(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년05월31일
(11) 등록번호 10-1985043
(24) 등록일자 2019년05월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/44 (2006.01) *C23C 16/40* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7014492
(22) 출원일자(국제) 2012년10월26일
심사청구일자 2017년08월30일
(85) 번역문제출일자 2014년05월29일
(65) 공개번호 10-2014-0096325
(43) 공개일자 2014년08월05일
(86) 국제출원번호 PCT/US2012/062117
(87) 국제공개번호 WO 2013/066749
국제공개일자 2013년05월10일
(30) 우선권주장
61/553,564 2011년10월31일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP11216368 A*
WO2011037798 A1*
KR1019940004675 A
KR200367014 Y1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 캄파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
다지 빌 에이치
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
시나더 데이비드 케이 쥬니어
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
제일특허법인(유)

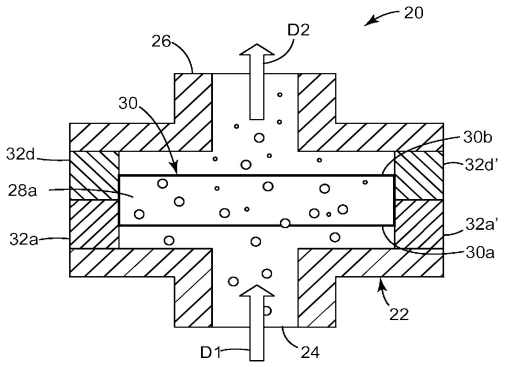
전체 청구항 수 : 총 5 항 심사관 : 정승두

(54) 발명의 명칭 **롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 방법**

(57) 요 약

롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 방법으로서, 기판은 제1 에지 면 및 제1 에지 면의 반대 쪽의 제2 에지 면을 포함하고, 기판은 제1 주 표면 및 제1 주 표면의 반대 쪽의 제2 주 표면을 추가로 가지며, 제1 및 제2 주 표면은 제1 에지 면과 제2 에지 면 사이에서 연장하고, 방법은 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 및 임의적으로는 주 표면 중 하나 또는 둘 다의 적어도 일부에 코팅을 도포하는 단계를 포함한다. 앞서의 방법에 따라 준비되는 롤 형태의 용품도 개시된다.

대 표 도



(72) 발명자

엉 마타진

미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

마가리안 아틴

미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

명 세 서

청구범위

청구항 1

제1 에지 면 및 상기 제1 에지 면의 반대 쪽의 제2 에지 면을 포함하고, 제1 주 표면 및 상기 제1 주 표면의 반대 쪽의 제2 주 표면을 포함하되, 상기 제1 및 제2 주 표면은 상기 제1 에지 면과 상기 제2 에지 면 사이에서 연장되는, 롤 형태의 기판을 제공하는 단계, 및

상기 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 및 임의로 하나의 주 표면의 적어도 일부 상에 코팅을 도포하는 단계

를 포함하고,

제1 라이너가 상기 제1 주 표면에 인접하게 배치되고 단단히 접착되고, 제2 라이너가 상기 제2 주 표면에 인접하게 배치되고 단단히 접착되며,

코팅을 도포하는 단계는 원자층 침착(atomic layer deposition), 분자층 침착(molecular layer deposition) 또는 이들의 조합을 이용하여 수행되는, 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서, 코팅을 도포하는 단계는 코팅의 단계적 원자층 침착을 포함하고, 코팅의 단계적 원자층 침착은, 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 상에 두개 이상의 자가-제한적 반응을 유도하기 위해, 롤 형태의 기판을 통해 둘 이상의 반응 가스를 반복적으로 전달하는 것을 포함하는, 방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서, 기판은 복수의 천공을 추가로 포함하며, 복수의 천공 각각은 제1 주 표면과 제2 주 표면 사이에서 연장되는 내부 둘레 벽을 갖고, 임의적으로는, 상기 복수의 천공 중 하나 이상은 복수의 천공 중 하나 이상의 내부 둘레 벽에 부착된 차드(chad)를 포함하는, 방법.

청구항 6

제1항, 제3항 및 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 기판은 가요성 필름, 섬유 웨브 또는 이들의 조합을 포함하고, 임의적으로는, 상기 기판은 미세다공성인, 방법.

청구항 7

제1항의 방법에 따라 제조된 롤 형태의 용품.

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 관련 출원에 대한 상호 참조

[0002] 본 출원은, 그 개시내용의 전부가 여기에 참고로 포함되는 2011년 10월 31일 출원된 미국 가출원 61/553,564호의 우선권을 주장한다.

[0003] 이 개시내용은 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 방법에 관한 것이며, 더 자세하게는, 원자층 침착을 이용하여 롤링된 기판의 하나 이상의 에지 면에 코팅을 도포하는 것에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0004] 롤 형태로 제공되는 생산물(예를 들어, 접착제 테이프의 롤)은 보통 롤링되지 않은 기판(예를 들어, 웨브)의 주 표면에 액체 조성물을 도포하고(예를 들어, 코팅에 의해), 기판 상의 조성물을 적어도 부분적으로 경화시키거나 또는 건조시킨 후, 코팅된 생산물의 롤을 생산하기 위해 경화되거나 또는 건조된 조성물을 갖는 기판을 원통형 코어 또는 굴대 상에 감음으로써 준비된다. 롤은 나중에 주 표면에 직교하는 방향으로 롤링된 기판을 절단함으로써 더 작은 폭의 롤로 잘라질 수 있을 것이다.

[0005] 그러나, 어떤 코팅 공정은 기판 상에 액체를 직접 코팅하게 되는 것이 아니라, 기판에 대해 기상 재료를 도포하

게 된다. 하나의 그러한 예시적 기상 코팅 공정은 원자층 침착(Atomic Layer Deposition)(ALD)다. 원자층 침착은 원래 박막 전자발광(thin film electroluminescent)(TFEL) 평판 디스플레이를 제작함에 있어서 이용하기 위해 개발되었다. ALD에 대한 관심은 수년에 걸쳐 현저하게 증가되었고, 원자 레벨에서 이러한 필름의 조성물 및 두께를 제어하여 매우 얇고 적합한 필름을 생산할 수 있는 능력으로 인해 주로 마이크로일렉트로닉스(microelectronics)를 제작함에 있어서 유용한 규소 기반 기판(예를 들어, 웨이퍼)에 집중되었다.

[0006] ALD는, 국제 특허 공보 WO2009/045752호(칼구트카르(Kalgutkar) 등)에 기술된 바와 같이, 치과용 복합재에 존재하는 충전제 입자를 코팅하기 위해 이용되기도 하였다. 최근에, ALD는, 별개의 기판 시트들을 코팅하기 위해(미국 특허 6,713,177 B2호, 조지(George) 등), 섬유성 기판을 코팅하기 위해(미국 특허 공보 2009/0137043호, 파슨즈(Parsons) 등), 그리고 연속적 롤투롤 웨브 취급 시스템(continuous roll-to-roll web-handling system)을 이용하여 기판 웨브를 코팅하기 위해(미국 특허 공보 2010/0189900호, 딕키(Dickey) 등) 이용되었다.

발명의 내용

[0007] 한 양태에서, 이 개시내용은 방법, 더 자세하게는, 기판을 처리하는 방법, 한층 더 자세하게는, 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 방법을 특징으로 하며, 기판은 제1 에지 면 및 상기 제1 에지 면의 반대 쪽의 제2 에지 면을 포함하고, 기판은 제1 주 표면 및 상기 제1 주 표면의 반대 쪽의 제2 주 표면을 포함하며, 제1 및 제2 주 표면은 제1 에지 면과 제2 에지 면 사이에서 연장하고, 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면에 코팅을 도포한다. 어떤 예시적 실시예에서는, 방법은 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 및 하나의 주 표면의 적어도 일부에 코팅을 도포하는 단계를 포함한다.

[0008] 어떤 예시적 실시예에서는, 코팅을 도포하는 단계가 원자층 침착, 분자층 침착 또는 이들의 조합을 이용하여 수행된다. 특정한 예시적 실시예에서, 코팅을 도포하는 단계는 코팅의 단계적 원자층 침착을 포함하며, 코팅의 단계적 원자층 침착은 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 및 하나의 주 표면의 적어도 일부 상에 두개 이상의 자가-제한적 반응을 유도하기 위해, 롤 형태의 기판의 여기저기에 두개 이상의 반응 가스를 반복적으로 전달하는 것을 포함한다.

[0009] 앞서의 방법들 중 어느 것이든지의 또다른 예시적 실시예에서, 코팅은 제1 및 제2 주 표면의 각각의 적어도 일부에 도포된다. 어떤 예시적 실시예에서, 코팅은 제1 주 표면 또는 제2 주 표면 중 하나의 적어도 일부에 도포된다. 특정한 그러한 예시적 실시예에서, 코팅은 제1 주 표면 및 양쪽 에지 면 전체에 도포된다. 다른 그러한 예시적 실시예에서, 코팅은 제2 주 표면 및 양쪽 에지 면 전체에 도포된다.

[0010] 앞서의 방법들 중 어느 것이든지의 특정한 예시적 실시예에서, 기판은 복수의 천공을 추가로 포함하며, 복수의 천공 각각은 제1 주 표면과 제2 주 표면 사이에서 연장되는 내부 둘레 벽을 갖는다. 어떤 그러한 예시적 실시예에서, 복수의 천공 중 하나 이상은 복수의 천공 중 하나 이상의 내부 둘레 벽에 부착된 차드(chad)를 포함한다. 특정한 그러한 예시적 실시예에서, 복수의 천공 각각은 복수의 천공 각각의 대응하는 내부 둘레 벽에 부착된 차드를 포함한다. 앞서의 그러한 방법들 중 어느 것이든지의 또다른 예시적 실시예에서, 각각의 차드는 노출된 에지 둘레를 포함하고, 코팅은 하나 이상의 차드의 노출된 에지 둘레에 도포된다. 또다른 그러한 예시적 실시예에서, 코팅은 각각의 차드의 노출된 에지 둘레에 도포된다.

[0011] 앞서의 방법들의 또다른 예시적 실시예에서, 코팅은 복수의 천공 중 하나 이상의 내부 둘레 벽의 적어도 일부에 도포된다. 어떤 그러한 예시적 실시예에서, 코팅은 복수의 천공 중 하나 이상의 내부 둘레 벽 전체에 도포된다. 또다른 그러한 예시적 실시예에서, 코팅은 복수의 천공 각각의 내부 둘레 벽 전체에 도포된다.

