lang in einem Konvektionsofen bei 100°C erwärmt. Die beschichteten Fläschchen wurden dann 12 Stunden lang bei 300°C entpyrogenisiert (erwärmt). Zwei Fläschchen wurden in den in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau platziert und unter einer Last von 10 N abgerieben. Die Abriebsprozedur wurde weitere 4mal über

demselben Bereich wiederholt und der Reibungskoeffizient wurde für jeden Abrieb bestimmt. Die Fläschchen wurden zwischen Abriebvorgängen abgewischt und der Startpunkt jedes Abriebs wurde in einem zuvor abgeriebenen Bereich angeordnet und jeder Abrieb bewegte sich über derselben „Spur“. Die selbe Prozedur wurde für Lasten von 30 N und 50 N wiederholt. Die Reibungskoeffizienten eines jeden Abriebs (d. h. A1-A5) sind für jede Last grafisch in **Fig. 22** dargestellt. Wie in **Fig. 22** gezeigt, waren die Reibungskoeffizienten der für 12 Stunden entpyrogenisierten, APS-beschichteten Fläschchen deutlich höher als die der in **Fig. 20** gezeigten APS-beschichteten Fläschchen und ähnelten den Reibungskoeffizienten unbeschichteter Glasfläschchen, was darauf hindeutet, dass die Fläschchen aufgrund des Abriebs möglicherweise einen deutlichen Verlust an mechanischer Festigkeit erfahren haben.

Beispiel 12

[0144] Drei Sätze aus je zwei Glasfläschchen aus einem Schott-Glas vom Typ **1B** mit einer Kapton-Beschichtung wurden hergestellt. Die Fläschchen wurden in eine 0,1%ige Poly(pyromellitsäuredianhydrid-co-4,4'-oxydianilin)amsäurelösung (Kapton-Präkursor) in N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP) eingetaucht. Danach wurden die Beschichtungen **20** Minuten lang bei 150°C getrocknet und dann gehärtet indem die beschichteten Fläschchen **30** Minuten lang in einen vorgewärmten Ofen bei 300°C verbracht wurden.

[0145] Zwei Fläschchen wurden in den in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau platziert und unter einer Last von 10 N abgerieben. Die Abriebsprozedur wurde weitere 4mal über demselben Bereich wiederholt und der Reibungskoeffizient wurde für jeden Abrieb bestimmt. Die Fläschchen wurden zwischen Abriebvorgängen abgewischt und der Startpunkt jedes Abriebs wurde in einem zuvor nicht abgeriebenen Bereich angeordnet. Allerdings bewegte sich jeder Abrieb über derselben „Spur“. Die selbe Prozedur wurde für Lasten von 30 N und 50 N wiederholt. Die Reibungskoeffizienten eines jeden Abriebs (d. h. A1-A5) sind für jede Last grafisch in **Fig. 23** dargestellt. Wie in **Fig. 23** gezeigt, stiegen die Reibungskoeffizienten der kaptonbeschichteten Fläschchen im Allgemeinen nach dem ersten Abrieb an, was nur einen geringen Abriebwiderstand einer Polyimidbeschichtung, die auf ein Glas ohne ein Kopplungsmittel aufgetragen wurde, demonstriert.

Beispiel 13

[0146] Die mit APS/Novastrat® 800 beschichteten Fläschchen aus Beispiel 6 wurden mit einem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Last von 30 N auf ihren Reibungskoeffizienten nach Lyophilisierung geprüft. Es wurde kein Anstieg des Reibungskoeffizienten nach der Lyophilisierung festgestellt. **Fig. 24** enthält Tabellen, die den Reibungskoeffizienten für die mit APS/Novastrat® 800 beschichteten Fläschchen vor und nach Lyophilisierung zeigen.

Beispiel 14

[0147] Die Fläschchen aus Referenzglaszusammensetzung wurden wie in Beispiel 2 beschrieben ionenausgetauscht und beschichtet. Die beschichteten Fläschchen wurden mit dem folgenden Protokoll autoklaviert: 10 Minuten Dampfspülen bei 100°C, gefolgt von einer 20minütigen Verweildauer, wobei der beschichtete Glasbehälter **100** einer Umgebung von 121°C ausgesetzt wird, gefolgt von 30 Minuten Behandlung bei 121°C. Der Reibungskoeffizient für autoklavierte und nicht autoklavierte Fläschchen wurde mit einem in **Fig. 9** gezeigten Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Last von 30 N gemessen. **Fig. 26** zeigt den Reibungskoeffizienten für mit APS/Novastrat® 800 beschichtete Fläschchen vor und nach Autoklavieren. Es wurde kein Anstieg des Reibungskoeffizienten nach dem Autoklavieren festgestellt.

Beispiel 15

[0148] Drei Sätze von Fläschchen wurden hergestellt, um die Wirksamkeit von Beschichtungen beim Mindern von Beschädigungen der Fläschchen zu bewerten. Ein erster Satz aus Fläschchen wurde mit einer äußeren Beschichtungsschicht aus Polyimid mit einer Kopplungsmittel-Zwischenschicht beschichtet. Die äußere Schicht bestand aus dem Novastrat® 800-Polyimid, das als eine Lösung von Polyamsäure in Dimethylacetamid aufgetragen und durch Erwärmen auf 300°C imidisiert wurde. Die Kopplungsmittelschicht bestand aus dem APS und Aminophenyltrimethoxysilan (APhTMS) in einem Verhältnis von 1:8. Diese Fläschchen wurden 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert. Wie bei dem ersten Satz aus Fläschchen wurde der zweite Satz aus Fläschchen mit einer äußeren Beschichtungsschicht aus Polyimid mit einer Kopplungsmittel-Zwischenschicht beschichtet. Der zweite Satz aus Fläschchen wurde 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert und dann 1 Stunde lang bei 121°C autoklaviert. Ein dritter Satz aus Fläschchen wurde unbeschichtet belassen. Jeder Satz aus Fläschchen wurde dann einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient für jeden Satz aus Fläschchen ist in **Fig. 27** angegeben. Bilder der Fläschchenoberfläche, die eine Beschädigung (beziehungsweise das Fehlen einer Beschädigung) zeigen, die jedes Fläschchens erfahren hat, sind ebenfalls in **Fig. 27** dargestellt. Wie in **Fig. 27** gezeigt, wiesen die unbeschichteten Fläschchen im Allgemeinen einen Reibungskoeffizienten von über etwa 0,7 auf. Die unbeschichteten Fläschchen wiesen ferner eine sichtbare Beschädigung als ein Ergeb-

nis der Prüfung auf. Die beschichteten Fläschchen jedoch wiesen einen Reibungskoeffizienten von weniger als 0,45 ohne sichtbare Oberflächenbeschädigung auf.

[0149] Die beschichteten Fläschchen wurden ferner einer Entpyrogenisierung, wie zuvor beschrieben, Autoklavierungsbedingungen oder beidem ausgesetzt. **Fig. 25** zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest der Fläschchen. Es lag kein statistischer Unterschied zwischen entpyrogenisierten Fläschchen und entpyrogenisierten und autoklavierten Fläschchen vor.

Beispiel 16

[0150] Mit Bezug auf **Fig. 28** wurden Fläschchen mit drei verschiedenen Beschichtungszusammensetzungen hergestellt, um die Auswirkungen verschiedener Verhältnisse von Silanen auf den Reibungskoeffizienten der aufgetragenen Beschichtung zu bewerten. Die erste Beschichtungszusammensetzung enthielt eine Kopplungsmittelschicht mit einem 1:1-Verhältnis von GAPS zu Aminophenyltrimethyloxysilan und eine äußere Beschichtungsschicht, die aus 1,0%igem Novastrat® 800-Polyimid bestand. Die zweite Beschichtungszusammensetzung enthielt eine Kopplungsmittelschicht mit einem 1:0,5-Verhältnis von GAPS zu Aminophenyltrimethyloxysilan und eine äußere Beschichtungsschicht, die aus 1,0%igem Novastrat® 800-Polyimid bestand. Die dritte Beschichtungszusammensetzung enthielt eine Kopplungsmittelschicht mit einem 1:0,2-Verhältnis von GAPS zu Aminophenyltrimethyloxysilan und eine äußere Beschichtungsschicht, die aus 1,0%igem Novastrat® 800-Polyimid bestand. Alle Fläschchen wurden 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert. Danach wurden die Fläschchen einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter Lasten von 20 N und 30 N ausgesetzt. Die Durchschnittswerte für angewendete Normalkraft, den Reibungskoeffizienten und die maximale Reibungskraft (Fx) für jedes Fläschchen sind in **Fig. 28** angegeben. Wie in **Fig. 28** gezeigt, steigert das Verringern der Menge des aromatischen Silans (d. h. des Aminophenytrimethyloxysilan) den Reibungskoeffizienten zwischen den Fläschchen sowie die von den Fläschchen erfahrene Reibungskraft.

Beispiel 17

[0151] Aus ionenausgetauschtem Glas vom Typ **1B** hergestellte Fläschchen mit reibungsarmen Beschichtungen mit verschiedenen Verhältnissen an Silanen wurden hergestellt.

[0152] Proben wurden mit einer Zusammensetzung hergestellt, die eine Kopplungsmittelschicht, gebildet aus 0,125 % APS und 1,0 % Aminophenyltrimethyloxysilan (APhTMS), in einem Verhältnis von 1:8, und eine äußere Beschichtungsschicht, gebildet aus 0, 1 % Novastrat® 800-Polyimid, enthielt. Die thermische Stabilität der aufgetragenen Beschichtung wurde bewertet, indem der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft der Fläschchen vor und nach der Entpyrogenisierung bestimmt wurden. Genauer gesagt wurden beschichtete Fläschchen einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft wurden gemessen und sind in **Fig. 29** gegen die Zeit aufgetragen. Ein zweiter Satz von Fläschchen wurde 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert und demselben Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient vor und nach der Entpyrogenisierung blieb unverändert, was darauf hindeutet, dass die Beschichtungen thermisch stabil waren. Ein Foto des Berührungsbereichs des Glases ist ebenfalls gezeigt.

[0153] Proben wurden mit einer Zusammensetzung hergestellt, die eine Kopplungsmittelschicht, gebildet aus 0,0625% APS und 0,5% Aminophenyltrimethyloxysilan (APhTMS), in einem Verhältnis von 1:8, und eine äußere Beschichtungsschicht, gebildet aus 0, 05% Novastrat® 800-Polyimid enthielt. Die thermische Stabilität der aufgetragenen Beschichtung wurde bewertet, indem der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft der Fläschchen vor und nach der Entpyrogenisierung bestimmt wurden. Genauer gesagt wurden beschichtete Fläschchen einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft wurden gemessen und sind in **Fig. 37** gegen die Zeit aufgetragen. Ein zweiter Satz von Fläschchen wurde 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert und demselben Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient vor und nach der Entpyrogenisierung blieb unverändert, was darauf hindeutet, dass die Beschichtungen thermisch stabil waren. Ein Foto des Berührungsbereichs des Glases ist ebenfalls gezeigt.

[0154] **Fig. 38** zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest für die Fläschchen mit reibungsarmen Beschichtungen, gebildet aus 0,125 % APS und 1,0 % Aminophenyltrimethyloxysilan (APhTMS) in einem Verhältnis von 1:8, und einer äußeren Beschichtungsschicht, gebildet aus 0, 1 % Novastrat® 800-Polyimid (dargestellt als „260“ in **Fig. 38**), und gebildet aus 0,0625 % APS und 0,5 % Aminophenyltrimethyloxysilan (APhTMS), in einem Verhältnis von 1:8, und einer äußeren Beschichtungsschicht, gebildet aus 0,05 % Novastrat® 800-Polyimid (dargestellt als „280“ in **Fig. 38**). Ein Foto des Berührungsbereichs des Glases ist ebenfalls gezeigt. Die Daten zeigen, dass die Versagenslast bei beschichteten, entpyrogenisierten und ver-

kratzten Proben im Vergleich zu unbeschichteten und unverkratzten Proben unverändert bleibt, was einen Glasschutz vor Schäden durch die Beschichtung zeigt.

[0155] Fläschchen mit reibungsarmen Beschichtungen mit verschiedenen Verhältnissen von Silanen wurden hergestellt. Proben wurden mit einer Zusammensetzung hergestellt, die eine Kopplungsmittelschicht, gebildet aus 0,5% Dynasylan® Hydrosil **1151** und **0**,5% Aminophenyltrimethyloxysilan (APhTMS), in einem Verhältnis von 1:1, und eine äußere Beschichtungsschicht, gebildet aus 0,05% Novastrat® 800-Polyimid enthielt. Die thermische Stabilität der aufgetragenen Beschichtung wurde bewertet, indem der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft der Fläschchen vor und nach Entpyrogenisierung bestimmt wurden. Genauer gesagt wurden beschichtete Fläschchen einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft wurden gemessen und sind in **Fig. 39** gegen die Zeit aufgetragen. Ein zweiter Satz von Fläschchen wurde 12 Stunden lang bei 320°C entpyrogenisiert und demselben Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest unter einer Last von 30 N ausgesetzt. Der Reibungskoeffizient vor und nach der Entpyrogenisierung blieb unverändert, was darauf hindeutet, dass die Beschichtungen thermisch stabil waren. Ein Foto des Berührungsbereichs des Glases ist ebenfalls gezeigt. Dies deutet darauf hin, dass Hydrolysate von Aminosilanen, wie etwa Aminosilsesquioxan, in den Beschichtungsformulierungen ebenfalls von Nutzen sind.

[0156] Die thermische Stabilität der aufgebrachten Beschichtung wurde ferner für eine Reihe von Entpyrogenisierungsbedingungen bewertet. Genauer gesagt wurden ionenausgetauschte Glasfläschchen vom Typ **1B** mit einer Zusammensetzung hergestellt, die eine Kopplungsmittelschicht mit einem 1:1-Verhältnis von GAPS (0,5 %) zu Aminophenyltrimethyloxysilan (0,5 %) und eine äußere Beschichtungsschicht, die aus 0,5%igem Novastrat® 800-Polyimid bestand, enthielt. Probenfläschchen wurden einem der folgenden Entpyrogenisierungszyklen ausgesetzt: 12 Stunden bei 320°C; 24 Stunden bei 320°C; 12 Stunden bei 360°C; oder 24 Stunden bei 360°C. Der Reibungskoeffizient und die Reibungskraft wurden dann in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Reibungstest gemessen und für jede der Entpyrogenisierungsbedingungen in Abhängigkeit der Zeit aufgetragen, wie in **Fig. 30** dargestellt. Wie in **Fig. 30** dargestellt variierte der Reibungskoeffizient der Fläschchen nicht mit den Entpyrogenisierungbedingungen, was darauf hindeutet, dass die Beschichtung thermisch stabil war. **Fig. 40** zeigt grafisch den Reibungskoeffizienten nach dem Variieren von Wärmebehandlungszeiten bei 360°C und 320°C.

Beispiel 18

[0157] Fläschchen wurden wie in Beispiel 2 beschrieben mit der APS/Novastrat 800-Beschichtung beschichtet. Die Lichttransmission von beschichteten Fläschchen und unbeschichteten Fläschchen wurde in einem Bereich von Wellenlängen von 400-700 nm mit einem Spektralphotometer gemessen. Die Messungen werden derart ausgeführt, dass ein Lichtstrahl derart senkrecht auf die Behälterwand gerichtet wird, dass der Strahl zweimal die reibungsarme Beschichtung passiert, einmal beim Eintreten in den Behälter und dann wieder beim Austreten. **Fig. 11** zeigt grafisch die Lichttransmissionsdaten für beschichtete und unbeschichtete Fläschchen, gemessen im sichtbaren Lichtspektrum von 400-700 nm. Linie **440** zeigt einen unbeschichteten Glasbehälter und Linie **442** zeigt einen beschichteten Glasbehälter.

Beispiel 19

[0158] Fläschchen wurden mit einem 0,25 % GAPS / 0,25 % APhTMS-Kopplungsmittel und 1,0 % Novastrat® 800-Polyimid beschichtet und wurden vor und nach Entpyrogenisierung über 12 Stunden bei 320°C auf Lichttransmission geprüft. Ein unbeschichtetes Fläschchen wurde ebenfalls geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle 46 gezeigt.

Beispiel 20

[0159] Um die Einheitlichkeit der Polyimidbeschichtung zu verbessern, wurde die Novastrat® 800-Polyamsäure in ein Polyamsäuresalz umgewandelt und in Methanol, einem Lösungsmittel das im Vergleich zu Dimethylacetamid deutlich schneller verdampft, gelöst, indem 4 g Triethylamin zu 1 l Methanol gegeben wurden und dann Novastrat® 800-Polyamsäure zugegeben wurde, um eine 0,1%ige Lösung auszubilden.

[0160] Eine Beschichtung aus 1,0 % GAPS/1,0 % APhTMS in Methanol/Wasser-Gemisch und 0,1 % Novastrat® 800-Polyamidsäuresalz in Methanol, wurde auf ionenausgetauschten 1B-Fläschchen gebildet. Die beschichteten Fläschchen wurden 12 Stunden lang bei 360°C entpyrogenisiert und die unentpyrogenisierten und die entpyrogenisierten Proben wurden in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter Normallasten von 10, 20 und 30 N verkratzt. Es wurde keine Glasbeschädigung bei Normalkräften von 10 N, 20 N und 30 N beobachtet. **Fig. 1** zeigt den Reibungskoeffizienten, die aufgebrachte Kraft und die Reibungskraft für die Proben nach einer Wärmebehandlung über 12 Stunden bei 360°C. **Fig. 42** zeigt grafisch die Versagenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit einer aufgebrachten Last in einem horizontalen Drucktest der Proben. Statistisch waren die Probenreihen bei 10 N, 20 N und 30 N voneinander nicht zu unterscheiden. Die Proben

mit Versagen bei niedrigen Lasten zerbrachen ausgehend von Ausgangspunkten, die vom Kratzer entfernt lagen.

[0161] Die Dicke der Beschichtungsschichten wurde mit Ellipsometrie und Rasterelektronenmikroskopie (EEM) abgeschätzt, dargestellt in **Fig. 43**-**Fig. 45**. Die Proben für die Messung der Beschichtungsdicke wurden unter Verwendung von Siliziumwafern (Ellipsometrie) und Glasträgern (REM) hergestellt. Die Verfahren zeigen Dicken, die für Silsesquioxan-Haftvermittlerschichten von 55 bis 180 nm variierten und für Novastrat® 800-Polyamidsäuresalz bei 35 nm lagen.

Beispiel 21

[0162] Stücke von plasmagereinigten Si-Wafern wurden unter Verwendung einer 0,5 % GAPS, 0,5 % APhTMS-Lösung in einem Gemisch aus, nach Volumen, 75/25 Methanol/Wasser tauchbeschichtet. Die Beschichtung wurde 15 Minuten lang 120°C ausgesetzt. Die Beschichtungsdicke wurde mit Ellipsometrie bestimmt. Drei Proben wurden hergestellt und wiesen Dicken von 92,1 nm, 151,7 nm beziehungsweise 110,2 auf, mit einer Standardabweichung von 30,6 nm.

[0163] Glasträger wurden tauchbeschichtet und mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht. **Fig. 43** zeigt ein REM-Bild eines Glasträgers, eingetaucht in eine Beschichtungslösung mit 1,0 % GAPS, 1,0 % APhTMS und 0,3 % NMP, mit einer Zuggeschwindigkeit von 8 mm/s nach 15 Minuten Aushärten bei 150°C. Die Beschichtung scheint etwa 93 nm dick zu sein. **Fig. 44** zeigt ein REM-Bild eines Glasträgers, eingetaucht in eine Beschichtungslösung mit 1,0 % GAPS, 1,0 % APhTMS und 0,3 % NMP, mit einer Zuggeschwindigkeit von 4 mm/s nach 15 Minuten Aushärten bei 150°C. Die Beschichtung scheint etwa 55 nm dick zu sein. **Fig. 45** zeigt ein REM-Bild eines Glasträgers, eingetaucht in eine Beschichtungslösung aus 0,5 Novastrat® 800-Lösung, mit einer Zuggeschwindigkeit von 2 mm/s nach 15 Minuten Aushärten bei 150°C und 30 Minuten Wärmebehandlung bei 320°C. Die Beschichtung scheint etwa 35 nm dick zu sein.

Vergleichsbeispiel A

[0164] Glasfläschchen aus einem Glas vom Typ **1B** wurden mit einer verdünnten Beschichtung einer wässrigen Silikonemulsion von Bayer Baysilone M mit einem Festkörpergehalt von etwa 1-2 % beschichtet. Die Fläschchen wurden 2 Stunden lang bei 150°C behandelt, um Wasser aus der Oberfläche zu treiben und eine Polydimethylsiloxanbeschichtung auf der äußeren Oberfläche des Glases zurückzulassen. Die Nenndicke der Beschichtung betrug etwa 200 nm. Ein erster Satz von Fläschchen wurde in einem unbehandelten Zustand gehalten (d. h. die „unverändert beschichteten Fläschchen“). Ein zweiter Satz von Fläschchen wurde 30 Minuten lang bei 280°C behandelt (d. h. die „behandelten Fläschchen“). Manche der Fläschchen aus jedem Satz wurden zunächst mechanisch getestet, indem ein Kratzer mit einer linear ansteigenden Last von 0-48 N und einer Länge von etwa 20 mm mit einem UMT-2-Tribometer aufgebracht wurde. Die Kratzer wurden auf Reibungskoeffizienten und Morphologie hin bewertet, um zu bestimmen, ob der Kratzvorgang das Glas beschädigt hat oder ob die Beschichtung das Glas vor einer Beschädigung durch das Kratzen geschützt hat.

[0165] **Fig. 33** ist ein Graph, der den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die unverändert beschichteten Fläschchen zeigt. Wie grafisch in **Fig. 33** dargestellt, wiesen die unverändert beschichteten Fläschchen einen Reibungskoeffizienten von etwa 0,03 bis zu Lasten von etwa 30 N auf. Die Daten zeigen, dass unter etwa 30 N der Reibungskoeffizient stets unter 0,1 liegt. Allerdings begann bei Normalkräften von über 30 N die Beschichtung zu versagen, wie zu sehen durch das Vorliegen von Glasfrakturen entlang der Länge des Kratzers. Glasfrakturen deuten Schäden an der Glasoberfläche sowie eine erhöhte Neigung des Glases dazu, aufgrund der Schäden zu versagen, an.

[0166] **Fig. 34** ist ein Graph, der den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die behandelten Fläschchen zeigt. Für die behandelten Fläschchen blieb der Reibungskoeffizient niedrig, bis die angelegte Last einen Wert von etwa 5 N erreichte. Zu diesem Zeitpunkt begann die Beschichtung zu versagen und die Glasoberfläche wurde ernsthaft beschädigt, wie aus der erhöhten Menge von Glasfrakturen hervorgeht, die bei steigender Last auftraten. Der Reibungskoeffizient der behandelten Fläschchen stieg auf etwa 0,5 an. Allerdings versagte die Beschichtung, nachdem sie Wärme ausgesetzt wurde, dabei die Oberfläche des Glases bei Lasten von 30 N zu schützen, was darauf hindeutet, dass die Beschichtung nicht thermisch stabil war.

[0167] Die Fläschchen wurden geprüft, indem statische Lasten von 30 N über die gesamte Länge des 20-mm-Kratzers aufgelegt wurden. Zehn Proben der Fläschchen im unverändert beschichteten Zustand und zehn Proben von behandelten Fläschchen wurden in horizontalem Druck geprüft, indem eine statische Last von 30 N über die gesamte Länge des 20-mm-Kratzers aufgelegt wurde. Keine der Proben im unverändert beschichteten Zustand versagte an

dem Kratzer, während 6 der 10 behandelten Fläschchen an dem Kratzer versagten, was darauf hindeutet, dass die behandelten Fläschchen eine geringere beibehaltene Festigkeit aufwiesen.

Vergleichsbeispiel B

[0168] Eine Lösung von Wacker Silres MP50 (Teil #60078465 Los #EB21192) wurde auf 2 % verdünnt und wurde auf Fläschchen aufgetragen, die aus der Referenzglaszusammensetzung hergestellt waren. Die Fläschchen wurden zunächst gereinigt, indem vor dem Beschichten 10 Sekunden lang Plasma angelegt wurde. Die Fläschchen wurden 15 Minuten lang bei 315°C getrocknet, um Wasser aus der Beschichtung auszutreiben. Ein erster Satz aus Fläschchen wurde im „unverändert beschichteten" Zustand belassen. Ein zweiter Satz aus Fläschchen wurde 30 Minuten lang bei Temperaturen von 250°C bis 320°C behandelt (d. h. „behandelte Fläschchen"). Einige der Fläschchen aus jedem Satz wurden zunächst mechanisch getestet, indem ein Kratzer mit einer linear ansteigenden Last von 0-48 N und einer Länge von etwa 20 mm mit einem UMT-2-Tribometer aufgebracht wurde. Die Kratzer wurden auf Reibungskoeffizienten und Morphologie ausgewertet, um zu bestimmen, ob der Kratzvorgang das Glas beschädigt hat oder ob die Beschichtung das Glas vor einer Beschädigung durch das Kratzen geschützt hat.

[0169] Fig. 35 ist ein Graph, der den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die unverändert beschichteten Fläschchen zeigt. Die unverändert beschichteten Fläschchen wiesen Schäden an der Beschichtung, aber keine Schäden am Glas auf.

