

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6147758号  
(P6147758)

(45) 発行日 平成29年6月14日(2017.6.14)

(24) 登録日 平成29年5月26日(2017.5.26)

(51) Int.Cl.

F I

**B 3 2 B** 5/24 (2006.01)

B 3 2 B 5/24

**B 3 2 B** 15/08 (2006.01)

B 3 2 B 15/08 Z

**D O 6 M** 11/83 (2006.01)

D O 6 M 11/83

**D O 6 M** 15/263 (2006.01)

D O 6 M 15/263

**D O 6 M** 15/643 (2006.01)

D O 6 M 15/643

請求項の数 15 (全 39 頁)

(21) 出願番号 特願2014-541355 (P2014-541355)  
 (86) (22) 出願日 平成24年11月9日(2012.11.9)  
 (65) 公表番号 特表2015-501736 (P2015-501736A)  
 (43) 公表日 平成27年1月19日(2015.1.19)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2012/064547  
 (87) 国際公開番号 W02013/071184  
 (87) 国際公開日 平成25年5月16日(2013.5.16)  
 審査請求日 平成27年11月9日(2015.11.9)  
 (31) 優先権主張番号 13/293, 184  
 (32) 優先日 平成23年11月10日(2011.11.10)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 390023674  
 イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・  
 アンド・カンパニー  
 E. I. DU PONT DE NEMO  
 URS AND COMPANY  
 アメリカ合衆国デラウェア州19805.  
 ウィルミントン、センターロード974.  
 ピー・オー・ボックス2915、チェスナ  
 ット・ラン・プラザ  
 (74) 代理人 100092093  
 弁理士 辻居 幸一  
 (74) 代理人 100082005  
 弁理士 熊倉 禎男  
 (74) 代理人 100084663  
 弁理士 箱田 篤

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オレフィンコーティングを有する金属化繊維複合材シート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第1の外部表面および反対側の第2の外部表面を有する基材と、

前記基材の前記第1の外部表面上の多層膜コーティングと

を含んでなる複合材シートであって、前記多層膜コーティングが、

前記基材の前記第1の外部表面を被覆する金属層と、

前記金属層を被覆し、かつ

- A - R - B - (式中、Aは、もう1つのオレフィン基に重合によって結合したオレフィン基であり、Bは、もう1つのシランまたはイソシアネート基に架橋したシランまたはイソシアネート基であり、かつRは、それぞれ、O、N、PおよびSからなる群から選択される一員によって置換されていてもよく、かつ前記アルキレンが直鎖、分枝鎖または環式であることが可能であるC1～C20アルキレンまたはアリールの少なくとも1つを含んでなるジラジカルである)

の構造を有する複数の架橋を含有する三次元ネットワークを含んでなる、外部ポリマー層と

を含んでなり、

前記基材は、フラッシュスパン・プレキシフィラメントシート、スパンボンド不織物シート、スパンボンド・メルトブローン不織物シート、スパンボンド・メルトブローン・スパンボンド不織物シート、および水蒸気透過性フィルム層に接着された不織物シートまたはスクリーンを含むラミネートからなる群から選択される不織物シートを含んでなり、あるいは

は、前記基材は、織物繊維またはテープを含んでなる織物シートを含んでなる、複合材シート。

【請求項 2】

前記基材が水蒸気透過性であり、前記複合材シートの水蒸気透過速度が、前記金属および外部ポリマーコーティング層のない前記基材の水蒸気透過速度の少なくとも 80 % であってもよい、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 3】

前記外部ポリマーコーティング層が 10 重量 % 以下の抽出可能な未硬化前駆体を含んでなる、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 4】

前記外部ポリマーコーティング層が完全に硬化される、あるいは、前記外部ポリマーコーティング層が 0.1 ~ 5  $\mu\text{m}$  の範囲の厚さを有する、あるいは、前記外部ポリマーコーティング層が 10 ~ 100  $\mu\text{m}$  の範囲の厚さを有する、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 5】

前記金属層が、アルミニウム、金、銀、亜鉛、スズ、鉛、ニッケル、チタン、銅、あるいはそれらの混合物または合金の 1 つから本質的になり、好ましくは前記金属層がアルミニウムから本質的になる、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 6】

前記金属層の放射率が多くとも 0.2 である、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の複合材シートを含んでなるウォールシステムまたはルーフシステム。

【請求項 8】

前記金属層を被覆する外部ポリマーコーティング層は、オレフィン基および水分硬化性シランもしくはイソシアネート基を含む二重官能性組成物を含む前駆体を硬化させることによって形成される、請求項 1 に記載の複合材シート。

【請求項 9】

前記オレフィン基がラジカル重合性である、請求項 8 に記載の複合材シート。

【請求項 10】

前記前駆体がアクリレートまたはメタクリレート組成物をさらに含んでなる、あるいは、前記前駆体が 0.1 ~ 75 重量 % の前記二重官能性組成物を含んでなる、請求項 8 に記載の金属化複合材シート。

【請求項 11】

前記前駆体が、2 - イソシアノエチル (メタ) アクリレート、メタクリロイルイソシアネート、アリルイソシアネート、またはヒドロキシル官能性オレフィンおよびマルチイソシアネートの反応生成物を含んでなるモノマーの少なくとも 1 つを含んでなる、請求項 8 に記載の複合材シート。

【請求項 12】

前記前駆体が、

水分硬化性シラン基を含んでなる (メタ) アクリルオキシアルキルシラン、

水分硬化性シラン基を含んでなるビニルシラン、アリルシランまたはより高次のアルケンシラン、あるいは

ヒドロキシル官能性オレフィンと、水分硬化性シラン基を含んでなるイソシアノアルキルシランとを反応させることによって得られるモノマー、

あるいはそれらのダイマー、トリマーまたはそれらのより高次のオリゴマーの少なくとも 1 つを含んでなり、

前記水分硬化性シラン基が、一官能性、二官能性または三官能性アルコキシシラン、フェノキシシラン、アシルオキシ (アセトキシ) シラン、アミノシラン、ハロゲンシラン、アミドシラン、イミダゾールシラン、カルバメートシラン、ケトキシミンシランまたはオキサゾリジノンシランの 1 つである、請求項 8 に記載の複合材シート。

【請求項 13】

10

20

30

40

50

前記二重官能性組成物が、(メタ)アクリルオキシプロピルトリプロポキシシランまたは(メタ)アクリルオキシプロピルトリプトキシシランの少なくとも1つを含んでなる、請求項12に記載の複合材シート。

【請求項14】

前記基材が水蒸気透過性である、請求項8に記載の複合材シート。

【請求項15】

前記金属層がアルミニウムから本質的になる、あるいは、前記金属層の放射率が多くとも0.2である、請求項8に記載の複合材シート。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、オレフィンの重合を生じる方法、特に、オレフィンコーティングを有する金属繊維複合材シート、ならびにオレフィン重合およびポリオレフィンコーティングの架橋を生じるために、電子ビームまたはUV源からの放射線と、水分への曝露との組み合わせを使用する、その製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

多くの一般的なモノマーの重合およびポリマー架橋は、光子または荷電粒子のいずれかの形態の放射線への曝露によって誘導可能である。いずれの放射線によってもモノマー中に蓄積されるエネルギーは、次いで重合および架橋を誘導することが可能なフリーラジカルの形成を生じると考えられる。「ビーム放射線」という用語は、本明細書中、モノマーの重合または他のいずれかのポリマー前駆体の架橋を開始するか、または別の方法で促進すること可能である荷電粒子ビームまたは光子照射のいずれかの形態を集合的に指すものとして使用される。

20

【0003】

ビーム放射線は、モノマーの重合または他のポリマーコーティング前駆体の硬化を促進するための産業的实施において広く使われている。ビーム放射線は、典型的に放射線源から誘導され、そしてポリマーコーティングを含む、不確定の長さの薄いシート材料を製造するためのプロセスなどのインラインの連続的プロセスにそれ自体を容易に与える。例えば、そのような材料の製造には、コーティング前駆体を送給ウェブに適用する工程、次いで、コーティングされたウェブを適切な放射線源に曝露する工程が含まれる。理想的には、粒子または光子のエネルギーは、所望のコーティング厚さを透過し、そしてフリーラジカルを生じるために十分なエネルギーを蓄積させるために十分でなければならない。典型的に、紫外線(UV)範囲のエネルギー電子(しばしば、「電子ビーム放射線」と呼ばれる)または光子が使用される。適切な強度の放射線への比較的短期間の曝露は、過度に基材温度を増加させることなく、一般に十分である。上記の形態のいずれかの放射線を生じることが可能な供給源は、当該技術で既知である。

30

【0004】

しかしながら、ビーム放射線は、元来、視線にある前駆体材料の硬化を開始するためにのみ有効である。すなわち、荷電粒子または光子のいずれのビームも典型的に放射線源から放射し、そして直線経路に沿って伝搬する。硬化は、直進的なビームを遮断するように配置された材料に関してのみ誘導可能である。電子ビームは原則として静電力または磁力によって偏向することが可能であるが、実際の電磁構造で達成できる偏向の程度は比較的限定される。紫外線は、可視光によって使用されるものと類似のレンズ、鏡および格子などの光学的構造によって、ある程度、方向づけることができる。しかしながら、UV光学は、典型的に、それらの可視スペクトルの対応する物よりも構成および維持することが困難である。

40

【0005】

したがって、単純な平面基材構造をコーティングするポリマー前駆体を重合および硬化するためのこれらの形態のビーム放射線の使用は直進的である。しかしながら、厳密な平

50

面から逸脱する構造をコーティングする前駆体のビーム誘導硬化は、陰形成 (shadowing) の問題のため、満足できるものではない。特にビーム供給源の視線にない基材の領域は、本質的に、いずれの放射線も受けず、これは陰形成と呼ばれ得る。ビームが比較的高い発散性を有し、そして (線または他の延長された供給源などの) 点源以外であるか、または別の方法で拡散する供給源から放射し得るとしても、視線の基本的な限定は残る。したがって、陰が形成される領域における重合および架橋反応は、ビーム放射線によって開始することができない。

#### 【0006】

コーティングにおいて前駆体の硬化ができないことは、わずかなフラクションであっても、場合によっては、高度に好ましくなくなるおそれがある。コーティングで一般に使用される多くの未硬化モノマー、特にアクリレートは、相対的に少量でさえ、毒性であり、好ましくない匂いを放出し、そして表面への望ましくない粘着性およびちりの付着を与えることが知られている。シート表面上の粘着性モノマーの存在は、供給ロールから材料を広げることが困難にさせる。したがって、これらの有害な結果を軽減するため、コーティングの実質的に完全な硬化をもたらす技術は、非常に求められ続けている。

#### 【0007】

陰形成の問題は、原則として、いずれかの非平面物品のコーティングの、ビームをベースとする硬化において生じる。アクリレートコーティングの硬化における陰形成の問題へのアプローチは、Studerらによって、Progress in Organic Coatings (2005), 53 (2), 126-133、Progress in Organic Coatings (2005), 53 (2), 134-146、および Progress in Organic Coatings (2005), 54 (3), 230-239 で提案されている。これらの開示は、コーティング前駆体材料における、アシルホスフィンオキシドなどの光重合開始剤および硝酸セリウム (IV) アンモニウム  $[Ce(NH_4)_2(NO_3)_6]$  などの適切な酸化還元熱開始剤の含有によって可能となる光開始重合および架橋と熱開始ラジカル重合との組み合わせを提案する。そのような二重硬化プロセスは、自動車着色ペンキおよびクリアコート用途に関して実行可能であると言われている。自動車本体またはそれらの部品などの品目におけるコーティングに関して、その物品の一部で完全に陰が形成されない場合、その形状は本質的にUV照明を少なくとも不均一にさせる。しかしながら、Studerの参考文献によって示唆される二重硬化プロセスは、基材が加熱されることを必要とする。与えられる例のいくつかにおいて、約140 °Cの温度が指定される。多くのポリマー基材は、そのような温度に耐えることができない。いくつかの硬化はより低い温度で生じるが、その場合、架橋反応の動力学は、非実際的に長いホールド時間を指示する。したがって、熱硬化が関与するプロセスは、多くの基板材料に関して可能な選択ではない。

#### 【0008】

陰形成の問題は、有効な表面の実質的な部分が表面の固有のトポロジーによって陰が形成される、一般に平面であるが繊維材料のコーティングと関連して特に厄介である。コーティング前駆体材料の適用は、特に気相式の方法によって行われる場合、必然的に、いくつかの前駆体材料を、表面層を画定する繊維のネットワークによって生じる隙間に堆積させる。これらの隙間は、基材のバルク表面下にあるが、まだその隣接した周辺にある。それらは、周囲雰囲気と連通することが容易に可能である。表面テクスチャーの固有のトポロジーは、いくつかの繊維の下側が外側に面する曝露を有さないことを指示するため、様々な入射角で繊維シート材料と衝突するようにビーム放射線を方向づけることは、部分的にのみ陰形成を軽減する。

#### 【0009】

建築構造産業においてウォールおよびルーフラッピング用水蒸気透過性シートとして使用される平面繊維シート材料は、これらの材料のいくつかの形態が、架橋によって硬化されなければならない表面ポリマーコーティングを含むため、陰形成の問題が起こるおそれのある一例として提示される。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 0 】