[0012] 앞서의 방법들 중 어느 것이든지에서, 기판은 가요성 필름, 섬유 웨브 또는 이들의 조합을 포함할 수 있을 것이다. 어떤 예시적 실시예에서, 기판은 미세다공성이다. 특정한 예시적 실시예에서, 기판은 (공)중합체를 추가로 포함한다.

[0013] 앞서의 방법들 중 어느 것이든지에서, 코팅은 무기 재료를 포함할 수 있을 것이다. 임의적으로는, 무기 재료는 알루미늄, 규소, 티타늄, 주석, 아연 또는 이들의 조합물의 하나 이상의 산화물을 포함한다.

[0014] 다른 한 양태에서, 롤 형태의 용품은 앞서의 방법들 중 어느 것이든지에 따라 준비된다.

[0015] 이 개시내용의 예시적인 실시예의 다양한 양태 및 이점이 요약되었다. 위 개요는 이 개시내용의 각각의 예시된 실시예 또는 모든 구현예를 개시하고자 하는 것은 아니다. 추가의 특징 및 이점이 하기의 실시예에서 개시된다. 하기의 도면 및 상세한 설명은 본 명세서에 개시된 원리를 이용하여 소정의 바람직한 실시예를 더욱 구체적으로 예시한다.

도면의 간단한 설명

[0016] 첨부 도면과 함께 본 발명의 다양한 실시예의 하기의 상세한 설명을 고찰함으로써 본 발명이 보다 완전히 이해될 수 있다.

<도 1>

도 1은 이 개시내용의 어떤 예시적 실시예에서 유용한 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 예시적 장치 및 방법을 예시하는 횡단면측면도이다.

<도 2a>

도 2a는 이 개시내용의 어떤 예시적 실시예에 따라 기판의 하나 이상의 에지 면 및 하나의 주 표면의 적어도 일부 상에 코팅을 갖는 롤 형태의 예시적 용품을 예시하는 투시도이다.

<도 2b>

도 2b는 이 개시내용의 다른 예시적 실시예에 따라 기판의 하나 이상의 에지 면 상에 코팅을 갖는 롤 형태의 예시적 용품을 예시하는 투시도이고, 용품은 하나 이상의 라이너를 포함한다.

<도 3>

도 3은 이 개시내용의 다른 예시적 실시예에 따라 기판의 하나 이상의 에지 면 및 하나의 주 표면의 적어도 일부 상에 코팅을 갖는 롤 형태의 예시적 용품을 예시하는 상부 상세 투시도이고, 기판은 복수의 천공 및 임의적으로는 천공 중 하나 이상의 내부 둘레 벽에 부착된 하나 이상의 차드를 추가로 포함한다.

일정한 축척으로 작성되지 않을 수 있는 전술된 도면이 개시내용의 다양한 실시예를 개시하고 있지만, 상세한 설명에 언급된 바와 같이, 다른 실시예가 또한 고려된다. 모든 경우에, 이 개시 내용은 현재 개시되는 발명을 명백한 제한으로서가 아니라 예시적인 실시예의 표현으로서 기술한다. 당업자라면 이 개시내용의 범주 및 사상 내에 속하는 많은 다른 변형 및 실시예를 고안할 수 있음을 이해하여야 한다.

[발명의 상세한 설명]

본 명세서에 사용된 바와 같이, 종점(endpoint)에 의한 수치 범위의 언급은 그 범위 내에 포함되는 모든 수치를 포함한다(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.8, 4, 및 5 등을 포함함).

달리 지시되지 않는 한, 본 명세서 및 실시예에서 사용되는 양 또는 성분, 특성의 측정값 등을 표현하는 모든 수치는 모든 경우에 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 지시되지 않는 한, 상기의 명세서 및 실시예의 첨부된 목록에 기재된 수치 파라미터는 본 발명의 교시를 이용해 당업자가 얻고자 하는 원하는 특성에 따라 달라질 수 있다. 최소한, 그리고 청구된 실시예의 범주에 대한 균등론의 적용을 제한하려고 시도함이 없이, 각각의 수치 파라미터는 적어도 보고된 유효 자릿수의 수를 고려하고, 보통의 반올림 기법을 적용함으로써 해석되어야 한다.

다음의 정의된 용어들에 대해, 다음의 용어해설에서 이용되는 용어의 수정에 대한 구제적인 기준에 근거하여 특허청구범위 또는 명세서의 어디에서든 상이한 정의가 제공되지 않는 한, 이러한 정의는 특허청구범위를 비롯한 명세서 전체에 대해 적용될 것이다:

<u>용어해설</u>

단수를 의미하는 단어("a", "an", 및 "the")는 기술되는 요소들의 하나 이상을 의미하기 위해 "하나 이상의"와 호환적으로 이용된다.

용어 "층(layer)"은 기판 상에 있거나 또는 위에 놓이는 어떤 재료 또는 재료들의 조합이든 지칭한다.

다양한 층의 위치를 기술하는, "맨 위", "상", "덮는", "최상의", "위에 놓이는", 및 "아래에 놓이는" 등과 같은 방위를 나타내는 단어는 수평방향으로 배치되고 상향으로 향하는 기판과 관련하여 층의 상대 위치를 지칭한다. 기판, 층 또는 기판 및 층을 둘러싸는 용품은 제조 중 또는 후에 공간 속에서 어떤 특정한 방위를 가져야 함을 의도하는 것은 아니다.

용어 "코팅"은 아래에 놓인 기판에 도포되고 들러붙는 재료로 된 비교적 얇은 층을 지칭한다.

다층 구성의 기판 또는 다른 한 층과 관련하여 층의 위치를 기술하기 위한 용어 "오버코트(overcoat)" 또는 "오

버코팅된(overcoated)"은 기술된 층이 기판 또는 다른 한 층의 맨 위에 있거나 또는 위에 놓이지만, 기판에 대해서든 또는 다른 층에 대해서든 반드시 인접하거나 또는 근접할 필요는 없다.

용어 "(공)중합체((co)polymer)"는 단독중합체 및 공중합체뿐만 아니라, 예를 들어, 에스테르 교환 반응을 포함하는, 예를 들어, 공압출 또는 반응에 의해 혼화성 블렌드로 형성될 수 있을 것인 단독중합체 또는 공중합체를 포함한다. 용어 "공중합체(copolymer)"는 랜덤(random) 공중합체 및 블록(block) 공중합체 둘 다를 포함한다.

용어 "비다공성(nonporous)"은 기판이 사실상 기공이 없음을 의미한다.

용어 "다공성(porous)"은 적어도 가스가 개구 및 기판을 통과할 수 있기에 충분한 개구(즉, "기공")를 갖는 기판을 의미한다.

용어 "미세다공성(microporous)"은 가스가 기공 내로 기판을 통과할 수 있도록 1,000 마이크로미터 이하의 중위 내부 횡단면적 치수("중위 기공 크기," 예를 들어 원통형 기공인 경우에 직경)를 갖는 기공을 갖는 기판을 의미한다. 바람직한 미세다공성 기재는 중위 기공 크기가 0.01 내지 1,000 마이크로미터 (0.01 및 1,000 마이크로미터 포함), 더욱 바람직하게는 0.1 내지 100 마이크로미터 (0.1 및 100 마이크로미터 포함), 더욱 더 바람직하게는 0.2 내지 20 마이크로미터 (0.2 및 20 마이크로미터 포함), 그리고 가장 바람직하게는 0.3 내지 3 마이크로미터 또는 심지어 1 마이크로미터 (0.3 및 3 또는 1 마이크로미터 포함)인 기공을 포함한다. 이 명세서에서 이용될 때, 중위 기공 크기는 ASTM 표준 F316-03에 기술된 포점 압력(bubble point pressure) 측정 방법을 이용하여 판정될 수 있을 것이다.

코팅 침착 전 기판에 관한 용어 "비 세라믹(non-ceramic)"은 기판이 무기 산화 금속, 질화 금속, 탄화 금속, 또는 다른 세라믹 재료를 사실상 포함하지 않음을 의미한다. 바람직한 "비 세라믹" 기재에는 세라믹 물질이 완전히 없으며, 이 기재는 더욱 바람직하게는 섬유질 유기 물질(예를 들어, 중합체 섬유, 천연 섬유, 및 탄소 섬유 등)로 본질적으로 이루어지며, 그리고 더욱 더 바람직하게는 유기 물질만으로 이루어진다.

기판과 관련한 용어 "압축성 재료(compressible material)"는 치과용 용품을 치아 구조 상에 두거나 및/또는 배치하기 위해 전형적으로 채택되는 압력의 인가 시 체적이 현저하게 저감되는 재료를 포괄적으로 지칭한다. 치과용 용품을 치아 구조 상에 두거나 및/또는 배치하기 위해 전형적으로 채택되는 힘은 면적 0.106 제곱 센티미터(0.0164 제곱 인치)의 결합 기부에 가해질 때, 일반적으로 2.23 내지 22.2 N (0.5 내지 5 파운드-포스)이다. 이것은 0.2 내지 2.0 메가파스칼의 범위에 드는 계산된 압력에 대응한다. 압축 체적/초기 체적의 비율(즉, 압축률)은 이용되는 압축성 재료에 따라 변할 것이다. 어떤 실시예에서, 압축률은 전형적으로 0.9 이하, 0.7 이하, 또는 0.5 이하이다. 어떤 실시예에서, 압축률은 0.001 이상, 0.01 이상, 또는 0.1 이상이다.

용어 "차드(chad)"는 하나 이상의 천공(예를 들어 구멍)이, 예를 들어, 펀칭에 의해 기판의 주 표면을 통해 연장하게 형성될 때 생성되는 기판 조각을 지칭한다. 완전히 펀칭된 천공 또는 구멍은 일반적으로 천공으로부터 제거되어, 기판 차드(예를 들어, 컨페티)의 집합을 형성하는 차드를 생성한다. 불완전하게 펀칭된 천공 또는 구멍은 일반적으로 차드가 기판에 여전히 부착되어 있게 하며, 예를 들어, 차드의 노출된 에지 둘레의 하나 이상의 부분이 기판의 주 표면을 통한 구멍 또는 천공의 내부 둘레 벽에 여전히 부착되어 있다.

이 개시내용의 다양한 예시적 실시예에 대해 이제부터 도면을 구체적으로 참조하여 기술할 것이다. 이 개시내용의 예시적인 실시예는 본 발명의 사상 및 범주로부터 벗어남이 없이 다양한 변형 및 변경을 취할 수 있다. 따라서, 이 개시내용의 실시예는 아래에 기술된 예시적 실시예에 한정되는 것이 아니며, 특허청구범위에 제시된 제한 및 그것들의 어떤 균등물에 의해서든 통제될 것임을 알아야 한다.