[0170] Fig. 36 ist ein Graph, der den Reibungskoeffizienten, die Kratzdurchdringung, die aufgebrachte Normalkraft und die Reibungskraft (y-Ordinaten) in Abhängigkeit der Länge des aufgebrachten Kratzers (x-Ordinate) für die bei 280°C behandelten Fläschchen zeigt. Die behandelten Fläschchen wiesen bei aufgebrachten Lasten von über etwa 20 N deutliche Oberflächenbeschädigungen auf. Ferner wurde bestimmt, dass der Lastschwellenwert für Glasschäden mit steigenden Behandlungstemperaturen sank, was darauf hindeutet, dass die Beschichtungen sich mit steigender Temperatur zersetzten (d. h. die Beschichtung ist nicht thermisch stabil). Bei einer Temperatur von weniger als 280°C behandelte Proben wiesen bei Lasten über 30 N Glasbeschädigungen auf.

Vergleichsbeispiel C

[0171] Aus der Referenzglaszusammensetzung hergestellt Fläschchen wurden mit Evonik Silikophen P 40/W, verdünnt auf 2 % Feststoffe in Wasser, behandelt. Die Proben wurden dann 15 Minuten lang bei 150°C getrocknet und danach 15 Minuten lang bei 315°C gehärtet. Ein erster Satz aus Fläschchen wurde im „unverändert beschichteten" Zustand belassen. Ein zweiter Satz aus Fläschchen wurde 30 Minuten lang einer Temperaturen von 260°C behandelt (d. h. „die mit 260°C behandelten Fläschchen"). Ein dritter Satz aus Fläschchen wurde 30 Minuten lang einer Temperatur von 280°C behandelt (d. h. „die mit 280°C behandelten Fläschchen"). Die Fläschchen wurden mit einer statischen Last von 30 N mit dem in **Fig. 9** dargestellten Prüfaufbau verkratzt. Die Fläschchen wurden dann unter horizontalem Druck getestet. Die mit 260°C behandelten Fläschchen und die mit 280°C behandelten Fläschchen versagten unter Druck, während 2 der 16 unverändert beschichteten Fläschchen an dem Kratzer versagten. Dies deutet darauf hin, dass die Beschichtung sich beim Aussetzen an erhöhten Temperaturen zersetzte und als Ergebnis die Beschichtung die Oberfläche nicht ausreichend vor der Last von 30 N schützte.

[0172] Auf der Grundlage des Obenstehenden sollte man sich darüber im Klaren sein, dass verschiedene Aspekte von beschichteten Glaserzeugnissen hierin offenbart sind. Gemäß einem ersten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis Folgendes auf: einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche aufweist; und eine reibungsarme Beschichtung, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die reibungsarme Beschichtung eine chemische Polymerzusammensetzung aufweist, wobei: das beschichtete Glaserzeugnis über 30 Minuten bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C oder sogar 280°C thermisch stabil ist. Der Begriff thermisch stabil bedeutet, dass (**1**) ein Reibungskoeffizient eines abgeriebenen Bereichs des Teils der äußeren Oberfläche mit der reibungsarmen Beschichtung, nach Aussetzen an die angegebenen erhöhten Temperatur für 30 Minuten und Abreiben unter einer Last von 30 N weniger als 0,7 beträgt und er keine sichtbare Beschädigung aufweist und dass (**2**) eine zurückbehaltene Festigkeit des beschichteten Glaserzeugnisses unter horizontalem Druck um nicht mehr als 20 % abfällt, nachdem dieser einer erhöhten Temperatur von 280°C bei 30 Minuten Abrieb unter einer Last von 30 N ausgesetzt worden ist. In manchen Ausführungsformen dieses ersten Aspekts beträgt eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm. In manchen Ausführungsformen dieses ersten Aspekts weist die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse auf, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0173] In einem zweiten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche aufweist; und eine reibungsarme Beschichtung auf, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: eine chemische Polymerzusammensetzung; und ein Kopplungsmittel, das zumindest eines der folgenden aufweist: eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch die Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung, wobei: die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung verschiedene chemische Zusammensetzungen sind; das beschichtete ist Glaserzeugnis über 30 Minuten bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C thermisch stabil; eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis beträgt etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm; und die reibungsarme Beschichtung einen weist Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse auf, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0174] In einem dritten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche aufweist; eine reibungsarme Beschichtung auf, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: ein Kopplungsmittel, das ein Oligomer einer oder mehrerer chemischen Silanzusammensetzungen, aufweist, wobei das Oligomer eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung ist und zumindest eine der chemischen Silanzusammensetzungen zumindest einen aromatischen Rest und zumindest einen Aminrest aufweist; und eine chemische Polyimidzusammensetzung, die durch die Polymerisierung zumindest einer ersten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung, einer zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung und einer chemischen Dianhydridmonomerzusammensetzung gebildet wurde, wobei die erste chemische Diaminmonomerzusammensetzung von der zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung verschieden ist.

[0175] In einem vierten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche aufweist; und eine reibungsarme Beschichtung auf, die auf zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die reibungsarme Beschichtung eine chemische Polymerzusammensetzung aufweist, wobei: das beschichtete Glaserzeugnis über 30 Minuten bei einer Temperatur von zumindest etwa 300°C thermisch stabil ist; und eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm beträgt.

[0176] In einem fünften Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis Folgendes auf: einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche und eine der ersten Oberfläche gegenüberliegende zweite Oberfläche aufweist, wobei die erste Oberfläche eine äußere Oberfläche eines Glasbehälters ist; und eine reibungsarme Beschichtung, die mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden ist, wobei die reibungsarme Beschichtung eine chemische Polymerzusammensetzung aufweist, wobei: das beschichtete Glaserzeugnis über 30 Minuten bei einer Temperatur von zumindest etwa 280°C thermisch stabil ist; und eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm beträgt.

[0177] In einem sechsten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis Folgendes auf: einen Glaskörper, der eine erste Oberfläche aufweist; und eine reibungsarme Beschichtung, die mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden ist, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: eine Kopplungsmittelschicht, die auf der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die Kopplungsmittelschicht ein Kopplungsmittel aufweist, wobei das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweist: eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oligomer davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet aus der Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung, und eine über der Kopplungsmittelschicht angeordnete Polymerschicht, wobei die Polymerschicht eine chemische Polyimidzusammensetzung aufweist, und wobei: die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung verschiedene chemische Zusammensetzungen sind; das beschichtete Glaserzeugnis über 30 Minuten bei einer Temperatur von zumindest etwa 280°C thermisch stabil ist; und eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm beträgt.

[0178] In einem siebten Aspekt weist ein beschichtetes Glaserzeugnis Folgendes auf: einen Glaskörper,

der eine erste Oberfläche aufweist; eine reibungsarme Beschichtung, die mit zumindest einem Teil der ersten Oberfläche des Glaskörpers verbunden ist, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: eine Kopplungsmittelschicht, die ein Kopplungsmittel aufweist, wobei das Kopplungsmittel Folgendes aufweist: ein Oligomer einer oder mehrerer chemischer Silanzusammensetzungen, wobei das Oligomer eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung ist und zumindest eine der chemischen Silanzusammensetzungen zumindest einen aromatischen Rest und zumindest einen Aminrest aufweist; eine Polymerschicht, wobei die Polymerschicht Folgendes aufweist: eine chemische Polyimidzusammensetzung, gebildet durch die Polymerisierung zumindest einer ersten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung, einer zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung und einer chemischen Dianhydridmonomerzusammensetzung, wobei die erste chemische Diaminmonomerzusammensetzung von der zweiten chemischen Diaminmonomerzusammensetzung verschieden ist; und eine Grenzschicht, die eine oder mehrere chemische Zusammensetzungen der Polymerschicht, die mit einer oder mehreren der chemischen Zusammensetzungen der Kopplungsmittelschicht verbunden sind, aufweist.

[0179] Ein achter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis vierten, sechsten oder dem siebten Aspekt ein, wobei: der Glaskörper ein Glasbehälter ist, der eine der ersten Oberfläche gegenüberliegende zweite Oberfläche aufweist; und die erste Oberfläche eine äußere Oberfläche des Glasbehälters ist.

[0180] Ein neunter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei das beschichtete Glaserzeugnis eine pharmazeutische Verpackung ist.

[0181] Ein zehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des neunten Aspekts ein, wobei die pharmazeutische Verpackung eine pharmazeutische Zusammensetzung enthält.

[0182] Ein elfter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei der Glaskörper ionenausgetauschtes Glas aufweist.

[0183] Ein zwölfter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis fünften Aspekts ein, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: eine Kopplungsmittelschicht, die auf der ersten Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist, wobei die Kopplungsmittelschicht das Kopplungsmittel aufweist; und eine Polymerschicht, die über der Kopplungsmittelschicht angeordnet ist, wobei die Polymerschicht die chemische Polymerzusammensetzung aufweist.

[0184] Ein dreizehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des sechsten oder des zwölften Aspekts ein, wobei: die reibungsarme Beschichtung ferner eine Grenzschicht aufweist, die zwischen der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht angeordnet ist; und die Grenzschicht eine oder mehrere chemische Zusammensetzungen der Polymerschicht, die mit einer oder mehreren chemischen Zusammensetzungen der Kopplungsmittelschicht verbunden sind, aufweist.

[0185] Ein vierzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei der Reibungskoeffizient des Teils des beschichteten Glaserzeugnisses mit der reibungsarmen Beschichtung zumindest 20 % kleiner ist als ein Reibungskoeffizient einer Oberfläche eines unbeschichteten Glaserzeugnisses, das aus derselben Glaszusammensetzung hergestellt ist.

[0186] Ein fünfzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei der Teil des beschichteten Glaserzeugnisses mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten aufweist, der, nach Aussetzen an Autoklavierbedingungen, etwa 0,7 oder weniger beträgt.

[0187] Ein sechzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach eine des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei der Teil des beschichteten Glaserzeugnisses mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten aufweist, der etwa 0,7 oder weniger beträgt, nachdem das beschichtete Glaserzeugnis **1** Stunde lang in ein Wasserbad bei einer Temperatur von etwa 70°C eingetaucht worden ist.

[0188] Ein siebzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis siebten Aspekts ein, wobei der Teil des beschichteten Glaserzeugnisses mit der reibungsarmen Beschichtung einen Reibungskoeffizienten aufweist, der, nach Aussetzen an Lyophilisierungsbedingungen, etwa 0, 7 oder weniger beträgt.

[0189] Ein achtzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten, vierten oder fünften Aspekts ein, wobei die reibungsarme Beschichtung ferner ein Kopplungsmittel aufweist.

[0190] Ein neunzehnter Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des achtzehnten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweist: eine erste chemische Silanzusammensetzung, ein Hydrolysat davon oder ein Oli-

gomer davon; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung von zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung verschiedene chemische Zusammensetzungen sind.

[0191] Ein zwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des neunzehnten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist.

[0192] Ein einundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des achtzehnten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel eine chemische Silsesquioxanzusammensetzung aufweist.

[0193] Ein zweiundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die chemische Silsesquioxanzusammensetzung einen aromatischen Rest aufweist.

[0194] Ein dreiundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des zweiundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die chemische Silsesquioxanzusammensetzung ferner einen Aminrest aufweist.

[0195] Ein vierundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des achtzehnten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweist: ein Gemisch aus einer ersten chemischen Silanzusammensetzung und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung von zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung und die zweite chemische Silanzusammensetzung verschiedene chemische Zusammensetzungen sind.

[0196] Ein fünfundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist.

[0197] Ein sechsundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des achtzehnten Aspekts, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist.

[0198] Ein siebenundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des zweiten, sechsten oder sechsundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung zumindest einen Aminrest aufweist.

[0199] Ein achtundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des zweiten, sechsten oder sechsundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung, eine aromatische chemische Acyloxysilanzusammensetzung, eine aromatische chemische Halogensilanzusammensetzung oder eine aromatische chemische Aminosilanzusammensetzung ist.

[0200] Ein neunundzwanzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des zweiten, sechsten oder sechsundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus den Aminophenyl-, 3-(m-Aminophenoxy)propyl-, N-Phenylaminopropyl- oder (Chlormethyl)phenyl-substituierten Alkoxy-, Acyloxy-, Halogen- oder Aminosilanen.

[0201] Ein dreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des zweiten, sechsten oder sechsundzwanzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung Aminophenyltrimethoxysilan ist.

[0202] Ein einunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des zweiten, sechsten oder sechsundzwanzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel zumindest eines der folgenden aufweist: ein Gemisch aus der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung, wobei die zweite chemische Silanzusammensetzung eine aliphatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung.

[0203] Ein zweiunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einunddreißigsten Aspekts ein, wobei ein Molverhältnis der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung von etwa 0,1:1 bis etwa 10:1 beträgt.

[0204] Ein dreiunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einunddreißigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung ist, die zumindest einen Aminrest aufweist, und wobei die zweite chemische Silanzusammensetzung eine aliphatische chemische Alkoxysilanzusammensetzung ist, die zumindest einen Aminrest aufweist.

[0205] Ein vierunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einunddreißigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzu-

sammensetzung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus den Aminophenyl-, 3-(m-Aminophenoxy)propyl-, N-Phenylaminopropyl- oder (Chlormethy)phenyl-substituierten Alkoxy-, Acyloxy-, Halogen- oder Aminosilanen, Hydrolysaten davon oder Oligomeren davon, und wobei die zweite chemische Silanzusammensetzung ist ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus den 3-Aminopropyl-, N-(2-Aminoethyl)-3-aminopropyl-, Vinyl-, Methyl-, N-Phenylaminopropyl-, (N-phenylamino)methyl-, N-(2-Vinylbenzylaminoethyl)-3-aminopropyl-substituierten Alkoxy-, Acyloxy-, Halogen- oder Aminosilanen, Hydrolysaten davon oder Oligomeren davon.

[0206] Ein fünfunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einunddreißigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung zumindest einen Aminrest aufweist, und wobei die zweite chemische Silanzusammensetzung zumindest einen Aminrest aufweist.

[0207] Ein sechsunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einunddreißigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung Aminophenyltrimethoxysilan ist und die zweite chemische Silanzusammensetzung **3**-Aminopropyltrimethoxysilan ist.

[0208] Ein siebenunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dritten oder siebten Aspekts ein, wobei das Oligomer zumindest aus Aminophenyltrimethoxysilan gebildet ist.

[0209] Ein achtunddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dritten oder siebten Aspekts ein, wobei das Oligomer zumindest aus Aminophenyltrimethoxysilan und Aminopropyltrimethoxysilan gebildet ist.

[0210] Ein neununddreißigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dritten oder siebten Aspekts ein, wobei die erste chemische Diaminmonomerzusammensetzung ortho-Tolidin ist, die zweite chemische Diaminmonomerzusammensetzung **4**,4'-Methylen-bis(2-methylanilin) ist und die chemische Dianhydridmonomerzusammensetzung Benzophenon-**3**,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid ist.

[0211] Ein vierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des ersten, zweiten, vierten oder fünften Aspekts ein, wobei die chemische Polymerzusammensetzung eine chemische Polyimidzusammensetzung ist.

[0212] Ein einundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten, zweiten, vierten oder fünften Aspekts ein, wobei die chemische Polymerzusammensetzung eine chemische Polyimidzusammensetzung ist, gebildet durch Polymerisierung von: zumindest einer chemischen Monomerzusammensetzung, die zumindest zwei Aminreste aufweist; und zumindest einer chemischen Monomerzusammensetzung, die zumindest zwei Anhydridreste aufweist und eine Benzophenonstruktur aufweist.

[0213] Ein zweiundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einundvierzigsten Aspekts ein, wobei die chemische Monomerzusammensetzung, die zumindest zwei Anhydridreste aufweist, Benzophenon-**3**,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid ist.

[0214] Ein dreiundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten, zweiten, vierten oder fünften Aspekts, wobei die chemische Polymerzusammensetzung eine chemische Polyimidzusammensetzung ist, gebildet durch Polymerisierung von zumindest: einer ersten chemischen Monomerzusammensetzung, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung zumindest zwei Aminreste aufweist; einer zweiten chemischen Monomerzusammensetzung, wobei die zweite chemische Monomerzusammensetzung zumindest zwei Aminreste aufweist; und einer dritten chemischen Monomerzusammensetzung, wobei die dritte chemische Monomerzusammensetzung zumindest zwei Anhydridreste aufweist; wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung von der zweiten chemischen Monomerzusammensetzung verschieden ist.

[0215] Ein vierundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundvierzigsten Aspekts ein, wobei die dritte chemische Monomerzusammensetzung eine Benzophenonstruktur aufweist.

[0216] Ein fünfundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundvierzigsten Aspekts ein, wobei die dritte Monomerzusammensetzung Benzophenon-**3**,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid ist.

[0217] Ein sechsundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundvierzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung zwei aromatische Ringreste aufweist.

[0218] Ein siebenundvierzigster schließt das beschichtete Glaserzeugnis des sechsundvierzigsten Aspekts ein, wobei die zwei aromatischen Ringreste der ersten chemischen Monomerzusammensetzung direkt aneinander gebunden sind.

[0219] Ein achtundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundvierzigsten Aspekts ein, wobei die zweite chemische Monomerzusammensetzung zwei aromatische Ringreste aufweist und die zwei aromatischen Ringres-

te der zweiten chemischen Monomerzusammensetzung über einen Alkylrest verbunden sind.

[0220] Ein neunundvierzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des achtundvierzigsten Aspekts ein, wobei ein Molverhältnis der ersten chemischen Monomerzusammensetzung zu der zweiten chemischen Monomerzusammensetzung etwa 0,01: 0,49 bis etwa 0,40:0,10 beträgt.

[0221] Ein fünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des sechsundvierzigsten Aspekts ein, wobei die zwei aromatischen Ringreste der ersten chemischen Monomerzusammensetzung über einen Alkylrest verbunden sind.

[0222] Ein einundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des sechsundvierzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung eine Tolidinstruktur aufweist.

[0223] Ein zweiundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung ortho-Tolidin ist.

[0224] Ein dreiundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung **4**,4'-Methylen-bis(2-methylanilin) ist.

[0225] Ein vierundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des einundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Monomerzusammensetzung ortho-Tolidin ist und die zweite chemische Monomerzusammensetzung **4**,4'-Methylen-bis(2-methylanilin) ist.

[0226] Ein fünfundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des sechsundvierzigsten Aspekts ein, wobei die zweite chemische Monomerzusammensetzung einen aromatischen Ringrest aufweist.

[0227] Ein sechsundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis nach einem des ersten bis fünfundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse aufweist, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0228] In einem siebenundfünfzigsten Aspekt eine reibungsarme Beschichtung für ein Substrat, wobei die reibungsarme Beschichtung Folgendes aufweist: eine chemische Polyimidzusammensetzung; und ein Kopplungsmittel, das zumindest eines der folgenden aufweist: ein Gemisch einer ersten chemischen Silanzusammensetzung, eines Hydrolysats davon oder eines Oligomers davon und einer zweiten chemischen Silanzusammensetzung, eines Hydrolysats davon oder eines Oligomers davon, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung eine aromatische chemische Silanzusammensetzung ist und die zweite chemische Silanzusammensetzung eine aliphatische chemische Silanzusammensetzung ist; und eine chemische Zusammensetzung, gebildet durch Oligomerisierung zumindest der ersten chemischen Silanzusammensetzung und der zweiten chemischen Silanzusammensetzung, wobei: das beschichtete Glaserzeugnis bei einer Temperatur von zumindest etwa 260°C 30 Minuten lang thermisch stabil ist; eine Lichttransmission durch das beschichtete Glaserzeugnis etwa 55 % oder mehr einer Lichttransmission durch ein unbeschichtetes Glaserzeugnis bei Wellenlängen von etwa 400 nm bis etwa 700 nm beträgt; und die reibungsarme Beschichtung einen Massenverlust von weniger als etwa 5 % ihrer Masse aufweist, wenn diese mit einer Anstiegsrate von etwa 10°C/Minute von einer Temperatur von 150°C auf 350°C erwärmt wird.

[0229] Ein achtundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundfünfzigsten Aspekts ein, wobei der Glaskörper ionenausgetauschtes Glas aufweist.

[0230] Ein neunundfünfzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die chemische Polyimidzusammensetzung gebildet ist durch Polymerisierung von: zumindest einer chemischen Monomerzusammensetzung, die zumindest zwei Aminreste aufweist; und zumindest einer chemischen Monomerzusammensetzung, die zumindest zwei Anhydridreste aufweist und eine Benzophenonstruktur aufweist.

[0231] Ein sechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die chemische Polyimidzusammensetzung gebildet ist durch Polymerisierung von zumindest Benzophenon-**3**,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid, ortho-Tolidin und 4,4'-Methylen-bis(2-methylanilin).

[0232] Ein einundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung zumindest einen Aminrest aufweist.

[0233] Ein zweiundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des siebenundfünfzigsten Aspekts ein, wobei die erste chemische Silanzusammensetzung Aminophenyltrimethoxysilan ist und die zweite chemische Silanzusammensetzung **3**-Aminopropyltrimethoxysilan ist.

[0234] In einem dreiundsechzigsten Aspekt weist ein Verfahren zum Herstellen eines beschichteten Glas-

behälters Folgendes auf: Laden einer Vielzahl von Glasbehältern in eine Kassette; Eintauchen der Kassette und der Vielzahl von Glasbehältern in ein Bad aus geschmolzenem Alkalisalz; Entfernen der Kassette und der Glasbehälter aus dem Bad aus geschmolzenem Alkalisalz; Eintauchen der Kassette und der Vielzahl von Glasbehälter in ein Wasserbad, um Alkalisalzrückstände von den Glasbehältern zu entfernen; Waschen der Glasbehälter mit deionisiertem Wasser; und Beschichten der Glasbehälter mit einer reibungsarmen Beschichtung.

[0235] Ein vierundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei die Kassette und die Vielzahl von Glasbehältern vorgewärmt werden, bevor sie in das Bad aus geschmolzenem Alkalisalz eingetaucht werden.

[0236] Ein fünfundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei das Bad aus geschmolzenem Alkalisalz 100%iges KNO_3 bei einer Temperatur von etwa 350°C oder mehr oder etwa 500°C oder weniger ist.

[0237] Ein sechsundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei die Kassette und die Glasbehälter über einen ausreichend langen Haltezeitraum in dem Bad aus geschmolzenem Alkalisalz gehalten werden, um eine Schichttiefe von bis zu etwa 100 µm und eine Druckspannung von etwa 300 MPa oder mehr in der Oberfläche des Glasbehälters zu erzielen.

[0238] Ein siebenundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des fünfundsechzigsten Aspekts ein, wobei die Haltedauer weniger als 30 Stunden beträgt.

[0239] Ein achtundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei, nachdem die Kassette und die Glasbehälter aus dem Bad aus geschmolzenem Alkalisalz entnommen werden, die Kassette um eine horizontale Achse gedreht wird, um geschmolzenes Salz aus den Glasbehältern zu entleeren.

[0240] Ein neunundsechzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei die Kassette und die Glasbehälter über dem Bad aus geschmolzenem Alkalisalz aufgehängt sind, während die Kassette gedreht wird.

[0241] Ein siebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei die Kassette und die Glasbehälter abgekühlt werden, bevor diese in das Wasserbad eingetaucht werden.

[0242] Ein einundsiebzigster Aspekt schließt das Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei das Wasserbad ein erstes Wasserbad ist und die Kassette und die Glasbehälter in ein zweites Wasserbad eingetaucht werden, nachdem sie in das erste Wasserbad eingetaucht worden sind.

[0243] Ein zweiundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, ferner aufweisend das Entladen der Glasbehälter aus der Kassette, bevor die Glasbehälter in deionisiertem Wasser gewaschen werden.

[0244] Ein dreiundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei das Beschichten der Glasbehälter mit einer reibungsarmen Beschichtung das Auftragen einer Beschichtungslösung auf die Glasbehälteraufweist.

[0245] Ein vierundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des dreiundsechzigsten Aspekts ein, wobei das Beschichten der Glasbehälter mit einer reibungsarmen Beschichtung Folgendes aufweist: Auftragen eines Kopplungsmittels auf eine äußere Oberfläche des Glasbehälters; und Auftragen einer Polymerbeschichtung auf die Glasbehälter über das Kopplungsmittel.

[0246] Ein fünfundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und die Polymerbeschichtungslösung durch Tauchbeschichten auf den Glasbehälter aufgebracht werden.

[0247] Ein sechsundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und die Polymerbeschichtungslösung durch Sprühbeschichten auf den Glasbehälter aufgebracht werden.

[0248] Ein siebenundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und die Polymerbeschichtungslösung durch Dampf oder Nebel auf den Glasbehälter aufgebracht werden.

[0249] Ein achtundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und die Polymerbeschichtungslösung mit einer beliebigen Lösungstransferstechnik (Auftupfen, Aufbürsten, Aufdrucken, Aufrollen usw.) auf den Glasbehälter aufgebracht werden.

[0250] Ein neunundsiebzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei die Glasoberfläche mit einem aufgetragenen Kopplungsmittel wärmebehandelt wird,

bevor die Polymerbeschichtungslösung aufgetragen wird.

[0251] Ein achtzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des neunundsiebzigsten Aspekts ein, wobei die Glasoberfläche mit einem aufgetragenen Kopplungsmittel wärmebehandelt wird, indem die Glasbehälter in einem Ofen erwärmt werden.

[0252] Ein einundachtzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, ferner aufweisend das Aushärten der Polymerbeschichtungslösung, nachdem die Polymerbeschichtungslösung auf den Glasbehälter aufgetragen wurde.

[0253] Ein zweiundachtzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und/oder die Polymerbeschichtung thermisch ausgehärtet werden.

[0254] Ein dreiundachtzigster Aspekt schließt das beschichtete Glaserzeugnis des vierundsiebzigsten Aspekts ein, wobei das Kopplungsmittel und/oder die Polymerbeschichtung mit UV-Licht ausgehärtet werden.