本出願と共同所有されている、B l e t s o s への米国特許出願公開第 2 0 0 8 / 0 1 8 7 7 4 0 号明細書（「 7 4 0 公開」）には、水蒸気透過性基材の少なくとも片面を少なくとも 1 層の金属層でコーティングし、基材とは反対側の金属層の側面上で少なくとも 1 層のポリマーコーティング薄層をコーティングすることによって形成された金属化水蒸気透過性複合材シートが開示されている。コーティングは、その水蒸気透過性を有意に低下させることなく基材を実質的にコーティングする条件で、蒸着技術を使用して、真空下で形成されてもよい。複合材シートは、高い水蒸気透過性および良好な熱バリア特性を有すると言われている。複合材シートは、（高い静水頭によって示される）液体水による侵入に対して高いバリアを提供するように選択されることもでき、これは、ハウスラップ  
10  
およびブルーライニングなどの構造最終用途のためのもう 1 つの重要な特徴である。そのような複合材シートは、薄くて強い通気性の空気および熱バリアを提供すると言われており、既存または新規の構造用に適切である。

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【 0 0 1 1 】

これらの進歩にもかかわらず、それらの全ライフサイクルを通して、それらの望ましい物理特性および構造特性をなお保持する、コーティングされた繊維材料を効率的に製造することができる、改良された製品が必要とされている。

## 【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 1 2 】

一態様において、本発明は、

第 1 の外部表面および反対側の第 2 の外部表面を有する基材と、

基材の第 1 の外部表面上の多層膜コーティングと

を含んでなる複合材シートであって、多層膜コーティングが、

基材の第 1 の外部表面を被覆する金属層と、

金属層を被覆し、かつ

- A - R - B - （式中、A は、もう 1 つのオレフィン基に重合によって結合したオレフィン基であり、B は、もう 1 つのシランまたはイソシアネート基に架橋したシランまたはイソシアネート基であり、かつ R は、それぞれ、O、N、P および S からなる群から選択される一員によって置換されていてもよく、かつアルキレンが直鎖、分枝鎖または環式であることが可能である C 1 ~ C 2 0 アルキレンまたはアリアルルの少なくとも 1 つを含んでなるジラジカルである）  
30

の構造を有する複数の架橋を含有する三次元ネットワークを含んでなる、外部ポリマー層と

を含んでなる、複合材シートを提供する。

## 【 0 0 1 3 】

もう 1 つの態様は、

第 1 の外部表面および反対側の第 2 の外部表面を有する基材と、

基材の第 1 の外部表面上の多層膜コーティングと  
40

を含んでなる複合材シートであって、多層膜コーティングが、

基材の第 1 の外部表面を被覆する金属層と、

金属層を被覆し、かつオレフィン基および水分硬化性基を含む二重官能性組成物を含む前駆体を硬化させることによって形成される、外部ポリマーコーティング層と  
50

## 【 0 0 1 4 】

なおさらに、

第 1 の外部表面および反対側の第 2 の外部表面を有する基材を提供する工程と、

基材の第 1 の外部表面を金属化して、その上に金属層を形成する工程と、

金属層上に外部ポリマーコーティング層の前駆体を堆積させ、前駆体がオレフィン基お

よび水分硬化性基を含む二重官能性組成物を含んでなる、前駆体フィルムを形成する工程と、

前駆体を処理して、外部ポリマーコーティング層を形成する工程であって、その処理が、

前駆体中にフリーラジカルを生じさせて、少なくともその一部分の重合を誘導すること、および

前駆体フィルムを水蒸気に曝露することを含んでなる工程と

を含んでなる、複合材シートの製造方法が提供される。

【0015】

典型的に、前駆体で使用されるオレフィン基は、ラジカル重合性であり、かつ水分硬化性基はシランまたはイソシアネート基である。様々な実施形態において、フリーラジカルの生成は、ビーム放射線またはプラズマ放電への少なくとも1回の曝露によって達成される。

【0016】

なおもう1つの態様は、

第1の外部表面および反対側の第2の外部表面を有する基材を提供する工程と、

基材の第1の外部表面を金属化して、その上に金属層を形成する工程と、

金属層上に外部ポリマーコーティング層の前駆体を堆積させ、前駆体が、 $-A-R-B$  - (式中、Aは、もう1つのオレフィン基に重合によって結合したオレフィン基であり、Bは、もう1つのシランまたはイソシアネート基に架橋したシランまたはイソシアネート基であり、かつRは、それぞれ、O、N、PおよびSからなる群から選択される一員によって置換されていてよく、かつアルキレンが直鎖、分枝鎖または環式であることが可能であるC1~C20アルキレンまたはアリールの少なくとも1つを含んでなるジラジカルである)の構造を有する複数の架橋を含有する三次元ネットワークを形成するために硬化可能である、前駆体フィルムを形成する工程と、

前駆体を処理して、外部ポリマーコーティング層を形成する工程であって、その処理が、

前駆体中にフリーラジカルを生じさせて、少なくともその一部分の重合を誘導すること、および

前駆体フィルムを水蒸気に曝露することを含んでなる工程と

を含んでなる、複合材シートの製造方法を提供する。

【0017】

なお他の態様は、上記複合材シートを含んでなるウォールシステムまたはルーフシステムを提供する。

【0018】

以下の本発明の好ましい実施形態の詳細な説明および添付の図面を参照した時に、本発明はより完全に理解され、そしてさらなる利点が明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】図1は、基板材料をコーティングするための従来技術の装置の略図である。

【図2A-D】図2A~2Dは、多層膜コーティングが形成される連続段階の従来技術ブレキシフィラメント基板材料の断面図の略図である。

【図3A-E】図3A~3Eは、本シートおよび方法で有用な代表的なポリマー前駆体を示す。

【図3F-H】図3F~3Hは、本シートおよび方法で有用な代表的なポリマー前駆体を示す。

【図4】図4は、二重官能性モノマーを架橋する異なる態様を示す反応の略図である。

【図5】図5は、二重官能性モノマーを架橋する異なる態様を示す反応の略図である。

10

20

30

40

50

【図 6】図 6 は、表面金属原子へのモノマーの共有結合を示す反応の略図である。

【図 7】図 7 は、本発明の複合材シートがハウスラップとして使用されるウォールシステムの透視図の略図である。

【図 8 A】図 8 A は、本発明の複合材シートを含むフレーム構造建築のルーフシステムの断面図の略図である。

【図 8 B】図 8 B は、本発明の複合材シートを含むフレーム構造建築のルーフシステムの断面図の略図である。

【図 8 C】図 8 C は、本発明の複合材シートを含むフレーム構造建築のルーフシステムの断面図の略図である。

【図 8 D】図 8 D は、建物の屋根裏のフロアジョイスト上での複合材シートの設置を示す断面図の略図である。

10

【図 9】図 9 は、プラズマ放電の存在下で、移動ウェブ基材上でコーティングを堆積させるために使用される装置の略図である。

【発明を実施するための形態】

【0020】

「不織物シート」という用語は、本明細書で使用する場合、編物または織物布と対照的に、定義可能なパターンがない状態で平面材料を形成するようにランダムな様式で配置される個々のストランド（例えば、繊維、フィラメントまたはスレッド）の構造を指す。不織物シートの例示的な形態には、一般に不織布、不織物ウェブおよび不織物層と呼ばれる材料が含まれる。「繊維」という用語は、ステープル繊維ならびに連続フィラメントを含むものとして本明細書に使用される。不織物シートの例には、メルトブローンウェブ、スパンボンド不織物ウェブ、フラッシュスパンウェブ、カーデッドおよびエアレイドウェブを含むステープルベースドウェブ、スパンレースドウェブ、ならびに 2 種以上の不織物ウェブを含んでなる複合材シートが含まれる。

20

【0021】

「織物シート」という用語は、縦糸および横糸ストランドが交差するパターンを織ることによって形成されるシート構造を指すために、本明細書に使用される。

【0022】

「布」という用語は、薄くて一般に平面で可撓性構造を形成する、連結した繊維、フィラメントまたはスレッドのネットワークを含んでなる、織物および不織物の物品の両方を指すために、本明細書に使用される。

30

【0023】

「スパンボンド繊維」という用語は、紡糸口金の複数の微細な通常円形の細孔から熔融熱可塑性ポリマー材料を繊維として押出成形することによってメルトスパンされる繊維であって、押出成形された繊維の直径が、次いで繊維を引き抜いて、次いで急冷することによって迅速に減少する繊維を指すために、本明細書に使用される。

【0024】

「メルトブローン繊維」という用語は、熔融加工可能なポリマーを複数の細孔を通して熔融流れとして高速気体（例えば空気）流れに押出成形する工程を含んでなるメルトブローによってメルトスパンされる繊維を指すために、本明細書に使用される。

40

【0025】

「スパンボンド - メルトブローン - スパンボンド不織物シート」（「SMS」）という用語は、2 層のスパンボンド層の間に挟まれて、それらに結合されたメルトブローン繊維のウェブを含んでなる多層複合材シートを指すために、本明細書に使用される。追加のスパンボンドおよび/またはメルトブローン層を複合材シートに組み込むことができ、例えば、スパンボンド - メルトブローン - メルトブローン - スパンボンドウェブ（「SMMS」）などである。

【0026】

「プレキシフィラメント」という用語は、ランダムな長さの多数の薄くてリボン様のフィルム - フィブリル要素の三次元の一体的なネットワークまたはウェブであって、約 4  $\mu$

50

m未満の平均フィルム厚さおよび約25  $\mu$ m未満の中央フィブリル幅を有するものを特徴づけるために、本明細書に使用される。プレキシフィラメント構造において、フィルム・フィブリル要素は、一般に構造の縦軸と同一の広がりをもって整列し、それらは、構造の長さ、幅および厚さを通して様々な場所で不規則な間隔で断続的に結合および分離して、連続的な三次元ネットワークを形成する。プレキシフィラメントフィルム・フィブリル要素の不織物ウェブは、本明細書中、「フラッシュスパンプレキシフィラメントシート」と記載される。

【0027】

本明細書に使用される場合、「テープ」という用語は、スリットフィルムから形成される扁平ストランドなどの扁平ストランドを指す。

【0028】

本明細書に使用される場合、「金属」という用語は、金属合金ならびに個々の金属を含む。

【0029】

「ウォールシステム」という用語は、建築構造の壁を指すために、本明細書に使用される。ウォールシステムは、通常、内部ライニングおよび外部スキン層を含み、そして他のウォール要素が内部ライニングおよび外部スキン層の間に入る。中間要素は、垂直の木製または金属製スタッドなどの支持フレーム要素、少なくとも1つのエアスペース、遮断材料、1層またはそれ以上の任意の蒸気バリア層、および本明細書に提供される複合材シートなどの水蒸気透過性シートを含むことができる。

【0030】

「ルーフシステム」という用語は、建築構造の天井を指すために、本明細書に使用される。ルーフシステムは、通常、傾斜に設置された木製垂木などの支持ルーフフレーム要素、外部ルーフィング材料および他のルーフ要素を含む。ルーフシステムは、ウォームルーフシステムおよびコールドルーフシステムに分類することができる。コールドルーフシステムにおいて、他のルーフ要素として、少なくとも1層の任意の蒸気バリア層、少なくとも1つのエアスペース（それは屋根裏エアスペースであることができる）を含むことができ、要素は、支持ルーフフレーム要素および外部ルーフィング材料の間に入り、パテンまたは固体被覆材料、本複合材シートなどの水蒸気透過性シート、および内部シーリングレベルより上で屋根裏スペースのフロアレベルで設置される遮断材料などである。ウォームルーフシステムにおいて、他のルーフ要素として、コールドルーフシステムに関して記載されるものに加えて、屋根裏シーリングおよび（屋根裏スペースのフロアレベルの代わりに）屋根裏シーリングより上に設置される遮断材を含むことができる。他のルーフ要素は、特定のルーフ要素次第で、支持ルーフフレーム要素および外部ルーフィング材料の間に入るか、または屋根裏スペースに面して支持ルーフフレーム要素の側面に取り付けられるか、または隣接するルーフフレーム要素の間で設置されるなどである。

【0031】

本発明の一態様は、基材が金属層および外部保護ポリマーコーティング層で被覆される金属化複合材シートを提供する。一実施形態において、金属化およびポリマー層は、基材の透過性を実質的に維持する様式で、水分透過性基材の表面に適用される。基材は、片面または両面が、繊維表面または多孔性フィルムなどの多孔性外部表面を含んでなるシート層でもよい。一実施形態において、ポリマーおよび金属層は、蒸発などの物理的気相堆積技術を使用して形成される。典型的に、ポリマー材料は、最初に蒸気として堆積されて、その後、重合および硬化されて、最終材料を形成するモノマー前駆体から誘導される。これらの技術は、基材の曝露された外側に面する表面で前駆体材料を堆積させるが、加えて、いくらの量の材料は、通常、表面構造内で透過し、かつ外部表面を通して、例えば、繊維の連結するネットワークによって形成される隙間または細孔を画定する内部表面上へ堆積する。

【0032】

一実施形態において、堆積プロセスおよび材料は、複合材構造が水蒸気透過性の所望の

10

20

30

40

50



レベルを保持するように、細孔および隙間が、有意に架橋されないか、被覆されないか、または充填されないように制御される。例えば、完全コーティングが形成されて、完全に処理された後、コーティングされていない基材の透過性の少なくとも80%が維持されてもよい。いくつかの実施形態において、コーティングされていない透過性の少なくとも90%または95%または98%が保持される。送達されるコーティング材料は、基材の内部構造中の繊維の表面が実質的にコーティングされてないまま残るように制御されてもよい。いくつかの実施においてはコーティングの後に高い透過性の特徴の保持が必要とされず、したがって、より厚いコーティングが可能となり得るように、いくつかの最終用途に関しては高い水分透過性が必要とされなくてもよい。

#### 【0033】

10

他の実施において、ポリマー前駆体は、必要な厚さを有する十分に均一なコーティングの適用を可能にするいずれかの方法によって適用される。限定されないが、そのような方法は、ブラシ、パッド、ローラー、スプレーまたはミストコーティング、ディッピングまたはフロー、ロール、あるいはカーテンコーティングなどを使用してもよい。限定されないが、フレキシ印刷を含む、ある種の印刷プロセスが使用されてもよい。これらの実施のいくつかにおいて、基材の蒸気透過性は、そのような堆積の後に実質的に維持される。