<u>롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 장치</u>

이제 도 1을 보면, 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 예시적 장치(즉, 반응기)의 횡단면측면도가 예시되어 있다. 묘사된 장치(20)는 이 개시내용과 관련한 배치 공정(batch process)에 적합하며, 입구(24) 및 출구(26)를 포함하는 바디(22)를 갖는다. 입구(24) 및 출구(26)는 롤 형태의 기판(30)의 마주하는 양 측부 상에 있고, 기판은, 입구(24)에서 방향 D1으로 도입되는 반응 가스가 롤링된 기판(30)을 통과하면서 화학 반응을 겪고 방향 D2로 출구(26)를 향해 가도록, 배치된다. 묘사된 실시예에서, 롤링된 기판(30)의 외부 둘레의 일부는 양면 플랜지(32a, 32a', 32b, 및 32b')에 의해 편리하게 유지되지만, 숙련된 기술자는 롤링된 기판(30)을 장치(20)의 바디(22)에서 유지하기 위해 이용될 수 있는 다른 방편들을 알 것이다.

배치 공정이 예시적 목적으로 도 1에 도시되어 있을지라도, 연속적 공정이 이용될 수 있을 것임을 알 것이다. 예를 들어, 기판(30)의 롤이 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하기 위해 이용되는 챔버(예를 들어, 반응기) 속으로

이송될 수 있을 것이다(예를 들어, 도면에 도시되지 않은 컨베이어 벨트에 의해). 또한, 단일의 롤링된 기판(30)이 예시적 목적으로 도 1에 도시되어 있을지라도, 롤 형태의 하나 이상의 기판이, 예를 들어, 그것들의 측부 에지 면 상에 다수의 기판 롤을 적층함으로써 처리될 수 있을 것임을 알 것이다.

롤 형태의 기판에 코팅을 도포하는 방법

도 1을 다시 보면, 이 개시내용은 롤 형태의 기판(30)을 처리하는 방법, 더 자세하게는, 롤 형태의 기판(30)에 코팅(25)을 도포하는 방법을 특징으로 하며, 방법은, 롤 형태의 기판(30)을 제공하는 단계 기판(30)은 제1 에지 면(30a) 및 상기 제1 에지 면의 반대 쪽의 제2 에지 면(30b)을 포함하고, 기판(30)은 제1 주 표면(28a) 및 상기 제1 주 표면(28a)의 반대 쪽의 제2 주 표면(도 1에 도시되지 않았고; 도 2a에서 28b를 참조)을 포함하며, 제1 및 제2 주 표면(28a 및 28b)은 제1 에지 면(30a)과 제2 에지 면(30b) 사이에서 연장되는 롤 형태의 기판(30)의 하나 이상의 에지 면(30a)에 코팅(25)을 도포하는 단계를 포함한다. 어떤 예시적 실시예에서, 방법은 롤 형태의 기판(30)의 하나 이상의 에지 면(30a) 및 하나 이상의 주 표면(28a 및/또는 28b)의 적어도 일부에 코팅(25)을 도포하는 단계를 포함한다.

앞서의 예시적 실시예 중 어느 하나에서, 코팅(25)은 제1 주 표면(28a) 및 제2 주 표면(28b) 중 하나 이상의 단지 일부에만 도포될 수 있을 것이다. 이것은, 아래에 추가로 기술되는 바와 같이, 반응 가스가 롤링된 기판(30)의 제1 에지 면(30a)을 통과하고 제1 주 표면(28a) 및 제2 주 표면(28b)을 가로지를 때, 자가-제한적 표면 반응이 일어나도록, 예를 들어, 롤링된 기판(30)의 반응 가스에 대한 노출 시간을 제어함으로써, 또는 불활성 담체 가스 속에서의 반응 가스의 농도를 제어함으로써, 달성될 수 있을 것이다. 그러한 자가-제한적 표면 반응은, 제1 주 표면(28a) 및 제2 주 표면(28b) 중 하나 이상에서 제1 에지 면(30a)으로부터 연장하는 부분만을 코팅하거나 또는 처리하고, 제1 주 표면(28a) 및 제2 주 표면(28b) 중 하나 이상에서 제2 에지 면(30b)으로부터 연장하는 부분은 미처리되거나 또는 코팅되지 않은 채로 남겨 두기 위해 이용될 수 있을 것이다.

이제, 도 2a로 가보면, 롤 형태의 기판(30)의 양쪽 에지 면(30a 및 30b) 및 제1 및 제2 주 표면(28a 및 28b) 전체에 코팅(25)이 도포된 채로, 롤 형태의 기판(30)을 포함하는 예시적 용품(예를 들어, 접착제 테이프)을 예시하는 투시도가 도시되어 있다.

이제, 도 2b를 보면, 이 개시내용의 다른 예시적 실시예에 따라, 롤링된 기판(30')의 하나 이상의 에지 면(30a) 상에 코팅(25)을 갖는 롤 형태의 다른 한 기판(30')을 포함하는 다른 한 예시적 용품(예를 들어, 접착제 테이프)의 투시도가 도시되어 있고, 용품은 하나 이상의 라이너(27a 및/또는 27b)를 포함한다. 도 2b에 도시된 바와 같이, 선택적으로는 제1 에지 면(30a)에만, 임의적으로는 제2 에지 면(30b)(도면에 도시되지 않음)에 추가적으로 코팅(25)을 도포하고, 제1 또는 제2 주 표면(25a 및 25b)의 어느 것에도 코팅(25)을 도포하지 않기 위해, 하나의 라이너(27a)는 제1 주 표면(28a)에 인접하게 배치되고 단단히 접착되며, 다른 한 라이너(27b)는 제2 주 표면(28b)에 인접하게 배치되고 단단히 접착되는, 두개의 라이너가 유리하게 이용될 수 있을 것이다.

도면에 도시되지 않은 다른 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 제1 주 표면(28a) 전체 및 양쪽 에지 면(30a 및/또는 30b)에 도포된다. 앞서의 방법들 중 어느 것이든지의 다른 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 제2 주 표면(28b) 전체 및 양쪽 에지 면(30a 및/또는 30b)에 도포된다.

도면에 도시되지 않은 특정한 대안적 예시적 실시예에서는, 코팅(25)은 롤 형태의 기판(30')의 제1 주 표면(28a) 전체 및 양쪽 에지 면(30a 및 30b)에 도포될 수 있을 것이다. 도면에 도시되지 않은 다른 대안적 예시적 실시예에서는, 코팅은 롤 형태의 기판(30')의 제2 주 표면(28b) 전체 및 양쪽 에지 면(30a 및 30b)에 도포된다.

하나 이상의 라이너(27a 및/또는 27b)를 이용하는 앞서의 예시적 실시예 중 어느 하나에서는, 코팅(25)은 위에서 예시되고 아래에서 추가로 기술되는 자가-제한적 표면 반응을 이용하여 제1 주 표면(28a) 또는 제2 주 표면(28b)의 하나 이상의 또는 둘 다의 일부에만 도포될 수 있을 것이다. 대안적으로, 제1 주 표면(28a) 및/또는 제2 주 표면의 일부만 가로질러 연장하는 제1 라이너(27a) 및/또는 제2 라이너(27b)가 선택될 수 있을 것이다. 그러한 실시예는, 도면에 예시되지는 않았지만, 앞서의 개시내용에 비추어, 이 기술분야에서 통상의 기술 수준 내에 있다.

이제, 도 3으로 가보면, 기판(30)의 하나 이상의 에지 면 (30a 및/또는 30b) 및 하나의 주 표면 (28a 및/또는 28b)의 적어도 일부 상에 코팅(25)을 갖는 롤 형태의 또다른 한 기판(30'')을 포함하는 예시적 용품(예를 들어, 접착제 테이프)을 도시하는 상부 상세 투시도가 도시되어 있으며, 기판(30'')은 복수의 천공(31) 및 임의적으로는 천공(31)의 하나 이상의 내부 둘레 벽(35)에 부착되고, 제1 주 표면(28a)과 제2 주 표면(28b) 사이에서 연장하는 하나 이상의 차드(29)를 추가로 포함한다.

도 3에 도시된 특정한 예시적 용품에서, 코팅(25)은, 롤 형태의 기판(30'')의 양쪽 에지 면(30a 및 30b), 제1 및 제2 주 표면(28a 및 28b) 전체, 차드의 노출된 에지를 포함하는 차드(29), 및 천공(31)의 내부 둘레 벽(35)에 도포된다.

어떤 그러한 예시적 실시예에서, 복수의 천공(31) 중 하나 이상은 복수의 천공(31) 중 하나 이상의 내부 둘레 벽(35)에 부착된 차드(29)를 포함한다. 특정한 그러한 예시적 실시예에서, 복수의 천공(31) 각각은 복수의 천공(31) 각각의 대응하는 내부 둘레 벽(35)에 부착된 차드(29)를 포함한다. 앞서의 그러한 방법들 중 어느 것이든지의 또다른 예시적 실시예에서, 각각의 차드(29)는 노출된 에지 둘레(33)를 포함하고, 코팅(25)은 하나 이상의 차드(29)의 노출된 에지 둘레(33)에 도포된다. 또다른 그러한 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 각각의 차드(29)의 노출된 에지 둘레(33)에 도포된다.

앞서의 방법들의 또다른 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 복수의 천공(31) 중 하나 이상의 내부 둘레 벽(35)의 적어도 일부에 도포된다. 어떤 그러한 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 복수의 천공(31) 중 하나 이상의 내부 둘레 벽(35) 전체에 도포된다. 또다른 그러한 예시적 실시예에서, 코팅(25)은 복수의 천공(31) 각각의 내부 둘레 벽(35) 전체에 도포된다.

복수의 천공(31) 및 대응하는 복수의 차드(29)는, 도 3에 의해 예시된 바와 같이, 예를 들어, 삼각형, 원형, 직사각형, 정사각형, 및 다각형 등 어떤 형상이든 가질 수 있을 것이다. 복수의 천공(31) 및 복수의 차드(29)는, 예를 들어, 천공(31) 및 대응하는 차드(29)의 원하는 형상에 알맞은 형상을 갖는 다이(die)(도시되지 않음)에 의해 펀칭하는 것과 같은 어떤 공정에 의해서든 생성될 수 있을 것이다.

