

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6141969号  
(P6141969)

(45) 発行日 平成29年6月7日(2017.6.7)

(24) 登録日 平成29年5月12日(2017.5.12)

(51) Int.Cl.	F 1
B29C 43/12 (2006.01)	B29C 43/12
H01L 21/027 (2006.01)	H01L 21/30 502D
B29C 59/04 (2006.01)	B29C 59/04 Z
B29C 43/56 (2006.01)	B29C 43/56
B29C 43/18 (2006.01)	B29C 43/18

請求項の数 8 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2015-512106 (P2015-512106)
(86) (22) 出願日	平成25年5月14日 (2013.5.14)
(65) 公表番号	特表2015-522443 (P2015-522443A)
(43) 公表日	平成27年8月6日 (2015.8.6)
(86) 國際出願番号	PCT/FR2013/051048
(87) 國際公開番号	W02013/171420
(87) 國際公開日	平成25年11月21日 (2013.11.21)
審査請求日	平成28年4月14日 (2016.4.14)
(31) 優先権主張番号	1254373
(32) 優先日	平成24年5月14日 (2012.5.14)
(33) 優先権主張国	フランス (FR)

(73) 特許権者	500374146 サンゴバン グラス フランス フランス国、エフ-92400 クールブ ボワ、アベニュ ダルザス、18
(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康
(74) 代理人	100146466 弁理士 高橋 正俊

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】大面積を有する基板のテクスチャ加工方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

基板上にテクスチャを形成する方法であって、前記方法が：

前記基板上に変形可能層を堆積すること；

前記変形可能層を、子型のテクスチャ加工された面と接触させること；

前記コーティングされた基板及び前記子型を、不透過性材料から作られたハウチ内に導入すること；

前記ハウチ及び前記ハウチの内容物を、気密性容器に導入すること；

最大で0.5バールと等しい圧力に達するまで、前記容器から空気を排氣すること；

前記容器中に空気を再導入する前に、前記ハウチを密封すること；

前記密封されたハウチ及び前記ハウチの内容物を、オートクレーブ内に導入すること；

両端値を含む0.5～8バールの圧力及び両端値を含む25～400の温度を、15分間から数時間、適用すること；

前記ハウチを開くこと；次いで

前記基板及び前記子型を分離すること；

を含み、前記基板の面積が1m<sup>2</sup>であり、前記子型のテクスチャ加工された面が空気透過性であることを特徴とする、方法。

## 【請求項 2】

前記変形可能層が、熱架橋可能な材料から作られていることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

**【請求項 3】**

前記変形可能層が、熱可塑性ポリマー・マトリックスを含むことを特徴とする、請求項1に記載の方法。

**【請求項 4】**

前記変形可能層の前駆体が、ナノ粒子並びに / 又は有機分子及び / 若しくは孔形成分子を含むことを特徴とする、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

**【請求項 5】**

前記子型のテクスチャ加工された面が、ポリマー又はハイブリッド有機（ポリマー） / 無機材料から作られていること；及び、前記オートクレーブの温度を、前記ポリマー材料のガラス転移温度より高い温度まで連続して上昇させ、次いで前記ガラス転移温度より低い温度まで降下させるか、又はその逆の順で操作を行うこと；を特徴とする、請求項1～4の一項に記載の方法。10

**【請求項 6】**

光を抽出するか、誘導するか、又は光の方向を変えることを目的とする基板を得るための、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法の適用。

**【請求項 7】**

マイクロフルイディクス向けの基板を得るための、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法の適用。20

**【請求項 8】**

超疎水性又は超親水性基板を得るための、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法の適用。20

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、型（stamp）（又はマスク）から、基板の面上に堆積された層への、マイクロ-（5～100μm）、メソ-（1～5μm）及び / 又はナノ-スケールの（10～1000nm）パターンの転写（ナノインプリントリソグラフィー又はNIL）に基づく、（少なくとも約1m<sup>2</sup>の）大面積を有する基板のテクスチャ加工方法に関する。30