#### 【0034】

本金属化シートは、ウォールおよびルーフシステムを含む用途において有益に使用される。これらの状態で有用な実施形態において、シートの水分透過性は、その他の場合にはウォールまたはルーフキャビティに閉じ込められる水蒸気の排出を可能にする。そのような水蒸気は、入浴、シャワーおよび料理などの通常の家庭的活性を含む数多くの行程、あるいは代謝の産物として蒸発した汗または呼気などの建築物の居住者に由来することが可能である。特に寒い季節の間に建築物のキャビティで凝縮する水蒸気は、構造部材への腐敗または他の損傷を生じるおそれがある。他方、本シートの透過性は、通常、有意な空気または水の浸入を可能にするためには十分高くない。

20

#### 【0035】

前面金属化は、遮断値を基本的シート材料に有益に与える。ウォールまたはルーフ表面において金属化材料を組み込むことによって、例えば、暑い夏の間に入ってくる太陽輻射の反射を生じ、そして寒い冬の間には構造から放射する熱量を低下させることによって、建物のエネルギー効率が改善される。これらの両方の機能に関する金属化層の有効性は、同一温度で、表面によって放射される単位面積あたりの力と、完全黒体によって放射される力との比率である、その放射率によって定量化されてもよい。したがって、黒体は1の放射率を有し、そして、完全反射体はゼロの放射率を有する。放射率がより低いほど、両シーズンに関係する熱バリア特性は良好であり、すなわち、夏には入射光の反射が改善され、そして冬には熱放射の放出が低下する。しかしながら、既存の製品の金属化層の有効性は、金属表面の腐食によって生じると考えられる放射率の増加に反映されるように低下する。

30

#### 【0036】

上記したように、'740公開は、その上に有機および金属層が真空下でコーティングされる、プレキシフィラメントシートを製造するプロセスを提供する。このプロセスは、'740公開の図1の複写である、本出願の図1に10で概略的に示される装置を使用して実施することができる。

40

#### 【0037】

装置10は、所望の圧力へのチャンバーの排気を可能にする真空ポンプ14に連結された真空チャンバー12を含む。水蒸気透過性プレキシフィラメントシート20は、巻き戻しロール18から、ガイドロール24を通して、矢印「A」によって示される方向で回転する冷却された回転ドラム16上へ供給される。シートは、いくつかの堆積ステーションを通過する基材を形成し、ガイドローラー26によって回転ドラムの表面から取り込まれ、そしてコーティングされた複合材シートとして、巻上げロール22によって巻き取られる。ドラム16は、有機コーティングを形成することが指示される特定の前駆体の凝縮を

50

促進するために選択される温度まで冷却されてもよい。真空適合性モノマー、オリゴマー、低分子量ポリマーおよびそれらの組み合わせは、' 7 4 0 公開によると、有機コーティング層を調製するために適切であると言われている。ロール 1 8 から巻き戻した後、基材は任意のプラズマ処理ユニット 3 6 を通過し、ここで、シートの表面は、低周波 R F、高周波 R F、D C または A C によって励起されるプラズマ放電に曝露される。

【 0 0 3 8 】

' 7 4 0 の開示によると、金属層を堆積させる前に、例えば、超音波スプレー 4 2 を通して、貯蔵器 4 0 から液体前駆体が供給された蒸発器 2 8 からの基材上での有機前駆体の堆積によって、中間有機層が基材上で形成されてもよい。ヒーターを用いて、液体は即座に蒸発し、すなわち、フラッシュ蒸発し、基材上で堆積する前の熱重合または分解の機会が最小化されると言われている。

10

【 0 0 3 9 】

蒸発した前駆体は基材シートの表面上で凝縮し、そして放射線硬化手段 3 0 を使用して、シート上へ凝縮後に迅速に凝固すると言われる液体フィルム層を形成する。適切な放射線硬化手段は、凝縮された層の重合を生じるか、または架橋することによって、モノマーまたは他の前駆体フィルム層を硬化する電子ビームおよび紫外線放射線源を含むと言われている。電子ビームガンが使用される場合、電子のエネルギーは、その全体の厚さでコーティングを重合させるために十分でなければならない。室温で固体であるオリゴマーまたは低分子量のポリマーに関して、硬化は必要とされなくてもよいと言われている。' 7 4 0 公開によると有用であると言われるモノマーには、米国特許第 6 , 0 8 3 , 6 2 8 号明細書および国際公開第 9 8 / 1 8 8 5 2 号パンフレットによって開示されるアクリレートが含まれる。

20

【 0 0 4 0 】

中間有機層を堆積させた後に、' 7 4 0 のプロセスにおいて、コーティングされた基材は、次いで、金属化システム 3 2 に通り、ここで、金属層は有機層上で堆積する。抵抗金属蒸発システムが使用される場合、金属化システムは、ワイヤー供給 4 4 から金属の供給源によって絶えず提供される。

【 0 0 4 1 】

金属化工程の後、外部有機コーティング層は、蒸発器 1 2 8、前駆体貯蔵器 1 4 0、超音波スプレー 1 4 2 および放射線硬化手段 1 3 0 を使用して、中間ポリマー層に関して上記されたものと同様のプロセスで堆積される。

30

【 0 0 4 2 】

コーティングの厚さは、フラッシュ蒸発器のライン速度および蒸気流量によって制御されると言われている。コーティングの厚さが増加すると、電子ビームのエネルギーは、電子がコーティングを通して透過して、有効な重合を達成するように調節されなければならない。

【 0 0 4 3 】

しかしながら、本発明者らは、' 7 4 0 公開によって提供される上記プロセスの実際的な適用は、全ての所望の機能特性を達成する、複合材がコーティングされたシート製品を効率的に製造するその能力によって制限されることを見出した。理想的には、製品は、コーティングプロセスの後、実質的にその多孔性の全てを保持し、その金属化層は、不定の期間、高い反射性、したがって、遮断性を残している。加えて、重合されないまま残る有機コーティングがほとんどないか、またはないことが望ましい。

40

【 0 0 4 4 】

特に、' 7 4 0 公開によって提供されるシートは、そのような基材の三次元トポグラフィーから本来的に生じる陰形成の問題のため、繊維基材上で堆積されるポリマー層の硬化を生じるためにビーム放射線を使用することの問題点を例証する。

【 0 0 4 5 】

金属化のために一般に使用される金属であるアルミニウムの不十分に保護された表面層は、周囲の水分と継続的に反応を行い、即座に実質的に形成し得る自然酸化物を越えて酸

50

化物または水酸化物を形成し得ることが知られている。そのような反応は、典型的に、望ましくない反射率の低下および放射率の増加をもたらす。より厚いポリマー層は、アルミニウムをより良好に保護するが、オープンネットワークのより多くの細孔が充填される傾向があって、コーティングされたシートの不完全な硬化および透過性低下の可能性の問題を悪化させる。多孔性の低下を軽減し得る技術は、コーティングの均一性を低下させる傾向があることが見られ、金属層のための予想される保護の利点が、実際には完全に実現するというわけではない。いくつかの場合、従来のコーティングは、金属化のために適切な保護を与える最終的な厚さを提供するために、最小限度に許容できる硬化フラクションを達成しながらも、複数の層で適用され、硬化されなければならないことが見出された。

【0046】

10

図1のような従来技術の製造方法で発生する問題点は、そのような方法を使用するその製造の様々な段階における製品を概略的に示す図2A~2Dを参照することによって視覚化され得る。従来のTYVEK(登録商標)シートなどのプレキシフィラメント基材50(図2A)は、バルクA1供給源からの蒸発によって提供されるA1薄層52を被覆することによって、真空下で金属化される(図2B)。次いで、アクリレートモノマーなどの適切な前駆体が蒸発されて、約0.5~1μmの厚さであってよいコーティング54としてA1金属化シート上へ堆積される。

【0047】

図2Cに概略的に示されるように、TYVEK(登録商標)シートのプレキシフィラメント性質の開放的な三次元多孔性構造特徴は隙間56を含み、その中に、堆積した前駆体のいくらかが必然的に浸透する。

20

【0048】

次いで、堆積した前駆体は硬化され、TYVEK(登録商標)シートのアルミニウム化層に、必要とされる保護表面コーティングを提供する。いくつかの実施において、電子ビーム硬化が使用され、このことは、ポリマー前駆体が、外部保護ポリマーコーティング(表面層)58を形成する(図2D)ために、コーティングのモノマー重合およびポリマー架橋を開始する電子ビームの放射線に曝露されることを意味する。A1および前駆体堆積のプロセスパラメーターを制御することによって、むきだしのTYVEK(登録商標)シート50の多孔性は、一般に維持されることができ、このことは、堆積後のシートの多孔性は、典型的に出発シートの多孔性の少なくとも約80%であることを意味する。対照として、フレキソ印刷プロセスによって液体として堆積されるポリウレタンコーティングなどのいくつかの従来のコーティングでは、透過性が50%以上低下する。

30

【0049】

しかしながら、上記プロセスは、典型的に、従来から保護ポリマーコーティング58を形成する際に使用されるアクリレートモノマーまたは他の同様の前駆体の不完全な硬化がもたらされることが見出された。本方法によって硬化されるコーティング58のフラクションが実質的であり得、そして堆積した前駆体の多数を含んでさえなり得るが、実際には、かなりの部分が未硬化のまま残ることが見られる。図2Dで明らかであるように、未硬化部分は、表面58内の領域60と、より重要なことに、入射電子ビームから幾何学的に陰が形成される隙間56内の領域62の両方を含んでなり得る。未変換のアクリレートモノマーの少量の存在さえ望ましくない。

40

【0050】

上記プロセスの障害は、本発明に従って提供される特定のポリマー前駆体材料および改善された硬化プロセスの両方の使用によって対処される。本明細書に使用される場合、「前駆体」という用語は、本複合材シート材料のポリマーコーティング層を調製するために適切な物質を指すものとして理解される。そのような物質には、モノマー、オリゴマーまたは低分子量(MW)ポリマーおよびそれらの組み合わせが含まれる。前駆体は、1種またはそれ以上の化学成分を含んでなってもよい。一実施形態において、前駆体材料は真空適合性であるが、熱分解または重合を受けることなく蒸発器で迅速に蒸発するために十分な高い蒸気圧を有し、そして同時に真空システムを圧倒するほどの高い蒸気圧を有さない。

50

蒸発の容易さは、コーティングチャンバーの周囲圧力とともに、分子量、およびモノマー、オリゴマーまたはポリマー間の分子間力を含む要因次第である。本発明に有用な真空適合性モノマー、オリゴマーおよび低MWポリマーは、典型的に、約1200までの重量平均分子量を有することができるが見出された。

#### 【0051】

一実施形態において、上記硬化プロセスは、堆積した前駆体のビーム放射線への曝露と水分供給源への曝露とを組み合わせることによって向上される。そのような二重モード硬化プロセスは、前駆体層が、フリーラジカルおよび水分誘導重合または架橋に反応させる官能性を有する重合性組成物を含んでなる場合、特に有効である。本明細書および添付の請求項において、「二重官能性組成物」という用語は、前駆体組成物の一部または全部として組み込まれ得る両方の官能性を提供する物質を指すものとして理解される。フリーラジカル官能性は、ビーム放射線がフリーラジカル機構による硬化を生じることが可能にし、一方、水分感応性官能性は、代わりに水蒸気への曝露によって硬化を促進することが現在考えられている。前駆体の後者の官能性は、その他の場合にはビーム放射線に曝露することが困難であるか、または不可能である繊維または不規則形状の基材の陰が形成された領域でさえ硬化が生じることが可能にする。前駆体は光重合開始剤をさらに含んでもよく、これは、UV放射線が硬化を誘導するために使用される場合に特に利益をもたらす。そのような光重合開始剤の1つは、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパンであり、これは、Ciba Specialty Chemicals Inc., Basel, SwitzerlandからDAROCUR 1173として市販されているが、当該技術において既知である他のものが使用されてもよい。

#### 【0052】

ビーム放射線および水分への曝露は、同時に、または別々に達成することができる。一実施形態において、ビーム放射線は、前駆体の主要なフラクションの硬化を生じるために十分であるが、その後の水分への曝露が残留する未硬化の前駆体の少なくとも実質的な部分、特に、ビーム放射線から陰が形成された繊維隙間の部品の範囲内に位置するフラクションの硬化を促進する。

#### 【0053】

様々な実施形態において、複合材シートの外部ポリマー層は、構造-A-R-B-（式中、Aは、もう1つのオレフィン基に重合によって結合したオレフィン基であり、Bは、もう1つのシランまたはイソシアネート基に架橋したシランまたはイソシアネート基であり、かつRは、それぞれ、O、N、PおよびSからなる群から選択される一員によって置換されていてもよく、かつアルキレンが直鎖、分枝鎖または環式であることが可能であるC1~C20アルキレンまたはアリールの少なくとも1つを含んでなるジラジカルである）を有する複数の結合を含有する三次元ネットワークを含んでなる。他のシランまたはイソシアネート基へのシランまたはイソシアネート基の架橋は、通常、水との反応に起因する。本複合材シートの製造において、上記構造を有する外部ポリマー層を提供するいずれの技術も利用されてよい。

#### 【0054】

様々な実施形態において、前駆体は、ラジカル重合性オレフィン基および水分硬化性イソシアネート基または水分硬化性シラン基の少なくとも1つを含む重合性組成物を含んでなる。それぞれのオレフィンおよびイソシアネートまたはシラン基は、異なる機構による重合および硬化を可能にする二重官能性を有する重合性組成物を提供する。上記-A-R-B-構造は、例えば、この種類の二重官能性組成物を含んでなる前駆体を硬化することによって形成されてもよい。二重官能性組成物は、好ましくは、そのような種類のモノマー、ダイマーまたはトリマーである。もちろん、水分硬化性を提供する他の基で、上記シランまたはイソシアネート基を置き換えてもよい。