롤링된 기판(30)(또는 30' 또는 30'')에 코팅(25)을 도포하기 위해, 다양한 코팅 방법이 이용될 수 있을 것이다. 어떤 예시적 실시예에서는, 기판(30)(또는 30' 또는 30'')에 코팅(25)을 도포하는 단계가 원자층 침착, 분자층 침착 또는 이들의 조합을 이용하여 수행된다. 하나의 특히 유용한 방법은, 예를 들어, PCT 국제공보 WO2011/037831호(도지(Dodge)) 및 WO2011/037798호(도지)에 기술된 바와 같은 단계적 원자층 침착(ALD)이다.

ALD 코팅 방법은 롤링된 기판(30)(또는 30' 또는 30'')에 코팅(25)을 도포하는 다른 기법들에 비해 장점을 제공한다. 첫째, 이 방법은 코팅을 성장시키기 위해 일련의 순차적 자가-제한적 표면 화학 반응을 이용하며, 그럼으로써 최종적 두께에 대한 정밀한 제어를 허용한다. 둘째, 이 방법은 다공성 재료 및 구성을 침투하고 및 코팅할 수 있는 반응 가스를 채택한다. 예를 들어, 두개 이상의 반응 가스가 롤링된 기판을 통해 반복적으로 전달되어 롤링된 기판의 표면 상에 두개 이상의 자가-제한적 반응을 유도할 수 있다. 침착이 비방향성(non-directional)이고 침착 장치와 기판 사이의 조준선을 요구하지 않으므로, 양호한 조화 및 사실상 균일한 두께를 갖는 나노 규모의 코팅이 가능하다. 마지막으로, ALD는 화학적으로 다양한 재료의 다양한 코팅을 침착하기 위해 이용될 수 있다.

이 개시내용의 용품에 대한 코팅의 도포는 기판을 손상시키지 않는 어떤 유용한 온도에서든 수행될 수 있다. 어떤 실시예에서는, 예를 들어, 약 300℃ 이하, 약 200℃ 이하, 약 70℃ 이하, 또는 약 60℃ 이하의 온도에서도 방법이 수행된다.

이 개시내용의 어떤 유용한 실시예에서는, 기판이 다공성 중합체성 기판이고, 더 바람직하게는 미세다공성 중합체성 기판이며, 한층 더 바람직하게는 미세다공성 섬유성 기판 웨브이다. 그러한 실시예에서는, 기판 또는 기공의 열적 변형을 유발하지 않도록 다공성 중합체성 기판의 용융 온도 미만의 온도에서 처리가 수행되는 것이 흔히 편리하다. 예를 들어, 이 개시내용의 방법은, 기판의 구조적 무결성을 위해 바람직하다면, 예를 들어, 300℃ 미만, 250℃ 미만, 200℃ 미만, 150℃ 미만, 100℃ 미만, 약 70℃ 미만, 또는 약 60℃ 미만에서도 작동될 수 있다.

입구 및 출구를 갖는 반응기에서 이 개시내용에 따른 용품을 만들 때, 기판이 입구를 출구로부터 분리하기도 하도록, 적어도 제2 기판의 적어도 일부를 배치하는 것이 가능하고, 때로는 편리하다. 이 방법을 이용하여 세개 이상의 기판이 동시에 성공적으로 처리될 수 있음이 입증되었다.

기판은 배치 공정으로 처리될 수 있거나, 또는 기판은 스텝 앤드 리피트(step-and-repeat) 형식의 공정으로 처리될 수 있거나, 또는 그것은 롤 형태의 기판이 롤링된 기판을 처리하기 위해 구성된 반응기의 처리 구역 속으로 이송되는(예를 들어, 컨베이어 벨트에 의해), 연속적 이동 공정으로 처리될 수 있다. 어떤 예시적 실시예에서, 이 개시내용의 방법은 롤이 정지된 상태에서 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면을 처리하는 단계를 포함할 수 있을 것이다. 대안적으로, 기판의 하나 이상의 에지 면은 롤이 적합한 이송 장치에 의해 이송되는 상

태에서 처리될 수 있을 것이다. 어떤 시나리오에서든, 처리될 에지 면과 반응기 입구 사이의 틈뿐만 아니라, 에지 면의 처리에 대한 노출 시간은, 예를 들어, 원하는 처리 정도, 롤링된 기판 치수 및/또는 기판의 조성에 관한 다양한 요인에 기반하여 선택될 수 있을 것이다.

이 방법의 한 가지 편리한 변형예는 공정을 배치 반응기에서 실행하여 반응기 자체가 최종 소비자에게 제공될 제품 내로 포함되도록 하는 것이다. 예를 들어, 반응기는 필터 바디의 형태일 수 있을 것이며, 필터 바디 및 자신의 코팅이 *제자리에* 도포된 상태의 다공성 비 세라믹은 둘 다 최종 사용자에게 판매될 필터의 일부일 수 있다. 일부 실시예에서, 다수의 필터가 직렬 또는 병렬 연결된 유동 경로에서 동시에 처리될 수 있다.

특정한 예시적 실시예에서, 코팅을 도포하는 단계는 코팅의 단계적 원자층 침착을 포함하며, 코팅의 단계적 원자층 침착은 롤 형태의 기판의 하나 이상의 에지 면 및 하나의 주 표면의 적어도 일부 상에 두개 이상의 자가-제한적 반응을 유도하기 위해, 롤 형태의 기판의 여기저기에 두개 이상의 반응 가스를 반복적으로 전달하는 것을 포함한다. 자가-제한적인 순차적 코팅의 적용에 대한 유용한 논의는, 예를 들어, 미국 특허 6,713,177호; 6,913,827호; 및 6,613,383호에 기술되어 있다.

ALD 반응 분야에 친숙한 자들은, 위에서 설명한 코팅을 생성하기 위해, 제1 및 제2 반응 가스가 이 방법에 따른 자가-제한적 반응을 위한 적절한 선택인지를, 쉽게 판정할 수 있다. 예를 들어, 만일 알루미늄 함유 화합물이 요망된다면, 트라이메틸알루미늄 또는 트라이아이소부틸알루미늄 가스를 두 가지 반응 가스 중 하나로 이용할 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 산화알루미늄일 경우, 반복(반복)에서 다른 반응 가스는 수증기 또는 오존일 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 질화알루미늄일 경우, 반복에서 다른 반응 가스는 암모니아 또는 질소/수소 플라즈마일 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 황화알루미늄일 경우, 반복에서 다른 반응 가스는 황화수소일 수 있다.

마찬가지로, 알루미늄 화합물의 대신에, 코팅에서 규소 화합물이 요구되면, 두개의 반응 가스 중 하나는, 예를 들어, 테트라메틸실란 또는 규소 테트라클로라이드일 수 있다. 상기에 포함된 참고 문헌은 원하는 최종 결과에 따라 적합한 반응 가스에 대한 추가적인 안내를 제공한다.

방법의 단일의 반복이 일부 목적을 위해 적합할 수 있는 분자 단일층을 만들 수 있을지라도, 방법의 다수의 유용한 실시예는 적어도 8회, 10회, 20회 또는 이보다 많은 반복으로 수행 단계를 반복할 것이다. 각각의 반복은 코팅에 대해 두께를 더한다. 따라서, 일부 실시예에서, 반복 횟수는 다공성 비 세라믹 기재에서 소정의 다공성 또는 평균 내부 기공 직경을 이루도록 선택된다. 어떤 실시예에서는, 수행되는 반복의 수를 제어함으로써, 원하는 다공성(예를 들어, 원하는 평균 내부 기공 직경)을 달성하기 위해 다공성 비 세라믹 기판의 다공성을 제어 가능하게 저감하기 위해(예를 들어, 기판의 겉보기 기공 크기를 제어하기 위해) 코팅이 이용될 수 있다. 예를 들어, 코팅은 다공성 비 세라믹 기판의 다공성을 5% 이상, 25% 이상, 또는 50% 이상만큼도 저감할 수 있을 것이다. 유사하게, 기판이 기공을 포함하면, 코팅은 평균 내부 기공 직경을 5 nm 이상만큼 저감할 수 있을 것이다.

일부 응용에서, 본 방법을 적용하는 목적은 기재의 내부면 상에 친수성을 이루는 것이다. 이들 응용에서, 예컨대 72 dyne/㎝와 같은 목표 표면 에너지(친수성 특성의 일반적으로 사용되는 한 가지 정의)가 이루어질 때까지 단계가 반복된다. 추가로, 출구에 가장 가까운 다공성 비 세라믹 기재의 외부면이 72 dyne/㎝ 초과의 표면 에너지를 갖는 것이 또한 바람직할 수 있으며, 이러한 경우에 실행 단계는 그 목표가 이루어질 때까지 반복되어야 한다. 어떤 특화된 실시예에서는, 출구에 가장 가까운 다공성 비 세라믹 기판의 외면이 소수성(예를 들어, 72 dyne/㎝ 미만)인 채로 남아 있는 동안, 친수성의 내면을 갖는 것이 바람직할 수 있을 것이다.

많은 편리한 실시예에서, 코팅이 원하는 기판 표면 상에 도포되었으면 기판은 그것의 최종 이용에 적합하다. 그러나, 때로는 코팅 상에서 2차 작동을 수행하는 것이 유용하다. 이는 반응기 내에서 또는 다른 편리한 장치 내에서 실시될 수 있다. 예를 들어, 에지 표면의 하나 또는 둘 다 또는 기판의 주 표면이 예를 들어 친수성이 부여되게 처리된 경우에도, 기판의 외부 주 표면의 하나 또는 둘 다는 주 표면의 하나 또는 둘 다에 소수성을 부여하기 위해 나중에 최종적 크기의 코팅으로 처리될 수 있다. 이러한 기술은 예를 들어, 액상의 물이 아닌 가스와 수증기만을 통과시켜야 하는 기관내 관(endotracheal tube)을 위한 배출 필터(vent filter)를 제조하는데 사용될 수 있다.

수행될 수 있는 다른 한 2차 작동은 코팅에 대해 화학적 성분(chemical moieties)을 접목하는 것이다. 예를 들어, 이 개시내용에 따른 코팅을 갖는 다공성 (공)중합체성 기판에, 예를 들어, 폴리에틸렌이민 리간드 기 및 비구아니드 리간드 기(biguanide ligand groups)로부터 선택된, 접목식 리간드 기를 제공하기 위해 추정될 수 있는 기법의 설명은 미국 특허 출원 공보 2010/0075131호 및 2010/0075560호에서 발견될 수 있다. 방사 또는 입

자 에너지에 의한 접목은 또한 다른 유용한 리간드, 예를 들어 실란, 항체와 같은 생물학적 활성 부분, 킬레이팅제, 및 촉매 코팅을 부착하는 데 사용될 수 있다.

물질

앞서의 방법을 실행함에 있어서 다양한 재료가 유용하다. 그러한 재료는 기판 및 코팅을 비롯해서 넓게 분류될 수 있을 것이다.