**【背景技術】****【0002】**

基板に型を押圧するために加圧された流体を使用することにより、機械プレスを使用して大きな基板をテクスチャ加工する際に通常みられる制約を、克服することができる。これらの制約は、本質的に、型及び基板における補正不能な平面性の欠陥に由来する。型及び基板が機械プレスの剛性プレートの間に置かれる際、平面性の欠陥により、型から基板に働く圧力にばらつきが生じ、その結果、転写されるパターンの深さにばらつきが生じる。型及び基板が接触せず、結果として、パターン転写が行われない領域が存在し得る。この現象の発生は、テクスチャ加工される領域が大きくなるにつれ増加する。流体により働く圧力が均衡であるかぎり、機械プレスの使用において見られる力の平衡の問題は、生じなくなる。このため、現在、NILインプリントの分野において、上述の方法が好ましい技術となっている。圧力は型の全領域に渡って均一に印加され、それにより、層を均一に変形することができる。40

**【0003】**

型及び / 又は基板に流体の圧力を伝えるために、種々の方法を使用し得る。例えば、流体の圧力または接触面に沿って配置された開口部を介して加圧された流体の流れを再転写（retranscribe）する圧力容器または柔軟性膜が用いられ得る。

**【0004】**

しかしながら、この技術は、当初マイクロエレクトロニクス産業のために開発され、今もそうであるため、グレージング製品のために構成されてはいない：

使用される方法は概して、この使用に専用の特定の装置を必要とし；

大面積の基板でも、グレージング製品の規模（数メートル四方）に対して、依然として50

小さく；及び

コーティングされた基板と型を接触させることが重要であり、特定の技術を必要とする。

**【発明の概要】**

**【課題を解決するための手段】**

**【0005】**

本発明者らは、ガラス産業に適合する方法を開発すること、及び、完全に規則的な深さを有し、かつ数十～数百ナノメートルの大きさのパターンから作られたテクスチャの、例えば、大面積の基板上への作成を可能にすることを、目標とした。

**【0006】**

したがって、この目的は、基板上にテクスチャを形成する方法であって、前記方法が：前記基板上に変形可能層を堆積すること；

前記変形可能層を、子型 (daughter stamp) のテクスチャ加工された面と接触させること；

前記コーティングされた基板及び前記子型を、不透過性材料から作られたパウチ内に導入すること；

前記パウチ及び前記パウチの内容物を、気密性容器に導入すること；

最大で 0.5 バールと等しい圧力に達するまで、前記容器から空気を排氣することであつて、前記圧力は、最大で 5 ミリバールと等しい値まで減圧され得る；

前記容器中に空気を再導入する前に、前記パウチを密封すること；

前記密封されたパウチ及び前記パウチの内容物を、オートクレーブ内に導入すること；両端値を含む 0.5 ~ 8 バールの圧力及び両端値を含む 25 ~ 400 の温度を、15 分間から数時間、適用すること；

前記パウチを開くこと；次いで

前記基板及び前記子型を分離すること；

を含むことを特徴とする、方法に関する本発明により、達成された。

**【0007】**

本発明に従って形成されたテクスチャは、両端値を含む 10 nm ~ 100 μm の寸法（谷の深さ、山の高さ、山の幅 / 直径、谷の幅等）を有し、数センチメートルの高さに及ぶ、 $10 \mu m \times 10 \mu m \times 4 cm$  の「壁」さえ有する。

**【0008】**

この方法を用いて、少なくとも約 1 平方メートルの領域上に、より詳細には  $3 m \times 6 m$  の大きさである、フルフロート幅 (full float width) (FFW) シート（「フルフロート幅」を意味するフランス語の表現「pleine largeur float」に由来する、PLF シートとしても知られる）と呼ばれるガラスシートほど大きなサイズの領域上にさえ、テクスチャを形成することが可能である。

**【0009】**

基板上に変形可能層を堆積するために使用する堆積方法は限定されない。湿式堆積法（ラミナーフローコーティング、スプレーコーティング、ディップコーティング、スピンドルコーティング）が使用される。ラミナーフローコーティングにおいて、変形可能層の液体前駆体は、静止状態にて、スロット中に浮遊するメニスカスを形成し、該液体前駆体は、このスロットを基板上横方向に移動させることにより該スロットから抽出される。

**【0010】**

子型 (daughter stamp) は、型の材料を親型 (master mold) 中で成形することにより得られるため、そう呼ばれる。子型のテクスチャ加工される材料はポリマーであってもよい。