#### 【0055】

ラジカル重合性オレフィン基および水分硬化性イソシアネート基を有する二重官能性モノマーの代表的な例には、限定されないが、商業的に入手可能な2-イソシアノエチル（

メタ)アクリレート、メタクリロイルイソシアネート、アリルイソシアネート、およびまたヒドロキシル官能性オレフィン、例えば、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレートを、マルチイソシアネート、例えば、ジイソシアネート(ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート)と反応させることによって得られるモノマーが含まれる。イソシアネート基と水分との相互作用は、イソシアネートからアミンへの変換を生じると考えられており、それによって、次いで、他のイソシアネートとの架橋が生じ、尿素架橋が形成される。

#### 【0056】

ラジカル重合性オレフィン基および水分硬化性シラン基を有する二重官能性モノマーの代表的な例には、限定されないが、(i)(メタ)アクリルオキシアルキルシラン、(i i)ビニルシラン、アリルシランまたはより高次のアルケニルシラン、およびまた(i i i)ヒドロキシル官能性オレフィンをイソシアヌアルキルシランと(例えば、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレートをイソシアヌプロピルトリアルコキシシランと)反応させることによって得られるモノマーが含まれ、それぞれのモノマーが、一官能性、二官能性または三官能性アルコキシシラン、フェノキシシラン、アシルオキシ(アセトキシ)シラン、アミノシラン、ハロゲンシラン、アミドシラン、イミダゾールシラン、カルバメートシラン、ケトキシミンシランまたはオキサゾリジノンシランの1つである水分硬化性シラン基を含んでなる。特に有用な例には、限定されないが、(メタ)アクリルオキシアルキル-トリアルコキシシラン、-ジアルコキシシラン、および-モノアルコキシシラン、例えば、(メタ)アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、(メタ)アクリルオキシプロピルトリエトキシシラン、(メタ)アクリルオキシプロピルトリプロポキシシラン、および(メタ)アクリルオキシプロピルトリブトキシシランが含まれる。上記シランのダイマー、トリマーまたはより高次のオリゴマーのいずれかが使用されてもよい。

#### 【0057】

上記材料のいくつかを図3に構造的に示す。これらには、アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(APTMS、図3A)、メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン(MPTMS、図3B)、メタクリルオキシプロピルトリエトキシシラン(MPTES、図3C)、メタクリルオキシプロピルトリイソプロポキシシラン(MPTiPS、図3D)、アクリルオキシプロピルトリエトキシシラン(図3E)、メタクリルオキシウンデシルトリエトキシシラン(図3F)、アクリルオキシウンデシルトリエトキシシラン(図3G)、および上記の低分子量のオリゴマー、例えば、(1,1,3,3-テトラメトキシジシロキサン-1,3-ジイル)ビス(プロパン-3,1-ジイル)ジアクリレート(図3H)が含まれる。上記オルガノシランの他のダイマー、トリマーおよびより高次のオリゴマーも有用である。上記材料のシラン基との水分の相互作用は、典型的に図4に示されるようなシロキサン架橋の形成を誘導すると考えられている。

#### 【0058】

必要とされる二重官能性を提供する、ラジカル重合性オレフィンおよび水分硬化性基を有する他のモノマーまたは低級オリゴマーは、本プロセスおよびそれによって製造されるコーティングされたシートに使用されてもよい。一実施形態において、前駆体の重合性材料の実質的に全てが、そのような二重官能性材料によって提供されてもよい。あるいは、前駆体は、限定されないが、アクリレート、メタクリレート、シランおよびイソシアネート組成物を含む、1種またはそれ以上の追加の重合性または硬化性成分を含んでもよい。様々な実施形態において、コーティングは、他の重合性または硬化性成分と組み合わせて、約0.1~約75重量%の二重官能性組成物を含んでなる前駆体を使用して調製されてもよい。

#### 【0059】

本開示のいくつかの実施形態において、二重官能性前駆体を使用して製造されたコーティングされたシートは様々な利点を与える。これらの利点には、限定されないが、特に、コーティングされる基材、含まれる二重官能性前駆体の量、および硬化が生じる様式次第で、接着性、バリア特性、架橋密度および変換フラクションのいずれか1つまたはそれ以

10

20

30

40

50

上の向上が含まれ得る。例えば、約 0.1 ~ 1 重量%の二重官能性組成物を含んでなる前駆体を使用して調製されるコーティングは、改善された接着性を示し得る。バリア特性を改善する架橋密度の改善は、典型的に、いくらかより多くの二重官能性組成物、例えば、少なくとも約 5 重量%、少なくとも約 10 重量%、または少なくとも約 20 重量%の二重官能性組成物を必要とするが、変換フラクションの実質的な改善は、少なくとも約 30 重量%、少なくとも約 50 重量%または少なくとも約 75 重量%の二重官能性組成物を必要とすると考えられる。

#### 【0060】

本前駆体で適切に上記二重官能性組成物と混合される材料には、限定されないが、ラジカル硬化性であるアクリレートまたはメタクリレートなどの様々なモノマーが含まれ得る。それらには、限定されないが、ポリオールアクリレート、酸アクリレート、アミノアクリレートおよびエーテルアクリレート、ならびにヒドロキシル、カルボン酸またはスルホン酸官能基を含む他の官能基を有するアクリレートが含まれる。脂肪族、脂環式および芳香族オリゴマーまたはポリマー、あるいはフッ素化アクリレートオリゴマーまたはポリマーもまた、いくつかの実施形態において有用である。適切な前駆体成分には、Shawらへの米国特許出願公開第 2004/0241454 号明細書、Bletsosらへの米国特許出願公開第 2006/0078700 号明細書および Bletsosらへの米国特許出願公開第 2006/0040091 号明細書に開示される材料が含まれる。上記特許出願公開は全て、参照することによって本明細書にそれらの内容が組み込まれる。

#### 【0061】

実施形態、特に前駆体がフラッシュ蒸発を使用して適用される実施形態は、架橋を促進するために、ジアクリレートおよび/またはトリアクリレートのかんりの量を含んでもよい。適切なアクリレートまたはメタクリレートのブレンドは、所望の蒸発および凝縮特徴ならびに接着性を得るために、そして、重合間に堆積するフィルムの収縮の制御のために使用されてもよい。理想的には、フラッシュ蒸発プロセスに使用される分子は十分な熱安定性を有し、それらは、それらが基材上で堆積する前に分解することなく、かつ重合することなく、蒸発することができるが、その後、ビーム放射線への曝露時に容易に架橋されることができる。トリアクリレートは反応性である傾向があつて、蒸発温度で重合し得る。前駆体の平均分子量が増加することによって、一般に、より高い蒸発温度が必要となるが、冷却されていない基材上での凝縮を促進する。加えて、硬化における収縮は、反応性基あたりより高い分子量を有する材料を使用することによって低下することが一般に見られる。多成分前駆体を使用する実施形態は、かんりのフラクション化が起こることなく、前駆体が確実に堆積および凝縮することができるように、成分が適合可能な蒸発および凝縮特徴を有するように有益に調製される。

#### 【0062】

一実施形態において、前駆体で使用されるモノマーの平均分子量(MW)は、真空蒸着される材料に関して 200 ~ 1200 の範囲にあつてもよい。そのような範囲を使用することによって、適切な温度における前駆体蒸発の望ましい特徴、冷却されない基材上の前駆体凝縮、および基材の過度の変形を生じることがない容認できる収縮のバランスをとることが見られる。しかしながら、本複合材シートのために使用される前駆体は、所望の組成物の均一なコーティングの堆積に適合性のあるいずれかの分子量を有する成分を含んでもよい。それらのいくらかより低い反応性のため、それらの揮発性が、より低分子量の非フッ素化アクリレートの揮発性と同等であるため、より高い分子量を有するいくつかのフッ素化モノマーを使用することもできる。

#### 【0063】

一般に、モノマー変換および架橋を改善することに関して、本前駆体で使用されるアクリレートモノマーの少なくとも大部分が多官能性アクリレートであることが望ましい。好ましくは、アクリレートは、少なくとも 70 パーセントのジアクリレートまたはトリアクリレートなどの多官能性アクリレートを含んでなる。

#### 【0064】

様々な実施形態において、広範囲の種々のモノアクリレート、ジアクリレート、トリアクリレートおよびテトラアクリレートのいずれも組成物に含まれてもよい。一実施形態において、前駆体は、ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA、約226のMW）および/またはトリプロピレングリコールジアクリレート（TRPGDA、約300のMW）を含んでなる。モノラルアクリレトラウリルアクリレート（MW 240）またはRadcure of Atlanta, Ga. 製のエポキシアクリレートRDX80095；ジアクリレージエチレングリコールジアクリレート（MW 214）、ネオペンチルグリコールジアクリレート（MW 212）、プロポキシ化ネオペンチルグリコールジアクリレート（MW 328）、ポリエチレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート（MW 302）、およびビスフェノールAエポキシジアクリレート；ならびにトリアクリレートトリメチロールプロパントリアクリレート（MW 296）、エトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート（MW 428）、プロポキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート（MW 470）およびペンタエリスリトールトリアクリレート（MW 298）などの他のアクリレートが、時には組み合わせ使用されてもよい。モノメタクリレートおよびジメタクリレートトリエチレングリコールジメタクリレート（MW 286）、ならびに1,6-ヘキサンジオールジメタクリレート（MW 254）も有用であり得るが、硬化が非常に遅く、いくつかの高速コーティング操作には有用となり得ない。

#### 【0065】

フィルム形成特性およびアクリレートコーティングと基材シートとの間の接着性は、いくらかの量の高分子量成分を含有する前駆体を使用することによって向上され得ることが見られる。実際には、非常に高分子量のオリゴマーは、通常、低分子量のモノマーと混合される。オリゴマーは、通常、1000より高い分子量を有し、しばしば10,000またはそれ以上である。モノマーは、コーティング粘度を低下させる希釈剤として使用され、そして硬化速度、得られたコーティングの硬度および耐溶剤性を向上させるための架橋基の数の増加を提供する。蒸発によって直接にこれらの高分子量物質を適用することは実行不可能であることが一般に見出された。しかしながら、高分子量および低分子量の成分を混合することによって、満足できる効率的なフラッシュ蒸発、凝縮および硬化を得ることができる。

#### 【0066】

高分子量および低分子量のアクリレートのブレンドが使用される場合、ブレンドの重量平均分子量が200～1200の範囲に存在することが好ましい。そのような前駆体は、原子化および蒸発、凝縮および収縮特徴の間で望ましいバランスを提供することが見出された。

#### 【0067】

ある種の実施形態において、前駆体は、25において約0.1～100Paの範囲に及ぶ蒸気圧を有するように調製される。蒸気圧が非常に低い場合、適切なコーティング速度でシート基材上でコーティングを形成するために十分に材料を蒸発することが可能であるように、容認できないほど高い操作温度を必要とする。高温は、次に、モノマーの熱分解または早期重合を導き得る。蒸気圧が非常に高い場合、基材上でフィルムを形成するためのモノマーの凝縮および転送効率は、基材の表面が冷却されない限り、実際の効率的なコーティング操作のために非常に低くなり得る。

#### 【0068】

堆積および加工を促進するために、少量の他の物質が前駆体に含まれてもよい。限定されないが、これらの物質には、活性剤、感光剤、光重合開始剤などが含まれる。染料、顔料、充填剤、UV安定剤および酸化防止剤も、含まれてもよい他の材料の1つである。

#### 【0069】

本方法の実施形態において使用される硬化は、同時に、または連続して達成されてもよい。ビーム放射線および水分の両方への曝露を伴う。ビーム放射線は、当該技術において既知の適切な供給源から放射される荷電粒子または光子を含んでなってもよく、そしてポリ

10

20

30

40

50

マー前駆体と衝突するように向けられる。様々な可能な実施形態において、ビーム放射線は、エネルギー電子または紫外線光子によって提供されてもよい。

【0070】

本プロセスに使用されるアクリレートシランモノマーの重合および架橋のために可能な反応経路は、図4および5に概略的に示されており、これらの図は、例示的なアクリルオキシプロピルトリメトキシシランモノマー200の重合の2つの態様を例示する。図4は、それらのアクリレート官能性末端において他のアクリレート204によって共重合されている2つのモノマー分子のそれぞれのシラン官能性末端202の架橋を示す。水分子の存在によって、分子のそれぞれのケイ素原子からのメトキシ基の置換が可能となり、もう1つのメトキシシランまたはシラノール基との縮合の後に反応性シラノール基が形成し、シロキサン結合を形成する介在酸素を通して、それぞれのケイ素を結合する共有結合が導かれ、2個のメタノール分子が反応産物として生じる。他の末端204において、照射によって誘導されたアクリレート二重結合の反応は、フリーラジカル重合機構による他のアクリレートモノマーとの結合を可能にする。

【0071】

図5は、モノマー分子のシラン末端が同一機構によって架橋されるが、未重合モノマーの1つが、その後の架橋結合で利用可能な未反応のアクリレート官能性末端206を保持する、硬化の関連する態様を示す。

【0072】

いくつかの実施形態において、コーティング材料によって与えられる保護は、コーティング材料と表面金属との間の物理的および化学的相互作用によってさらに向上され则认为られている。例えば、共有結合は、図6中の反応によって概略的に示されるように、シランと表面アルミニウム原子との間で形成可能であると考えられ、ここでは、アルミニウム原子に結合した表面ヒドロキシル基が除去され、そしてメトキシ基を置換する介在酸素原子を通して、シラン原子とアルミニウムとの間の共有結合によって置換され、遊離したメタノール分子が形成する。あるいは、中間体シラノール基は、アルミニウムまたは酸化アルミニウムと直接反応することができる。シラン-アルミニウム結合は、その後の酸化を排除することによって、アルミニウム表面を保護するために十分強いとされている。ビーム放射線によって誘導され得る反対の末端における同一シランモノマーのフリーラジカル重合も図6に示される。