기판

앞서의 방법들 중 어느 것에서든, 기판은 경성 지지부, 가요성 필름, 섬유 웨브 또는 이들의 조합을 포함할 수 있을 것이다.

적합한 경성 지지부는, 유리, 목재, 금속, 처리된 금속(자동차 및 선박 표면을 포함하는 것들과 같은), (공)중합체성 재료, 및 섬유 강화 (공)중합체성 재료와 같은 복합재 재료를 포함하지만 거기에 한정되지는 않는다.

유용한 가요성 필름은, 용지, 폴리-코팅된 크라프트지, 수퍼칼렌더드 또는 글라신 크라프트지; 폴리(프로필렌), 2축 배향 폴리프로필렌, 폴리(에틸렌), 폴리(비닐 클로라이드), 폴리카보네이트, 폴리(테트라플루오로에틸렌), 폴리에스테르 [예를 들어, 폴리(에틸렌 테레프탈레이트)], 폴리(에틸렌 나프탈레이트), 듀퐁(DuPont)의 캡톤(KAPTON™)과 같은 폴리아미드, 셀룰로오즈 아세테이트, 및 에틸 셀룰로오즈와 같은 (공)중합체성 필름을 포함하지만 거기에 한정되지는 않는다.

또한, 적합한 기판은 (경성 또는 가요성) 금속, 금속 포일(metal foil), 금속화 (공)중합체성 필름, 또는 세라믹 시트 재료로 형성될 수 있을 것이다. 기판은, 예를 들어 합성 섬유사 또는 이것들의 블렌드로 형성된 직물인 천 안감(cloth backing)의 형태를 가질 수도 있을 것이다.

이 개시내용과 관련하여, 기판의 물리적 토폴로지(physical topology)는 중요하지 않다. 최종 사용에 따라, 기판은 평평하거나, 주름지거나, 관형이거나, 다공성이거나, 얇은 중공형 섬유의 형태이거나, 특이하거나 또는 병에 든 섬유 카트리지이거나, 또는 어떤 다른 유용한 구성이든 될 수 있을 것이다.

어떤 예시적 실시예에서, 기판은, 예를 들어, 프라이머 또는 인쇄 수용 층으로 표면 처리되거나(예를 들어, 코로나 또는 화염 처리) 또는 코팅될 수 있을 것이다. 특정한 예시적 실시예에서는, 다층 기판이 이용될 수 있을 것이다.

어떤 예시적 실시예에서는, 기판이 다공성이고, 더 바람직하게는 미세다공성이다. 특정한 예시적 실시예에서, 기판은 (공)중합체를 추가로 포함한다. 미세다공성 (공)중합체성 기판이 앞서의 방법들에 의해 채택될 때, 열적으로 유도된 상 분리(thermally induced phase separation)(TIPS), 증기 유도된 상 분리(vapor induced phase separation)(VIPS), 또는 미국 특허 7,842,214호에서 설명된 상 분리를 유도하는 공주조(co-casting) 방법과 같은 유도식 상 분리 기법을 이용하는 다공성이 부여된 기판을 이용하는 것이 편리할 수 있을 것이다.

이 개시내용을 이용하여 (공)중합체성 재료로부터 다공성 기판을 형성하는 다른 방식은 통상의 숙련된 기술자에게 매력적일 것이다. 예를 들어, 스티치본딩(stitchbonded)된 또는 하이드로인탱글링(hydro-entangled)된 웨브와 같은 스테이플 부직포가 사용될 수 있으며, 또한 멜트-블로운 또는 스펀-본딩된 웨브와 같은 스펀레이드(spunlaid) 부직포가 사용될 수 있다. 다른 응용의 경우, 비중합체성 비 세라믹 물질, 예를 들어, 천연 직물, 탄소 섬유, 프릿화 금속, 또는 유리가 적합할 수 있다.

이 양호한 실시예에서, 롤링된 기판(30)은 표준 용융 취입 섬유 형성 공정을 이용하여 만들어지는, (공)중합체성 재료를 포함하는 미세다공성 부직 섬유 웨브이다. 그러한 공정은 미국 특허 출원 공보 2006/0096911호(브레이(Brey) 등)에 기술되어 있다. 취입 미세섬유는 일반적으로 다이로 들어가서 거기를 통해 흐르는 용융 (공)중합체에 의해 생성되며, 흐름은 다이 공동 속에서 다이의 폭을 가로질러 분포된다. (공)중합체는 일련의 오리피스를 통해 필라멘트(filaments)로서 다이를 빠져나간다. 한 실시예에서, 가열된 기류는 다이 출구를 형성하는 일련의 (공)중합체에 인접한 에어 매니폴드(air manifolds) 및 에어 나이프 조립체(air knife assembly)를 통과한다. 이 가열된 기류는 (공)중합체 필라멘트를 원하는 섬유 직경으로 가늘어지게 하기 위해 온도 및 속도 둘 다를 위해 조절된다. 그 후, 섬유는 웨브를 형성하도록 그것들이 수집되는 회전 표면을 향해 이 난기류 속에서 이송될 수 있다.

대안적으로, 부직 재료는 이 기술분야에서 알려진 다수의 다른 제조 방법 중 어느 것이든지를 이용하여 만들어질 수 있을 것이다. 예를 들어, 섬유는 전자 방사되거나(electrospun) 또는 스펀본드(spunbond)될 수 있을 것

이다. 추가적 대안으로서, 섬유는 스테이플 섬유 웨브(staple)를 형성하도록 끌어내리고, 주름잡힌 후, 부직 웨브로 처리될 더 짧은 길이로 절단될 수 있다.

부직 재료는 그것들이 수지가 부직 재료의 벌크의 전체에 걸쳐 침투하게 하는 고도로 개방된 구조체이기 때문에 치과용 복합재를 위한 롤링된 기판으로서 특히 적합할 수 있다. 부직은, 데이비스 시. 엔.(Davies, C. N.), "부유 분진 및 입자의 분리(The Separation of Airborne Dust and Particles)" 인스티튜션 오브 메캐니컬 엔지니어즈(Institution of Mechanical Engineers), 런던 프로시딩즈 1비(London Proceedings 1B), 1952에 제시된 방법에 의해 판정되는 바와 같은, 광범위한 유효 섬유 직경(effective fiber diameters)(EFD)으로 제조될 수도 있다. 유리하게, EFD는 복합재의 밀도, 질감 및 취급 특성을 조절하도록 이용될 수 있다. 어떤 실시예에서는, 부직은 0.1 마이크로미터 이상, 0.5 마이크로미터 이상, 1.0 마이크로미터 이상, 2 마이크로미터 이상, 또는 2.5 마이크로미터 이상의 평균 EFD를 갖는다. 어떤 실시예에서는, 부직은 20 마이크로미터 이하, 15 마이크로미터 이하, 10 마이크로미터 이하, 8 마이크로미터 이하, 또는 6 마이크로미터 이하의 평균 EFD를 갖는다.

부직 매트 또는 직물은, 서모플라스틱 폴리우레탄, 폴리부틸렌, 폴리에스테르, 폴리올레핀(예를 들어 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌), 폴리에스테르, 스티렌성 공중합체, 나일론, 및 그것들의 조합을 비롯한 다양한 중합체성 재료 중 어느 것으로부터든 만들어질 수 있다. 치과용 복합재 응용에서, 폴리프로필렌은 그것이 대부분의 경화 가능한 치과용 조성물의 흡수에 저항했고, 비교적 높은 정도의 압축률을 제공하였기 때문에 특히 유리한 것으로 밝혀졌다.

미세다공성 부직 (공)중합체성 재료가 현재 양호하므로, 기판은 다른 미세다공성 재료로부터 만들어질 수도 있다. 예를 들어, 기판은 폼(foam)(예를 들어, 셀룰로오즈 폼, 글라스 폼, 중합체성 폼, 및 그것들의 조합), 또는 스펀지(sponge)일 수 있다. 미세다공성 부직 재료는 대안적으로 유리 섬유(예를 들어, 유리 솜), 세라믹 섬유, 면 섬유, 셀룰로오즈 섬유, 직조 매트, 스크림(scrims), 및 그것들의 조합을 포함할 수 있을 것이다.

중합체성 재료로부터 다공성 기판을 형성하는 다른 방식은 이 개시내용을 이용하기 위한 통상의 기술자에게 매력적일 것이다. 예를 들어, 스티치본딩(stitchbonded)된 또는 하이드로인탱글링(hydro-entangled)된 웨브와 같은 스테이플 부직포가 사용될 수 있으며, 또한 멜트-블로운 또는 스펀-본딩된 웨브와 같은 스펀레이드(spunlaid) 부직포가 사용될 수 있다. 다른 응용의 경우, 비중합체성 비 세라믹 물질, 예를 들어, 천연 직물, 탄소 섬유, 프릿화 금속, 또는 유리가 적합할 수 있다.

<u>코팅</u>

앞서의 방법들 중 어느 것에서든, 코팅은 바람직하게는 반응 가스의 화학 반응에 의해 형성되는 무기 재료를 포함한다. 임의적으로는, 무기 재료는 알루미늄, 규소, 티타늄, 주석, 아연 또는 이들의 조합물의 하나 이상의 산화물을 포함한다. 한 양호한 실시예에서는, ALD가 이원 반응 $2\ Al(CH_3)_3 + 3H_2O \rightarrow Al_2O_3 + 6\ CH_4$을 이용하여 등각 알루미늄 산화물($Al_2O_3$) 코팅을 침착하기 위해 이용된다. 이것은 다음의 두개의 표면 절반 반응으로 분할될 수 있다:

$$AlOH^* + Al(CH_3)_3 \rightarrow AlOAl(CH_3)_2^* + CH_4 \quad (1)$$

$$AlCH_3^* + H_2O \rightarrow AlOH^* + CH_4 \quad (2)$$

위 반응 (1) 및 (2)에서, 별표는 표면 종(surface species)을 나타낸다. 반응 (1)에서, $Al(CH_3)_3$는 하이드록실(OH*) 종과 반응하고, 알루미늄을 침착하며 표면을 메틸화한다. 반응 (1)은 본질적으로 모든 하이드록실 종이 $Al(CH_3)_3$와 반응한 후 정지한다. 그 후, 반응 (2)에서, H_2O는 $AlCH_3^*$ 종과 반응하고 산소를 침착하며 표면을 다시 하이드록실화한다. 반응 (2)는 본질적으로 모든 메틸 종이 H_2O와 반응한 후 정지한다. 각각의 반응이 자가-제한적이기 때문에, 침착은 원자층 제어에 의해 일어난다.