**【0011】**

パウチの材料は空気不透過性である。

**【0012】**

容器の空気を、最大で圧力が 0.5 バールと等しくなるまで、又は、5 ミリバール、2

10

20

30

40

50

ミリバール又は1ミリバール（順が後になるほどより好ましい）に達するまで排気する。例えば、チャンバーの空気を15分間、圧力が約0.5ミリバールに達するまで排気する。容器内に空気を再導入する前に、パウチを密封する。

#### 【0013】

次いで密封したパウチを、両端値を含む0.5～8バールの圧力及び両端値を含む25～400の温度の適用を可能にする、オートクレーブ内に置く。15分間～数時間、オートクレーブ処理を継続してもよい。変形可能層の性質に応じて、これらのパラメータを調節しなければならない。ここで、目的は、最初に変形可能である層、特にゾルゲル層を、変形不能にするために架橋する間に、該層に対して子型を押圧することである。このようにして、子型の面に刻み込まれたパターンが、基板上に堆積された層にプリントされ、固定される。圧力が流体から型へ伝えられる場合、密封工程及び空気を排気する工程が必要となる。

10

#### 【0014】

オートクレーブからパウチを取り出したら、パウチを開封する前に穴をあけ、子型を基板の面から取り除く。次いで、層を高密度化し、結晶化して(TiO<sub>2</sub>、ZnO)その機械的特性を向上させ、及び／又はその面の親水性／疎水性を調節するために、層を新たな熱処理に付してもよい。

#### 【0015】

本発明の方法は、いかなる特定の装置（パウチ及びオートクレーブ内に配置するためのシステム）をも必要としない。本方法は、ガラス産業において一般に使用される装置、特に、フロントガラスを積層するため、又はさらには、例えばサンゴバンガラス社（Saint-Gobain Glass）からPrivalite（登録商標）の登録商標で販売されている種類の、液晶フィルムを組み込んだ積層ユニットなどの、工業用グレージングユニットを製造するために使用される装置と適合する。

20

#### 【0016】

工業製造ラインで利用可能な、開発済みの工具のみを使用する限りにおいて、この方法は、容易に工業化可能であり、かつ大型のグレージングユニットの加工に適合すると思われる。

#### 【0017】

本方法は、テクスチャ加工されたポリマーシート（特にロールツーロールで製造された）などの、低成本の型の使用に適合する。本方法を実施する間に破壊されない限り、型は何度も再利用し得る。

30

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0018】

本発明の方法の好ましい特長によれば：

前記変形可能層は、熱架橋可能な材料、特にゾルゲル材料から作られ；ガラスシートの焼き戻しプロセス（基板の形成）に耐え得る、高含有量の無機物を有する層をもたらす優位性を有し；シリカ、酸化チタン、亜鉛及びアルミニウム単独、又はそれらのうちいくつかの混合物を挙げることができ；シリカゾルは、ゾルゲル前駆体、好ましくはメチルエトキシシランの加水分解により、有利に得られ；前記プロセスの間、前記層が変形可能なままであるように、前記ゾルゲル溶液が生成される条件を調節することが重要であり；

40

前記変形可能層は、熱可塑性ポリマー・トリックスを含み；ポリメチルメタクリレート(PMMA)、ポリスチレン(PS)、ポリカーボネート(PC)、ポリ塩化ビニル(PVC)、ポリアミド(PA)、ポリエチレン(PE)及びポリプロピレン(PP)を、単独、それらのうちいくつかのブレンド、又はそれらのうちいくつかのコポリマーを挙げることができ；

前記変形可能層の前駆体は、ナノ粒子、例えば（特に、光触媒性の）TiO<sub>2</sub>ナノ粒子又は発光ナノ粒子、例えばCdSe又はCdSナノ粒子、並びに／又は有機分子及び／若しくは孔形成分子、例えばラテックス、PMMA、PS及び界面活性剤を含み、そのうちある特定のものを、最終層の生成前に除去することが意図されていてもよく；耐熱性及び

50

機械的強度（例えば耐衝撃性）を向上させるため、又はテクスチャ加工された層の光学特性を調節するため、又は機能を付与するための、熱可塑性ポリマーマトリックスへの無機成分（ナノ粒子）の組み込みを挙げることができ；

前記子型の前記テクスチャ加工された面は空気透過性であり；したがって、密封工程において前記型及び層を接触させる際に、コーティングされた基板と前記型の間に気泡が入ることを予防するために、特別の予防措置を講じる必要はなく；それはエラストマー（例えば P D M S、E V A 又はエポキシ）、ガラス質のポリマー又はコポリマーから形成されてもよく；並びに