[0255] Man sollte sich jetzt darüber im Klaren sein, dass die hierin beschriebenen Glasbehälter mit reibungsarmen Beschichtungen als Ergebnis des Aufbringens der reibungsarmen Beschichtung einen verbesserten Widerstand gegen mechanische Beschädigungen aufweisen und die Glasbehälter demnach eine verbesserte mechanische Beständigkeit aufweisen. Durch diese Eigenschaft sind die Glasbehälter gut geeignet für den Einsatz in verschiedenen Anwendungen, einschließlich von, ohne darauf beschränkt zu sein, pharmazeutischen Verpackungsmaterialien.

[0256] Fachleute erkennen, dass verschiedene Modifizierungen und Variationen an den hierin beschriebenen Ausführungsformen vorgenommen werden können, ohne den Geist und den Schutzbereich des beanspruchten Gegenstands zu verlassen. Demnach ist es vorgesehen, dass die Beschreibung die Modifizierungen und Variationen der hierin beschriebenen Ausführungsformen abdeckt, sofern diese Modifizierungen und Variationen im Schutzbereich der angehängten Patentansprüche und ihrer Äquivalente liegen.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 61604220 [0001]
- US 61/665682 [0001]
- US 7619042 [0052]
- US 8053492 [0052]
- US 4880895 [0052]
- US 6232428 [0052]
- US 4595548 [0052]
- WO 2007/016516 [0052]
- US 2008/0214777 [0052]
- US 6444783 [0052]
- US 6277950 [0052]
- US 4680373 [0052]
- US 7201965 [0067]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- R. L. De Rosa et al. in „Scratch Resistant Polyimide Coatings for Alumino Silicate Glass surfaces“ in The Journal of Adhesion, 78: 113-127, 2002 [0096]

Schutzansprüche

1. Eine pharmazeutische Verpackung, die Folgendes aufweist:
einen Glaskörper, der ein inneres Volumen einschließt und der eine äußere Oberfläche aufweist, wobei der Glaskörper aus einem Borosilikatglas hergestellt ist, das die Typ 1 Kriterien gemäß USP <660> erfüllt;
eine Kopplungsmittelschicht mit einer ersten Dicke von 100 nm oder weniger, die auf der äußeren Oberfläche des Glaskörpers angeordnet ist; und
eine Polymerschicht mit einer zweiten Dicke von weniger als 50 nm, die über der Kopplungsmittelschicht angeordnet ist, wobei die äußere Oberfläche des Glaskörpers mit der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht einen Reibungskoeffizienten von 0.7 oder weniger aufweist.

2. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 1, wobei die erste Dicke weniger als 80 nm beträgt.

3. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 1, wobei die erste Dicke weniger als 60 nm beträgt.

4. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 1, wobei die zweite Dicke 25 nm oder weniger beträgt.

5. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei
der Teil der äußeren Oberfläche der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmitelschicht und der Polymerschicht, gegenüber einer in gleicher weise beschichteten pharmazeutischen Glasverpackung, einen Reibungskoeffizient von 0.6 oder weniger aufweist; und
eine Lichttranmission durch die pharmazeutische Verpackung für jede Wellenlänge von etwa 400 nm bis etwa 700 nm etwa 55% oder mehr der Lichttransmission durch eine unbeschichtete pharmazeutische Verpackung beträgt.

6. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei ein Reibungskoeffizient des Teils der äußeren Oberfläche der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmitelschicht und der Polymerschicht, nach Aussetzen an einen Entpyrogeniserungszyklus bei einer Temperatur von 250° bis 400°C für einen Zeitraum von 30 Sekunden bis 72 Studen, 0.6 oder weniger beträgt.

7. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 6, wobei der Entpyrogeniserungszyklus das Erwärmen der pharmazeutischen Verpackung auf eine Temperatur von 300°C für 30 Minuten aufweist.

8. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Polymerschicht ein Polyimid aufweist.

9. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Kopplungsmittelschicht ein anorganisches Material aufweist.

10. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Kopplungsmittelschicht zumindest eines der Folgenden aufweist, nämlich Titanate, Zirkonate, Zinn, Titan, Zinnoxid oder Titanoxid.

11. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Kopplungsmittelschicht eine Silan aufweist, das einen Aminrest aufweist.

12. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei der Teil der äußeren Oberfläche der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmitelschicht und der Polymerschicht einen Reibungskoeffizient von 0.6 oder weniger aufweist, wobei der Reibungskoeffizient ein maximaler Reibungskoeffizient ist, der in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Normallast von 30 N gegenüber einer zweiten pharmazeutischen Verpackung gemessen wurde, wobei die zweite pharmazeutische Verpackung aus der gleichen Glaszusammensetzung hergestellt ist und auf zumindest einem Teil einer zweiten äußeren Oberfläche der zweiten pharmazeutischen Verpackung die Kopplungschicht und die Polymerschicht aufweist und vor der Messung des Reibungskoeffizienten den gleichen Umweltbedingungen ausgesetzt wurde; und der Teil der äußeren Oberfläche der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmitelschicht und der Polymerschicht weniger als 6 Glasfrakturen (glass checks) pro 5 mm Länge aufweist, wenn dieser über eine Länge von etwa 20 mm in einem Fläschchen-auf-Fläschchen-Prüfaufbau unter einer Normallast von 30 N mit der zweiten pharmazeutischen Verpackung abgerieben wurde, und zwar nachdem die pharmazeutische Verpackung und die zweite pharmazeutische Verpackung für 30 Minuten einer Temperatur von zumindest etwa 260°C ausgesetzt wurden.

13. Die pharmazeutische Verpackung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei ein Reibungskoeffizient des Teils der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht zumindest 20% geringer is als ein Reibungskoeffizient einer Oberfläche einer unbeschichteten pharmazeutischen Verpackung die aus der gleichen Glaszusammensetzung hergestellt ist.

14. Eine pharmazeutische Verpackung, die Folgendes aufweist:

einen Glaskörper mit einem hohlen Innenraum und einer äußeren Oberfläche, wobei der Glaskörper aus einem Borosilikatglas hergestellt ist, das die Typ 1 Kriterien gemäß USP <660> erfüllt; eine Kopplungsmittelschicht mit einer ersten Dicke; und
eine Polymerschicht mit einer zweiten Dicke, die über der Kopplungsmittelschicht angeordnet ist;
wobei die Kopplungsmittelschicht und die Polymerschicht zusammen eine Gesammtdicke von 200 nm oder weniger aufweisen, die erste Dicke 100 nm oder weniger beträgt und die äußere Oberfläche des Glaskörpers mit der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht einen Reibungskoeffizienten von 0.7 oder weniger aufweist; und
wobei der Teil der äußeren Oberfläche der pharmazeutischen Verpackung mit der Kopplungsmittelschicht und der Polymerschicht gegenüber einer in gleicher Weise beschichteten pharmazeutischen Glasverpackung, einen Reibungskoeffizient von 0.6 oder weniger aufweist.

15. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 14, wobei die erste Dicke 90 nm beträgt.

16. Die pharmazeutische Verpackung nach Anspruch 14, wobei die zweite Dicke weniger als 50 nm beträgt.

Es folgen 42 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

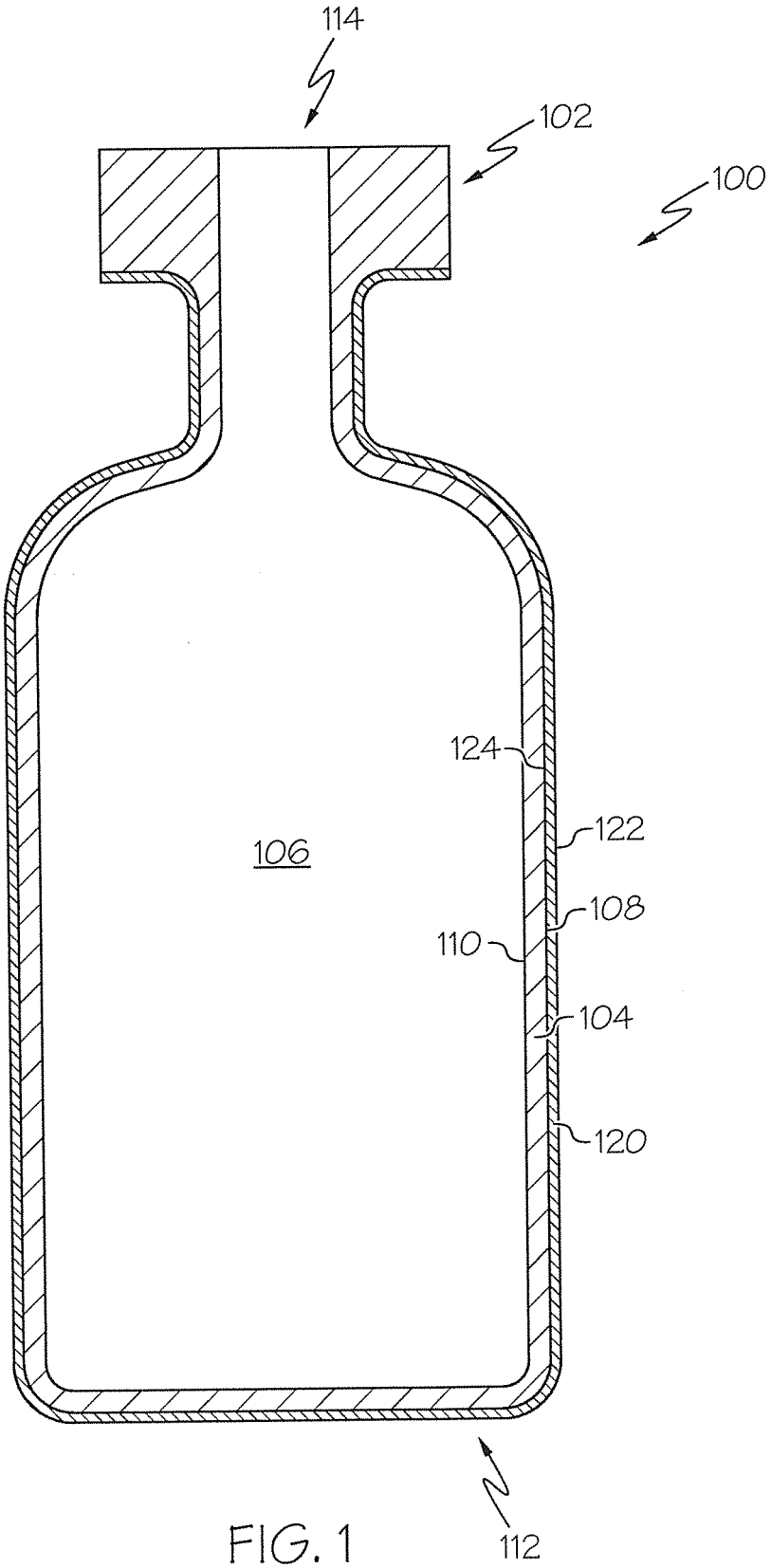


FIG. 1

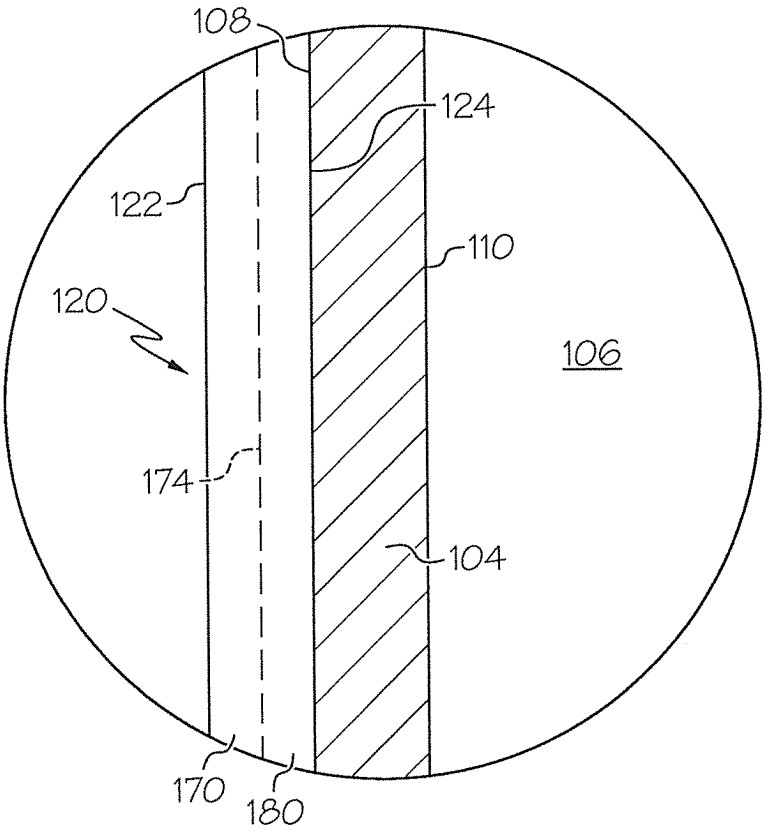

108
124
122
110
120
106
174
104
170
180

FIG. 2

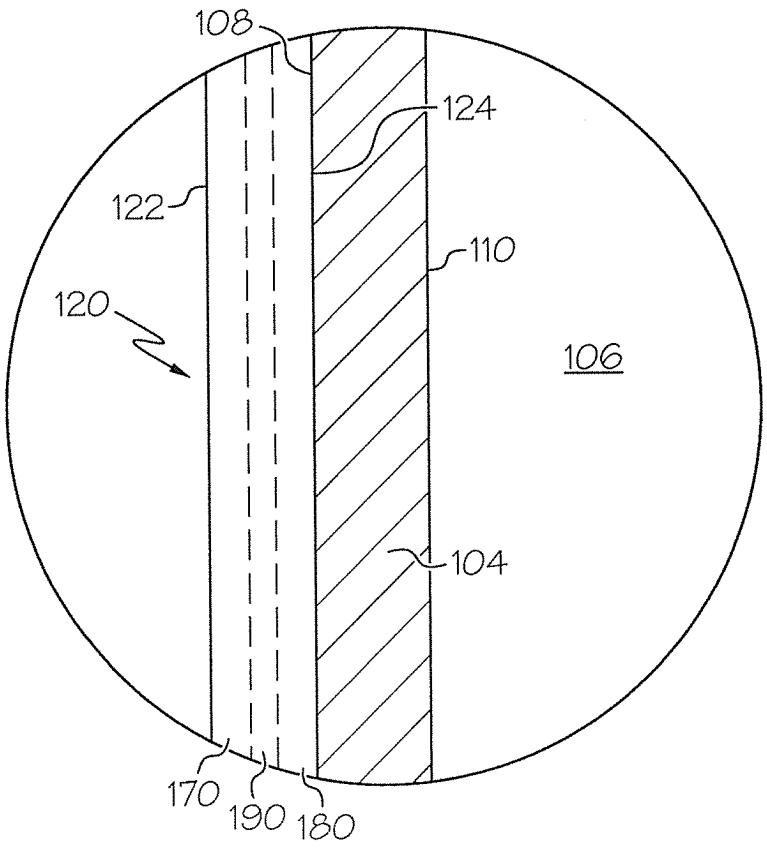

108
124
122
110
120
106
104
170
190
180

FIG. 3

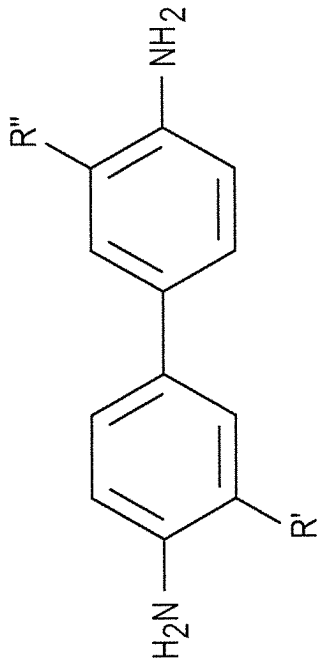


FIG. 4

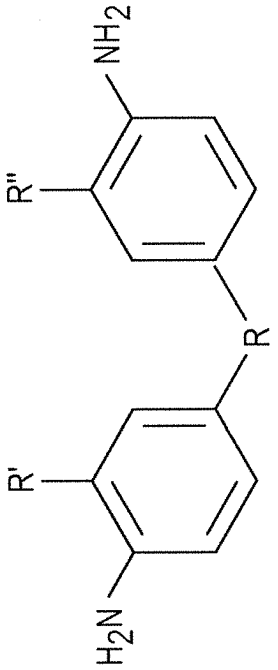


FIG. 5

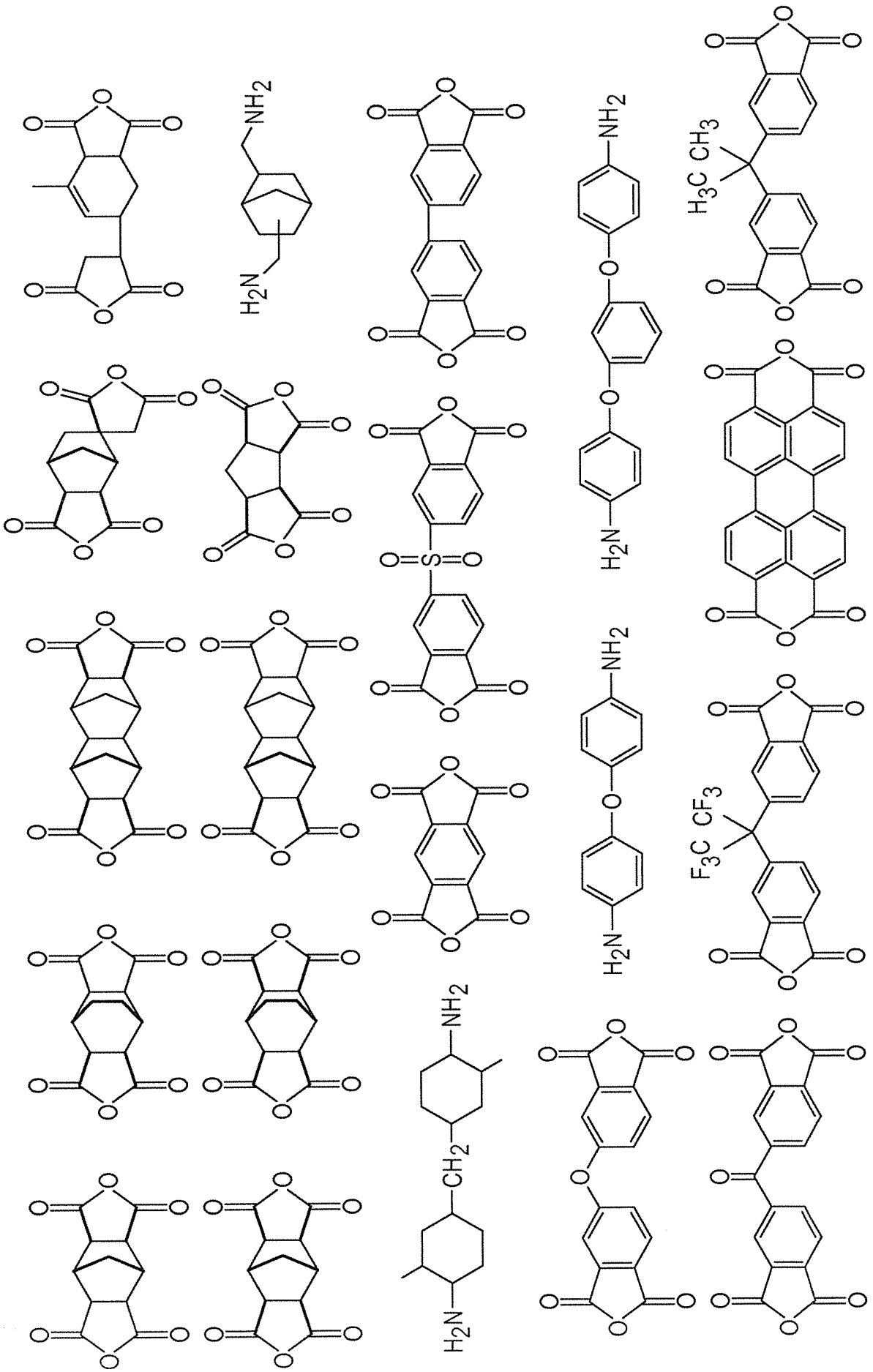


FIG. 6

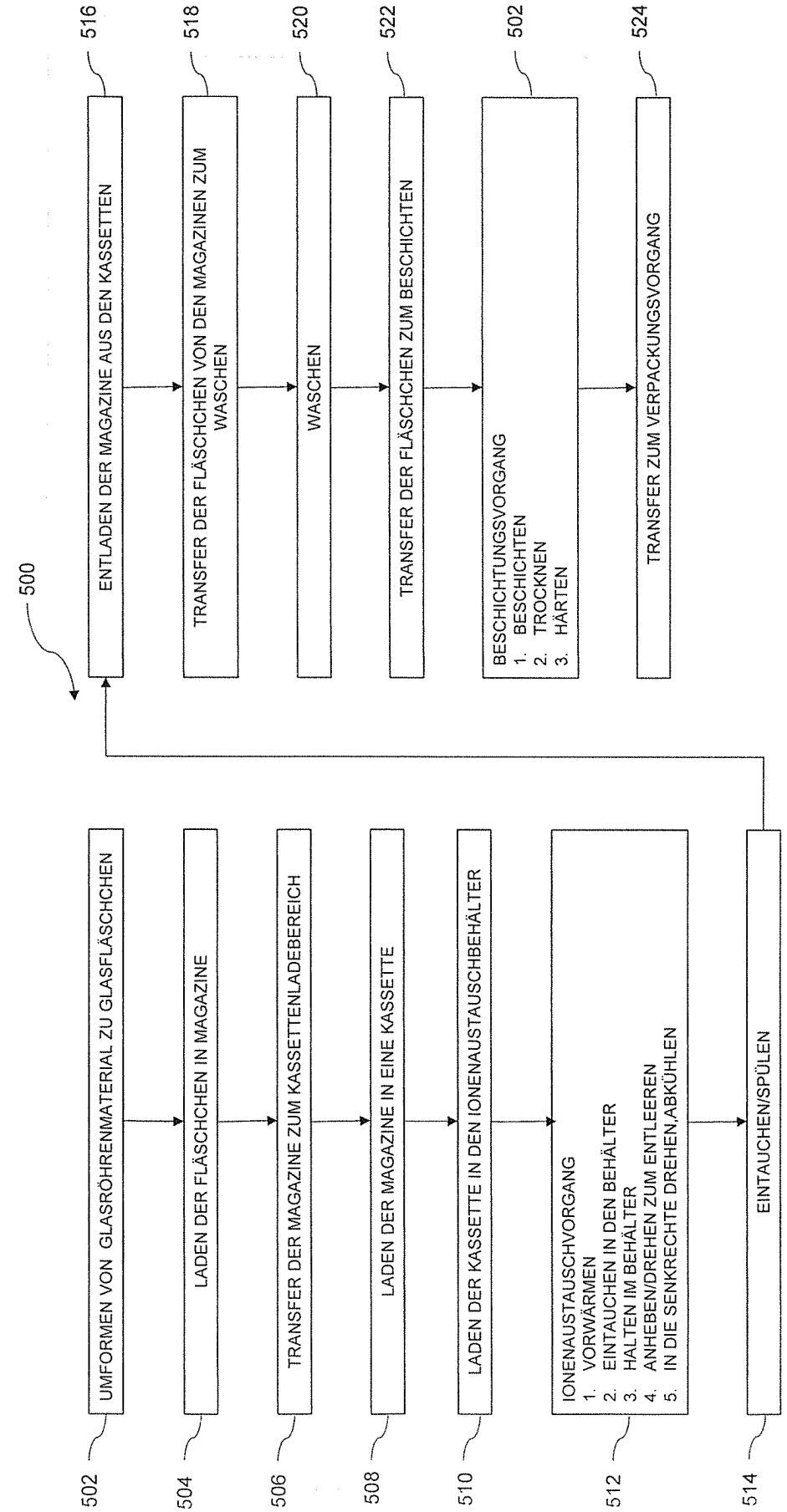

500
UMFORMEN VON GLASRÖHRENMATERIAL ZU GLASFLÄSCHCHEN
502
LADEN DER FLÄSCHCHEN IN MAGAZINE
504
TRANSFER DER MAGAZINE ZUM KASSETTENLADEBEREICH
506
LADEN DER MAGAZINE IN EINE KASSETTE
508
LADEN DER KASSETTE IN DEN IONENAUSTAUSCHBEHÄLTER
510
IONENAUSTAUSCHVORGANG
1. VORWÄRMEN
2. EINTAUCHEN IN DEN BEHÄLTER
3. HALTEN IM BEHÄLTER
4. ANHEBEN/DREHEN ZUM ENTLEEREN
5. IN DIE SENKRECHTE DREHEN,ABKÜHLEN
512
EINTAUCHEN/SPÜLEN
514
ENTLADEN DER MAGAZINE AUS DEN KASSETTEN
516
TRANSFER DER FLÄSCHCHEN VON DEN MAGAZINEN ZUM WASCHEN
518
WASCHEN
520
TRANSFER DER FLÄSCHCHEN ZUM BESCHICHTEN
522
BESCHICHTUNGSVORGANG
1. BESCHICHTEN
2. TROCKNEN
3. HÄRTEN
502
TRANSFER ZUM VERPACKUNGSVORGANG
524