어떤 실시예에서, 코팅은 0.5 나노미터 이상, 1 나노미터 이상, 2 나노미터 이상, 3 나노미터 이상, 또는 4 나노미터 이상의 두께를 갖는다. 어떤 실시예에서, 코팅은 100 nm 이하, 더 바람직하게는 50 나노미터, 20 나노미터 이하, 15 나노미터 이하, 10 나노미터 이하, 또는 8 나노미터 이하의 두께를 갖는다. ALD에서의 코팅 성장은 수정 진동자 저울(quartz crystal microbalance)의 이용을 비롯한 어떤 알려진 방법에 의해서든 감시되고 기록될 수 있다.

ALD를 이용하여 코팅될 수 있는 재료는 이원 재료, 즉, 형태 $Q_x R_y$의 재료를 포함하며, Q 및 R은 상이한 원자를

나타내고, x 및 y는 정전기적으로 중립적인 재료를 제공하도록 선택된다. 적합한 이원 재료는 무기 산화물(이산화 규소 및 지르코니아, 알루미나, 실리카, 산화 붕소, 이트리아, 산화 아연, 산화 마그네슘, 및 이산화 티타늄 등과 같은 산화 금속 등과 같은), 무기 질화물(질화 규소, AlN 및 BN과 같은), 무기 황화물(황화 갈륨, 황화 텅스텐 및 황화 몰리브덴과 같은)뿐만 아니라, 무기 인화물을 포함한다. 또한, 코발트, 팔라듐, 백금, 아연, 레늄, 몰리브덴, 안티몬, 셀레늄, 탈륨, 크롬, 백금, 루테늄, 이리듐, 게르마늄 텅스텐, 및 그것들의 조합 및 합금을 비롯한 다양한 금속 코팅도 가능하다.

자가-제한적 표면 반응은 유기 중합체 필름 또는 코팅을 성장시키기 위해 이용될 수도 있다. 이 유형의 성장은 각각의 반응 사이클 동안에 분자 조각이 침착되므로 흔히 분자층 침착(molecular layer deposition)(MLD)이라고 기술될 수 있다. MLD 방법은 다이카르복실산 및 다이아민을 반응물로서 이용하는 폴리아미드와 같은 중합체의 성장을 위해 개발되었다. 헤테로 이작용성(heterobifunctional) 및 고리 개방 전구체를 수반하는 알려진 MLD 방식이 이용될 수도 있다. MLD에 관한 추가적 상세사항은 조지(George) 등, *화학적 조사의 설명(Accounts of Chemical Research)*(2009) 42, 498 (2009)에 기술되어 있다.

롤링된 기판 상에 코팅을 침착하기 위해 다른 침착 방법이 이용될 수도 있다. 예를 들어, 층별 고분자전해질 코팅은 정밀하게 제어된 두께를 갖는 코팅을 준비하기 위해 이용될 수 있다. 이 방법은 표면 코팅을 점진적으로 성장시키기 위해 수용액으로부터 교호하는 양이온 및 음이온 고분자전해질 층을 침착하는 것을 수반한다. 층별 고분자전해질 코팅(layer-by-layer polyelectrolyte coating)에 관한 추가적 상세사항이 미국 특허 출원 공보 2010/080841호(포르베니(Porbeni) 등)에 제공되어 있다.

원자층 제어 성장 기술을 통해 적용될 수 있는 코팅이 바람직하다. 그러한 방식으로 쉽게 적용되는 코팅 중에는 2원 물질, 즉 형태 Q_xR_y (여기에서, Q와 R은 상이한 원자를 나타내고, x와 y는 정전기적으로 중성인 물질을 반영하는 수임)의 물질이 있다. 적합한 2원 물질 중에는 다양한 무기 산화물(예를 들어, 이산화규소 및 산화금속, 예를 들어, 지르코니아, 알루미나, 실리카, 산화붕소, 이트리아, 산화아연, 산화마그네슘, TiO_2 등), 무기 질화물(예를 들어, 질화규소, AlN 및 BN), 무기 황화물(예를 들어, 황화갈륨, 황화텅스텐 및 황화몰리브덴), 및 무기 포스파이드가 있다. 또한, 코발트, 팔라듐, 백금, 아연, 레늄, 몰리브덴, 안티몬, 셀레늄, 탈륨, 크롬, 백금, 루테늄, 이리듐, 게르마늄 및 텅스텐을 비롯한 다양한 금속 코팅이 유용하다.

자기 제한적인 순차적 코팅의 적용에 대한 유용한 논의는, 예를 들어, 미국 특허 6,713,177호; 6,913,827호; 및 6,613,383호에 기술되어 있다.

ALD 반응 분야에 친숙한 자들은, 위에서 설명한 코팅을 생성하기 위해 제1 및 제2 반응 가스가 자가-제한적 반응을 위한 적절한 선택인지를, 쉽게 판정할 수 있다. 예를 들어, 만일 알루미늄 함유 화합물이 요망된다면, 트라이메틸알루미늄 또는 트라이아이소부틸알루미늄 가스를 두 가지 반응 가스 중 하나로 이용할 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 산화알루미늄일 경우, 반복(iterations)에서 다른 반응 가스는 수증기 또는 오존일 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 질화알루미늄일 경우, 반복에서 다른 반응 가스는 암모니아 또는 질소/수소 플라즈마일 수 있다. 원하는 알루미늄 함유 화합물이 황화알루미늄일 경우, 반복에서 다른 반응 가스는 황화수소일 수 있다.

마찬가지로, 알루미늄 화합물의 대신에, 코팅에서 규소 화합물이 요구되면, 두개의 반응 가스 중 하나는, 예를 들어, 테트라메틸실란 또는 규소 테트라클로라이드일 수 있다. 상기에 포함된 참고 문헌은 원하는 최종 결과에 따라 적합한 반응 가스에 대한 추가적인 안내를 제공한다.

논의된 반응 가스를 이용한 단일 반복은 일부 목적에 적합할 수 있는 하나의 분자층을 놓을 수 있는 반면, 본 방법의 많은 유용한 실시예는 8회, 10회, 20회 또는 그 이상의 반복을 위해 실행 단계를 반복할 것이다. 각각의 반복은 코팅에 대해 두께를 더한다. 따라서, 일부 실시예에서, 반복 횟수는 다공성 비 세라믹 기재에서 소정의 다공성 또는 평균 내부 기공 직경을 이루도록 선택된다. 어떤 실시예에서는, 수행되는 반복의 수를 제어함으로써, 원하는 다공성(예를 들어, 원하는 평균 내부 기공 직경)을 달성하기 위해 다공성 비 세라믹 기판의 다공성을 제어 가능하게 저감하기 위해(예를 들어, 기판의 겉보기 기공 크기를 제어하기 위해) 코팅이 이용될 수 있다. 예를 들어, 코팅은 다공성 비 세라믹 기판의 다공성을 5% 이상, 25% 이상, 또는 50% 이상만큼도 저감할 수 있을 것이다. 유사하게, 기판이 기공을 포함하면, 코팅은 평균 내부 기공 직경을 5 nm 이상만큼 저감할 수 있을 것이다.

어떤 응용에서는, 방법을 적용하는 목적은 기판의 주 표면, 또는 다공성 기판의 내면 상에서 친수성을 달성하려는 것이다. 이들 응용에서, 예컨대 72 dyne/㎝와 같은 목표 표면 에너지(친수성 특성의 일반적으로 사용되는

한 가지 정의)가 이루어질 때까지 단계가 반복된다. 또한, 출구에 가장 가깝게 배치된 기판이 72 dyne/㎝보다 더 큰 표면 에너지를 갖는 것도 또한 바람직할 수 있을 것이며, 이러한 상황에서 단계를 수행하는 것은 그 목표가 달성되기까지 반복되어야 한다. 대조적으로, 어떤 특화된 실시예에서는, 출구에 가장 가까운 기판의 외부 주 표면이 소수성(예를 들어, 72 dyne/㎝ 미만)인 채로 남아 있는 동안, 친수성의 내부 기공 표면을 갖는 것이 바람직할 수 있을 것이다.

롤 형태의 용품

다른 한 양태에서, 롤 형태의 용품은 앞서의 방법들 중 어느 것이든지에 따라 준비된다. 다양한 양호한 실시예에서, 이 개시내용의 롤링된 기판은 안감 층(backing layer) 및 안감 층의 주 표면 상에 배치된 접착제 코팅을 포함하는 접착제 테이프의 롤일 수 있을 것이다. 접착제 테이프 롤은 제2 주 표면 상에 배치된 이형 코팅(release coating), 또는 저 점착력 백사이즈(backsize)를 추가로 포함할 수 있을 것이다.

대안적으로, 접착제 테이프 롤은 안감 층의 접착제 코팅된 주 표면과 접촉하는 기판의 주 표면 상에 배치된 이형 코팅을 가질 수 있을 것인 하나 이상의 라이너(도 2b에서 27a 및/또는 27b)를 포함할 수 있을 것이다. 다른 한 예로서, 접착제 테이프 롤은 그것의 주 표면의 각각의 적어도 일부 상에 배치된 이형 코팅 및 이형 코팅 중 하나 위에 침착된 접착제 코팅을 포함하는 이형 라이너를 포함할 수 있을 것이다.

적합한 안감 층의 예는, 제한 없이, 셀로판, 아세테이트, 섬유, 폴리에스테르, 비닐, 폴리에틸렌, 예를 들어, 1축으로 배향된 폴리프로필렌 및 2축으로 배향된 폴리프로필렌을 비롯한 폴리프로필렌, 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리비닐플루오로에틸렌, 폴리우레탄, 폴리이미드, 용지(예를 들어, 폴리코팅된 크라프트지, 및 수퍼칼렌더드 또는 글라신 크라프트지), 직조 웨브(예를 들어, 면, 폴리에스테르, 나일론 및 유리), 부직 웨브, 포일 (예를 들어, 알루미늄, 납, 구리, 스테인리스 스틸 및 황동 포일 테이프) 및 그것들의 조합을 포함한다.

적합한 이형 라이너 기판의 예는 용지 및 중합체성 필름을 포함한다. 적합한 이형 코팅 조성물의 예는, 제한 없이, 실리콘, 플루오로카본, 및, 예를 들어, 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌을 비롯한 폴리올레핀을 포함한다. 안감 층 및, 있다면, 이형 라이너는, 제한 없이, 섬유, 필라멘트(예를 들어, 유리 섬유 필라멘트), 및 포화제(예를 들어, 합성 고무 라텍스 포화된 용지 안감)를 비롯한 보강제를 포함할 수도 있다. 이 개시내용의 방법을 이용하여 처리될 수 있는 보편적인 유형의 접착제 테이프는 보호 테이프(masking tape), 전기 테이프, 덕트 테이프, 필라멘트 테이프, 의료 테이프, 및 전사 테이프 등을 포함한다.