前記子型のテクスチャ加工された面は、ポリマー又はハイブリッド有機（ポリマー）／無機材料から作られ；及び、前記オートクレーブの温度を、前記ポリマー材料のガラス転移温度より高い温度まで連続して上昇させ、次いで前記ガラス転移温度より低い温度まで下降させるか、又はその逆の順で操作を行い；この特徴により、前記型の機械的拳動を正確に制御すること、及び前記型と前記コーティングされた基板との接触を最適化することが、可能になる。

#### 【0019】

本発明はまた：

上述されるような方法により得られる、テクスチャ加工された層でコーティングされたガラス基板を備える透明アセンブリであって；前記ガラスが、より詳細には、ソーダライムシリカフロートガラスなどのミネラルガラスである、透明アセンブリ；

光を抽出するか、誘導するか、又は光の方向を変えることを目的とする基板を得るための、上述されるような方法の適用であって；例えば、光起電技術、昼光照明（グレージングユニットの好適なテクスチャ加工により、部屋の天井に向けて太陽光の方向を変えること）、O L E D 及び偏光子からの光抽出の分野への適用；

マイクロフルイディクス向けの基板を得るための、上述されるような方法の適用；並びに

超疎水性又は超親水性基板を得るための、上述されるような方法の適用であって；超疎水性基板が、特に、前記テクスチャ加工された層をゾルゲルのオーバーレイヤーで被覆することにより作成され得、例えばフルオロシラン、特に公知のパーフルオロアルキルアルキル・トリアルコキシシラン前駆体などの疎水性物質から形成されるものなどであり；前記オーバーレイヤーが、有利なことに非常に薄く、数ナノメートル未満の厚さを有し、それゆえ、時に「単分子性」と呼ばれるものであり、そのため、下にあるテクスチャの構造を実際に変化させない、適用；

に関する。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0020】

本発明は、以下の実施例により例示される：

【図1】以下の実施例1で使用されたP E Tの子型のテクスチャを示す、走査型電子顕微鏡画像である。

【図2 a】以下の実施例1で得た、エンボス加工された試料の走査型電子顕微鏡画像であり、エンボス加工面に対して、上から見た図（a）である。

【図2 b】以下の実施例1で得た、エンボス加工された試料の走査型電子顕微鏡画像であり、エンボス加工面の横断面（b）である。

#### 【実施例】

#### 【0021】

（実施例1）マイクロメートルサイズの半球の周期的配列の、シリカゾルゲル層への転写

45 / 55 の質量比を有する、メチルトリエトキシシラン（シグマアルドリッヂ社（Sigma - Aldrich）が販売）／酢酸（Prolabo）の混合物から、シリカゾルを調製する。溶液を室温で12時間攪拌する。

#### 【0022】

10

20

30

40

50

干渉リソグラフィー法により得た半球の周期的配列を鋳型として使用して、P D M S の型を作成する。半球の直径は  $3 \mu\text{m}$  であり、それらの周期は  $5.5 \mu\text{m}$  である。ダウコーニング社 (Dow Corning) が販売する Sylgard (登録商標) 184 Silicione Elastomer Kit の 2 つの成分 (エラストマー / 触媒) の 10 : 1 混合物を、鋳型に注ぎ入れ、残留気泡を真空下で排気し、次いで 80 度 4 時間、エラストマーを架橋することにより、成形を達成する。

【0023】

Planilux (登録商標) の登録商標でサンゴバンガラス社 (Saint-Gobain Glass) が販売するガラス製の、厚さ  $2 \text{ mm}$ 、 $10 \times 10 \text{ cm}^2$  の基板の、予め Cerox (登録商標) 研磨粉で清浄した面上に、ゾルをスピンドルティング ( $2000 \text{ rpm}$ 、1 分間) により堆積させる。該層を 50 度 5 分間、乾燥する。  
10

【0024】

堆積後、P D M S 型のテクスチャ加工された面を、シリカゾルゲル層と接触させる。該層とマスク間の接触を損ない得る気泡を除去するために、試料を密封パウチに入れ、0.5 ミリバールの圧力に達するまで排気した、気密性容器内に設置する。20 分後、パウチをヒートシールする。