FIG. 7

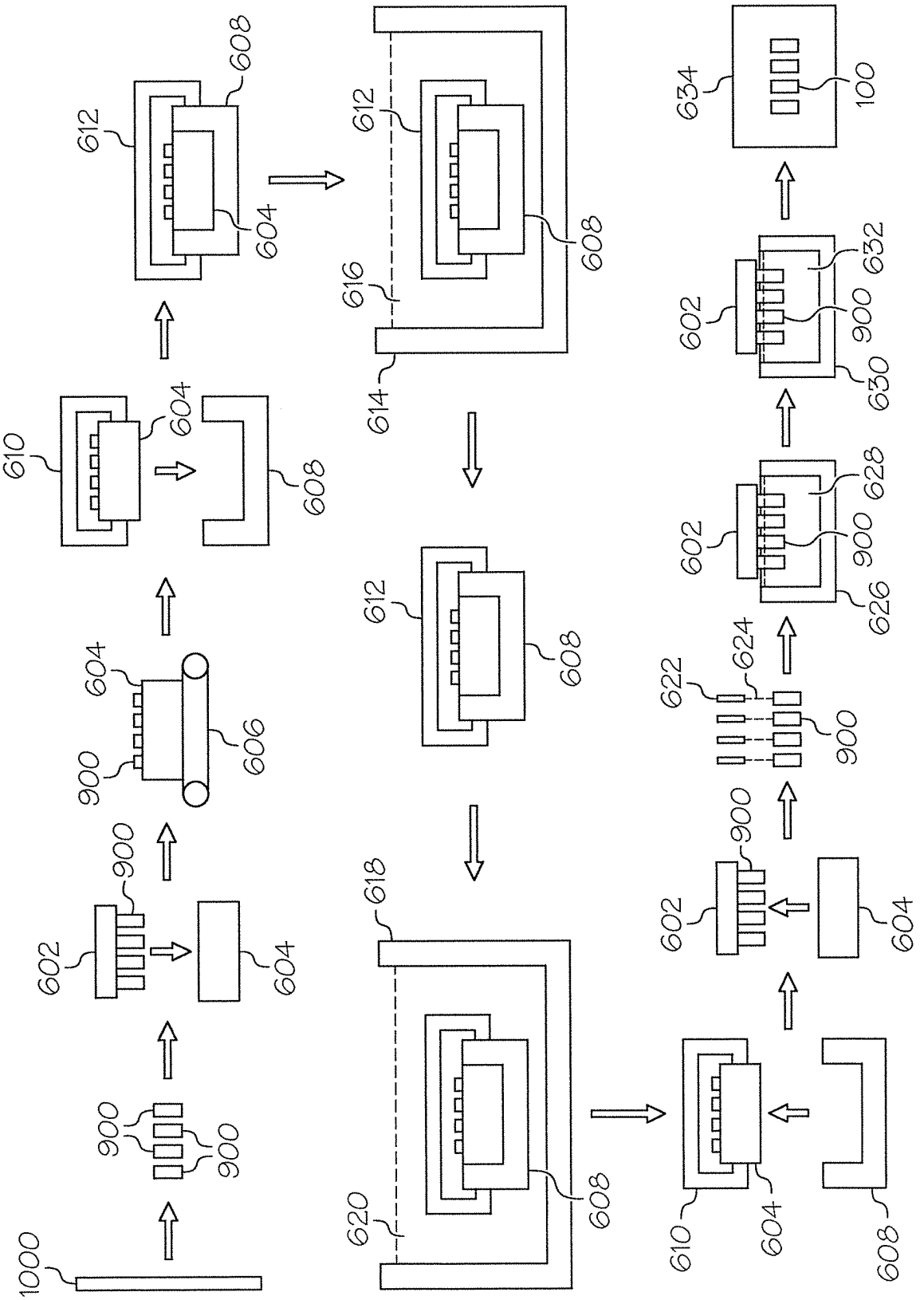

1000
900
900
602
604
900
604
606
610
604
608
612
608
604
612
608
614
616
608
612
608
618
620
608
610
604
608
602
900
604
602
622
624
900
602
900
628
626
602
900
632
630
634
100

FIG. 8

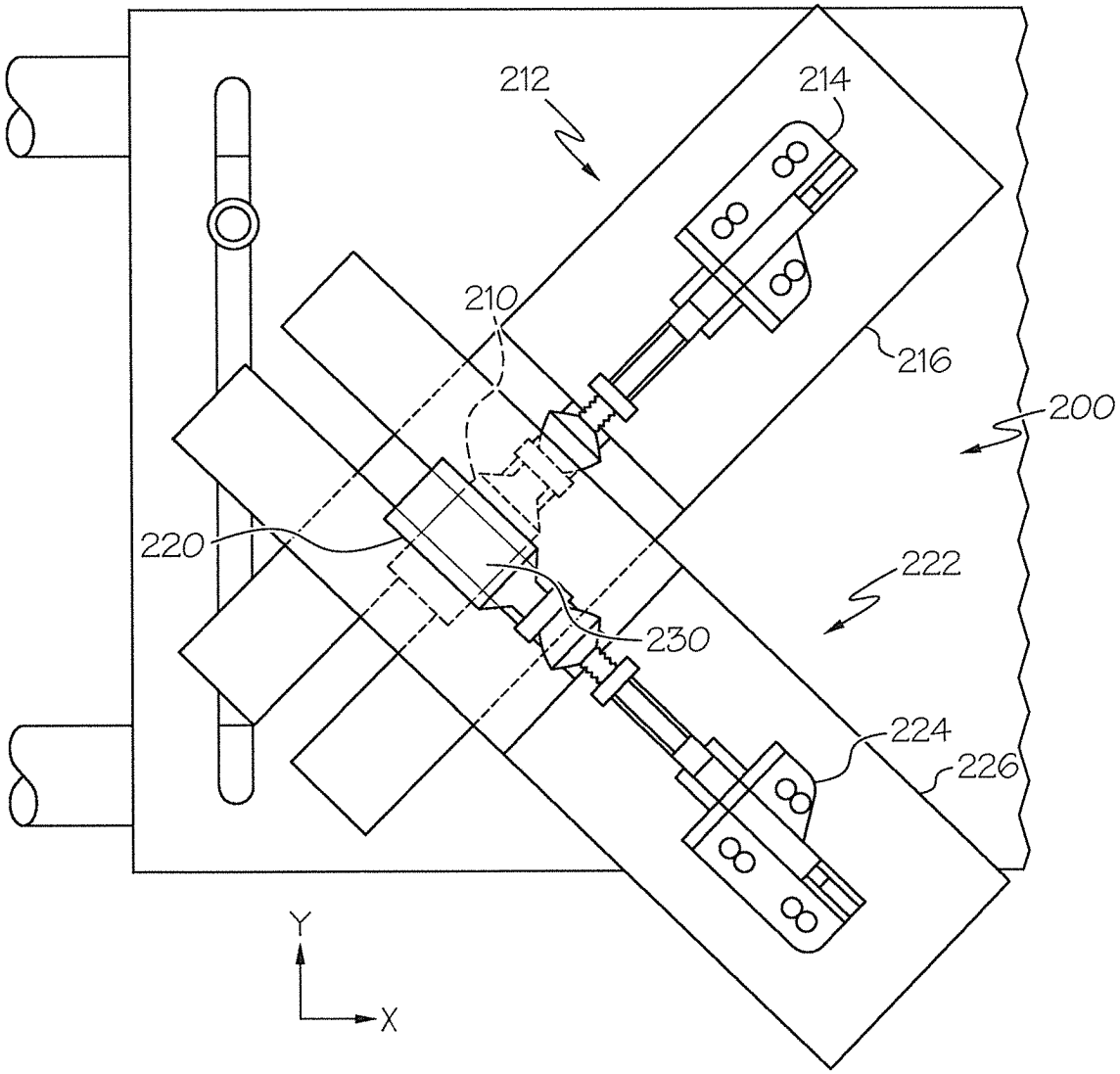


FIG. 9

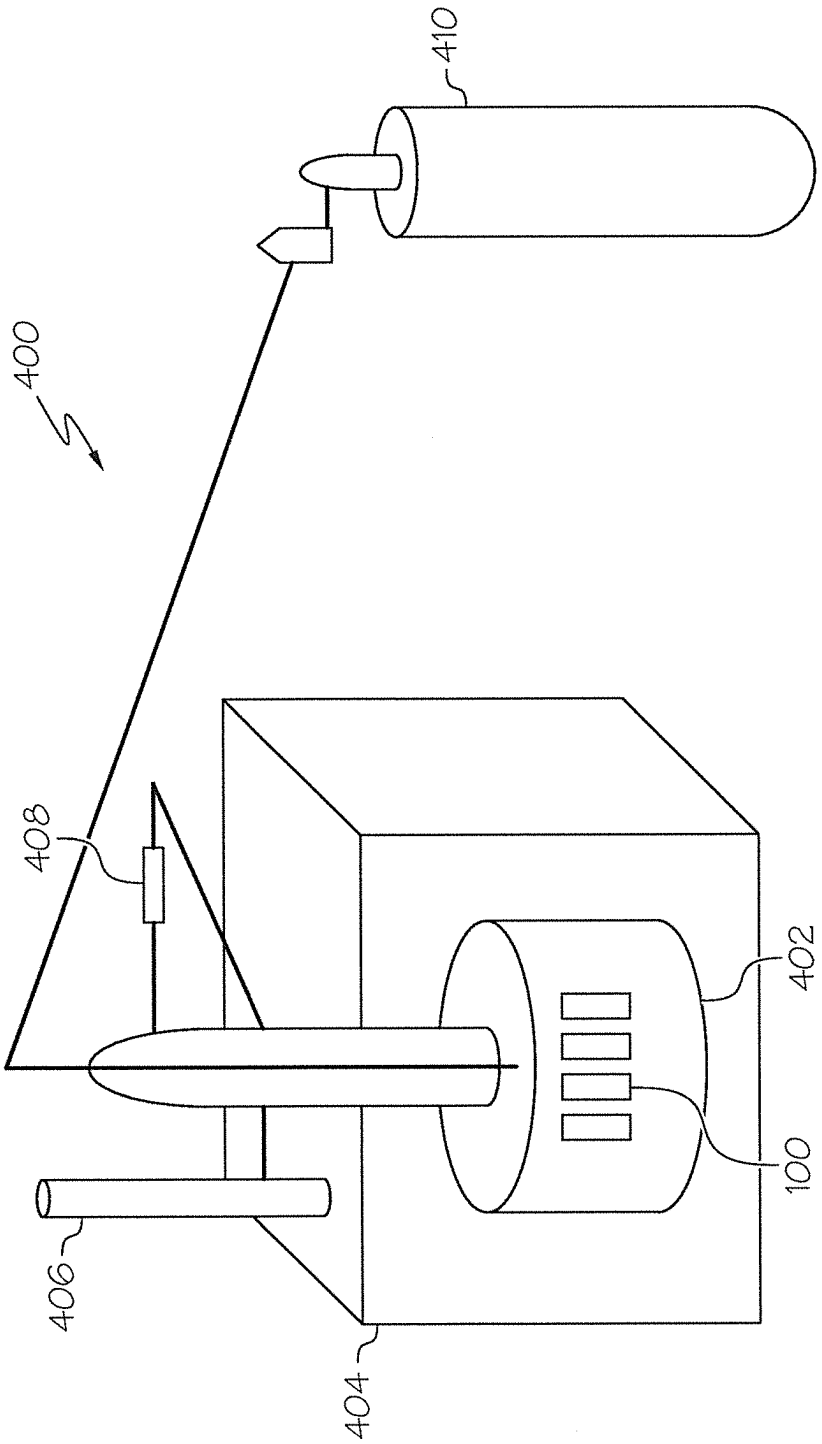


FIG. 10

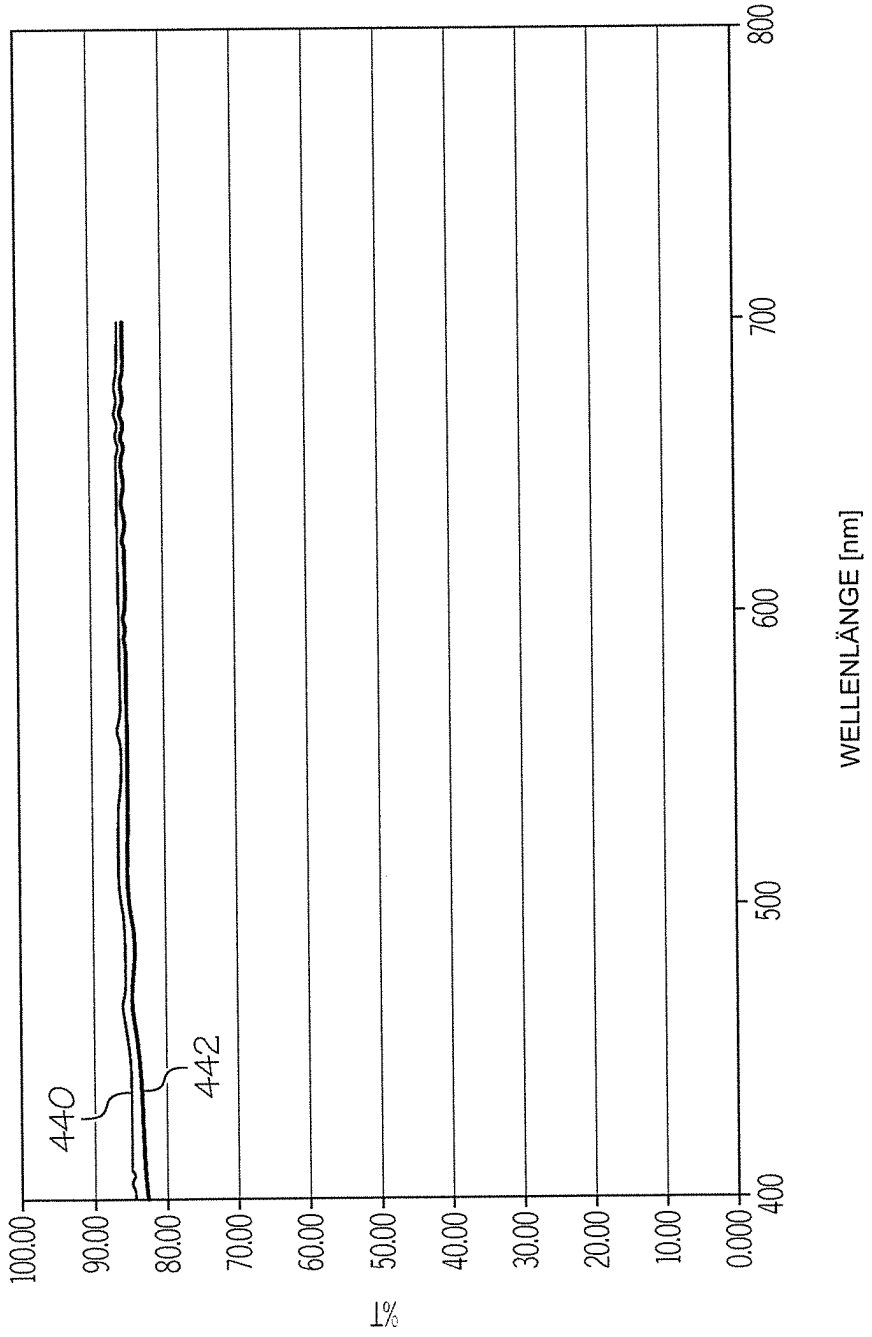

100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.000
%T
400
500
600
700
800
WELLENLÄNGE [nm]
440
442

FIG. 11

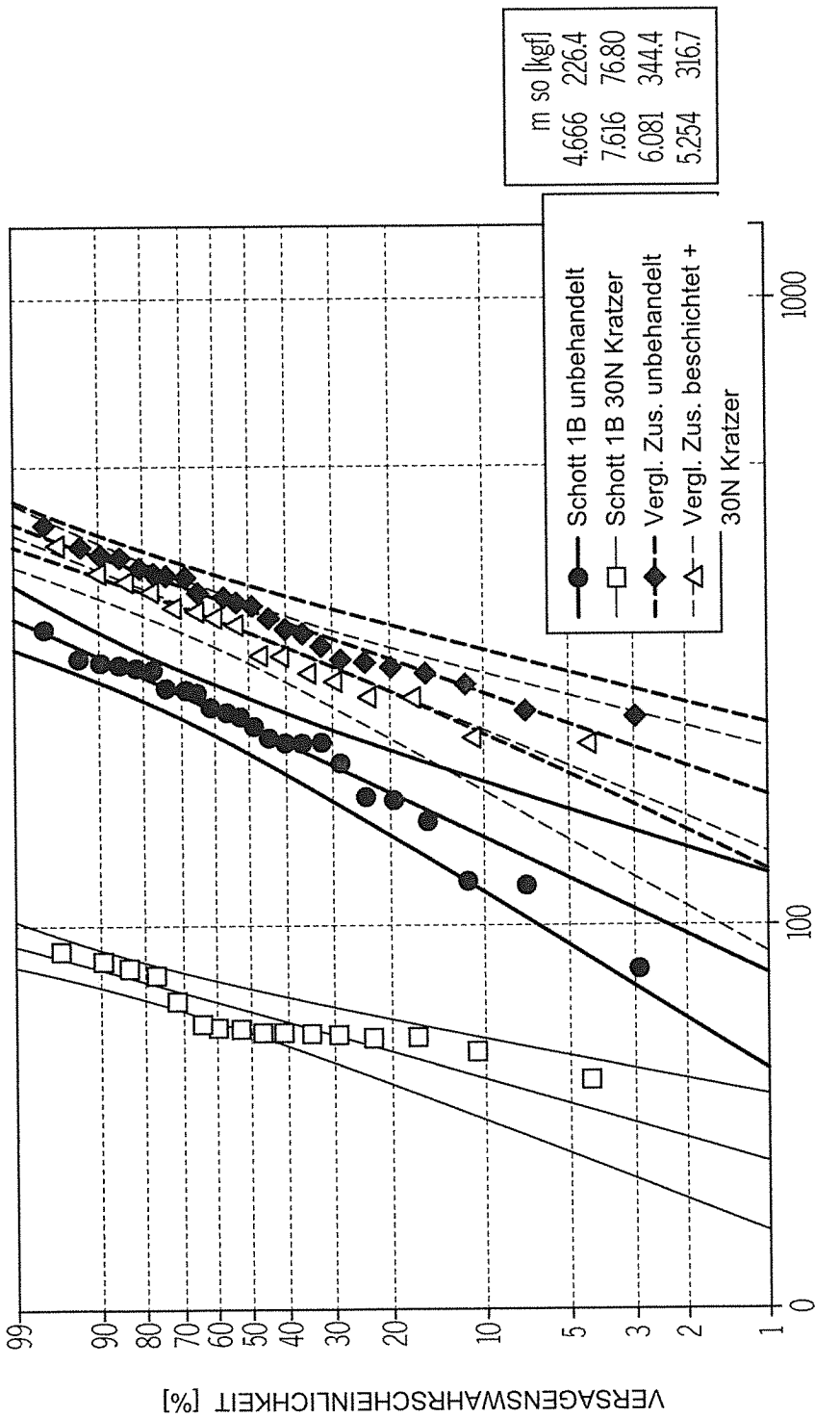

m so [kgf]
4.666 226.4
7.616 76.80
6.081 344.4
5.254 316.7
Schott 1B unbehandelt
Schott 1B 30N Kratzer
Vergl. Zus. unbehandelt
Vergl. Zus. beschichtet + 30N Kratzer
VERSAGENSLAST [kgf]
VERSAGENSWAHRSCHEINLICHKEIT [%]
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
0
100
1000

FIG. 12

30N KRATZER AUF ZWEI TYPEN VON FLÄSCHCHEN

	FLÄSCHCHEN #'S	NORMALLAST (N) DURCH-SCHNITT	NORMALLAST (N) MIN	NORMALLAST (N) MAX	REIBUNGSKOEEFIZIENT DURCH-SCHNITT	REIBUNGSKOEEFIZIENT STANDARD ABWEICHUNG	REIBUNGSKOEEFIZIENT MAX
	1&2	31	28	34	0.42	0.18	0.66
	3&4	31	29	36	0.45	0.18	0.7
	5&6	30	28	34	0.45	0.11	0.64
	7&8	29	26	32	0.33	0.14	0.54
	9&10	30	28	33	0.16	0.15	0.59
	11&12	28	25	33	0.16	0.09	0.6
	12&14	30	29	33	0.22	0.16	0.61
	15&16	31	28	35	0.53	0.11	0.71
	DURCH-SCHNITT	30	28	34	0.38	0.14	0.63
REF. ZUS. IA@450 BESCHICHTET 0.1/0.1 APS/NOV.800	1&2	30	28	31	0.12	0.04	0.34
	3&4	28	24	31	0.16	0.08	0.34
	5&6	40	30	44	0.08	0.02	0.19
	7&8	30	27	31	0.08	0.05	0.38
	9&10	30	28	30	0.08	0.03	0.22
	11&12	31	30	33	0.12	0.04	0.23
	12&14	30	29	32	0.15	0.07	0.41
	15&16	30	28	32	0.09	0.02	0.19
	DURCH-SCHNITT	31	28	33	0.11	0.04	0.29

FIG. 13

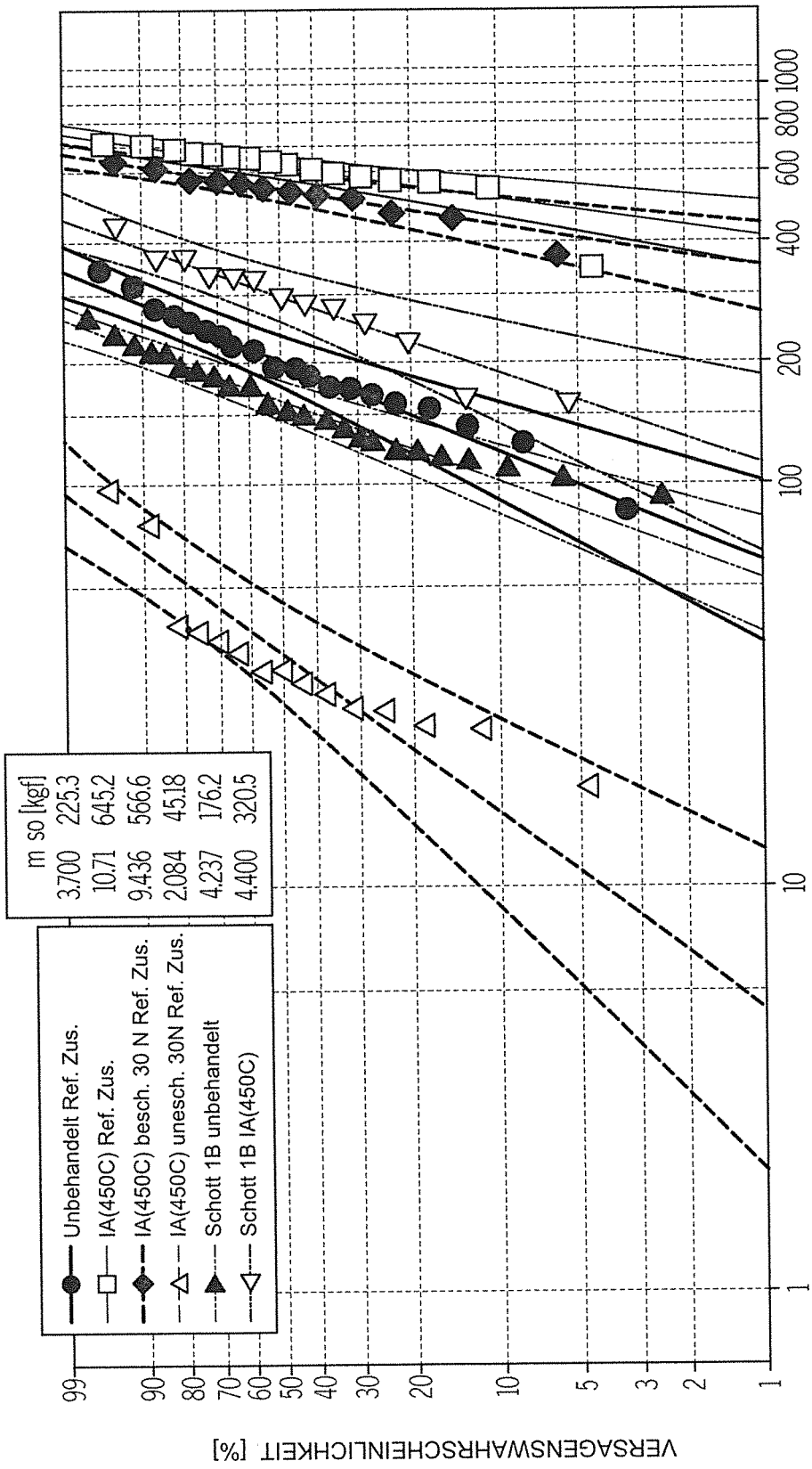

m so [kgf]
3.700 225.3
10.71 645.2
9.436 566.6
2.084 45.18
4.237 176.2
4.400 320.5
Unbehandelt Ref. Zus.
IA(450C) Ref. Zus.
IA(450C) besch. 30 N Ref. Zus.
IA(450C) unesch. 30N Ref. Zus.
Schott 1B unbehandelt
Schott 1B IA(450C)
VERSAGENSWAHRSCHEINLICHKEIT [%]
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
1
10
100
200
400
600
800
1000
SPANNUNG [MPa]
Ref. Zus.: Referenzusammensetzung
besch.: beschichtet
unbesch.: unbeschichtet