【0073】

本発明のさらなる態様において、驚くべきことに、金属化層を保護するために必要とされるポリマーコーティングの厚さは、本シランモノマーの組み込みによって低下させることができることを見出された。例えば、少量のシランモノマーが従来のアクリレートまたはメタクリレートモノマーと置換されている前駆体から形成されるポリマー層は、非常に低い厚さでさえ、匹敵する保護レベルを金属化に提供する。このような低下は、上記アルミニウム-ケイ素結合の有効性に起因すると考えられている。コーティングの厚さを低下させることによって、モノマー変換、および全コーティング厚さを通して、より容易に透過することができる初期のビーム放射線によって誘導される硬化度を改善する付随する効果を有する。コーティング厚さがより低いことによって、製造効率も改善され、そして使用されなければならないコーティング材料の量およびコーティング堆積の間に放出する前駆体担体中の揮発性有機材料の量が低下する。

【0074】

製造効率のため、本硬化プロセスは、繊維基板材料が不確定の長さのウェブとして供給され、ウェブはステーションを通して連続的に進行し、ステーション中でシートは最初にプラズマ処理されて、その後、A1金属化され、そしてポリマー前駆体層は連続的に堆積し、シートは最後に電子ビーム領域を通過するインラインの連続的なプロセスで実行されてもよい。ポリマー前駆体層の適用は、例えば、A1金属化において自己保護酸化物フィルムの自然形成を誘導するために、金属化層のプラズマ処理より前に行われてもよい。そのコーティングが電子ビームによって部分的に硬化されているシートを、その後、水蒸気

10

20

30

40

50



に曝露する。いくつかの実施において、必要とされる工程の1つまたはそれ以上を別々のバッチ操作において達成することができる。例えば、金属化されたシートは、再びプラズマ処理されて、ポリマーがコーティングされる前に冷却されてもよい。

【0075】

もう1つの実施形態において、コーティングされたシートは、水分含有チャンバーに配置され、そしてビーム放射線で同時に照明されながらウェブとして進行し、それによって同時に両曝露様式が提供される。

【0076】

様々な他の実施形態において、水分への曝露は、ビーム放射線の発生の後に生じ、そして単一の連続的なプロセスの一部として、または別々の操作で行われてもよい。

10

【0077】

なおもう1つの実施形態において、本シートは、不完全に硬化されたポリマーコーティングとともに、延長された、あるいは不確定の長さの金属化シートを有する中間ロールを最初に製造する、連続的なインラインプロセスで製造される。その後、ロールは貯蔵され、水分は、巻き取られたシートによって取り込まれる周囲の水蒸気から単に提供される。十分な蓄積時間の後、中間ロールの製造間のビーム放射線への曝露の後に未硬化のままであった前駆体のいくつかのフラクションは硬化する。あるいは、中間ロールは、水分開始硬化の動力学を促進する高レベルの湿度を提供するチャンバー中での初期の製造の後に貯蔵されてもよい。湿度チャンバーは、硬化動力学をさらに促進するが、基材高分子シートまたは他の成分に損害を与えるために十分高くない、わずかに高温で維持されてもよい。

20

【0078】

さらに、ビーム誘導フリーラジカル重合に反応するある種の前駆体の硬化は、適切なプラズマ放電において存在するイオンなどのイオン源への曝露によって実行することもできることが見られる。そのようなプラズマは、周囲気体の適切な選択によって、大気圧または部分的な真空のいずれかで生じることができる。プラズマイオンは、架橋を起こすフリーラジカルを生じることができるが、その他の機構が寄与してもよいと考えられる。そのようなプラズマ放電を生じるために使用される装置の代表的な例には、全て参照することによって本明細書にそれらの内容が組み込まれる、国際公開第2001/59809号パンフレット、国際公開第2002/28548号パンフレット、および国際公開第2005/110626号パンフレット、ならびに米国特許出願公開第2005/0178330号明細書によって提供される装置が含まれる。本方法の様々な実施形態は、ビーム放射線への代替または補足としてプラズマ曝露を使用する。

30

【0079】

したがって、なお他の実施形態において、前駆体のビーム照射は、架橋を誘導することが可能なプラズマ放電への曝露によって置き換えられる。いくつかの実施において、プラズマは、名目大気圧で適切な組成物の気体において形成されることができる。あるいは、いくつかの実施は、亜大気圧または真空でのプラズマ操作で実行され、これらはチャンバーを必要とする。連続的な供給実施を使用する実施形態では、その雰囲気気を崩壊させることなく、材料がチャンバーを通過することを可能にするいずれかの都合のよい種類のシールがさらに必要とされる。

40

【0080】

前駆体を堆積させて、硬化を誘導するプラズマ放電に曝露するために使用されてもよい例示的な装置は、図9によって概略的に示される。150で一般に示されるように、チャンバー152は、名目大気圧で維持される適切な気体を含有する。ウェブ154は、供給ロール156から供給され、そして入口ニップロールシール158を通過して、そして第1のガイドロール160を渡って、第1のプラズマ領域162まで通過する。入口および出口ニップロールシール158、176は、ウェブ154の通過を可能にしながら、チャンバー雰囲気気の制御を可能にする。電極164a、164bは、ウェブ154のそれぞれの平面に面し、そしてウェブ表面を清浄化して調製するプラズマ放電を生じさせるために通電される。ウェブ154は、次いで、第2のガイドロール166を渡って、通電された電

50

極 170a、170b で画定される第2のプラズマ領域 168 まで通過する。前駆体は、小さい液滴を生じさせるためのネビュライザー 172 を通して射出され、それはプラズマ中でイオンによって活性化されて、それによって反応性の液滴のミストが生じ、進行するウェブ 154 上で堆積する。典型的に、重合は迅速に生じる。次いで、ウェブ 154 は、第3のガイドロール 174 を渡って、そして出口ニップロールシール 176 を通って通過し、巻取りロール 178 上で回収される。

#### 【0081】

本明細書に記載される技術は、上記の単一の金属化およびコーティング、ならびに複数の金属化および複数のコーティングを含む、様々な層構造を有し得る複合材シートの製造において有用である。2層以上の金属層を有する複合材シート構造において、個々の金属層は、同一または異なる金属から形成することができ、そして同一または異なる厚さを有することができる。同様に、2層以上の有機コーティング層を有する構造において、個々の有機コーティング層は、同一または異なる組成および/または厚さを有することができる。各金属層は、2層以上の隣接する金属層を含んでなることができ、隣接する金属層は同一であっても、または異なっているてもよい。同様に、各有機層は、2層以上の隣接する有機層を含んでなることができ、隣接する有機層は同一であることも、または異なることも可能である。基材は上記の構造の場合のように片面で、または両面でコーティングされることができる。

#### 【0082】

本開示の様々な実施形態において、ビーム放射線またはプラズマ放電への、そして水蒸気への曝露の組み合わせは、抽出可能な残留する未硬化前駆体の量が、堆積する全前駆体の多くとも約 20% または多くとも約 10% または多くとも約 5 重量% であり得るような範囲まで前駆体フィルムの硬化を生じるために十分である。いくつかの実施形態において、本プロセスは、実質的に完全な重合および架橋を提供し、このことは、抽出可能な未反応の前駆体材料の量が、堆積する全前駆体の重量の 5 重量% 未満であることを意味する。

#### 【0083】

本シート構造の透過性は、気体に対するシート材料のバリアの当該技術で認識される基準である、Gurley Hill 多孔性によって都合よく特徴づけられてもよい。特に、Gurley - Hill 多孔性は、所与の体積の気体が、ある種の気圧勾配が存在する材料の領域を通過するためにどの程度の時間がかかるかという基準である。Gurley - Hill 多孔性は、参照によって本明細書に組み込まれる Official Test Method T - 460 om - 06 として、TAPPI (元、Technical Association of the Pulp and Paper Industry) によって公布されたプロトコルに従って測定されてもよい。この試験は、約 12.45 cm の水の様々な圧力下で、直径 2.54 cm の試料に強制的に通される 100 立方センチメートルの空気のために必要とされる時間を測定する。結果は秒単位で表され、それは Gurley 秒と呼ばれることもある。Gurley Hill 試験は、Lorentzen & Wettre Model 121D Densometer などの装置を使用して実行されてもよい。

#### 【0084】

本発明の複合材シートを形成するために適切な基材は、約 5 ~ 約 12,000 の Gurley 秒、さらには約 20 ~ 約 12,000 の Gurley 秒、さらには約 100 ~ 約 12,000 の Gurley 秒、そしてさらには約 400 ~ 約 12,000 の Gurley 秒などの比較的低い空気透過性を有することができ、一般に空気浸入に対するバリアを提供すると考えられる。あるいは、基材は、比較的高い空気透過性を有するように選択することができ、例えば、5 秒未満の Gurley Hill 空気透過性を有するシートであって、その空気透過性は、ASTM International, West Conshohocken, PA によって公布され、本明細書に参照として組み込まれる ASTM Standard D737 に従って実行される Frazier 空気透過性試験を使用して特徴づけられてもよい。

## 【 0 0 8 5 】

一実施形態において、本複合材シートは、本明細書に参照として組み込まれる A S T M Standard F 1 2 4 9 - 0 6 に従って測定される水蒸気透過速度によって特徴づけられるように、比較的高い水蒸気透過性を有してもよい。一実施形態において、比較的高い空気透過性を有する複合材シートは、少なくとも約  $35 \text{ g} / \text{m}^2 / 24 \text{ 時間}$ 、またはさらには少なくとも約  $200 \text{ g} / \text{m}^2 / 24 \text{ 時間}$ 、またはさらには少なくとも約  $600 \text{ g} / \text{m}^2 / 24 \text{ 時間}$  の水蒸気透過性を有する。

## 【 0 0 8 6 】

なお、本複合材シートの水分透過性において、金属およびポリマーコーティングの効果の有効かつ意味ある決定を行うために、試験が行われる未コーティングの対照シートおよびコーティングされたシートは実質的に同等でなければならない。例えば、コーティングされたシートを製造するために使用される同一ロール、ロットなどからの基材シート試料を、出発シートの水蒸気透過性を測定するために使用することができる。1つの選択肢において、マスクされた部分がコーティングプロセスの間にコーティングされないように、基材の一部をコーティングの前にマスクすることができ、シートの隣接する未コーティングおよびコーティングされた部分から採取された試料上で測定することができる。もう1つの選択肢において、未コーティングの試料は、基材のロールの一部分（例えば、その開始部分および/または端部）から採取することができ、そして同一ロールのもう1つの部分から製造されるコーティングされた試料と比較することができる。

## 【 0 0 8 7 】

本複合材シートは、高い静水頭を有してもよく、シートが静的負荷において強制される  $\text{H}_2\text{O}$  などの液体の侵入に抵抗することを意味する。建築ラップとして使用されるシートは、したがって、雨、雪または他の沈積の侵入に対する保護を与え得る。静水頭は、International Organization for Standards, Geneva, Switzerlandによって公布され、本明細書に参照として組み込まれる規格ISO 811 - 1981に従って都合よく測定される。静水頭の試験は、Shirley Hydrostatic Head Tester (Shirley Developments Limited, Stockport, England) を使用して実行することができる。様々な実施形態において、シートは、少なくとも約  $20 \text{ cm H}_2\text{O}$ 、さらには少なくとも約  $50 \text{ cm H}_2\text{O}$ 、さらには少なくとも約  $100 \text{ cm H}_2\text{O}$ 、またはさらには少なくとも約  $180 \text{ cm H}_2\text{O}$  の静水頭を有してもよい。

## 【 0 0 8 8 】

建築ラップとしての使用のために、複合材シートは、好ましくは少なくとも約  $35 \text{ N} / \text{cm}$  の引張強さを有する。引張強さは、本明細書に参照として組み込まれる A S T M Standard D 5 0 3 5 - 0 6 に従って測定することができる。

## 【 0 0 8 9 】

本複合材シートを構成するために適切な基材は、第1の外部表面および反対側の第2の外部表面を有する。これらの基材には、限定されないが、織物および不織物シートなどの様々な形態のシートが含まれる。一実施形態において、基材は織物繊維またはテープを含んでなる織布を含んでなる。もう1つの実施形態において、基材は、フラッシュ - スパンプレキシフィラメントシート、スパンボンド不織物シート、スパンボンド - メルトブローン不織物シート、スパンボンド - メルトブローン - スパンボンド不織物シート、および微孔性フィルム、微小穿孔フィルム、または水蒸気透過性モノリシックフィルムなどの水蒸気透過性のフィルム層に接着された不織物もしくは織物シートまたはスクリーン層を含むラミネートからなる群から選択される不織物シートを含んでなる。出発基材は、従来のコーティング方法を使用してコーティングされた水蒸気透過性シートを含んでなることもできる。

## 【 0 0 9 0 】

あるいは、基材は、第1の外部表面を提供する微小穿孔フィルム、織物シートおよび不織物シートからなる群から選択される多孔性シートとともに、不織物シート、織物シート

、不織物シート・フィルムラミネート、織物シート・フィルムラミネートまたはそれらの複合材の少なくとも１つを含んでなる多層構造を含んでなる。

【 0 0 9 1 】

例えば、構造産業で現在使用されるシートは、ポリマーフィルム層でコーティングされて、微小穿孔された織物テープのシートを含む。基材は、様々なポリマー組成物から形成されてもよい。例えば、構造産業で使用されるシートは、典型的に、ポリプロピレンまたは高密度ポリエチレンなどのポリオレフィン、ポリエステルまたはポリアミドから形成される。