【0025】

次いで試料をオートクレーブ内に置き、110 度までの温度上昇、及び 1.75 バールまでの圧力上昇に、同時にさらす (20 度 5 分間、5 分間で 60 度まで昇温、60 度 10 分間維持、5 分間で 110 度まで昇温、110 度で 20 分間維持、及び 15 分間で 35 度まで降温 ; 5 分間で 0 から 1.75 バールまで昇圧、1.75 バールで 40 分間維持、15 分間で 0 バールまで降圧)。オートクレーブから取り出した後、試料を冷却して脱型する。  
20

【0026】

シリカゾルゲル層へのパターンの転写は、AFM により特徴づけられる。半球の六角形配列が再現される。得られるパターンは前記型により得られるものと類似しており、幅  $3 \mu\text{m}$ 、高さ  $1.5 \mu\text{m}$ 、及び周期  $5.5 \mu\text{m}$  である。

【0027】

(実施例 2) ミクロンサイズの半球の周期的配列の、ポリメチルメタクリレート層への転写  
30

平均分子量  $M_w = 120,000$  の、 $20 \text{ g}$  のポリメチルメタクリレート (PMMA) 粉末 (シグマアルドリッヂ社 (Sigma-Aldrich)) を、 $180 \text{ g}$  の MEK (Prolabo) と混合することにより、メチルエチルケトン (MEK) 中の 10% PMMA 溶液を調製する。

【0028】

干渉リソグラフィー法により得た半球の周期的配列を鋳型として使用して、P D M S の型を作成する。半球の直径は  $3 \mu\text{m}$  であり、それらの周期は  $5.5 \mu\text{m}$  である。ダウコーニング社 (Dow Corning) が販売する Sylgard (登録商標) 184 Silicione Elastomer Kit の 2 つの成分 (エラストマー / 触媒) の 10 : 1 混合物を、鋳型に注ぎ入れ、残留気泡を真空下で排気し、次いで 80 度 4 時間、エラストマーを架橋することにより、成形を達成する。  
40

【0029】

Planilux (登録商標) の登録商標でサンゴバンガラス社 (Saint-Gobain Glass) が販売するガラス製の、厚さ  $2 \text{ mm}$ 、 $10 \times 10 \text{ cm}^2$  の基板の、予め Cerox (登録商標) 研磨粉で清浄した面上に、PMMA 溶液を、スピンドルティング ( $2000 \text{ rpm}$ 、1 分間) により堆積させる。

【0030】

堆積後、P D M S 型のテクスチャ加工された面を、PMMA 層と接触させる。層とマスク間の接触を損ない得る気泡を除去するために、試料を密封パウチに入れ、0.5 ミリバールの圧力に達するまで排気した、気密性容器内に設置する。望ましい圧力に達したら、  
50

ハウチをヒートシールする。

**【0031】**

次いで試料をオートクレープ内に置き、圧力及び温度の上昇にさらす(20で5分間維持、10分間で168まで昇温、168で15分間維持、及び30分間で40まで降温；5分間で0から1バールまで昇圧、1バールで10分間維持、5分間で3バールまで昇圧、3バールで30分間維持、10分間で0バールまで降圧)。

**【0032】**

PMMA層へのパターンの転写は、AFMにより特徴づけられる。半球の六角形配列が再現される。得られるパターンは、前記型により得られるものと類似しており、幅3μm、高さ1.5μm、及び周期5.5μmである。

10

**【0033】**

(実施例3) ミクロンサイズの半球の周期的配列の、ハイブリッドポリメチルメタクリレート/SiO<sub>2</sub>層への転写

平均分子量Mw = 120,000の、20gのポリメチルメタクリレート(PMMA)粉末(シグマアルドリッヂ社(Sigma-Aldrich))を、180gのMEK(Prolabo)と混合することにより、メチルエチルケトン(MEK)中の10%PMMA溶液を調製する。MEK中のシリカナノ粒子(日産化学工業株式会社(Nissan Chemical))の懸濁液を、20重量%の量のPMMA溶液に添加する。混合物を、10分間の磁気攪拌により均質化する。

**【0034】**

20

干渉リソグラフィー法により得た半球の周期的配列を鋳型として使用して、PDMSの型を作成する。半球の直径は3μmであり、それらの周期は5.5μmである。ダウコーニング社(Dow Corning)が販売するSylgard(登録商標)184Silicone Elastomer Kitの2つの成分(エラストマー/触媒)の10:1混合物を、鋳型に注ぎ入れ、残留気泡を真空下で排気し、次いで80で4時間、エラストマーを架橋することにより、成形を達成する。