FIG. 14

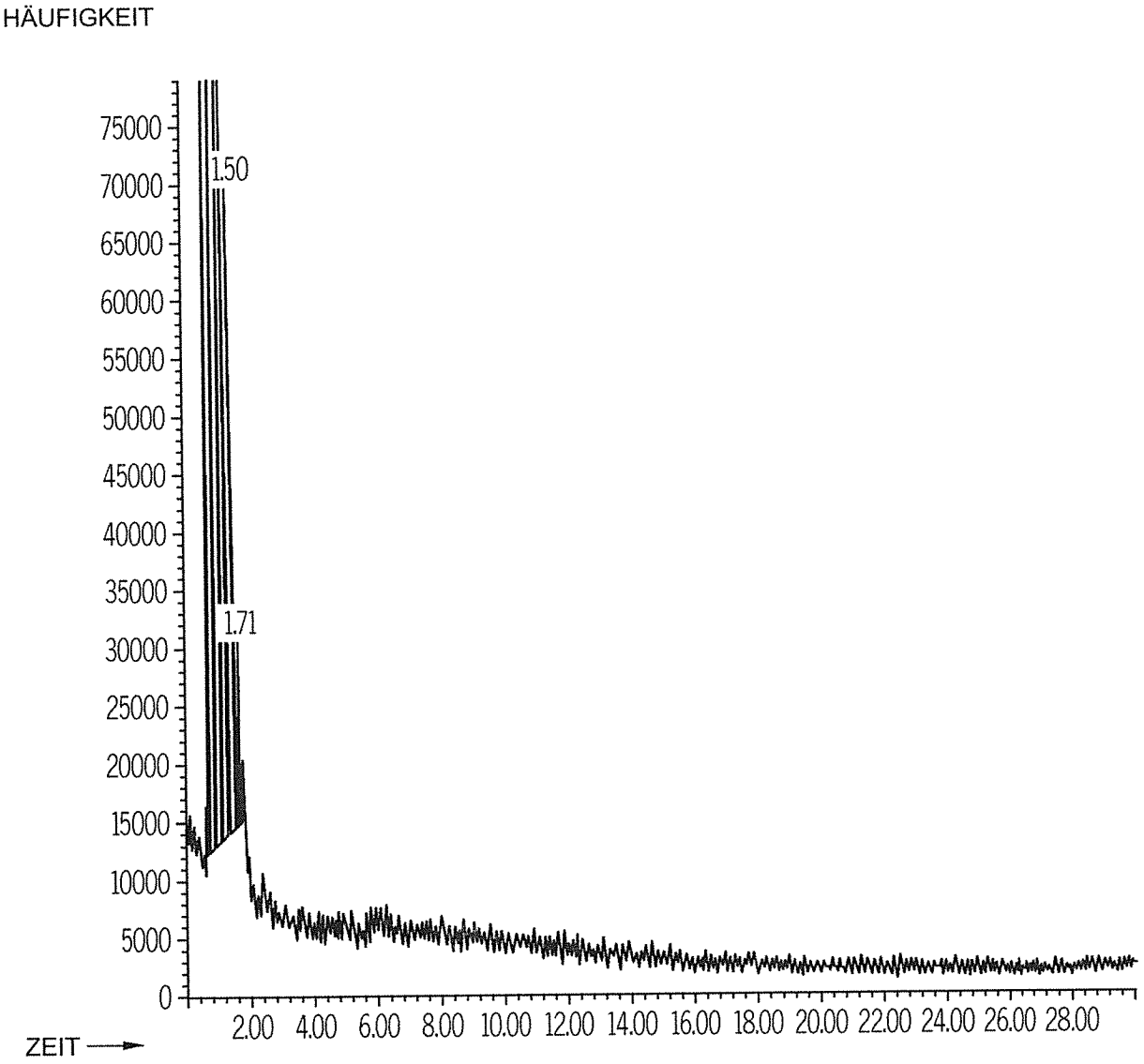

HÄUFIGKEIT
75000
70000
65000
60000
55000
50000
45000
40000
35000
30000
25000
20000
15000
10000
5000
0
1.50
1.71
2.00
4.00
6.00
8.00
10.00
12.00
14.00
16.00
18.00
20.00
22.00
24.00
26.00
28.00
ZEIT

FIG. 15

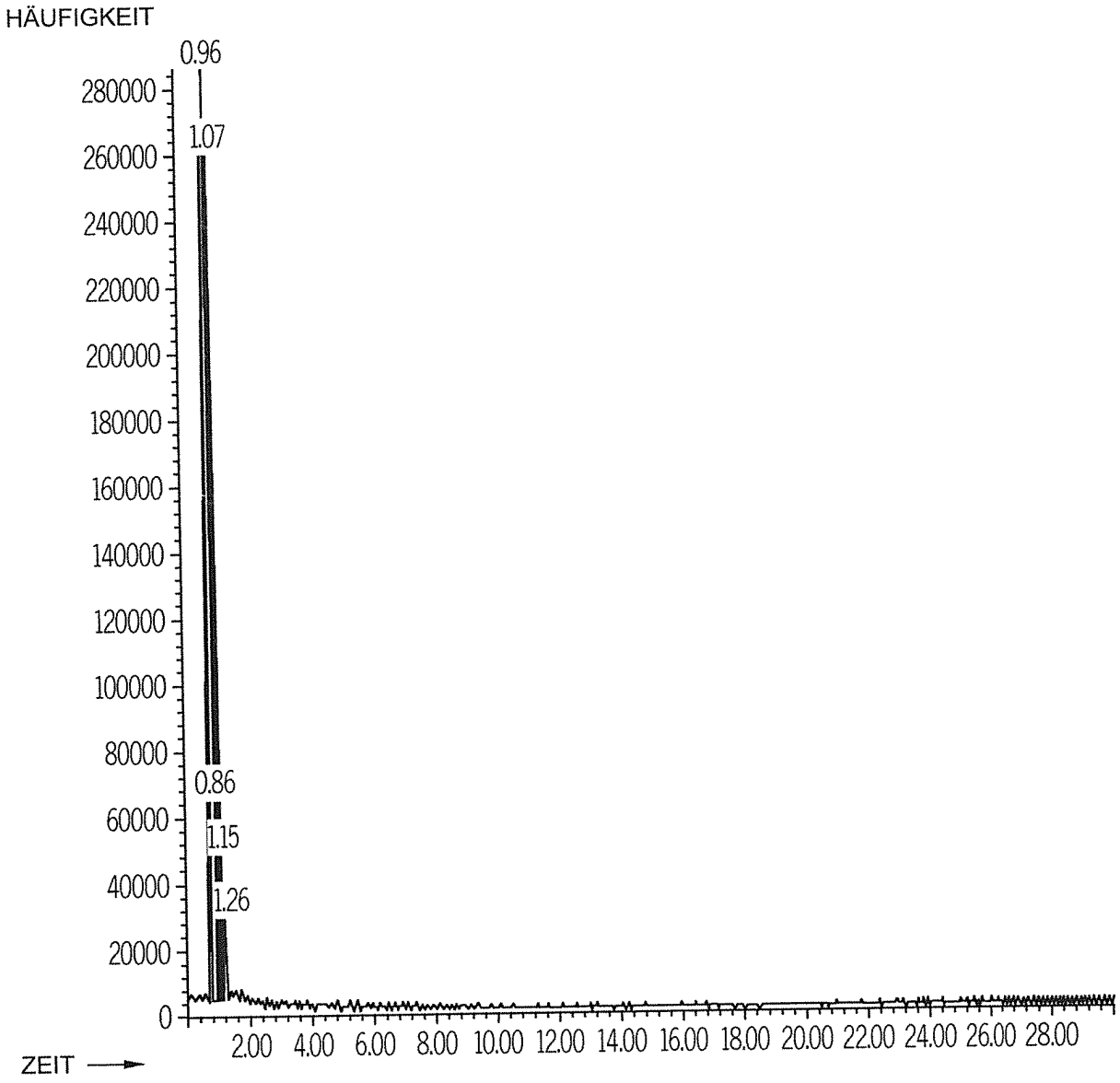

HÄUFIGKEIT
0.96
1.07
0.86
1.15
1.26
280000
260000
240000
220000
200000
180000
160000
140000
120000
100000
80000
60000
40000
20000
0
2.00 4.00 6.00 8.00 10.00 12.00 14.00 16.00 18.00 20.00 22.00 24.00 26.00 28.00
ZEIT

FIG. 16

FORMULIERUNG	RELATIVE DICKE	ZUSTAND
0.1% APS/1.0% KAPTON	10	UNBEHANDELT
0.1% APS/0.1% KAPTON	1	UNBEHANDELT
0.1 APS 0.5 DC806A	5	1 H DURCHEINANDERGERWORFEN
0.1 APS 0.1 DC806A	1	1 H DURCHEINANDERGERWORFEN
0.1 APS 0.1 KAPTON	1	1 H DURCHEINANDERGERWORFEN
0.1 APS 0.5 KAPTON	5	1 H DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0% DC255	10	0.5 H DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0% DC255	10	1 H DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0% DC255	10	2 H DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0% DC255	10	UNBEHANDELT
1.0% KAPTON	10	BEÜLLUNGSSTRASSE
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	6 MIN DURCHEINANDERGERWORFEN
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	15 MIN DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	6 MIN DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	15 MIN DURCHEINANDERGERWORFEN
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	UNBEHANDELT
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	UNBEHANDELT
TYPE 1B UNBESCHICHTET	0	30N (3), 50N (1)
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	30N KRATZER 3
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	50N KRATZER 1
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	30N KRATZER 3
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	50N KRATZER 1

FIG. 17

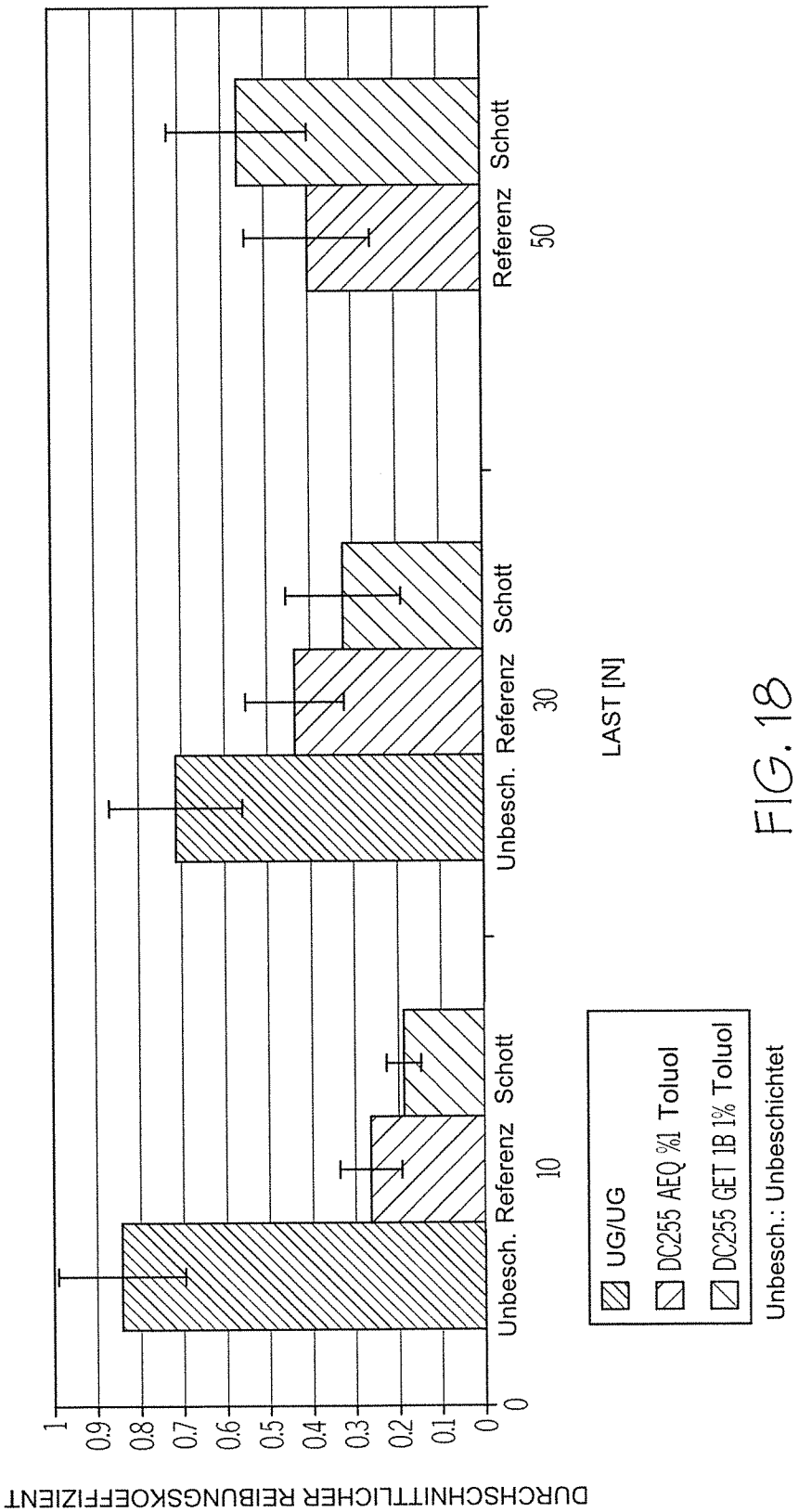

DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
Unbesch. Referenz Schott
10
Unbesch. Referenz Schott
30
Referenz Schott
50
LAST [N]
UG/UG
DC255 AEQ %1 Toluol
DC255 GET 1B 1% Toluol
Unbesch.: Unbeschichtet

FIG. 18

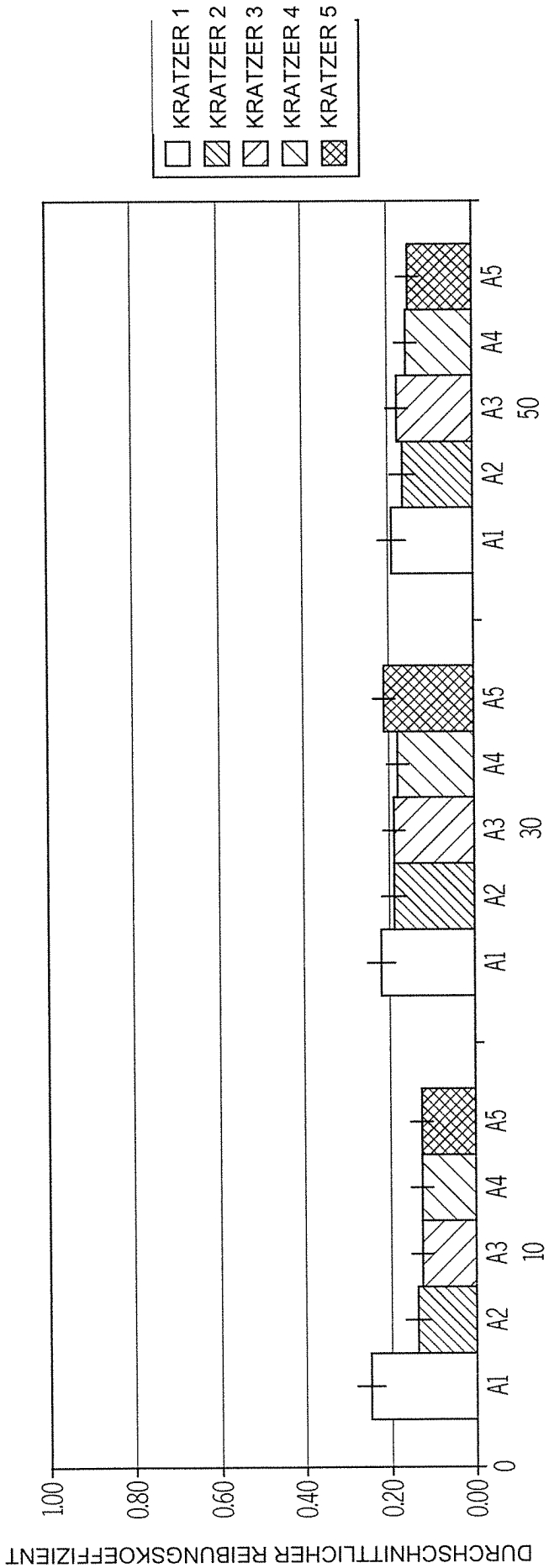

KRATZER 1
KRATZER 2
KRATZER 3
KRATZER 4
KRATZER 5
DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
0
10
30
50
LAST [N]
A1
A2
A3
A4
A5

FIG. 19

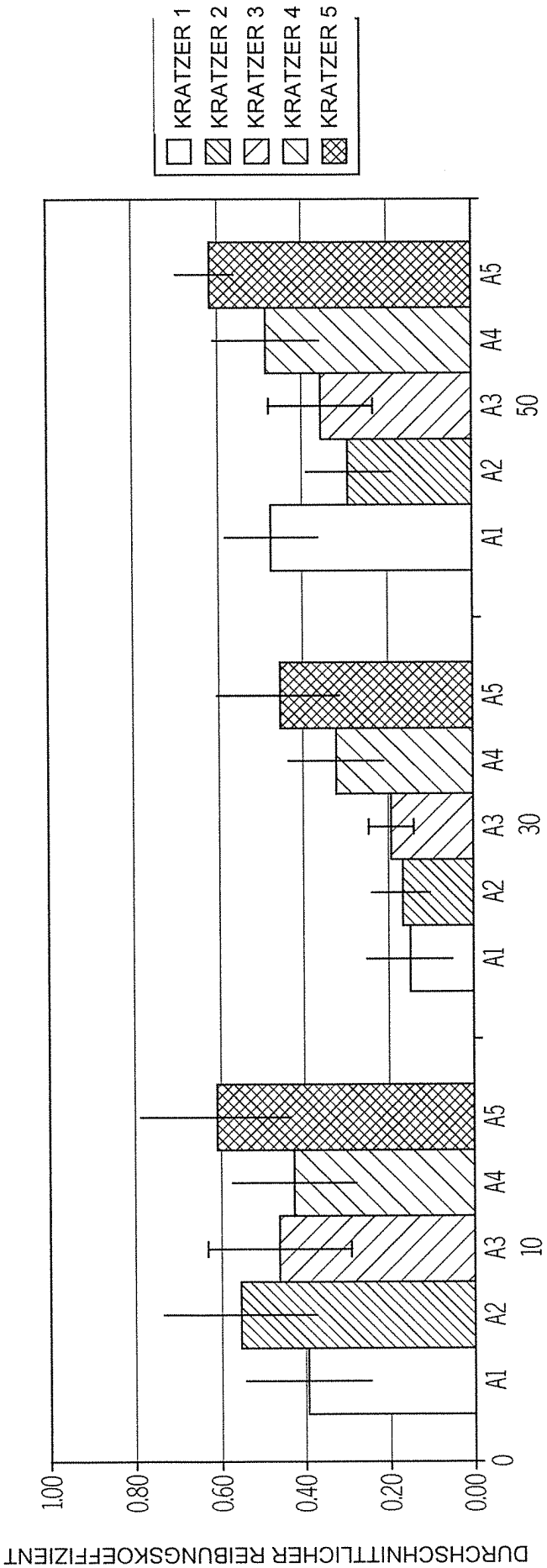

KRATZER 1
KRATZER 2
KRATZER 3
KRATZER 4
KRATZER 5
DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1,00
0,80
0,60
0,40
0,20
0,00
0
10
30
50
LAST [N]
A1
A2
A3
A4
A5

FIG. 20

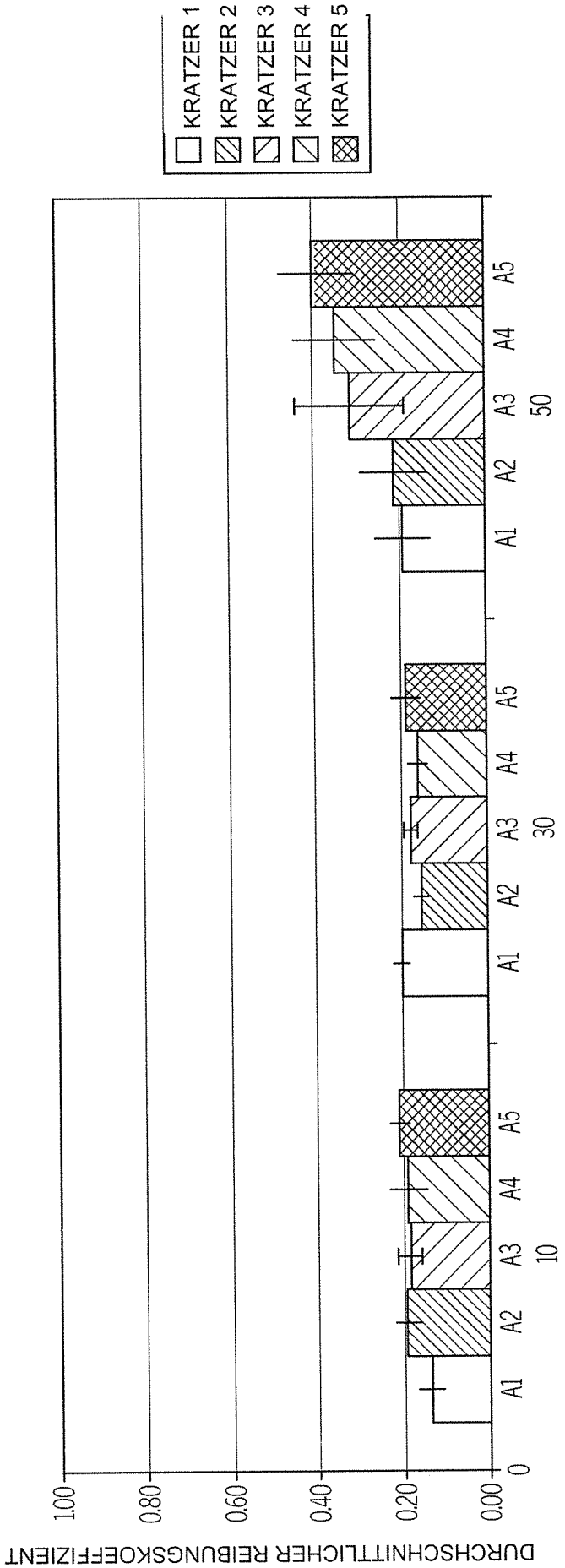

KRATZER 1
KRATZER 2
KRATZER 3
KRATZER 4
KRATZER 5
DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
0
10
30
50
LAST [N]
A1
A2
A3
A4
A5

FIG. 21

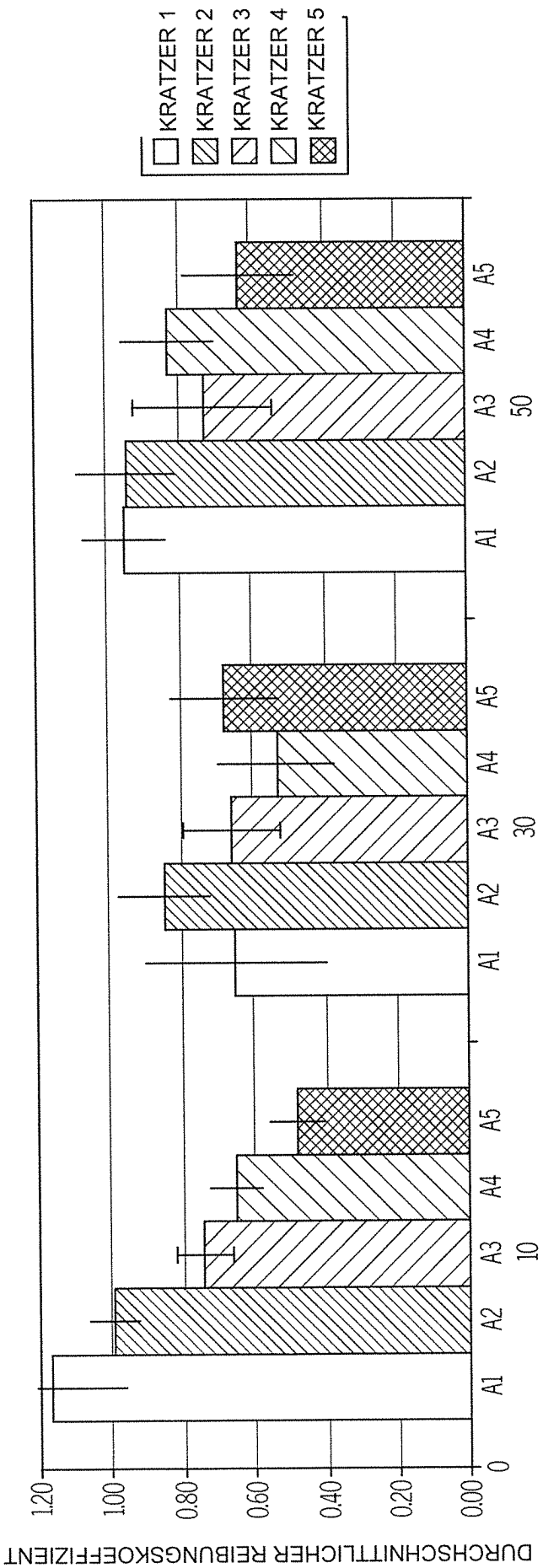

KRATZER 1
KRATZER 2
KRATZER 3
KRATZER 4
KRATZER 5
DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1.20
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
0
10
30
50
A1
A2
A3
A4
A5
LAST [N]