【 0 0 9 2 】

本発明の一実施形態によって、基材は、繊維、不織物または織物シートを含んでなる。あるいは、基材は、シートがラミネートの外部表面を含んでなるか、またはラミネートの外部表面が微小穿孔フィルムであることができる、シート・フィルムラミネートであることができる。金属および有機コーティング層は、シートまたは微小穿孔フィルム上で堆積され、繊維シートの場合、複合材シートのコーティングされた表面上の個々の繊維または同様のストランドの曝露表面は実質的に被覆されるが、ストランド間の隙間のスペースまたは細孔は、コーティング材料によって実質的に被覆されないままである。「実質的に被覆されていない」とは、繊維間の隙間のスペースの少なくとも３５％がコーティングされていないことを意味する。一実施形態において、有機コーティング層の全体の組み合わせられた厚さは、不織物ウェブの繊維の直径未満である。非繊維シートに関して、シート表面上の表面細孔の少なくとも３５％は、実質的に被覆されていない。これによって、出発シート材料の水蒸気透過性の少なくとも約８０％、さらには少なくとも約８５％およびさらには少なくとも約９０％の水蒸気透過性を有する、コーティングされた複合材シートが提供される。

【 0 0 9 3 】

一実施形態において、本シートは、基材シートとして、E . I . du Pont de Nemours and Company , Inc . ( Wilmington , DE ) から入手可能なTYVEK ( 登録商標 ) フラッシュスパン高密度ポリエチレンなどの水蒸気透過性のフラッシュスパンプレキシフィラメントポリオレフィンシートを使用して製造される。適切なフラッシュスパンプレキシフィラメントフィルム・フィブリル材料は、ポリプロピレンまたはポリオレフィンの混合物から製造されてもよい。水蒸気透過性シートは、フラッシュスパンプレキシフィラメントシートとメルトスパンスパンボンドシートとを含んでなるラミネートなどの、１層またはそれ以上の追加の層と一緒にフラッシュスパンプレキシフィラメントシートのラミネートであることも可能である。プレキシフィラメントフィルム・フィブリルストランド材料のウェブ層を形成するためのフラッシュスピニングプロセスは、米国特許第３，０８１，５１９号明細書 ( Blades ら ) 、同第３，１６９，８９９号明細書 ( Steuber ) 、同第３，２２７，７８４号明細書 ( Blades ら ) および同第３，８５１，０２３号明細書 ( Brethauer ら ) に開示されており、上記特許は、参照することによって本明細書にそれらの全内容が組み込まれる。

【 0 0 9 4 】

本改善されたコーティングおよび硬化プロセスは、ある種の商業的に入手可能なハウスラップおよびルーファイニング製品で使用される水蒸気透過性シート基材などの広範囲の種々の製品に適用可能である。構造建築において使用される適切なフラッシュスパンプレキシフィラメントシートには、TYVEK ( 登録商標 ) SUPROLーフライニング、TYVEK ( 登録商標 ) HomeWrap ( 登録商標 ) およびTYVEK ( 登録商標 ) CommercialWrap ( 登録商標 ) が含まれる。他のそのような材料には、TYVEK ( 登録商標 ) 、Enercor Wall、Enercor Roof、Silver、およびReflexを含む商標名でE . I . du Pont de Nemours and Company , Inc . ( Wilmington , DE ) によって販売されるものが含まれる。一般に、TYVEK ( 登録商標 ) 材料は、高密度ポリエチレン繊維の連結したネットワークを含んでなる薄いフラッシュスパンプレキシフィラメントシートであ

る。

【0095】

基材として適切な他のハウスラップ製品には、片面で白色ポリエチレンによってコーティングされて、穿孔された高密度ポリエチレンスリットフィルムの織布である、Air-Guard（登録商標）Buildingwrap（Fabrene, Inc., North Bay, Ontario製）；片面でコーティングされて、穿孔されたポリプロピレンスリットフィルムの織布である、Pinkwrap（登録商標）Housewrap（Owens Corning, Toledo, OH製）；微小穿孔されて、波形表面を有するクロスプライラミネートポリオレフィンフィルムである、Pinkwrap Plus（登録商標）Housewrap（Owens Corning, Toledo, OH製）；片面でコーティングされて、穿孔された高密度ポリエチレンフィルムの織布である、Tuff Wrap（登録商標）Housewrap（Cellotex Corporation, Tampa, FL製）；表面に小さいディンプルを生じさせるためにエンボス加工された不織物スクリムに接着されたポリオレフィンシートである、Tuff Weather Wrap（登録商標）（Cellotex Corporation, Tampa, FL製）；片面でコーティングされて、穿孔されたポリプロピレンスリットフィルムの織布である、Greenguard Ultra Amowrap（登録商標）（Amoco, Smyrna, GA製）；透明コーティングでコーティングされた、穿孔されていない不織物膜である、Weathermate（登録商標）Plus Housewrap（Dow Chemical Company, Midland, MI製）；およびコーティングされたスパンボンドポリプロピレンシートである、Ty-par（登録商標）Housewrap（Reemay, Old Hickory, TN製）が含まれる。

【0096】

本製造および硬化プロセスは、いくつかの最終用途にとって望ましい、実質的に空気不透過性である金属化基材を提供する実施形態のためにも適用可能である。例えば、これらの実施形態の基材は、微孔性フィルムまたはモノリシックフィルムである水蒸気透過性フィルム層に接着された不織物または織物シートのラミネートを含んでなることができる。例えば、いくつかの実施形態において、そのようなラミネートのシートは、布またはスクリムであることができる。一般に、1層またはそれ以上の水蒸気透過性フィルム層は、外部不織物または織物シート層の間に挟まれ、そして金属およびポリマーコーティング層は、ポリマー層が複合材シートの外部表面を形成するように、外部層の少なくとも片面上に堆積する。そのような実施形態において、水蒸気透過性フィルム層は、2層のステープル繊維不織物層、または2層の連続フィラメント不織物層、または2層の織布の間に挟まれる。外部布またはスクリム層は、同一であることも、異なることも可能である。

【0097】

本発明の実施において有用な水蒸気透過性モノリシック（無孔）フィルムは、薄く連続的な水蒸気透過性であり、かつ実質的に液体不透過性のフィルムとして押出成形が可能なポリマー材料から形成されてもよい。フィルム層は、従来の押出成形コーティング方法を使用して、第1の不織物または織物基板層上へ直接的に押出成形することができる。好ましくは、モノリシックフィルムは、厚さ約3ミル（76 μm）以下、さらには厚さ約1ミル（25 μm）以下、さらには厚さ約0.75ミル（19 μm）以下、そしてさらには厚さ約0.60ミル（15.2 μm）以下である。押出コーティングプロセスにおいて、一般にフィルム層の完全な凝固の前に、層の間の接着を改善するため、押出成形された層および基板層は、一般に、2本のロール（加熱されたか、または加熱されていない）の間で形成されるニップを通過する。モノリシックフィルムが2枚の基板層の間に挟まれる、水蒸気透過性の実質的に空気不透過性のラミネートを形成するために、第2の不織物または織物基板層を、第1の基材の反対側のフィルムの側面でニップに導入することができる。

【0098】

水蒸気透過性モノリシックフィルムを形成するために適切なポリマー材料には、ブロッ

クポリエーテルエステルコポリマー、ポリエーテルアミドコポリマー、ポリウレタンコポリマー、ポリ(エーテルイミド)エステルコポリマー、ポリビニルアルコールなどのブロックポリエーテルコポリマー、またはそれらの組み合わせが含まれる。好ましいコポリエーテルエステルブロックコポリマーは、参照によって本明細書に組み込まれる、Hagman、米国特許第4,739,012号明細書に開示される、軟質ポリエーテルセグメントおよび硬質のポリエステルセグメントを有するセグメント化エラストマーである。適切なコポリエーテルエステルブロックコポリマーには、E. I. du Pont de Nemours and Company (Wilmington, DE)によって販売されるHytrel(登録商標)コポリエーテルエステルブロックコポリマー、およびDSM Engineering Plastics (Heerlen, Netherlands)によって製造されるArnitel(登録商標)ポリエーテルエステルコポリマーが含まれる。適切なコポリエーテルアミドポリマーは、Glen Rock, N. J., USAのAtochem Inc. からPebax(登録商標)の名称で入手可能であるコポリアミドである。Pebax(登録商標)は、Paris, FranceのElf Atochem, S. A. の登録商標である。適切なポリウレタンは、Cleveland, Ohio, USAのThe B. F. Goodrich CompanyからEstane(登録商標)の名称で入手可能な熱可塑性ウレタンである。適切なコポリ(エーテルイミド)エステルは、Hoescheler、米国特許第4,868,062号明細書に記載されている。モノリシックフィルム層は、複数の層の水蒸気透過性フィルム層を含んでなることができる。そのようなフィルムは、1種またはそれ以上の上記通気性の熱可塑性フィルム材料を含んでなる層と共押出されてもよい。

10

20

#### 【0099】

微孔性フィルムは、ポリオレフィン(例えば、ポリエチレン)および微細粒子充填剤の混合物から形成されるものなど、当該技術において周知であり、これは、溶融押出されるか、キャストされるか、または吹き込まれて薄フィルムにされ、一軸または二軸のいずれかで伸長され、フィルムの上部から底面まで連続的に延在する不規則形状の微小孔を形成する。米国特許第5,955,175号明細書は、約0.2マイクロメートルの名目細孔径を有する微孔性フィルムを開示する。微孔性フィルムは、熱または接着ラミネーションのような当該技術で既知の方法を使用して、不織物または織物層の間にラミネートすることができる。

30

#### 【0100】

一実施形態において、微小穿孔フィルムは、ポリマーをキャストイングするか、または吹き込み形成し、フィルムとし、その後、機械的にフィルムを穿孔することによって形成される。これは、一般に、欧州特許出願公開第1400348A2号明細書に開示されており、この出願公開には、微小穿孔は、典型的に、直径0.1mm~1.0mmであることが示されている。

#### 【0101】

TYVEK(登録商標)材料、ならびに上記の他の材料は、典型的に可撓性であり、これによって、建築および他の用途におけるそれらの使用を可能にし、それらは曲線状または他の非平面表面に適用されてもよく、そしてしばしば、建築物の角部分の周囲、ならびに窓割りおよび他の同類の建築物の開口部と関連した角で大きな断片で整合的に固定される。本製造および硬化プロセスは、可撓性基材、ならびに実質的に剛性の基材およびより低い可撓性を示す他の基材に適用可能である。一実施形態において、可撓性の形態の本発明のコーティングされたシートは、屈曲の後さえも実質的に劣化することなく、表面金属化および外部ポリマーコーティングを保持する。

40

#### 【0102】

他の実施形態において、本複合材シートおよびコーティングプロセスは、織物または不織物ポリエステル、ポリイミド、ポリアミド、ポリスルホン、メタアラミドまたはパラアラミド繊維、またはそれらのブレンドを含んでなる基材を使用してもよい。あるいは、他の上記繊維とブレンドされていてもよい天然繊維が使用されてもよい。

50

## 【0103】

様々な実施において、本複合材シートの金属化およびポリマーコーティング層の堆積は、いずれかの適切な物理蒸着法技術によって実行されてもよい。そのようなプロセスは、当該技術で既知であるような真空下で実行されるものを含む。金属およびポリマー材料の厚さは、好ましくは、複合材の所望の透過性および熱的特性の両方が生じる範囲内で制御される。

## 【0104】

限定されないが、高い蒸気透過性を示す必要がないシートを製造するために指示される物を含む別の実施において、ブラシ、パッド、ローラー、スプレーコーティング、ディッピングまたはフロー、ロール、あるいはカーテンコーティングなどを利用する方法などのポリマー前駆体を堆積させるための他の直接的な適用方法が使用されてもよい。直接的方法是、容易な蒸発が可能ではない高MW成分または基材上での凝縮が困難である低MW成分を含む広範囲の揮発性を有する成分を前駆体を含むことを有益に可能にする。不揮発性材料、活性剤、感光剤、光重合開始剤、UV安定剤、抗酸化剤、染料、充填剤および顔料などの前駆体に望ましく組み込まれるある種の物質が含まれることも可能である。いくつかの実施形態において、特に前駆体が比較的低いMW重合性成分を含有する実施形態において、所望の高い蒸気透過性を実質的に維持しながら、シートを直接コーティングすることができる。

## 【0105】

一実施形態において、外部有機コーティング層の厚さおよび組成は、基材の水蒸気透過性も実質的に不変でありながら、金属化された基材の放射率が有意に増加しないように選択される。外部ポリマーコーティング層は、約 $0.1\text{ g/m}^2 \sim 5\text{ g/m}^2$ の有機コーティング材料に相当する約 $0.1\text{ }\mu\text{m} \sim 5\text{ }\mu\text{m}$ の厚さ、または約 $0.2\text{ }\mu\text{m} \sim 2.5\text{ }\mu\text{m}$  (約 $0.2\text{ g/m}^2 \sim 2.5\text{ g/m}^2$ )、約 $0.2\text{ }\mu\text{m} \sim 1.0\text{ }\mu\text{m}$  (約 $0.2\text{ g/m}^2 \sim 1.0\text{ g/m}^2$ )、または約 $0.2\text{ }\mu\text{m} \sim 0.6\text{ }\mu\text{m}$  (約 $0.2\text{ g/m}^2 \sim 0.6\text{ g/m}^2$ )の厚さを有してもよい。水蒸気透過性が必要とされないシートは、より厚く、より強硬なコーティングを使用してもよく、例えば、約 $10\text{ }\mu\text{m} \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ 、または約 $20\text{ }\mu\text{m} \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ の厚さを有する。