**【0035】**

Planilux(登録商標)の登録商標でサンゴバンガラス社(Saint-Gobain Glass)が販売するガラス製の、厚さ2mm、10×10cm<sup>2</sup>の基板の、予めCerrox(登録商標)研磨粉で清浄した面上に、シリカ粒子及びPMMAの溶液を、スピンドルティング(2000rpm、1分間)により堆積させる。

30

**【0036】**

堆積後、PDMS型のテクスチャ加工された面を、ハイブリッドPMMA/SiO<sub>2</sub>層と接触させる。層とマスク間の接触を損ない得る気泡を除去するために、試料を密封ハウチに入れ、0.5ミリバールの圧力に達するまで排気した、気密性容器内に設置する。望ましい圧力に達したら、ハウチをヒートシールする。

**【0037】**

次いで試料をオートクレープ内に置き、圧力及び温度の上昇にさらす(20で5分間維持、10分間で168まで昇温、168で15分間維持、30分間で40まで降温；5分間で0から1バールまで昇圧、1バールで10分間維持、5分間で3バールまで昇圧、3バールで30分間維持、及び10分間で0バールまで降圧)。

40

**【0038】**

PMMA層へのパターンの転写は、AFMにより特徴づけられる。半球の六角形配列が再現される。得られるパターンは、前記型により得られるものと類似しており、幅3μm、高さ1.5μm、及び周期5.5μmである。

**【0039】**

(実施例4) ナノスケールのパッドの半周期的配列の、シリカゾルゲル層への転写  
メチルトリエトキシシラン(シグマアルドリッヂ社(Sigma-Aldrich)が販売)及びpH = 2の塩酸溶液の50/50重量の混合物から、シリカゾルを調製した。溶液を、室温で2時間攪拌した。

50

## 【0040】

e - ビームリソグラフィー法と「ステップ・アンド・リピート」法との組み合わせにより得たパッドの、ほぼ周期的な配列を鋳型として使用して、P D M Sの型を作製した。パッドは $1.2\text{ }\mu\text{m}$ の長さ、 $200\text{ nm}$ 又は $400\text{ nm}$ の幅、及び $350\text{ nm}$ の高さを有する。ダウコーニング社 (Dow Corning) が販売するSylgard (登録商標) 184 Silicone Elastomer Kitの2つの成分 (エラストマー / 触媒) の $10:1$ 混合物を、鋳型に注ぎ入れ、残留気泡を真空下で排気し、次いで80度4時間、エラストマーを架橋することにより、成形を達成する。

## 【0041】

Planilux (登録商標) の登録商標でサンゴバンガラス社 (Saint-Gobain Glass) が販売するガラス製の、厚さ $2\text{ mm}$ 、 $10 \times 10\text{ cm}^2$ の基板の、予めCerrox (登録商標) 研磨粉で清浄した面上に、シリカゾルを、スピンドル (2000 rpm、1分間) により堆積させる。該層を $50$ で5分間、乾燥する。10

## 【0042】

堆積後、P D M S型のテクスチャ加工された面を、シリカゾルゲル層と接触させる。層とマスクとの間の接触を損ない得る気泡を除去するために、試料を密封パウチに入れ、 $0.5\text{ ミリバール}$ の圧力に達するまで排気した、気密性容器内に設置する。望ましい圧力に達したら、パウチをヒートシールする。

## 【0043】

次いで試料をオートクレーブ内に置き、圧力及び温度の上昇サイクルに付す (5分間で $20$ から $60$ まで昇温、 $60$ で5分間維持、5分間で $130$ まで昇温、 $130$ で25分間維持、20分間で $40$ まで降温；5分間で $0$ から $2.5\text{ バール}$ まで昇圧、 $2.5\text{ バール}$ で35分間維持、20分間で $0\text{ バール}$ まで降圧)。20

## 【0044】

シリカゾルゲル層へのパターンの転写は、AFMにより特徴づけられる。変動周期を特徴とする、パッドの配列が再現される。得られるパターンは、前記型により得られるものと類似している。幅 $200\text{ nm}$ 及び $400\text{ nm}$ のパッドが再現され、それらの長さは $1.2\text{ }\mu\text{m}$ 、高さは $350\text{ nm}$ である。