FIG. 22

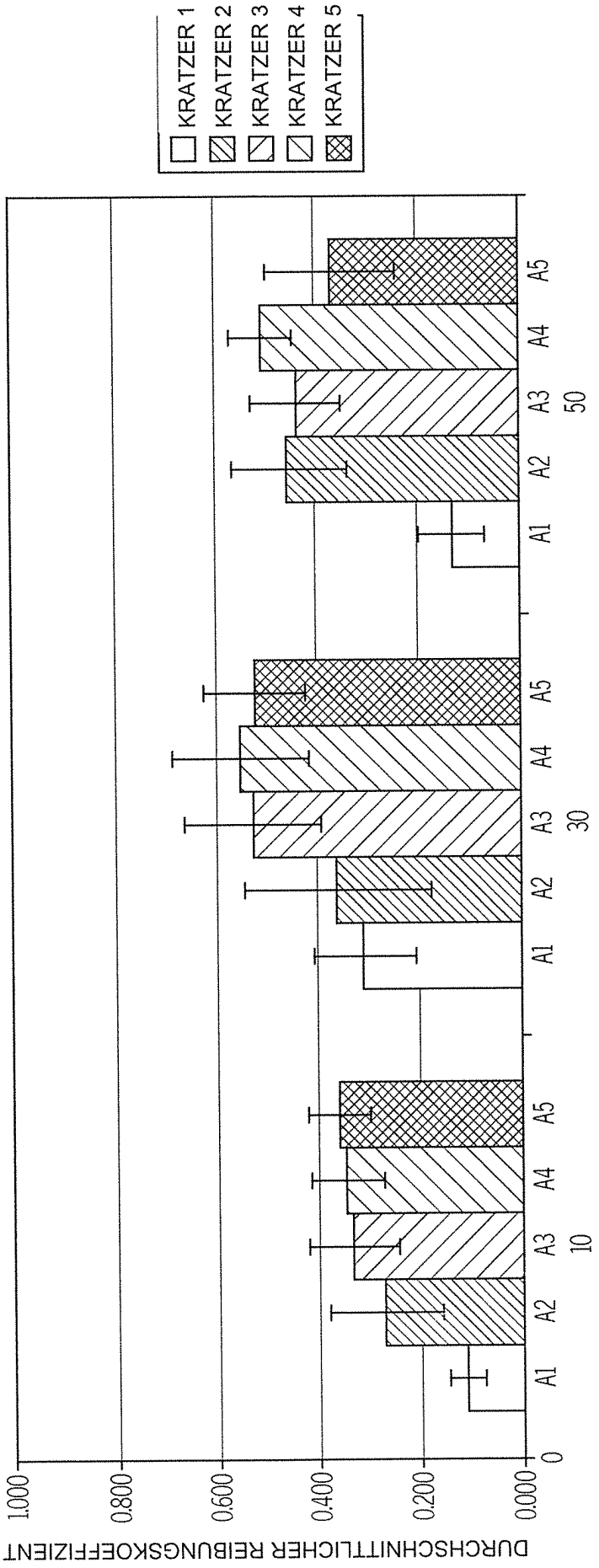

KRATZER 1
KRATZER 2
KRATZER 3
KRATZER 4
KRATZER 5
DURCHSCHNITTLICHER REIBUNGSKOEFFIZIENT
1.000
0.800
0.600
0.400
0.200
0.000
0
10
30
50
LAST [N]
A1
A2
A3
A4
A5

FIG. 23

VORHER

FLÄSCHCHEN	Z-LAST		REIBUNGSKOEFFIZIENT			FX MAX
	DURCHSCHNITT	MAX	DURCHSCHNITT	STANDARD ABWEICHUNG	MAX	
1&2	34	36	0.11	0.03	0.23	8
3&4	30	32	0.14	0.02	0.18	5
5&6	34	36	0.09	0.02	0.19	6
7&8	31	33	0.07	0.01	0.02	4
9&10	31	33	0.08	0.01	0.14	4

NAHCHER

3) APS/NOVA LYOPHILISIERT

FLÄSCHCHEN	Z-LAST		REIBUNGSKOEFFIZIENT			FX MAX
	DURCHSCHNITT	MAX	DURCHSCHNITT	STANDARD ABWEICHUNG	MAX	
1&2	37	39	0.06	0.01	0.09	3
3&4	40	43	0.06	0.01	0.14	6
5&6	30	31	0.05	0.01	0.09	3
7&8	30	31	0.05	0.01	0.07	2
9&10	30	32	0.05	0.01	0.16	5

FIG. 24

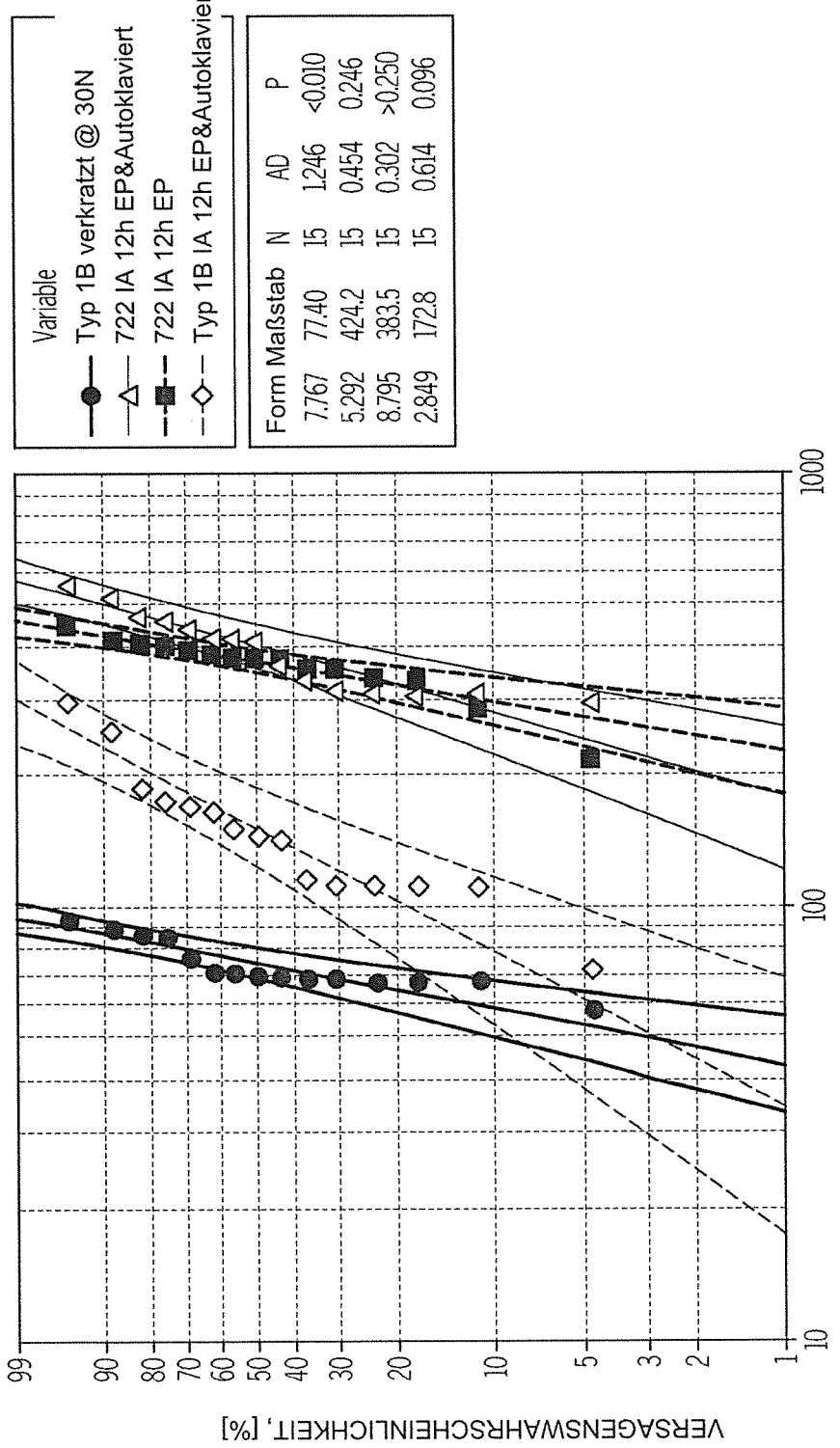

Variable
Typ 1B verkratzt @ 30N
722 IA 12h EP&Autoklaviert
722 IA 12h EP
Typ 1B IA 12h EP&Autoklaviert
Form Maßstab N AD P
7.767 77.40 15 1.246 <0.010
5.292 424.2 15 0.454 0.246
8.795 383.5 15 0.302 >0.250
2.849 172.8 15 0.614 0.096
VERSAGENSWAHRSCHEINLICHKEIT, [%]
99 90 80 70 60 50 40 30 20 10 5 3 2 1
10 100 1000
VERSAGENSLAST [kgf]

FIG. 25

FLÄSCHCHEN	Z-LAST DURCHSCHNITT	MAX	REIBUNGSKOEFFIZIENT DURCHSCHNITT	STANDARD ABWEICHUNG	MAX	FX MAX
1&2	34	36	0.11	0.03	0.23	8
3&4	30	32	0.14	0.02	0.18	5
5&6	34	36	0.09	0.02	0.19	6
7&8	31	33	0.07	0.01	0.02	4
9&10	31	33	0.08	0.01	0.14	4

2) APS/NOVA AUTOKLAVIERT

FLÄSCHCHEN	Z-LAST DURCHSCHNITT	MAX	REIBUNGSKOEFFIZIENT DURCHSCHNITT	STANDARD ABWEICHUNG	MAX	FX MAX
1&2	36	39	0.08	0.02	0.18	6
3&4	37	40	0.09	0.01	0.16	5
5&6	30	31	0.06	0.01	0.1	3
7&8	30	31	0.07	0.01	0.1	3
9&10	30	31	0.07	0.01	0.14	4

FIG. 26

DE 20 2013 012 666 U1 2018.06.07

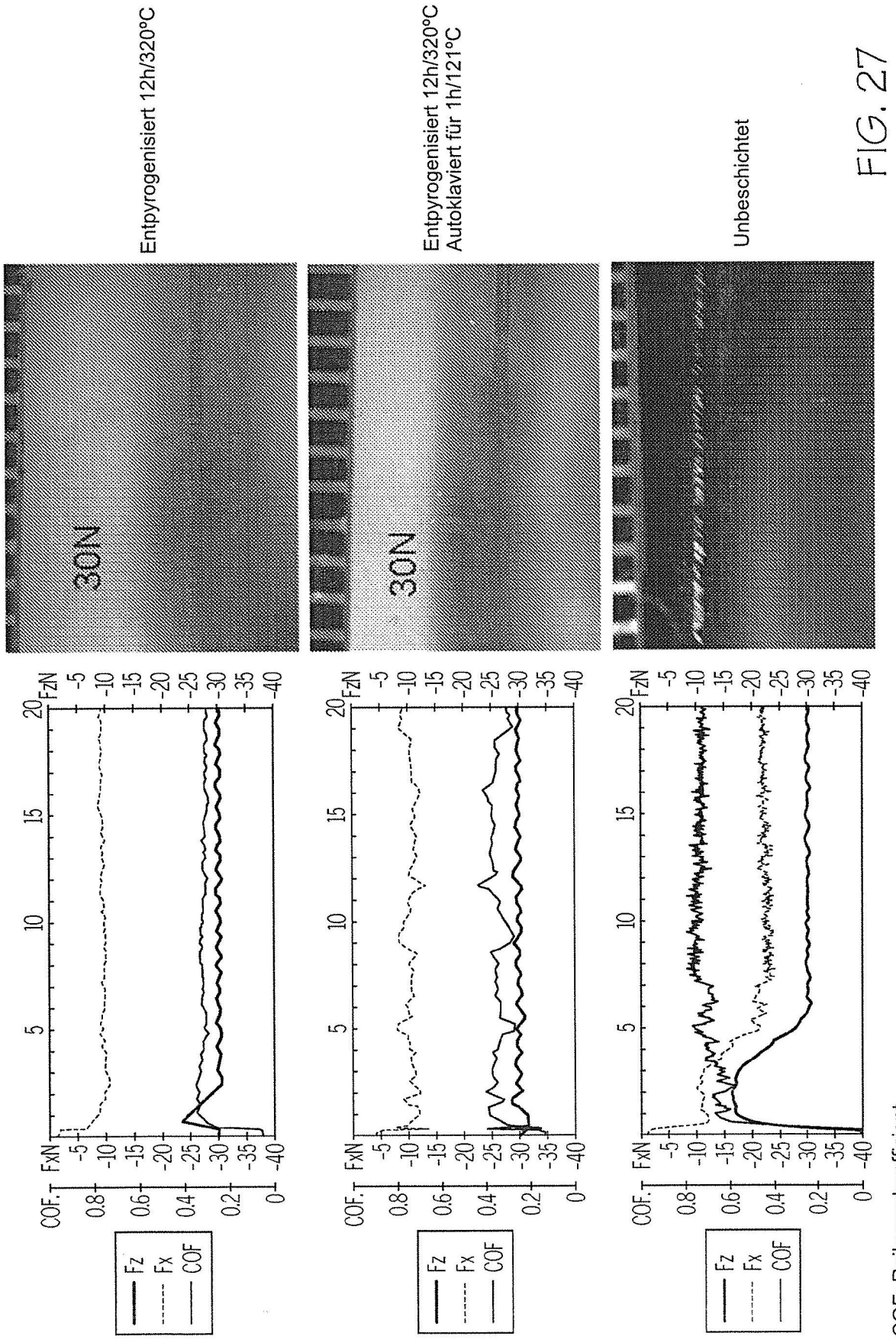

Entpyrogenisiert 12h/320°C
30N
Entpyrogenisiert 12h/320°C
Autoklaviert für 1h/121°C
30N
Unbeschichtet
COF.
FxN
FzN
Fz
Fx
COF
COF: Reibungskoeffizient

FIG. 27

12h EP Probe
540 #1
540 #2
540 #3

Silanverhältnis
1:1
1:0.5
1:0.2

Beschichtungszusammensetzung
0.5 GAP/0.5 Aminophenyltrimethoxysilan + 1.0% Nova
0.5 GAP/0.25 Aminophenyltrimethoxysilan + 1.0% Nova
0.5 GAP/0.1 Aminophenyltrimethoxysilan + 1.0% Nova

540 Ziel Last	Fläschchen Satz	Fz(N) Durchschnitt	Fz(N) Max	Reibungskoeffizient Durchschnitt	Reibungskoeffizient Standard Abweichung	Reibungskoeffizient Max	Fx (N) Max
30	1	30	32	0.21	0.02	0.26	8
	2	30	32	0.21	0.04	0.41	13
	3	30	33	0.32	0.1	0.68	19
20	1	20	22	0.21	0.02	0.24	5
	2	20	21	0.22	0.02	0.31	6
	3	21	23	0.29	0.1	0.61	13

FIG. 28

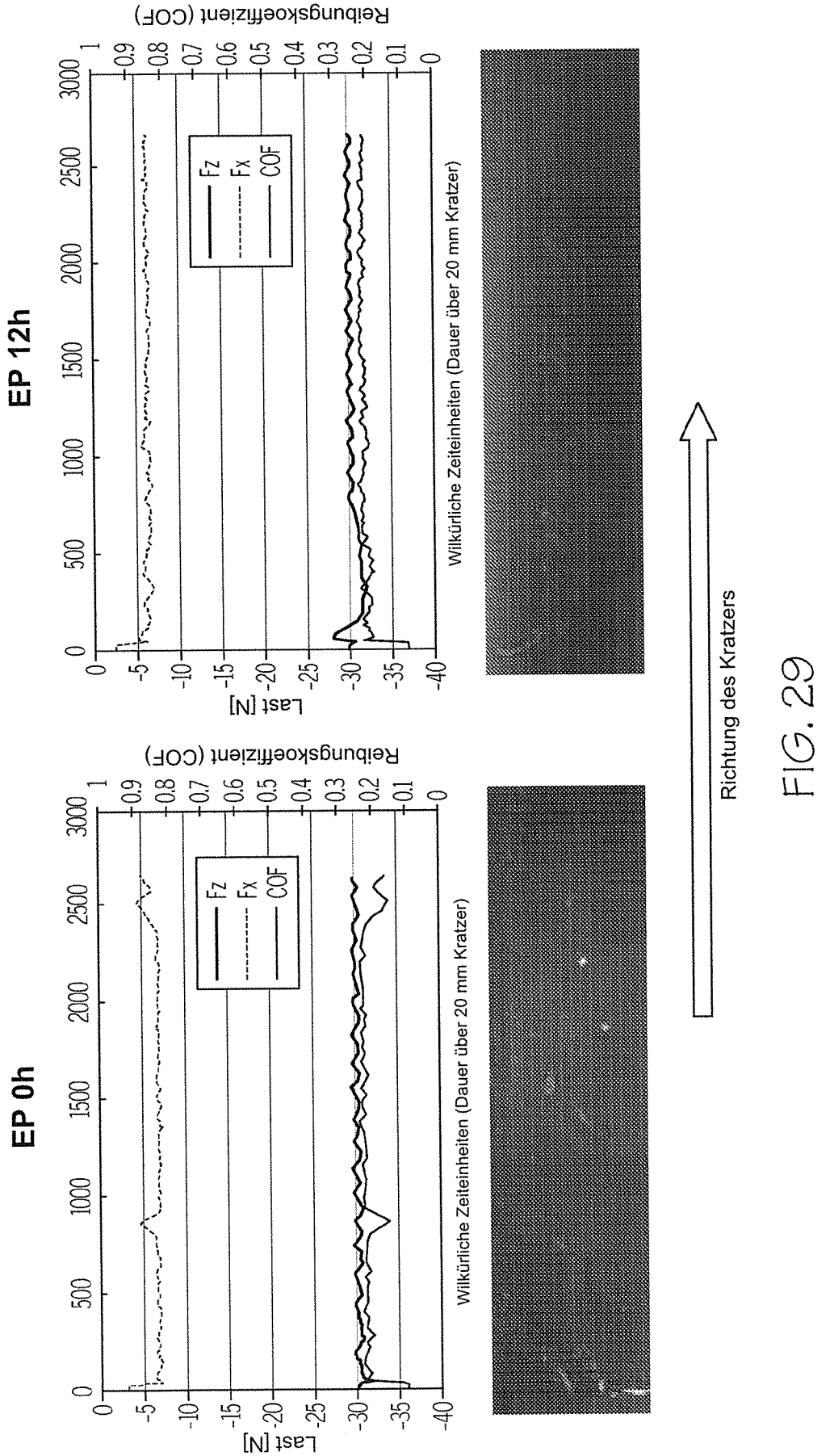

EP 12h
EP 0h
Reibungskoeffizient (COF)
Last [N]
Fz
Fx
COF
Wilkürliche Zeiteinheiten (Dauer über 20 mm Kratzer)
Richtung des Kratzers

FIG. 29

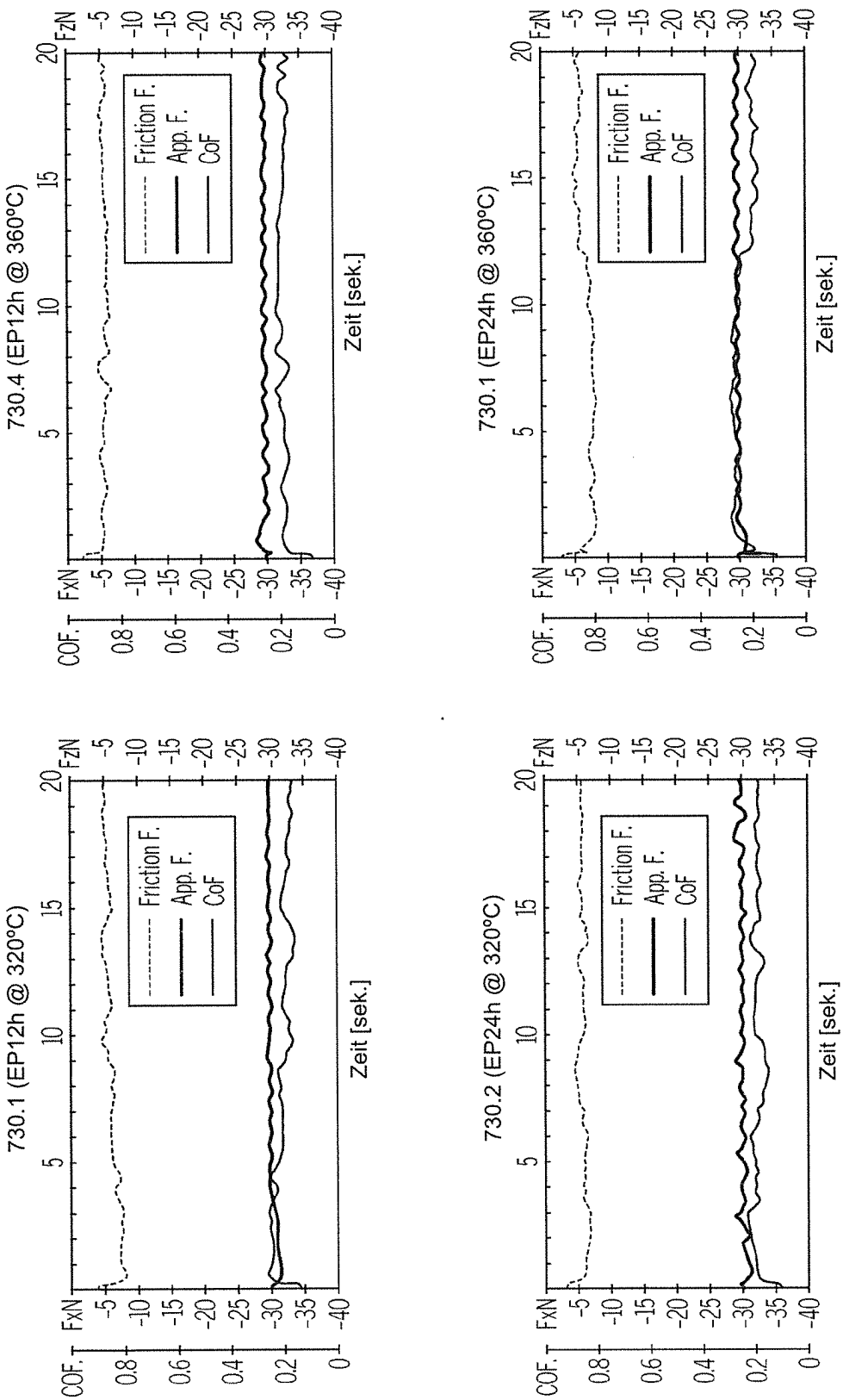


FIG. 30

Friction F.: Reibungskraft
App. F.: angelegte Kraft
CoF: Reibungskoeffizient

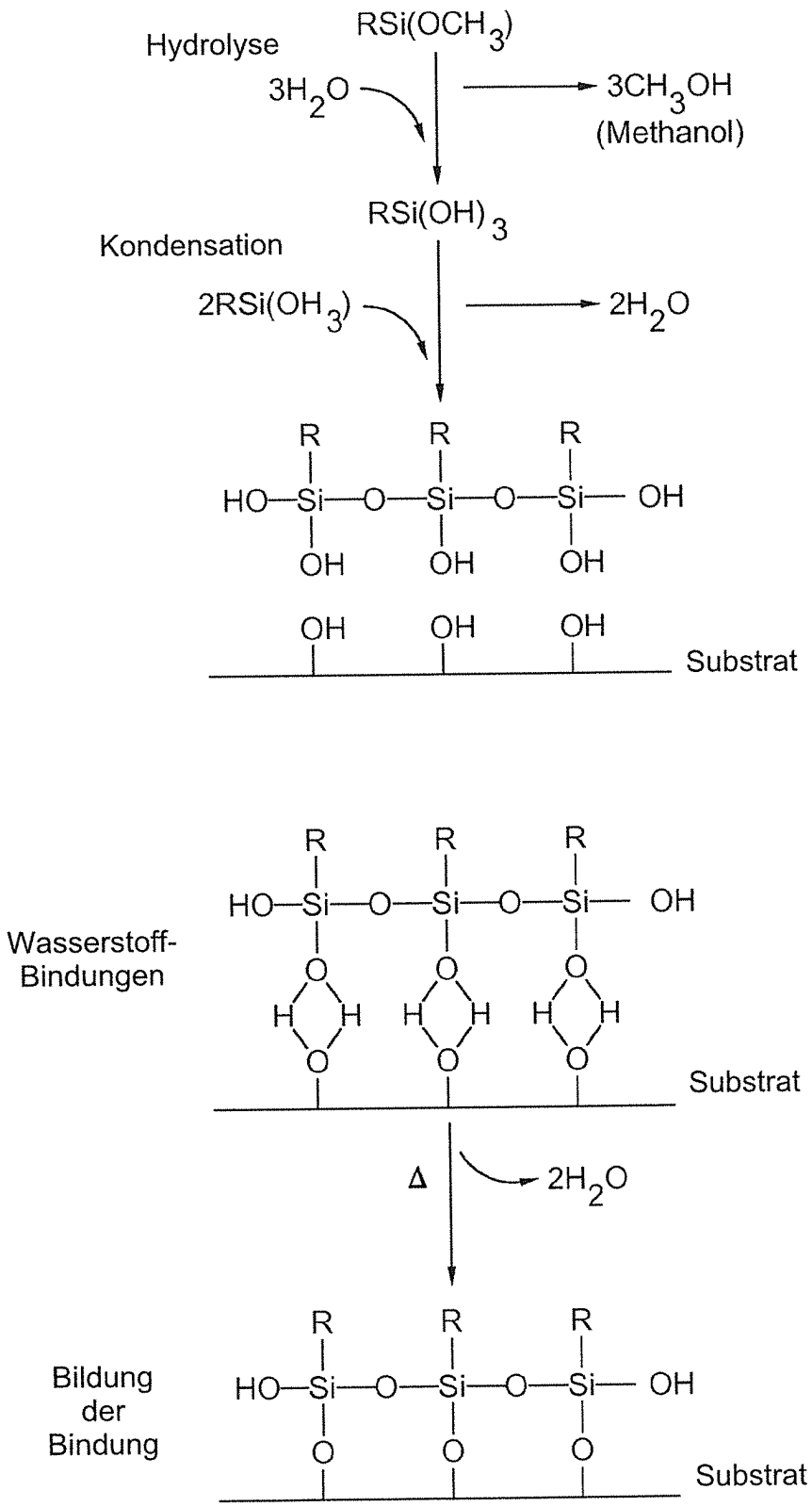

Hydrolyse
RSi(OCH3)
3H2O
3CH3OH
(Methanol)
RSi(OH)3
Kondensation
2RSi(OH3)
2H2O
R
HO—Si—O—Si—O—Si— OH
OH
Substrat
Wasserstoff-
Bindungen
Δ
2H2O
Bildung
der
Bindung