예상치 못한 결과 및 이점

이 개시내용의 예시적 실시예는 다른 기판 코팅 방법보다 장점을 갖는다. 대부분의 선행 코팅 방법에 대조하여, 어떤 예시적 실시예에서는, 이 개시내용의 방법이 롤 형태의 기판(30)(또는 30' 또는 30'')의 하나 이상의(또는 둘 다의) 에지 면(30a 및 30b), 제1 및 제2 주 표면(28a 및 28b) 중 하나 이상의 적어도 일부(또는 그 전부), 차드 (29)의 노출된 부분을 비롯한 어떤 차드(29)든, 및 어떤 천공(31)이든지의 내부 둘레 벽(35)에 코팅(25)을 선택적으로 도포하는 능력을 제공한다.

또한, 이전에 개시된 시트 코팅 공정 또는 이전에 개시된 롤투롤 웨브 코팅 공정에 비해 롤 형태의 기판에 코팅을 도포하기 위해 여기에 개시된 방법을 이용함에는 다른 의미 있는 장점이 있다. 이러한 장점은, 어떤 실시예에서는, 제1 및 제2 주 표면(28a 및 28b) 중 하나 이상의 단지 일부만을 선택적으로 표면 처리하는 것, 웨브에서의 차드 및/또는 천공의 새롭게 형성된 다이컷 에지를 표면 처리하는 것, 및 조립체 제조 공정에 앞서 부분적 다이컷 차드를 몰아낼 가능성을 회피하는 것(풀기/되감기 단계가 없음)을 포함한다.

이러한 장점은, 어떤 예시적 실시예에서는, 전체 롤링된 기판 용품 또는 웨브를 위해 향상된 표면 특성을 제공하기 위해, 부직 웨브의 원래의 내면 및 외면의 전부 외에, 부직 섬유 웨브가 전환된 후 거기에서의 새로운 다이컷 차드 및/또는 천공을 표면 처리하는 능력을 추가로 포함한다. 다른 한 장점은 웨브로서의 기판을 풀고 되감음으로써 기판 표면을 다시 노출시킬 필요 없이 이러한 표면의 전부를 코팅하는 여기에 개시된 방법의 능력이며, 그럼으로써 조립체 제조 공정에 앞서 다이컷 용품을 부주의하게 몰아낼 가능성을 저감한다. 롤 형태를 유지하면서 기판 상에 속성 향상 표면 처리를 선택적으로 부여함으로써, 여기에 개시된 방법에서 어떤 풀기 또는 되감기도 수행되지 않으므로, 차드 및 어떤 부착된 구성요소든 몰아내어질 가능성이 없어진다.

또한, 위에 기술된 바와 같이, 이 개시내용의 예시적 방법에서, 코팅은 중합체성(유기)이든 또는 세라믹(무기)이든 될 수 있다. 재부착 가능한 치과용 복합재를 위한 임시 지지부로서 이용되는 기판을 특히 참조하여, 예를 들어, 미세다공성 부직 섬유 웨브 기판에 무기 코팅을 도포하는 것은 하나 이상의 놀라운 기술적 장점을 제공할 수 있을 것이다. 첫째, 중합체성 섬유의 표면에서의 무기 재료의 존재는 섬유의 표면 화학적 성질을 사실상 변

화시킨다. 롤링된 기판의 습식 거동을 향상시키기에 충분한 양으로 무기 코팅이 존재할 수 있다. 얇은 층 침착에 관해서는, 개질의 범위가 층 두께를 제어함으로써 맞춰질 수도 있다.

또한, 원자층 침착은 정량적 침착 방법이고, 그래서, 물리적 증기 침착 또는 스퍼터링(sputtering)과 같은 종래의 방법들보다 우수한, 층 두께에 대한 정밀한 제어를 제공한다. 맞춤 습식 거동을 갖는 것은 섬유가 경화 가능한 성분(또는 수지)에 의해 사실상 균일하게 코팅되는 것을 보장하는 것에 도움이 될 수 있다. 향상된 습윤성은 부직 재료 속의 수지의 흡수 및/또는 포화를 가능하게 할 수도 있다. 이러한 요인들 모두가 접착제 조립체의 결합 강도 및 결합 예측 가능성에 긍정적 영향을 미칠 수 있다.

둘째, 무기 코팅은 실란 처리(또는 실란화)와 같은 추가적 표면 개질을 위한 화학적 성질을 제공할 수 있다. 유리하게는, 실란화 표면이 기판과 나중에 도포되는 접착제 사이의 화학적 결합을 허용할 수 있다. 이전에 알려진 접착제 조립체와 달리, 이러한 조립체는 롤링된 기판과 접착제 사이의 기계적 결합 및 화학적 결합 둘 다를 허용한다. 이것은 결합 강도 및 결합 신뢰성을 현저하게 향상시킬 수 있다. 제공된 치과용 복합재의 독특한 특징은, 공유 결합이 수지와 무기 코팅 사이의 계면에서뿐만 아니라, 무기 코팅과 부직 재료의 섬유 사이의 계면에서도 일어난다는 것이다. 실란 처리의 추가적 옵션 및 장점은 미국 특허 출원 공보 2012/0070794호(쪼우(Tzou) 등)에 기술되어 있다.

셋째, 무기 코팅은 수지와 부직 재료의 섬유 사이의 화학적 장벽으로서 작용한다. 이것은, 부직 매트가 중합체성이고 올리고머, 첨가제, 안정제, 또는 중합체의 밖으로 침출할 수 있는 다른 작은 분자들을 함유할 잠재력을 갖는 경우에, 특히 중요하다. 섬유를 사실상 균일하게 코팅함으로써, 무기 코팅은 수지 또는 용매가 존재하는 상태에서 이러한 추출 가능한 성분들이 섬유를 떠나는 것을 최소화하거나 또는 방지할 수 있다. 또한, 코팅은, 부직 섬유의 밖으로 확산하고 수지 중합을 억제할 수 있는, 산소와 같은 특정한 가스에 대한 장벽으로서 작용할 수도 있다. 용매 추출 연구는 코팅된 폴리프로필렌 섬유를 갖는 접착제 조립체가 코팅되지 않은 폴리프로필렌 섬유를 갖는 접착제 조립체에 비해 저감된 질량 손실을 나타냄을 보였다(예 참조).

넷째, 얇은 등각 층을 갖는 롤링된 기판의 하나 이상의 주 표면을 코팅하는 것은 전체 복합재에서의 리바운드 레벨(level of rebound)을 저감할 수도 있다. 이것은 리바운드가 일반적으로 최소화되어야 하는 치과 교정 접착제 응용과 관련하여 특히 유익할 수 있다. 낮은 리바운드는, 장치의 입출 처방(in-out prescription)을 가능한 한 정확하게 표명하기 위해서뿐만 아니라, 리바운드 시 공기가 복합재 속으로 들어가는 것으로부터 유래하는 복합재에서의 공극 또는 공동의 우려를 완화하기 위해서도 바람직하다. 놀랍게도, 두께가 4 내지 8 나노미터의 범위에 이르는 등각 알루미나 코팅으로 코팅된 부직 재료는 양호한 습윤성 및 장벽 특성뿐만 아니라, 동등한 코팅되지 않은 재료에 비해 감소된 리바운드도 나타내는 것으로 관찰된다.

마지막으로, 부직 기판 재료의 하나 이상의 주 표면 상에 무기 코팅을 도포하는 것은 접착제 조립체의 대량의 기계적 특성을 개질하기에 편리한 메커니즘을 제공한다. 예를 들어, ALD 코팅은 부직 기판의 섬유를 뻣뻣하게 하기 위해 이용될 수 있으며, 그럼으로써 기판을 뻣뻣하게 한다. 대안적으로, 이러한 코팅은 기판의 투과성, 또는 유순한 기판 재료가 압축되고, 그 후 이완하게 허용될 때 일어나는 리바운드 레벨을 정밀하게 변경하기 위해 이용될 수 있다. 이것들의 각각은 최적의 접착제 취급을 제공하기 위해 조절될 수 있는 중요한 대량 특성을 나타낸다.

이 개시내용의 예시적 실시예가 위에서 기술되었고, 아래에서 다음의 예에 의해 추가로 예시되며, 그것은 어떤 방식으로든 이 개시내용의 범위에 대해 제한을 주는 것으로 해석되지 않아야 한다. 이와는 반대로, 다양한 다른 실시예, 변경 및 이의 동등물이 사용될 수 있으며, 당업자라면 본 명세서의 상세한 설명을 읽은 후에, 본 발명의 사상 및/또는 첨부된 청구의 범위의 범주로부터 벗어남이 없이 이것을 떠올릴 수 있음이 분명하게 이해되어야 한다.

<u>예</u>

다음의 예는 이 개시내용의 범위 내의 예시적 실시예를 예시하려는 것이다. 본 발명의 넓은 범주를 나타내는 수치적 범위 및 파라미터가 근사치임에도 불구하고, 특정 예에서 나타내어지는 수치는 가능한 한 정확하게 보고된다. 그러나, 임의의 수치값은 그 개개의 시험 측정에서 발견되는 표준 편차로부터 필수적으로 생기는 특정 오차를 본질적으로 포함한다. 최소한, 그리고 특허청구범위의 범주와 균등한 이론의 적용을 한정하려고 시도함이 없이, 각각의 파라미터 수치는 적어도 보고된 유효 자릿수의 수를 고려하고, 보통의 반올림 기법을 적용함으로써 해석되어야 한다.