## 【0045】

(実施例5) P E Tの型を使用した、線の半周期的配列の、シリカ層への転写30  
メチルトリエトキシシラン (シグマアルドリッヂ社 (Sigma-Aldrich) が販売) 及びpH = 2の塩酸溶液の $50/50$ 重量の混合物から、シリカゾルを調製した。溶液を、室温で2時間攪拌した。

## 【0046】

使用する子型は、P E Tポリマーフィルム上にコーティングを堆積し、次いでロールツーロール法によりテクスチャ加工したものである。ポリマーフィルムは、約 $10 \times 10\text{ cm}^2$ のフォーマットを有する (図1)。これらのフィルムのパターンは、P E Tの透明性を保持しつつ、「昼光照明」の特性 (天井に向けて太陽光の方向を変えること) をポリマーフィルムに付与する目的で、規定される。パターンは、幅 $200\text{ nm}$ 、深さ $350\text{ nm}$  (縦横比 =  $1.75$ ) 及び周期 $400\text{ nm}$ の、線の配列から作られる。回析効果を低減するため、構造の周期性に、ある量のノイズを導入する (図1)。40

## 【0047】

P E Tフィルムの面を、アルコールにより、及び粘着性ローラー (テクネック社 (Teknek) が販売) を使用して完全に清浄し、いかなる微量の粉塵をも除去した。

## 【0048】

Planilux (登録商標) の登録商標でサンゴバンガラス社 (Saint-Gobain Glass) が販売するガラス製の、厚さ $2\text{ mm}$ 、 $10 \times 10\text{ cm}^2$ の基板の、予めCerrox (登録商標) 研磨粉で清浄した面上に、シリカゾルを、スピンドル (2000 rpm、1分間) により堆積させる。該層を $50$ で5分間、乾燥する。

## 【0049】

堆積後、P E T型のテクスチャ加工された面を、シリカゾルゲル層と接触させる。層とマスク間の接触を損ない得る気泡を除去するために、試料を密封パウチに入れ、0.5ミリバールの圧力に達するまで排気した、気密性容器内に設置する。望ましい圧力に達したら、パウチをヒートシールする。

#### 【0050】

次いで試料をオートクレーブ内に置き、圧力及び温度の上昇サイクルに付す（5分間で20から60まで昇温、60で5分間維持、5分間で110まで昇温、110で25分間維持、20分間で40まで降温；5分間で0から2バールまで昇圧、2バールで35分間維持、20分間で0バールまで降圧）。

#### 【0051】

シリカゾルゲル層へのパターンの転写は、走査型電子顕微鏡により特徴づけられる。ほぼ周期的な線の配列が、400nmの周期で再現される。得られるパターンは、前記型により得られるものと類似しており、幅200nm及び高さ400nmである。

本発明の態様としては、以下を挙げることができる：

#### 《態様1》

基板上にテクスチャを形成する方法であって、前記方法が：

前記基板上に変形可能層を堆積すること；

前記変形可能層を、子型のテクスチャ加工された面と接触させること；

前記コーティングされた基板及び前記子型を、不透過性材料から作られたパウチ内に導入すること；

前記パウチ及び前記パウチの内容物を、気密性容器に導入すること；

最大で0.5バールと等しい圧力に達するまで、前記容器から空気を排気すること；

前記容器中に空気を再導入する前に、前記パウチを密封すること；

前記密封されたパウチ及び前記パウチの内容物を、オートクレーブ内に導入すること；

両端値を含む0.5～8バールの圧力及び両端値を含む25～400の温度を、15分間から数時間、適用すること；

前記パウチを開くこと；次いで

前記基板及び前記子型を分離すること；

を含むことを特徴とする、方法。

#### 《態様2》

前記変形可能層が、熱架橋可能な材料から作られていることを特徴とする、態様1に記載の方法。

#### 《態様3》

前記変形可能層が、熱可塑性ポリマーマトリックスを含むことを特徴とする、態様1に記載の方法。

#### 《態様4》

前記変形可能層の前駆体が、ナノ粒子並びに／又は有機分子及び／若しくは孔形成分子を含むことを特徴とする、態様1～3のいずれか一つに記載の方法。

#### 《態様5》

前記子型のテクスチャ加工された面が、空気透過性であることを特徴とする、態様1～4のいずれか一つに記載の方法。

#### 《態様6》

前記子型のテクスチャ加工された面が、ポリマー又はハイブリッド有機（ポリマー）／無機材料から作られていること；及び、前記オートクレーブの温度を、前記ポリマー材料のガラス転移温度より高い温度まで連続して上昇させ、次いで前記ガラス転移温度より低い温度まで降下させるか、又はその逆の順で操作を行うこと；を特徴とする、態様1～5の一つに記載の方法。