FIG. 31

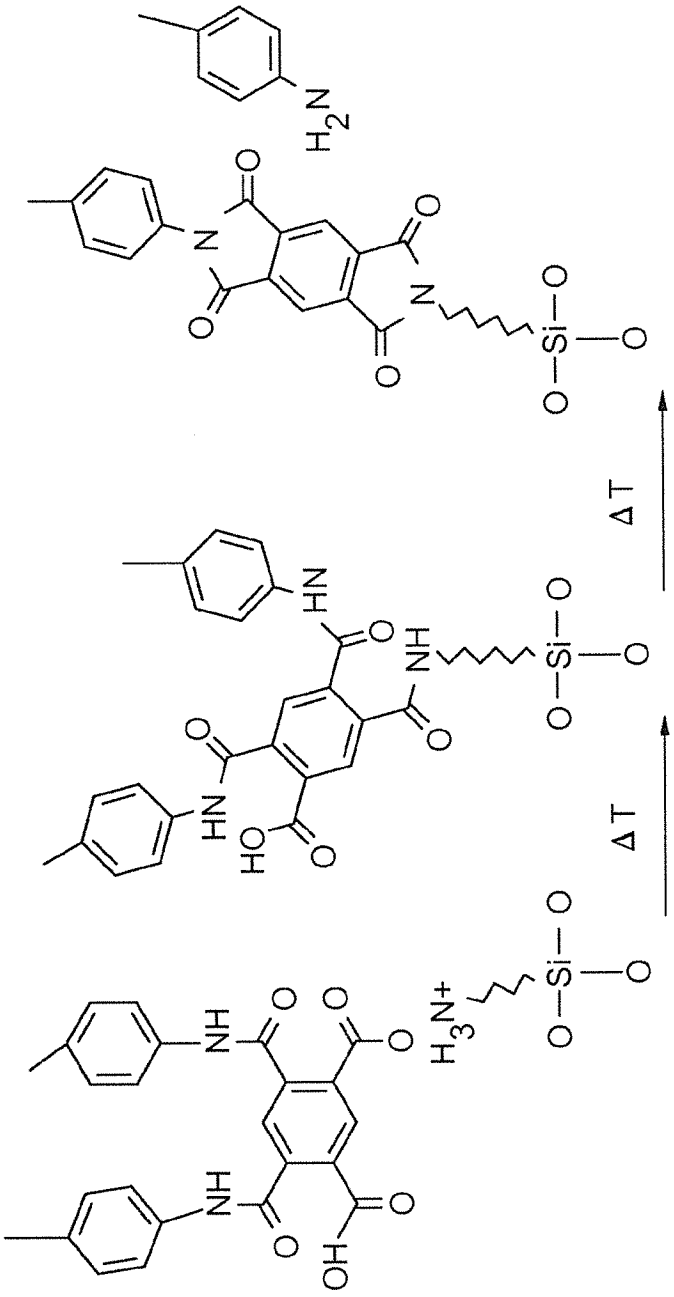


FIG. 32

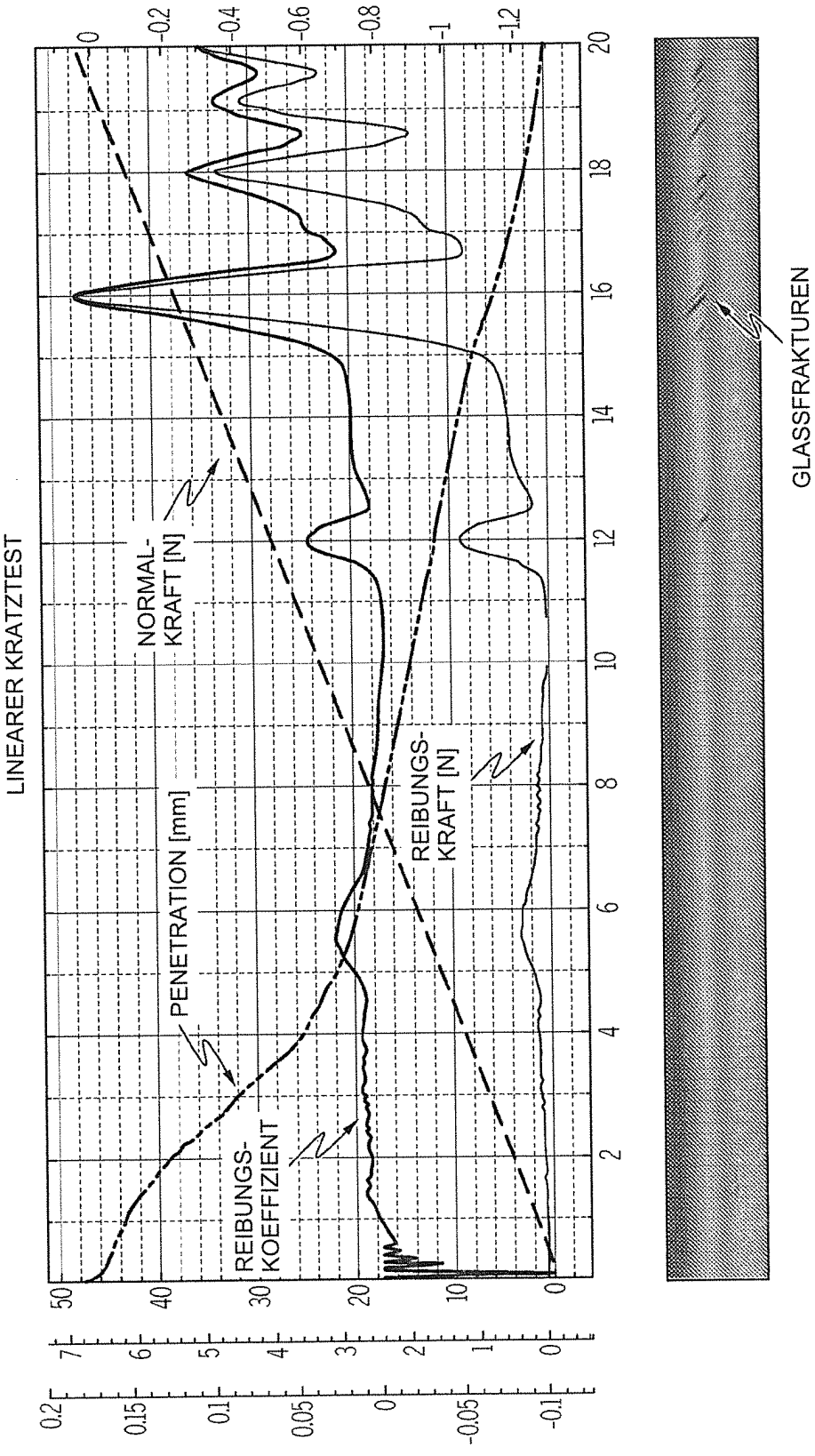

LINEARER KRATZTEST
NORMAL-KRAFT [N]
PENETRATION [mm]
REIBUNGS-KOEFFIZIENT
REIBUNGS-KRAFT [N]
GLASSFRAKTUREN

FIG. 33

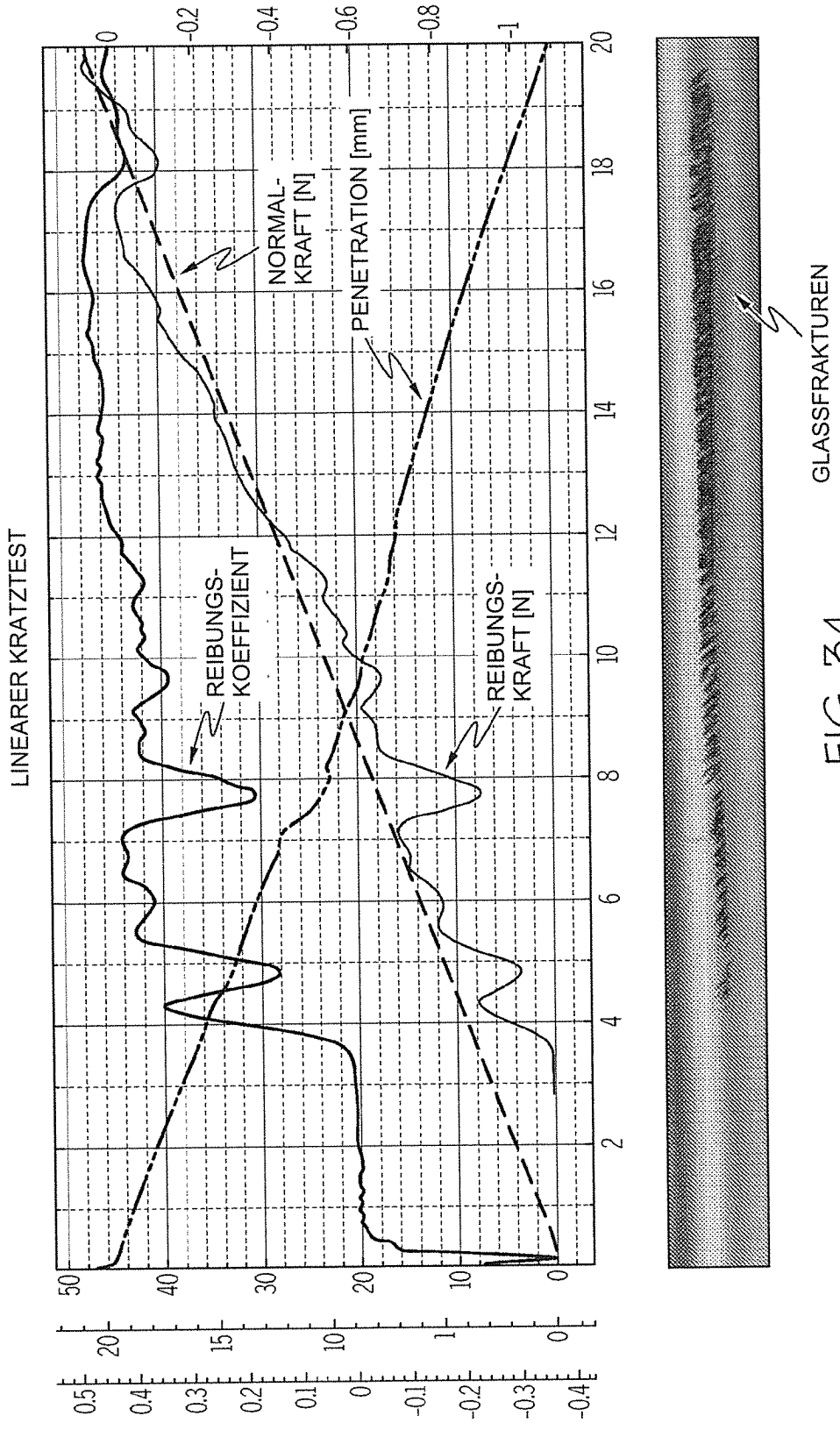

LINEARER KRATZTEST
REIBUNGS-KOEFFIZIENT
NORMAL-KRAFT [N]
PENETRATION [mm]
REIBUNGS-KRAFT [N]
GLASSFRAKTUREN

FIG. 34

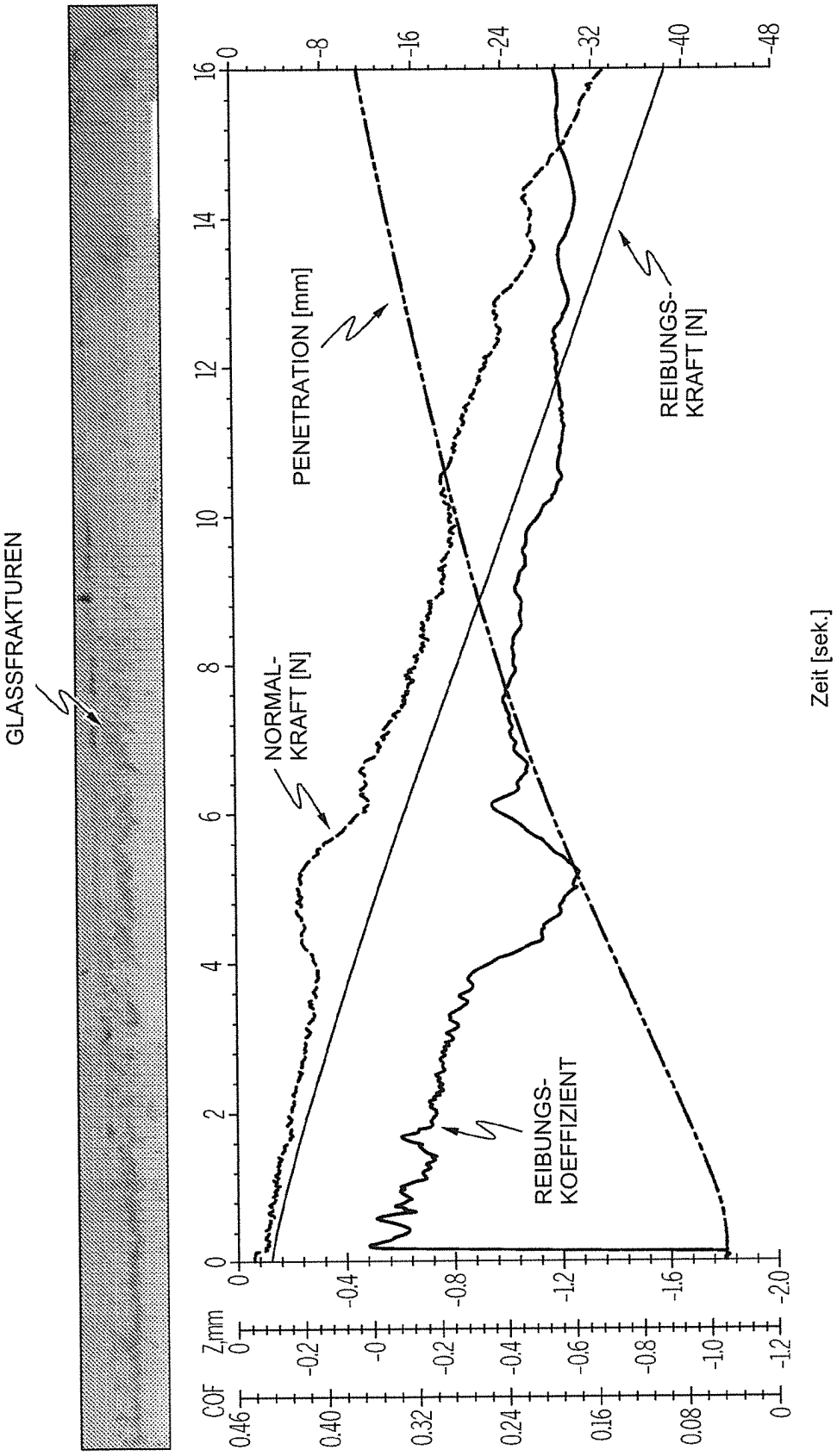

GLASSFRAKTUREN
COF
Z,mm
NORMAL-KRAFT [N]
PENETRATION [mm]
REIBUNGS-KRAFT [N]
REIBUNGS-KOEFFIZIENT
Zeit [sek.]

FIG. 35

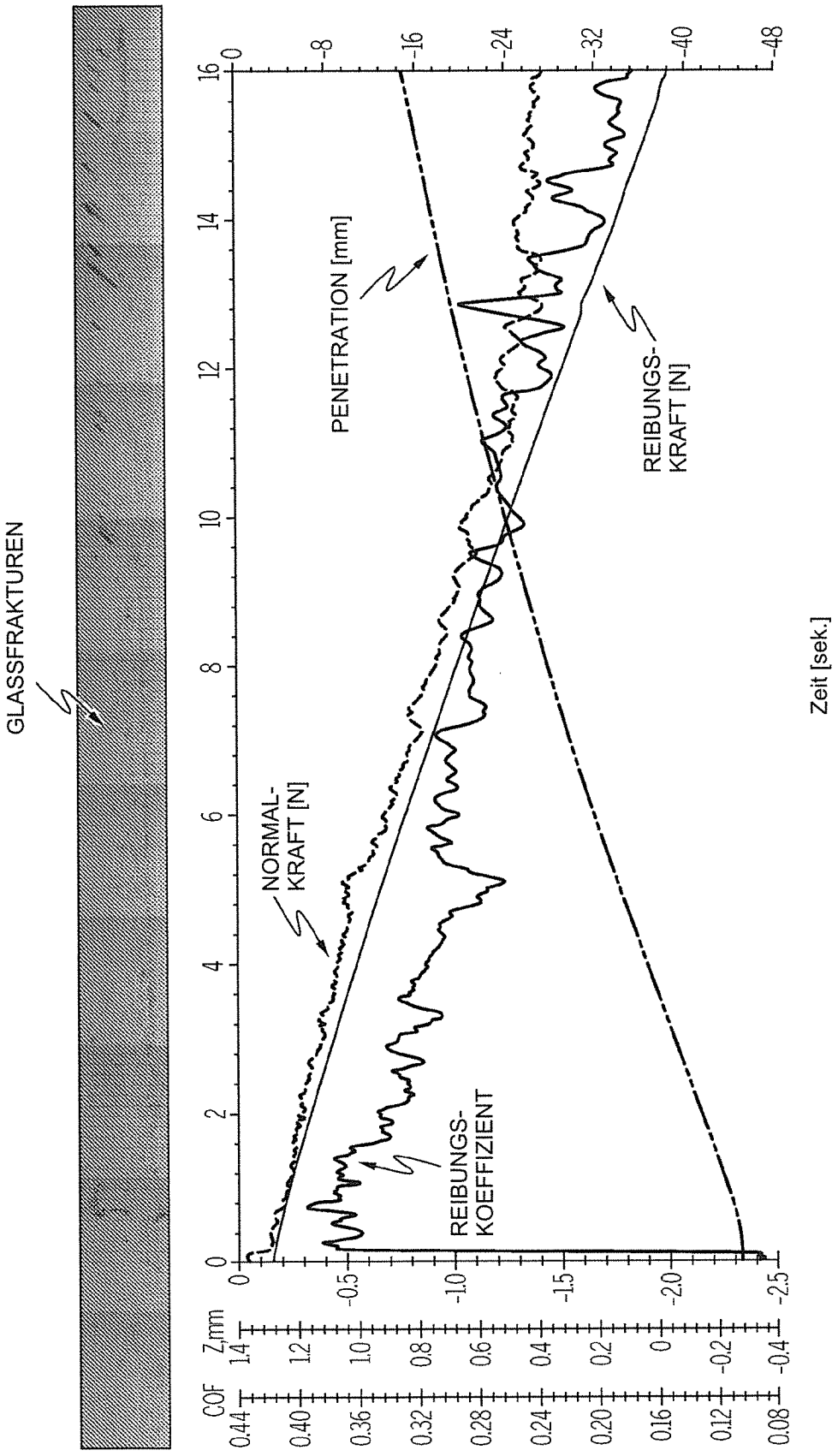

GLASSFRAKTUREN
COF
Z,mm
NORMAL-
KRAFT [N]
REIBUNGS-
KOEFFIZIENT
PENETRATION [mm]
REIBUNGS-
KRAFT [N]
Zeit [sek.]

FIG. 36

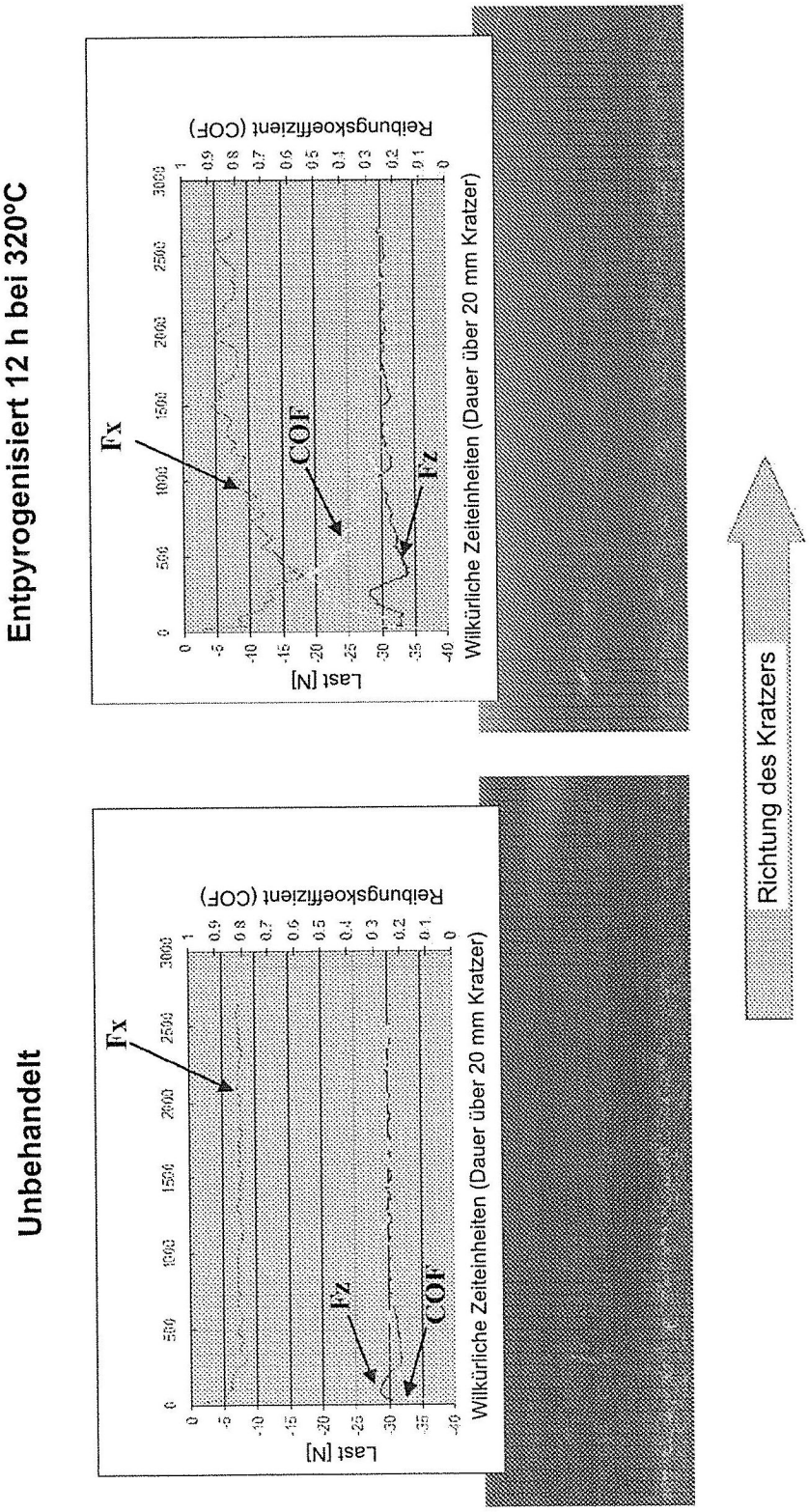

Entpyrogenisiert 12 h bei 320°C
Unbehandelt
Fx
COF
Fz
Last [N]
Reibungskoeffizient (COF)
Wilkürliche Zeiteinheiten (Dauer über 20 mm Kratzer)
Richtung des Kratzers