## 【0106】

外部ポリマーコーティング層が薄すぎる場合、金属層を(例えば加水分解または酸化からの)劣化から十分に保護せず、複合材シートの放射率の増加をもたらす得る。外部有機コーティング層が厚すぎる場合、コーティングされた表面の放射率のいくらかの低下に貢献し得、そして特に電子ビーム放射線を使用して、完全に前駆体層を硬化することが困難となり得る。加えて、いくつかまたは全ての細孔が架橋され得、したがって、水蒸気透過性を低下させ、それによって、本複合材シートのいくつかの実施形態のために利益をもたらす得る。

## 【0107】

水分から生じる金属化層の劣化に対する複合材シートの耐久性は、蒸気への短期間曝露の前後に放射率を比較することによって、都合よく特徴づけられてもよい。この試験の実施において、本金属化材料のシートは、水の表面と試験材料との間の距離が約 $10\text{ cm}$ であるように、 $90^\circ$ で保持される水浴の開放上部を完全に被覆するように配置される。あらかじめ選択された時間の後、試験材料は除去され、空気乾燥される。光学濃度および放射率の試験は、曝露前およびシート乾燥後に実行される。そのような試験は、建築構造におけるその最終用途の間に適度に予想される条件でのシートの挙動の促進された決定を可能にする。

## 【0108】

「光学濃度」という用語は、その従来の意味で本明細書に使用されており、シートを通過する光の減衰の底が10の対数、すなわち、入射および伝達された光の強度の比率として定義される。測定は、American National Standards Institute, Washington, DCによって公布され、参照によって本明細

10

20

30

40

50

書に組み込まれるANSI PH2.1986に従って、X-Rite 361T Optical Densitometerを使用して都合よく実行されてよい。この濃度計の視野は、直径約5mmの円である。報告された値は、典型的に、試験シートの複数の無作為に選択された領域の平均に基づく。

#### 【0109】

本複合材シートの金属化を形成するために適切な金属には、アルミニウム、金、銀、亜鉛、スズ、鉛、ニッケル、チタン、銅、ならびにそれらの混合物および合金が含まれる。一実施形態において、金属層は、アルミニウム、金、銀、亜鉛、スズ、鉛、ニッケル、チタン、銅、あるいはそれらの混合物または合金の1つから本質的になる。金属層は、金属化が低放射率複合材シートをもたらす限り、不純物または添加物のいずれかとして、他の金属または要素を含むことができる。例えば、金属層は、自然形成されるか、または誘導される表面酸化物薄層を含んでもよい。様々な実施形態において、酸化物層は表面を不動態化してもよく、そして/またはポリマーコーティングの接着性を改善してもよい。アルミニウムは、蒸発によって堆積させるのが容易であり、かついくらかの表面保護を与える酸化物不動態化薄層を容易に形成するため、有益に使用される。金属層は、最終用途のために必要とされる特性と一致するいずれかの厚さを有することができる。一実施形態において、金属層は、約15nm~200nmまたは約30nm~60nmの厚さを有する。金属層は、約15~150nmまたは約30~60nmの厚さを有するアルミニウムから本質的になってもよい。金属層が非常に薄い場合、層は可視および赤外線の波長に少なくとも部分的に透明であり、熱バリア特性を含む所望の特性が達成されない。金属層が非常に厚い場合、亀裂が入り、そして剥がれ落ちる可能性がある。一般に、所望の熱バリア特性を提供する最低の金属厚さを使用することが好ましい。本発明の複合材シートがハウ斯拉ップまたはルーフライニングとして使用される場合、金属層は入射赤外線を反射して、ほとんど赤外線を放出せず、夏の間の太陽エネルギーの吸収および冬の放射線によるエネルギー損失を低下させる熱バリアを提供し、それによって、1年を通して快適な内部温度を維持するために必要とされる夏のエアコンおよび冬の暖房の必要性を低下させる。金属層を形成するための方法は当該技術で既知であり、限定されないが、抵抗蒸発、電子ビーム金属蒸着、レーザーアブレーションおよびスパッタリングなどの物理蒸着法が含まれる。

#### 【0110】

材料の熱バリア特性（すなわち、その熱吸収性および反射性特徴）は、その放射率によって量的に指定することができ、これは、参照によって本明細書に組み込まれるASTM Standard C1371-04aに従って都合よく測定される。放射率試験は、Model AE D & S Emissometer (Devices and Services Co., Dallas, TX)を使用して実行することができる。

#### 【0111】

測定された放射率値は、特に表面の化学的性質および粗さを含む複数の要因によって影響を受ける可能性があることは既知である。新たに研磨されたアルミニウムは、典型的に0.039~0.057の放射率を有し、それに対して、酸化されたアルミニウムは、約0.20~0.31の放射率を示すことができる。典型的に、銀は0.020~0.032、金は0.018~0.035の放射率を有する。好ましい実施形態において、本シートの巨視的な粗さは、金属化およびポリマーコーティング層によって有意に変更されない。

#### 【0112】

本プロセスのいくつかの実施において、金属層および隣接する外部ポリマーコーティング層は、金属層の酸化を制限するために、空気または酸素への曝露がないように、真空中で連続して堆積する。アルミニウム層を雰囲気中に曝露する前に外部ポリマーコーティング層を堆積させることによってアルミニウムの酸化の程度を最小化することは、保護されていないアルミニウムの層を有するシートと比較して、複合材シートの放射率が時間とともに増加する傾向に有意に逆らう。金属化層の長期的保護は、外部有機コーティング層の実



質的に完全な硬化によって向上する。この層は、ロール取り扱い、輸送および最終用途設置の間にも金属を機械的な摩耗から保護する。

【 0 1 1 3 】

本プロセスは、いくつかの従来の形態の T Y V E K (登録商標) シートを含む様々な繊維基材で使用されてもよい。様々な実施形態において、本プロセスを使用して金属化されて、コーティングされた布様の形態の T Y V E K (登録商標) シートは、約 0 . 2、または 0 . 1 5、または 0 . 1 2、または 0 . 1 0 以下の放射率を有してもよい。いくつかの実施形態において、放射率は 0 . 0 5 程度の低さでもよい。より高い微視的表面粗さを有する紙様の形態は、金属化およびコーティングの後、0 . 2 ~ 0 . 2 5 の放射率を有してもよい。対照として、金属化を行っていない様々な従来の形態の T Y V E K (登録商標) シートは、0 . 5 以上の大きさであってもよい放射率を示す。

10

【 0 1 1 4 】

本複合材シートは様々な建築構造態様で有用であるが、特にルーフおよびウォールシステムにおいて有用である。本複合材シートの高度に反射する金属化表面は、低放射率表面を提供し、これは遮断性能を向上させ、かつウォールおよびルーフシステムのエネルギー効率を改善し、したがって、建築所有者が負担する光熱費を低下させる。追加的な利点は、寒冷な気候におけるウォールおよびルーフ構造内部の凝縮の最小化、および夏の間の過度の熱からの建築物の遮蔽を含む。本発明の一実施形態において、水蒸気透過性複合材シートは、ウォールまたはルーフシステムで使用されて、そして約 0 . 1 5 以下の放射率、少なくとも約  $600\text{ g/m}^2/24\text{ 時間}$  の水蒸気透過性、および少なくとも約  $100\text{ cm}$  の静水頭を有する。複合材シートは、好ましくは、ウォールまたはルーフシステムで、金属化側面がエアスペースに隣接するように設置される。あるいは、金属化側面の反対側の側面が、エアスペースに隣接することができる。その間でエアスペースを形成する複合材シートと第 2 の表面との間の距離は、好ましくは少なくとも約 0 . 7 5 インチ ( 1 . 9 c m ) である。エアスペースに隣接して複合材シートを設置することは、大部分の放射エネルギーを反射しながら、放射エネルギーをほとんど放出させないことによって、熱バリアとしてのその有効性を最大にすると考えられる。金属化側面が建築構造の固体構成部分の大きな領域上に密接に接触する場合、エネルギーは、伝導によって建築構成部分を通して伝導され得、そして金属化されたシートの有効性は低下する。また傾斜したルーフ構造で、金属化された側面が一般に下方に、そして屋根裏スペースに向かって面するように複合材シートを設置することは、熱バリアとしてのその有効性を低下させる傾向がある、ちり、泥などの蓄積を最小化する。

20

30

【 0 1 1 5 】

図 7 は、ハウスラップとして本複合材シートを利用するフレーム構造建築のウォールシステム 5 0 の略図である。合板などの被覆層 5 1 は、建築物の荷重フレームを形成するフレーム要素 5 3 の外側に取り付けられる。垂直フレーム要素 5 3 は、木材 (例えば木製スタッド) から典型的に形成されるが、ある種の構造においては金属から形成されることができる。本開示に従う通気性複合材シート 5 5 は、被覆材 5 1 の外部表面に取り付けられる。いくつかの建築構造において、被覆材 5 1 は使用されず、そして複合材シート 5 5 はフレーム要素 5 3 に直接取り付けられる。建築物の外部を形成する外部スキン 5 7 (例えば、レンガ、コンクリートブロック、繊維強化セメント、石など) は、その間でエアスペース 6 1 を形成するために、金属ストラップ 5 9 で複合材シートから分離される。木材ストリップまたは他の間隔部材を、金属ストラップ 5 9 と置き換えることができる。複合材シートは好ましくは、複合材シートの金属化表面がエアスペースに面するように設置される。あるいは、複合材シートは、金属化された側面がエアスペースから外方向を向くように設置されることができる。内部ライニング 6 3 (例えば石膏壁板) は、建築物の内部ウォールを形成する。遮断材 6 5 は、隣接するフレーム要素の間および内部ライニングと被覆層との間 (または被覆層が使用されない場合、内部ライニングと複合材シートとの間) でウォールに設置される。ウォール構造は、空気漏出バリアおよび蒸気バリア層 6 6 を含み、内部ライニングおよび遮断材料の間に入る。層 6 6 は、対流熱損失から保護し、そし

40

50

て家庭で生じる過度の水分が遮断材に透過することを防止する。複合材シートの高い水蒸気透過性は、矢印「B」の方向に複合材シートを通して水蒸気が通過することを可能にし、エアスペース61で分散され、したがって、遮断材での水分凝縮を防止する。低い空気透過率および高い静水頭を有する複合材シートは、風および水の侵入からも保護する。

【0116】

図8A～8Dは、本開示の複合材シートを含むフレーム構造建物のルーフシステムの略図である。図8Aは、内部屋根裏スペース60が居住を意図しない「コールドルーフ」システムの例を例示する。複合材シート55は、傾斜したルーフフレーム要素（例えば木製の垂木）67より上に設置される。遮断材料65は、内部シーリング71のレベルより高く、そしてそれに隣接して、屋根裏フロアジョイスト（図示せず）の間で設置される。任意の蒸気バリア層70は、遮断材65と内部シーリング71との間に設置することができる。スペーシング部材（バテン）76は、複合材シートの上面に隣接して配置され、そして外部ルーフィング材料73（例えばタイルなど）はスペーシング要素上に設置される。バテンエアスペース74が、複合材シートより上、そしてスペーシング要素（バテン）76と外部ルーフィング材料の間にある。ルーフシステムの棟は、75によって示される。複合材シート55は、水蒸気透過性であり、そして層79として示される金属および有機コーティング層でコーティングされる基材77を含む。複合材シート55は、金属化された側面が屋根裏スペースに面するように設置される。

【0117】

図8Bは、バテンシステムの代わりに完全板張りのデッキを含むコールドルーフシステムの一部の断面である。複合材シート55は、ルーフ垂木67上で、好ましくは、金属化側面79が内部屋根裏スペース60の方へ下方向に面しているように設置される。固体ルーフデッキ64（例えば合板）は、複合材シート上に設置され、そして外部ルーフィングは、固体ルーフィング材上に設置される。外部ルーフィングの例は、アスファルトコーティングフェルトまたは他のルーフィング下張り材料68を含み、タイルまたはアスファルト屋根板などの外部ルーフィング材料73がルーフィング下張り上に配置される。図8Cに示される完全板張りデッキのもう1つの実施形態において、金属化されたシート55は、ルーフ垂木67の下側に取り付けられ、金属化された側面79は、好ましくは、屋根裏スペース60の方へ下方向に向く。複合材シートは、金属化された側面79が屋根裏スペースの外方向を向くように設置されることができ、金属化された側面上のちりおよび泥の蓄積が、時間がたつにつれて放射率で増加させ、そして熱バリア特性の低下をもたらす可能性がある。

【0118】

複合材シートは、図8Dに示すように屋根裏フロアジョイスト88上で設置することもできる。複合材シート55は、好ましくは、金属化された側面79が、上記の理由のため、内部屋根裏スペース60から離れて下方向に、そして遮断材料65の方に面するように設置される。エアスペース78は、好ましくは、遮断材と複合材シートの間で提供される。

【0119】

以下の実施例は、本発明のより完全な理解を提供するために提示される。本発明の原理および実施を例示するために明かにされる特定の技術、条件、材料、割合および報告されたデータは例示的であり、そして本発明の範囲を限定するものとして解釈されてはならない。

【実施例】

【0120】

実施例1

シランアクリレート加水分解重縮合のための活性剤としての水分曝露の有効性は、3-（トリメトキシシリル）-プロピルアクリレートを使用して試験した。

【0121】

3-（トリメトキシシリル）-プロピルアクリレート（それぞれ約25mg）（Gel

10

20

30

40

50

est, Inc., Morrisville, PA) の 12 個の試料を、開放した 5 ml のガラス瓶に充填した。ガラス瓶のうちの 2 個は対照として取っておき、残りの 10 個を小さいジャーの中に配置し、次いで、これを約 1.25 cm の深さまで水を充填したより大きいジャーの中に配置した。次いで、室温を生じさせ、雰囲気水を飽和するために、より大きいジャーを密封した。それぞれ以下の露出時間の後に、より大きいジャーを開封し、ガラス瓶のうちの 2 個を取り出した：12 時間、24 時間、48 時間、96 時間および 100 時間。