<u>예시적 ALD 코팅 장치 및 절차</u>

도 1에 묘사된 바와 같은 반응기는 일반적으로, 미국, 뉴햄프셔, 윌턴 소재의 킴벌 피직스 인코포레이티드(Kimball Physics Inc.)로부터 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈(ConFlat Double Side Flanges)(600-400-D CF)로서 상업적으로 구입 가능한 세개의 15.24 ㎝ (6 인치) 직경 양면 플랜지를 이용하여 구성되었다. 상류 측이 되고자 하는 측의 이러한 플랜지 적층물에, 하나의 0.32 ㎝ (1/8") NPT 측면 기공을 갖는 킴볼 피직스 인코포레이티드(Kimball Physics Inc.)의 하나의 15.24 ㎝ (6 인치) 직경의 콘플랫 양면 플랜지(600DXSP12)를 부착하였다. 이러한 측부 구멍은, 공정 동안 헤드 압력(재료 앞에서)이 감시될 수 있도록, 미국, 매사추세츠, 앤도버 소재의 엠케이에스 인스트루먼츠(MKS Instruments)로부터 상업적으로 구입 가능한 바라트론(Baratron)(1.3 ㎪ (10 토르)) 압력 측정기를 부착하기 위해 이용되었다. 킴볼 피직스 인코포레이티드로부터 상업적으로 구입가능한 15.24 ㎝(6 인치) 직경의 콘플랫 제로-렝스 리듀서 플랜지(ConFlat Zero-Length Reducer Flange)(600x275-150-0-T1)로 각각의 단부상에서 이러한 요소 적층물을 덮었다. 적층물 내의 접합 지점의 각각에서, 양호한 진공 밀폐부를 만들기 위해 적합한 크기의 구리 개스킷을 사용하였다.

이러한 요소 적층물에 대해, 먼저 7 ㎝ (2.75 인치) 직경의 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈 (275-150-D CF), 다음에 하나의 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀(NPT Side Hole)(275DXSP12)을 갖는 7 ㎝ (2.75 인치) 직경의 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈, 그 다음에 7 ㎝ (2.75 인치) 직경 큰플랫 솔리드/블랭크 플랜지(ConFlat Solid/Blank flange)가 입구 측에 부착되었다. 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀은 아래에서 설명하듯이 반응 가스를 도입하기 위해 이용되었다.

이러한 요소 적층물의 출구 측에 대해, 25 ISO 내지 275 CF 리듀서(Reducer)(QF25X275), 다음에 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀(275DXSP12)을 갖는 7 ㎝ (2.75 인치) 직경의 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈, 그 다음에 콘플랫 더블 사이드 게이트 밸브(ConFlat Double Side Gate Valve), 또 그 다음에 다른 한 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀(275DXSP12)을 갖는 7 ㎝ (2.75 인치) 직경의 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈가 부착되었다. 이것은 25 ISO 내지 275 CF 리듀서(QF25X275)가 뒤따랐고, 그 후, 그것은 가요성 스테인리스 스틸 진공 호스(Stainless Steel vacuum hose)를 거쳐 XDS-5 스크롤 펌프(Scroll pump)(배기 능력을 갖춘)에 연결되었다.

먼저 제1 콘플랫 더블 사이드 플랜지(275DXSP12)의 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀(게이트 밸브의 앞)에 대해 배기 반응기 압력 판독을 위한 엠케이에스 바라트론 (1.3 ㎪ (10 토르)) 측정기, 바이패스 샘플링(bypass sampling)을 갖는 SRS PPR300 리지듀얼 가스 아날라이저(Residual Gas Analyzer), 및 니들 밸브(needle valve)와 직렬로 연결된 러핑 / 바이패스 라인(roughing / bypass line)이 부착되었다. 이러한 바이패스 라인 설정은 가스가 저감된 펌핑을 위해 게이트 밸브 둘레로 흐르게 하지만, 표면 처리 동안 더 큰 반응기 압력을 허용하기 위한 2차 펌핑 라인으로서 유용한 것으로 밝혀지기도 했다. 제2 콘플랫 더블 사이드 플랜지(275DXSP12)의 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀(게이트 밸브의 뒤)은 위에서 설명한 니들 밸브를 갖는 밸브드 러핑 / 바이패스 라인(valved roughing / bypass line)을 위한 재진입 포트(re-entry port)로서 이용되었다.

반응 가스를 위한 입구에는 위에서 설명한 바와 같은 입구 측에서 7 ㎝ (2.75 인치) 직경 콘플랫 더블 사이드 플랜지즈에서의 0.32 ㎝ (1/8") 엔피티 사이드 홀이 배치되었다. 이러한 입구 라인은 퍼지 가스(purge gas)(공정 질소(N2))뿐만 아니라, 제1 및 제2 반응 가스 둘 다가 흐르는 가스 매니폴드로부터 공급되었다. 또한, 매니폴드는 퍼지 가스 라인에 먼저 매니폴드 속으로 들어가고 제1 및 제2 반응 가스를 위한 입구 라인이 뒤따르도록 설계되었다. 이것은, 다른 반응 가스들의 공급 라인 속으로의 반응 가스 중 어느 것이든지의 어떤 역류도 없는 것을 보장하기 위해, 매니폴드 속의 공정 질소(N2)가 매니폴드 밖으로의 가스의 연속적 포지티브 흐름을 유지하게 하였다.

제1 및 제2 반응 가스를 위한 입구 라인의 우발적인 교차 오염에 대한 추가 보호로서, 제1 반응 가스를 위한 라인은 상시 폐쇄 밸브(normally closed valve)를 통해 보내지고, 제2 반응 가스를 위한 라인은 상시 개방 밸브(normally open valve)를 통해 보내진다. 이들 조절 포트, 즉 2개의 밸브는 두 라인이 둘 모두가 반응기에 전구체 가스를 동시에 첨가할 수 없도록 하기 위해 동일한 스위치에 의해 탠덤(tandem)식으로 활성화되도록 설치되었다.

라인의 각각은 전구체 가스의 각각의 유량을 정밀하게 조절하기 위하여 SS 계량 벨로우즈-밀봉 밸브(Metering Bellows-Sealed Valve) 타입의 직렬 니들 밸브(in-line needle valve)를 구비한 별도의 밸브 시스템에 의해 개폐되도록 이차적으로 조절되었다. 이들 계량 밸브의 각각의 상류는 미국 오하이오주 솔론 소재의 스웨이지록 컴퍼니(Swagelok Company)로부터 316L VIM/VAR UHP 다이아프램-밀봉 밸브(Diaphragm-Sealed Valve)로서 구매가능한 유동 조절 밸브였다. 이러한 흐름 제어 밸브의 각각의 상류에는 미국, 미주리, 세인트루이스로부터 카탈로그 번호 Z527068로서 상업적으로 구입 가능한 300 mL 용량의 스테인리스 스틸 버블러(stainless steel

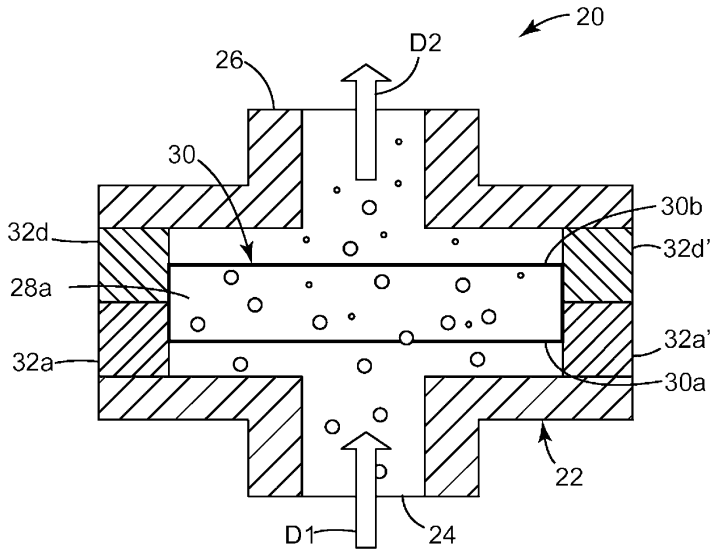
bubbler)의 형태의 반응 가스 공급 탱크가 있었다.

위에서 기술된 바와 같은 이러한 반응기 / 장치에는, 반응기의 온도 및 그것의 가스 공급부를 제어하기 위해, 종래 유형의 다양한 밴드 히터(band heaters), 가열 테이프 및 카트리지 히터(cartridge heaters)가 갖추어졌다.

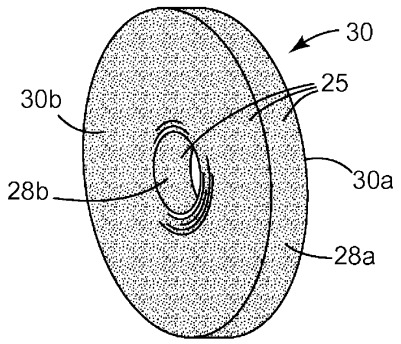
명세서가 예시적인 소정 실시예를 상세히 기술하고 있지만, 당업자라면 이상의 내용을 이해할 때 이들 실시예에 대한 여러 수정, 변형 및 그 등가물을 용이하게 안출할 수 있다는 것을 잘 알 것이다. 따라서, 이 개시내용이 앞서 기술한 예시적인 실시예로 부당하게 제한되어서는 안된다는 것을 잘 알 것이다. 또한, 여기에 인용된 모든 간행물, 공개 특허 출원 및 등록된 특허는, 각각의 개별적인 간행물 또는 특허가 명시적으로 그리고 개별적으로 참고로 포함되는 것으로 나타내어지는 경우와 동일한 정도로 전체로서 참고로 포함된다. 다양한 예시적인 실시예들에 대해 기술하였다. 이들 및 다른 실시예들은 개시된 실시예들의 하기 목록의 범주 내에 있게 된다.

도면

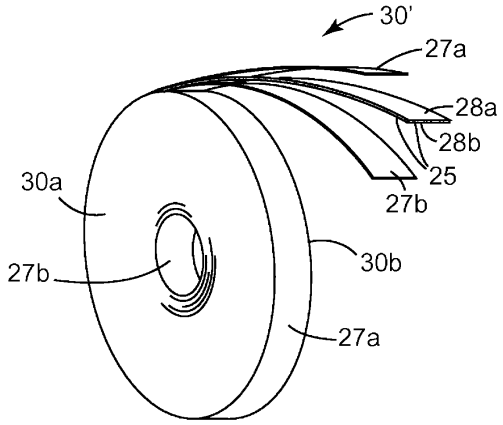
도면1



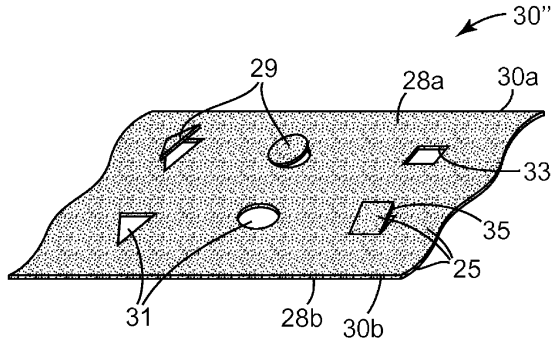
도면2a



도면2b


30'
27a
28a
28b
25
27b
30a
27b
30b
27a

도면3


30"
29
28a
30a
33
35
25
31
28b
30b