#### 《態様7》

光を抽出するか、誘導するか、又は光の方向を変えることを目的とする基板を得るために、態様1～6のいずれか一つに記載の方法の適用。

10

20

30

40

50

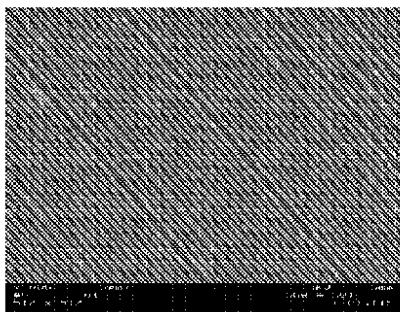
《 態様 8 》

マイクロフルイディクス向けの基板を得るための、態様 1 ~ 6 のいずれか一つに記載の方法の適用。

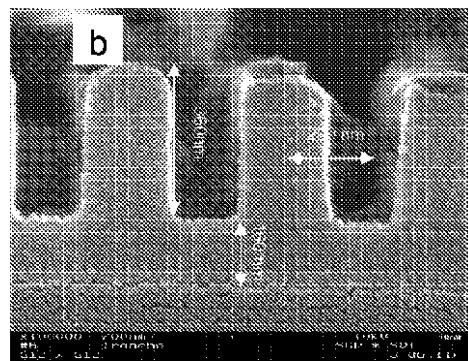
《 態様 9 》

超疎水性又は超親水性基板を得るための、態様 1 ~ 6 のいずれか一つに記載の方法の適用。

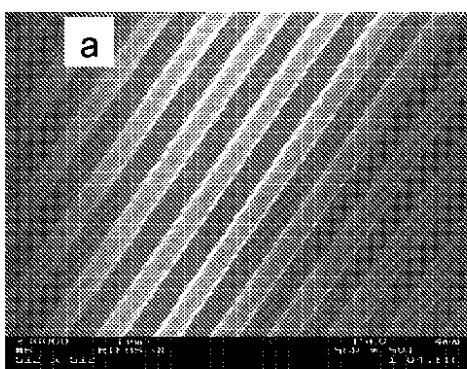
【図 1】

Figure 1

【図 2 b】



【図 2 a】



---

フロントページの続き

(74)代理人 100160543

弁理士 河野上 正晴

(72)発明者 ニコラ シュマン

フランス国, エフ - 9 2 2 2 0 バニー, リュ ドゥ ラ ピーブル 1 1

(72)発明者 ジエレミー テセール

フランス国, エフ - 9 2 1 6 0 アントニー, リュ ドゥ シャトネ フランドル 2 4 9

(72)発明者 エリン ゾンデルガルト

フランス国, エフ - 9 4 2 3 0 カシャン, リュ カミーユ デムーラン 1 7 セ

審査官 高 橋 理絵

(56)参考文献 特表2 0 0 4 - 5 0 4 7 1 8 (JP, A)

特表2 0 0 9 - 5 1 7 3 1 0 (JP, A)

特表2 0 0 8 - 5 0 7 1 1 4 (JP, A)

特表2 0 0 7 - 5 0 3 1 2 0 (JP, A)

特開2 0 0 5 - 3 0 5 6 7 3 (JP, A)

特開2 0 1 2 - 0 6 1 8 2 0 (JP, A)

特開昭6 1 - 0 7 2 5 2 9 (JP, A)

国際公開第0 2 / 0 0 7 1 9 9 (WO, A 1)

米国特許出願公開第2 0 0 4 / 0 0 4 6 2 8 8 (US, A 1)

米国特許出願公開第2 0 0 9 / 0 1 6 2 6 2 3 (US, A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 2 9 C 4 3 / 0 0 - 4 3 / 5 8

B 2 9 C 5 9 / 0 0 - 5 9 / 1 8

H 0 1 L 2 1 / 3 0 - 2 1 / 4 6