FIG. 37

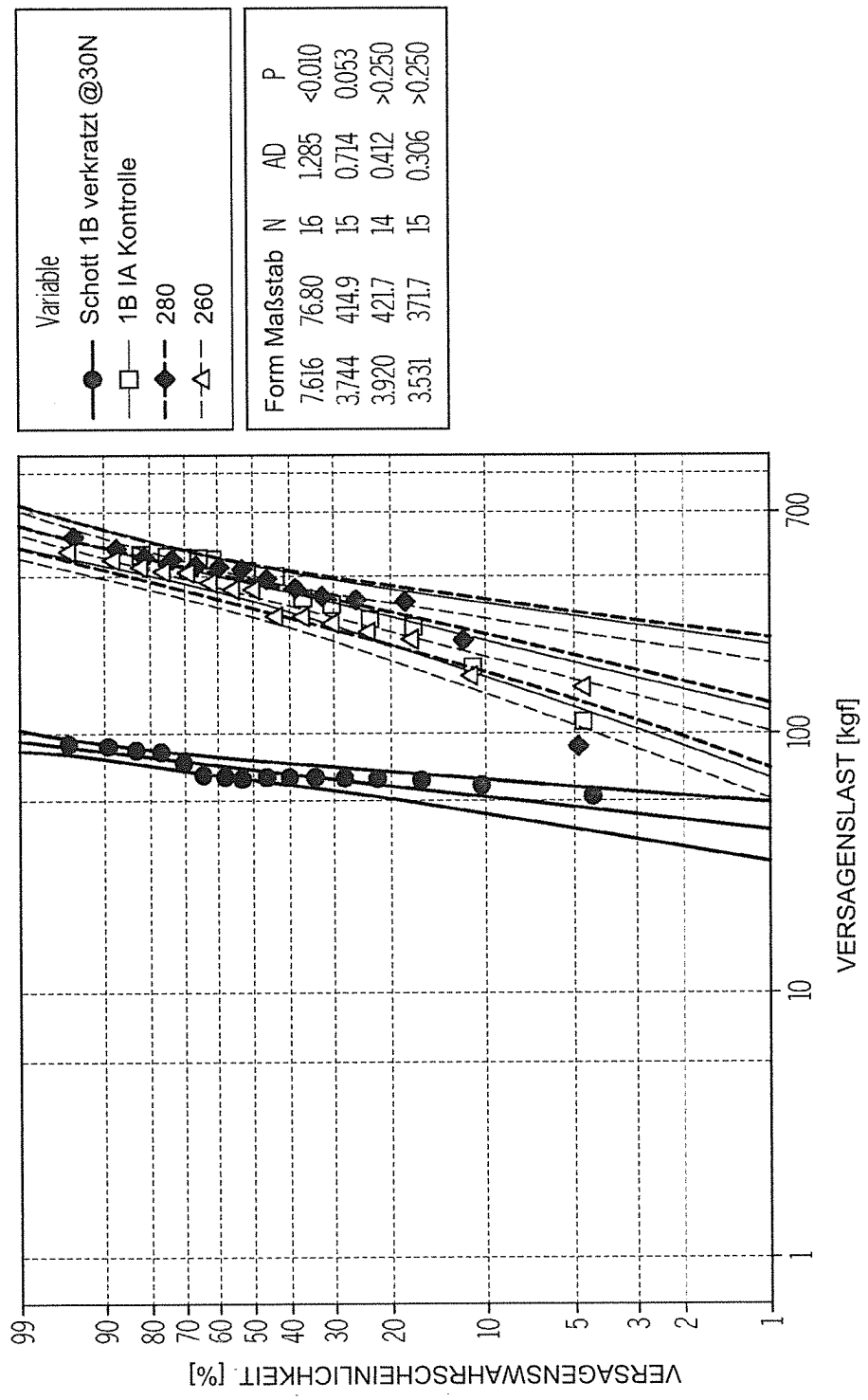

Variable
Schott 1B verkratzt @30N
1B IA Kontrolle
280
260
Form Maßstab N AD P
7.616 76.80 16 1.285 <0.010
3.744 414.9 15 0.714 0.053
3.920 421.7 14 0.412 >0.250
3.531 371.7 15 0.306 >0.250
VERSAGENSWAHRSCHEINLICHKEIT [%]
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
1
10
100
700
VERSAGENSLAST [kgf]

FIG. 38

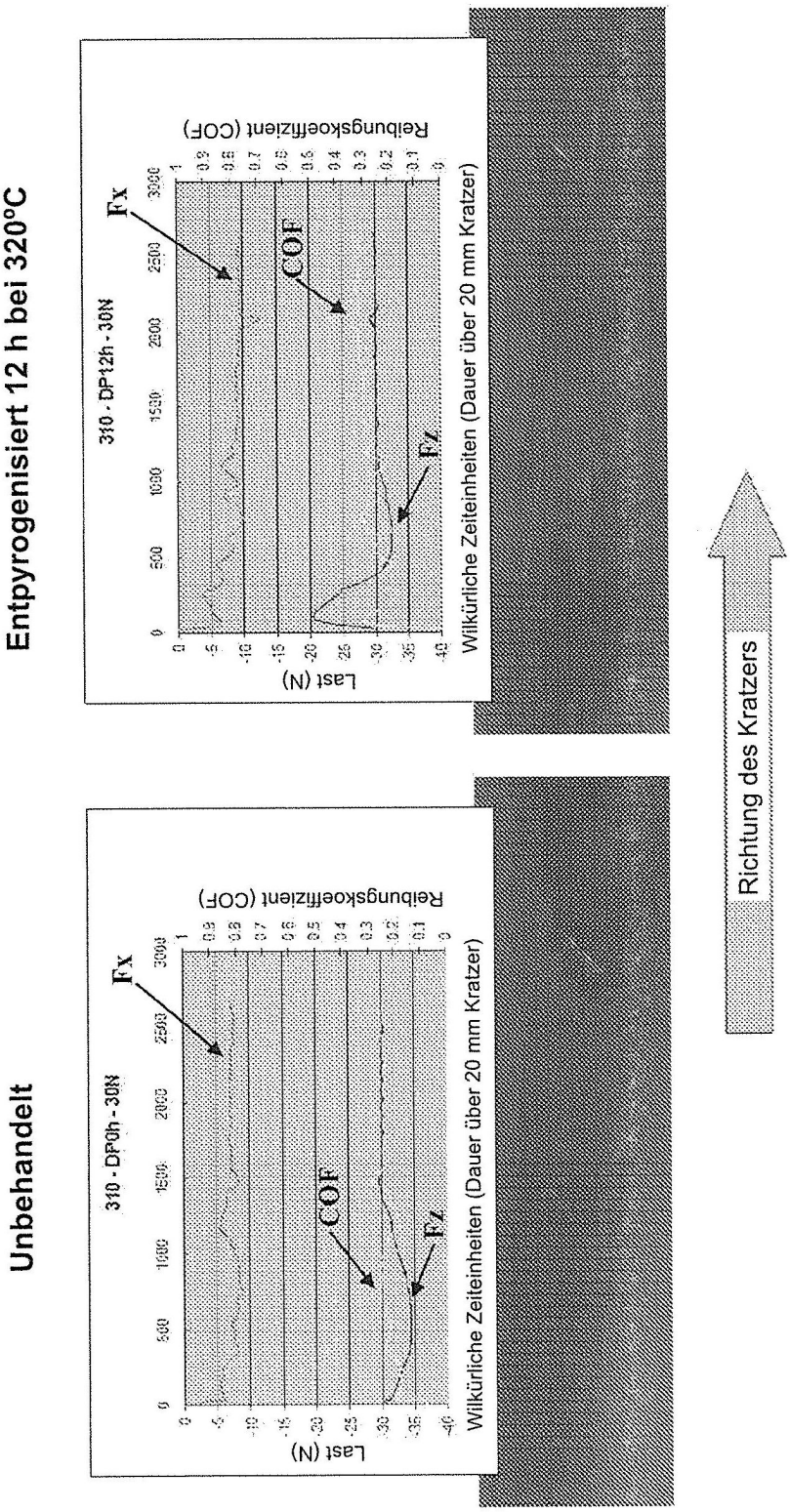
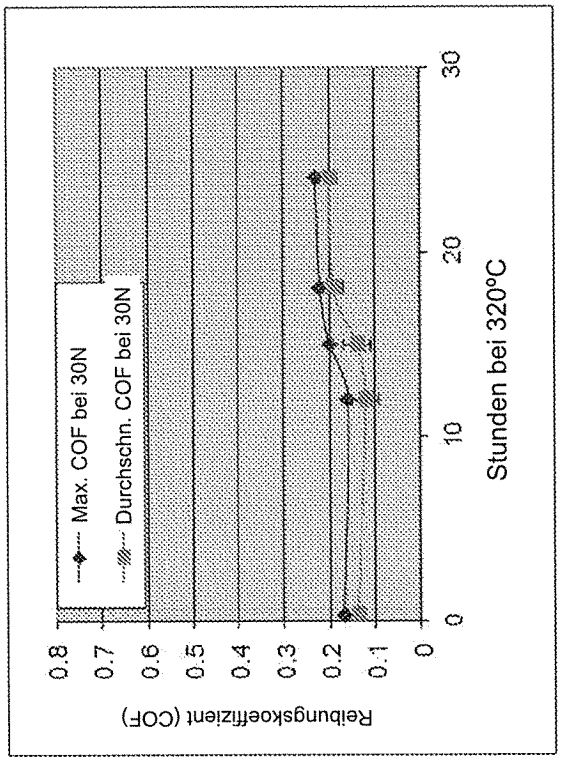

Entpyrogenisiert 12 h bei 320°C
Unbehandelt
310 - DP12h - 30N
310 - DP0h - 30N
Fx
Fz
COF
Last (N)
Reibungskoeffizient (COF)
Wilkürliche Zeiteinheiten (Dauer über 20 mm Kratzer)
Richtung des Kratzers

FIG. 39


Reibungskoeffizient (COF)
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
0
10
20
30
Stunden bei 320°C
Max. COF bei 30N
Durchschn. COF bei 30N

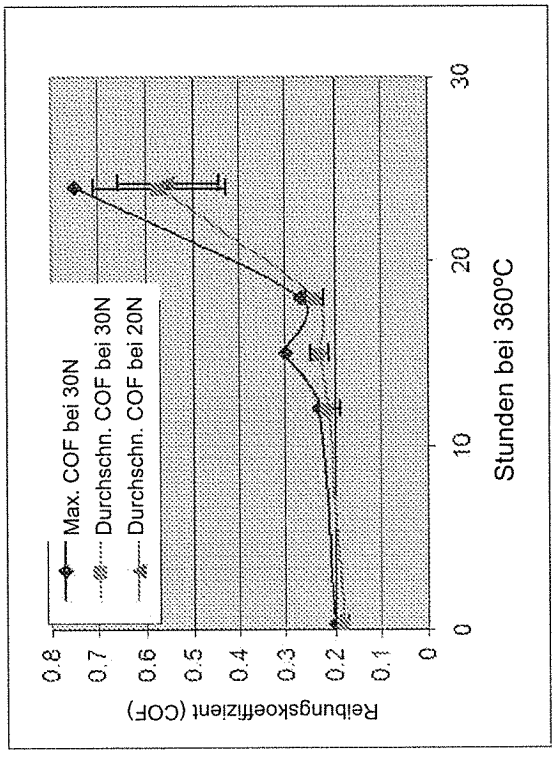

Reibungskoeffizient (COF)
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
0
10
20
30
Stunden bei 360°C
Max. COF bei 30N
Durchschn. COF bei 30N
Durchschn. COF bei 20N

FIG. 40

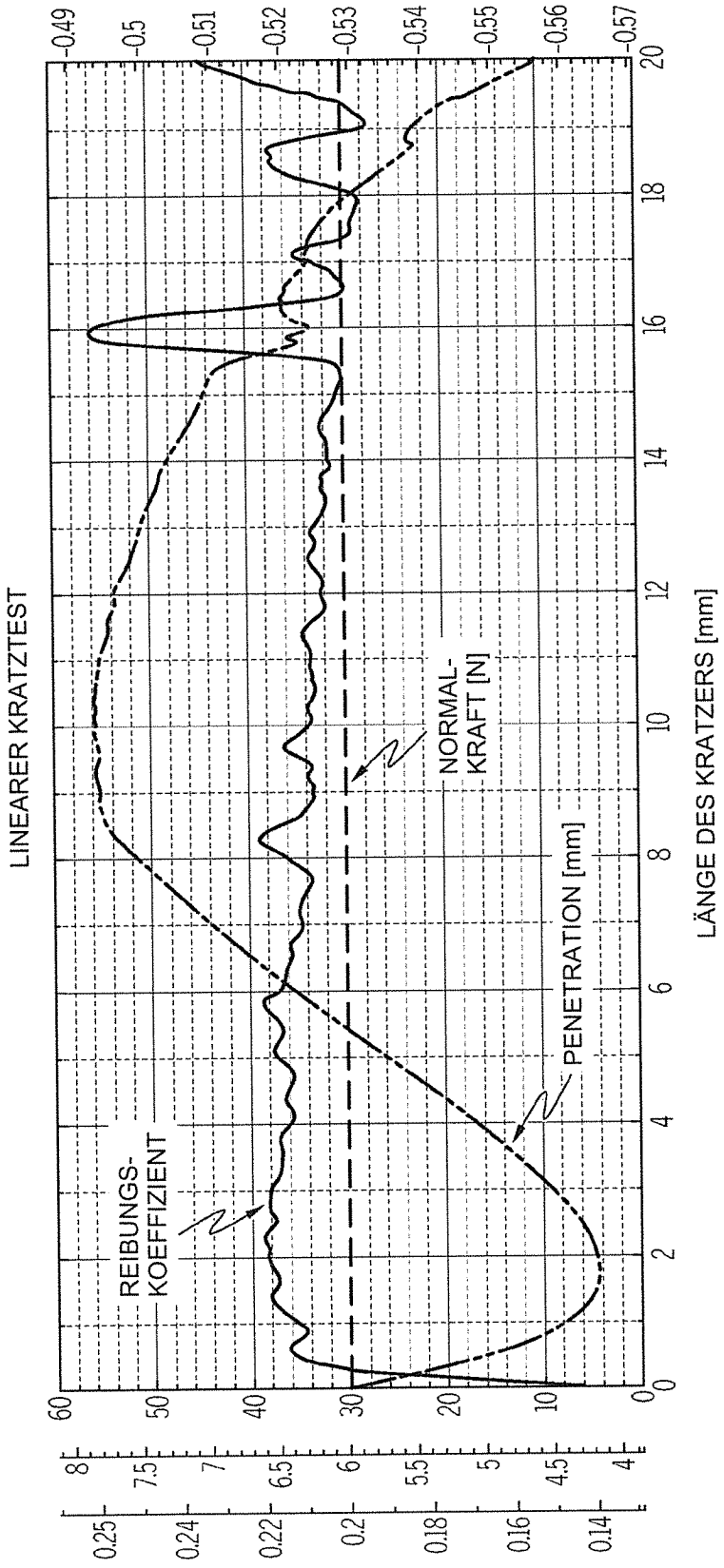

LINEARER KRATZTEST
REIBUNGS-
KOEFFIZIENT
NORMAL-
KRAFT [N]
PENETRATION [mm]
LÄNGE DES KRATZERS [mm]
-0.49
-0.5
-0.51
-0.52
-0.53
-0.54
-0.55
-0.56
-0.57
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
60
50
40
30
20
10
0
8
7.5
7
6.5
6
5.5
5
4.5
4
0.25
0.24
0.22
0.2
0.18
0.16
0.14

FIG. 41

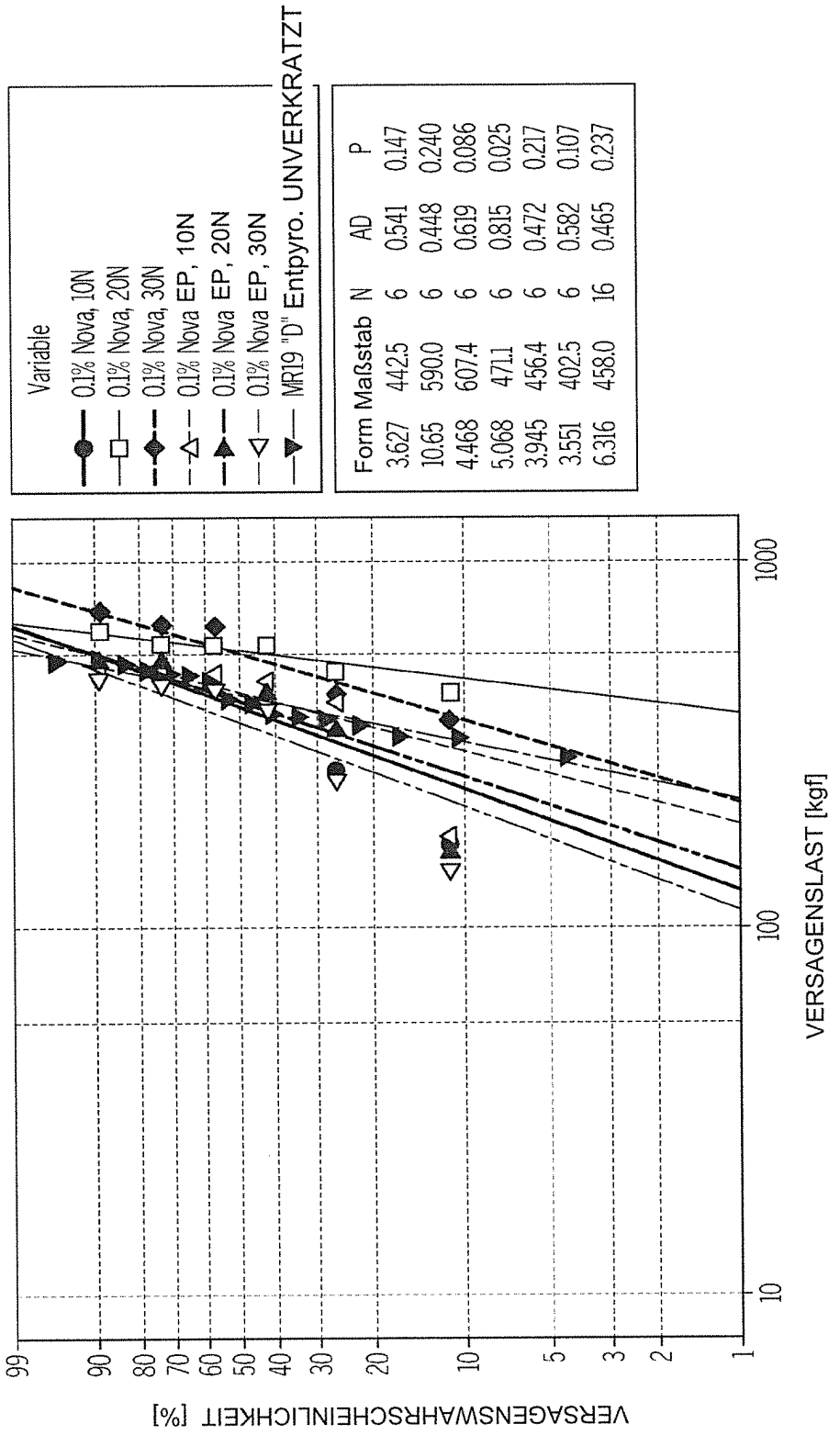

Variable
0.1% Nova, 10N
0.1% Nova, 20N
0.1% Nova, 30N
0.1% Nova EP, 10N
0.1% Nova EP, 20N
0.1% Nova EP, 30N
MR19 "D" Entpyro. UNVERKRATZT
Form Maßstab N AD P
3.627 442.5 6 0.541 0.147
10.65 590.0 6 0.448 0.240
4.468 607.4 6 0.619 0.086
5.068 471.1 6 0.815 0.025
3.945 456.4 6 0.472 0.217
3.551 402.5 6 0.582 0.107
6.316 458.0 16 0.465 0.237
VERSAGENSWAHRSCHEINLICHKEIT [%]
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
10
100
1000
VERSAGENSLAST [kgf]

FIG. 42

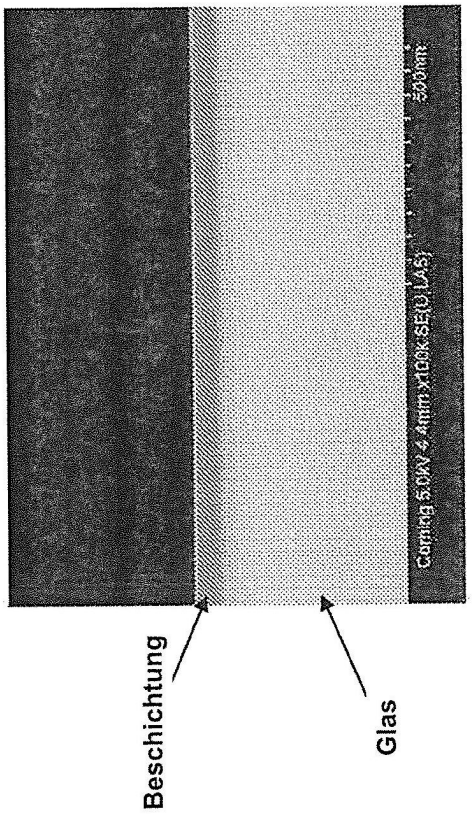


FIG. 44

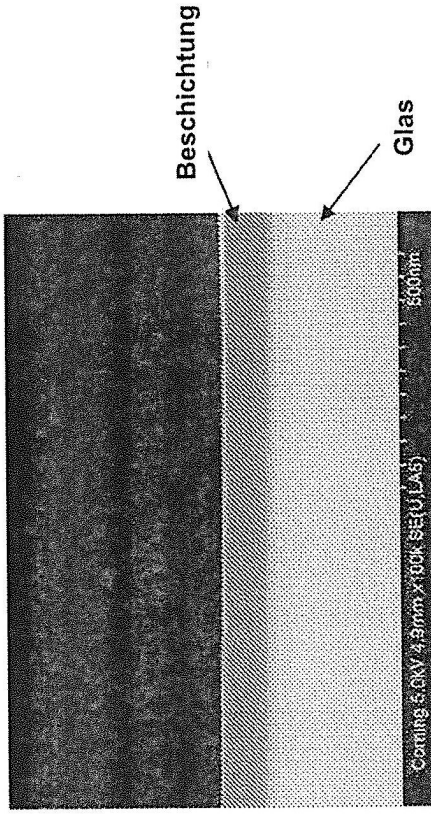


FIG. 43

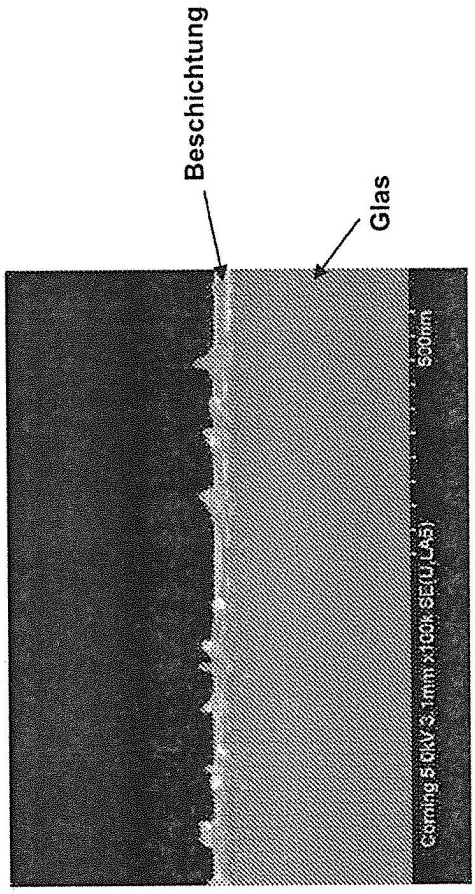


FIG. 45

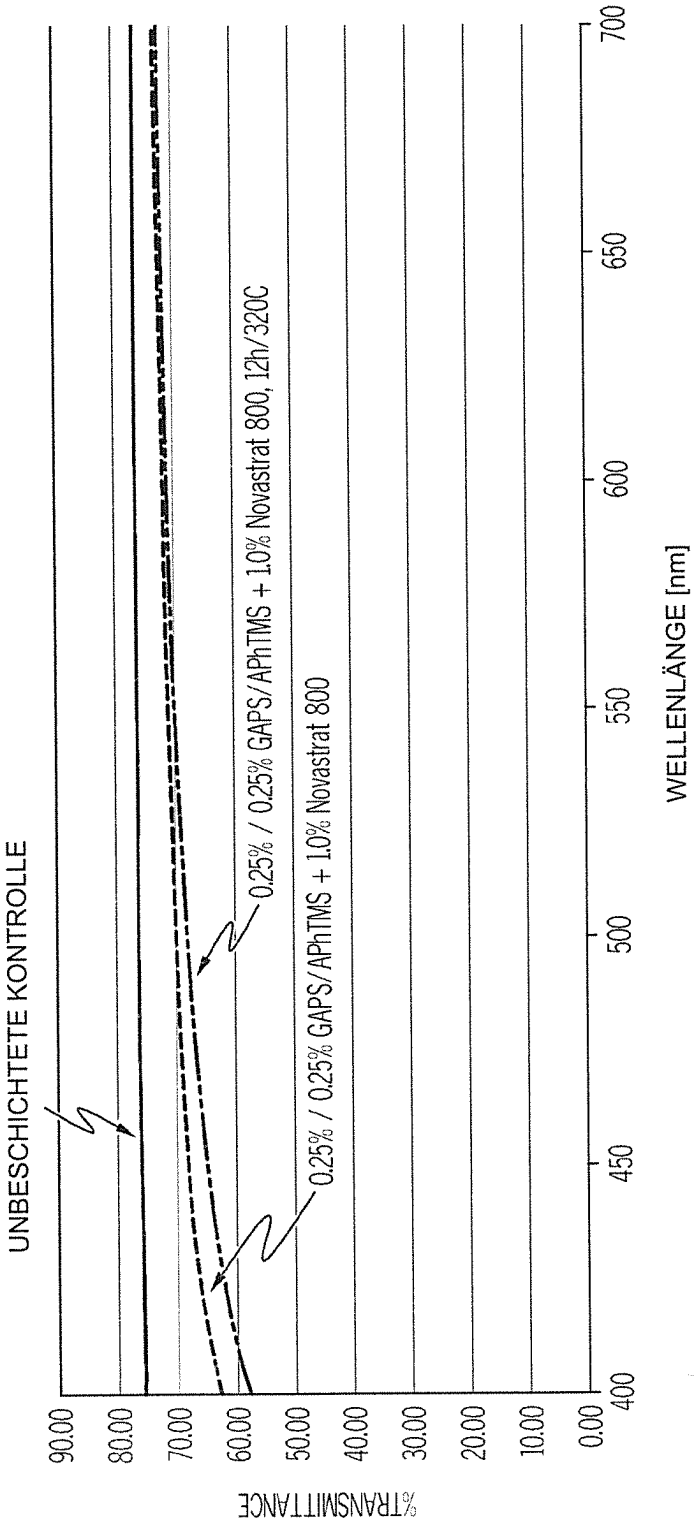

UNBESCHICHTETE KONTROLLE
0.25% / 0.25% GAPS/APhTMS + 1.0% Novastrat 800, 12h/320C
0.25% / 0.25% GAPS/APhTMS + 1.0% Novastrat 800
%TRANSMITTANCE
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00
400
450
500
550
600
650
700
WELLENLÄNGE [nm]

FIG. 46