【0122】

抽出のためにクロロホルム (1 g) でその含有量を急冷することによって、対照および曝露ガラス瓶のそれぞれを試験した。その後、含有量を 2 時間超音波処理した。未変換のモノマーの量をガスクロマトグラフィーで測定し、それによって、モノマーの既知の出発量からの変換されたフラクションの推測が可能であった。結果を下記の表 I に明示する。

【0123】

【表 1】

表 I

水分に曝露されたモノマーの変換

曝露時間 (時間)	変換されたフラクション
0	0.00
12	0.10
24	0.10
48	0.11
96	0.46
100	0.62

【0124】

実施例 2

同一方法を使用して調製および試験される試料を使用して、実施例 1 の実験を繰り返したが、192 時間までのより長い曝露時間を使用したところ、下記の表 II に明示される結果が得られた。

【0125】

【表 2】

表 II

水分に曝露されたモノマーの変換

曝露時間 (時間)	変換されたフラクション
0	0
48	0.38
72	0.32
168	0.75
192	0.81

10

20

30

40

50

## 【0126】

実施例1および2の結果から、繊維基材をコーティングするために有用なアクリロシランモノマーの加水分解重縮合を促進するために水分を単独で 사용할 ことができることが確認される。

## 【0127】

## 実施例3

アルミニウム化プレキシフィラメントシートを保護するための様々なシランモノマー前駆体から誘導されたポリマーコーティングの有効性を特徴決定した。

## 【0128】

TYVEK (登録商標) 1560B プレキシフィラメントシートのウェブを調製し、そして厚さ約65nmのアルミニウム層で金属化した。その後、選択された前駆体材料の適用のために図9によって示される装置を使用して、この材料のウェブを加工した。プラズマは、名目大気圧下、ヘリウムで生じた。

10

## 【0129】

下記の表IIIに明示されるように、コーティングされたシートの試料は、いくつかのシラン (Gelest, Inc., Morrisville, PA) を使用して、そして水分重合性であることが知られていない非シラン対照として、プロボキシル化ネオペンチルグリコールジアクリレート (SR9003, Sartomer Company, Inc., Exton, PA) によって調製された。それぞれの前駆体は、0.1重量%のUvite x (蛍光色素) を含んだ。紫外線による照明下で、この色素は明るい青色の蛍光を発し、前駆体が、明らかな欠陥がない状態で一様に堆積して存在することを確認するために、それぞれのコーティングされたシートを試験することができた。

20

## 【0130】

5m/分のライン速度および900μl/分の前駆体供給速度で、約4mのシートを各前駆体でコーティングした。Heプラズマ力は5kwに設定した。得られたコーティングの基本重量は、約0.25g/m<sup>2</sup>であると推定された。

## 【0131】

ウェブを、システムに1、2または3回通過させ、基本重量によって記載されるように、異なるコーティング厚さを得た。

## 【0132】

30

各試料は、最初に紫外線下で試験して、均一なコーティングが形成されたことを確認した。次いで、蒸気試験を使用して、アルミニウム層が良好に保護されたかどうかを決定した。各試験で、そのコーティングされて金属化された側面を、90℃水浴の広い開口部を横切って面するようにシートを配置して、45分間保持した。その後、シートを空気乾燥し、次いで、X-Rite 361T光学濃度計を使用して、ANSI PH2.1986の手順に従って、金属化シートの光学濃度(OD)を測定した。観察された値を表IIIに明示するが、この表は蒸気曝露の直前に実行された2つの試料の値も示す。

## 【0133】

## 【表 3】

表 III

蒸気曝露後にポリマーコーティングされた金属化シートの光学濃度

名目 コーティング重量 (g/m <sup>2</sup> )	コーティング材料			
	SR9003	APTMS	MPTES	MPTiPS
(曝露前)	2.16	2.09	*	*
0.25	1.11	2.11	2.14	1.74
0.50	1.82	2.11	2.24	2.26
0.75	2.19	2.23	2.15	2.15

\* -- 測定せず

## 【0134】

蒸気曝露後に測定された光学濃度と、金属化およびポリマーコーティングの後であるが、蒸気曝露の前に記録されたシートの値との比較によって、劣化の防止における様々なシランコーティングの薄層の有効性が示される。

## 【0135】

蒸気曝露後の同シート試料の放射率も測定したところ、表 I V に明示された値ならびに曝露前の比較値が得られた。このデータは、Model A E D & S E m i s s o m e t e r を使用して得られた。

## 【0136】

## 【表 4】

表 IV

蒸気曝露後のポリマーコーティングされた金属化シートの放射率

名目 コーティング重量 (g/m <sup>2</sup> )	コーティング材料			
	SR9003	APTMS	MPTES	MPTiPS
(曝露前)	0.165	0.153	*	*
0.25	0.339	0.098	0.126	0.158
0.50	0.170	0.108	0.112	0.113
0.75	0.126	0.106	0.118	0.115

## 【0137】

表 I I I および I V の光学濃度および放射率の結果は、シランコーティングは、25 ~ 50 % のより薄い層であっても、従来のアクリレート（例えば SR 9 0 0 3 ）で得られるもの匹敵する金属化層の保護レベルを提供することを実証する。

## 【0138】

## 実施例 4

アルミニウム化プレキシフィラメントシートを保護するための、様々な割合のシランおよび非シランモノマー前駆体の混合物を含んでなるポリマーコーティングの有効性を特徴

決定した。

【 0 1 3 9 】

10、30および50重量%のAPTMSとSR9003との前駆体混合物および0.1%のUvitec OBを調製し、実施例3に記載されるように、Alを属化TYVEK（登録商標）1560Bプレキシフィラメントシートのウェブ上に堆積した。前駆体供給速度を900  $\mu\text{l}$  / 分で保持し、そしてライン速度を5、10および15 m / 分に保持して、1回のパスで約0.250、0.125、0.072 g / m<sup>2</sup>の推定コーティング厚さが得られた。実施例3と同様の蒸気曝露試験（90 / 45分）が実行された試料を、上記の通りX-Rite 361T光学濃度計を使用して測定されるそれらの光学濃度によって特徴決定し、表Vに明示される値が得られた。

10

【 0 1 4 0 】

【表5】

表V

蒸気試験後のポリマーコーティングされた金属化シートの平均光学濃度

名目 コーティング重量 (g/m <sup>2</sup> )	コーティング材料中の シラン濃度 (重量%)		
	10	30	50
0.072	1.07	1.05	1.69
0.125	1.06	1.32	1.82
0.250	1.17	1.77	2.16

20

【 0 1 4 1 】

これらのデータは、蒸気試験前の金属化材料の光学濃度（2.2）は、0.25 g / m<sup>2</sup>のみで、および50%の濃度のAPTMSでコーティングされた試料によって、ほとんど完全に維持された（OD約2.16）が、同0.25 g / m<sup>2</sup>の基本重量でSR9003によってコーティングされた試料では、同蒸気試験後の著しい劣化（実施例3、表II IにおいてOD約1.11）が示されることを示す。

30

【 0 1 4 2 】

実施例5

アルミニウム化プレキシフィラメントシートを保護するためのシラン（MPTiPS）および非シランアクリレート（SR9003）モノマー前駆体（重量比50：50）の混合物を含んでなるポリマーコーティングの有効性を再び特徴決定し、そして純粋なSR9003およびMPTiPSで製造される試料のデータと比較した。実施例3と同一条件を使用して、単一のパスでウェブ試料を製造したが、500、1000、1500と、2000  $\mu\text{l}$  / 分の前駆体供給速度を使用した。5 m / 分のライン速度で、得られたコーティング厚さは、約0.14、0.28、0.42および0.56 g / m<sup>2</sup>であった。

40

【 0 1 4 3 】

実施例3および4のデータのために使用されたものと同一の蒸気試験を、一連の曝露時間で実行した。各前駆体材料および名目コーティング重量に関して、その曝露前の値の80%未満の光学濃度の低下として定義される失格までの曝露時間を決定し、表VIに明示される値を得た。

【 0 1 4 4 】

【表 6】

表 VI

ポリマーコーティングされた金属化シートの蒸気試験における失格までの時間（分）

名目 コーティング重量 (g/m <sup>2</sup> )	コーティング材料		
	SR9003	MPTiPS	50/50 SR9003/ MPTiPS
0.14	15	>80	>80
0.28	20	>80	>80
0.42	35	>150	>150
0.56	55	>150	>150

10

## 【0145】

表VIの結果は、試験された最も薄いコーティング（0.14 g/m<sup>2</sup>）でさえ、50%または100%のシランを含有する前駆体によって、耐久性のある保護が提供され、これは、4倍の厚さ（0.56 g/m<sup>2</sup>）の従来のSR9003アクリレートコーティングによって提供されるものを超えることを実証する。

20

## 【0146】

このように、完全に詳細に本発明を記載したが、この詳細な説明は厳密に執着される必要はなく、全て添付の請求項によって定義される本発明の範囲内に属する、さらなる変更および修正を当業者が提案してもよいことは理解されるであろう。

## 【0147】

本明細書に数値的な値の範囲が列挙されるか、または確立される場合、その範囲は、範囲内のそれらの終点、ならびに全ての個々の整数および分数を含み、そのうえ、それらのより狭い範囲のそれぞれが明白に列挙される場合と同様の程度まで、明示された範囲内の値のより大きなグループのサブグループを形成するための、それらの終点ならびに内部の整数および分数の全ての様々な可能な組み合わせによって形成されるその中のより狭い範囲のそれぞれも含む。数値的な値の範囲が、明示された値より高いものとして本明細書に明示される場合、それにもかかわらず、その範囲は有限であり、かつ本明細書に記載される本発明の状況の範囲内で実施可能な値によってその上端が境界となる。数値的な値の範囲が、明示された値より低いものとして本明細書に明示される場合、それにもかかわらず、その範囲はゼロ以外の値によってその下端が境界となる。

30

## 【0148】

本明細書中、使用の状況によって明白に他に明示されない限り、または反対に示されない限り、その対象の実施形態がある種の特徴もしくは要素を含んでなるか、含むか、含有するか、有するか、またはそれから構成されるものとして明示されるか、または記載される場合、明示されるか、または記載されるものに加えて、1種またはそれ以上の特徴または要素が実施形態で存在してもよい。しかしながら、その対象の別の実施形態は、ある種の特徴もしくは要素から本質的になるものとして明示されるか、または記載されていてもよく、その場合、実施形態の操作の原理もしくは特徴的な特徴を物質的に変更する実施形態の特徴または要素は存在しない。その対象のさらなる別の実施形態は、ある種の特徴もしくは要素からなるものとして明示されるか、または記載されてもよく、そのような実施形態の場合、またはそれらの実質のない異形において、特に明示されるか、記載される特徴または要素のみが存在する。さらに、「含んでなる」という用語は、「から本質的になる」および「からなる」という用語によって包含される実施例を含むように意図される。

40

50

同様に、「から本質的になる」という用語は、「からなる」という用語によって包含される実施例を含むように意図される。

【 0 1 4 9 】

量、濃度または他の値もしくはパラメーターが、範囲、好ましい範囲または上部の好ましい値と下部の好ましい値とのリストのいずれかとして与えられる場合、範囲が別々に開示されるかどうかに関係なく、いずれかの上部の範囲の限界または好ましい値といずれかの下部の範囲の限界または好ましい値とのいずれかの対から制限を形成される全ての範囲を特に開示するものとして理解されるべきである。数値的な値の範囲が本明細書に列挙される場合、特に明記されない限り、その範囲は、範囲内のそれらの終点、ならびに全ての整数および分数を含むように意図される。本発明の範囲は、範囲を定義する場合に列挙される特定の値に限定されるように意図されない。

10

【 0 1 5 0 】

本明細書中、使用の状況によって明白に他に明示されない限り、または反対に示されない限り、

( a ) 本明細書に列挙される量、径、範囲、調合、パラメーターならびに他の量および特徴は、特に「約」という用語によって修飾される場合、正確であってもよいが、正確である必要がなく、そして近似であってもよく、そして / あるいは明示されたものよりも大きくても、または小さくてもよく ( 所望の通り )、公差、換算係数、丸め、測定誤差などを反映し、同様に、本発明の状況の範囲内で、明示された値に機能的および / または実施可能な等価性を有する、その外側のそれらの値の明示された値の範囲内の含有物も含み、

20

( b ) 部、パーセントまたは比の全ての数値的な量は、重量部、重量パーセントまたは重量比として与えられ、明示された重量部、重量パーセントまたは重量比は、合計が 1 0 0 となっても、またはならなくともよい。

次に、本発明の態様を示す。

1. 第 1 の外部表面および反対側の第 2 の外部表面を有する基材と、

前記基材の前記第 1 の外部表面上の多層膜コーティングと

を含んでなる複合材シートであって、前記多層膜コーティングが、

前記基材の前記第 1 の外部表面を被覆する金属層と、

前記金属層を被覆し、かつ

- A - R - B - ( 式中、A は、もう 1 つのオレフィン基に重合によって結合したオレフィン基であり、B は、もう 1 つのシランまたはイソシアネート基に架橋したシランまたはイソシアネート基であり、かつ R は、それぞれ、O、N、P および S からなる群から選択される一員によって置換されていてよく、かつ前記アルキレンが直鎖、分枝鎖または環式であることが可能である C 1 ~ C 2 0 アルキレンまたはアリールの少なくとも 1 つを含んでなるジラジカルである )

30

の構造を有する複数の架橋を含有する三次元ネットワークを含んでなる、外部ポリマー層と

を含んでなる、複合材シート。

2. 前記基材が、フラッシュスパン - プレキシフィラメントシート、スパンボンド不織物シート、スパンボンド - メルトブローン不織物シート、スパンボンド - メルトブローン - スパンボンド不織物シート、および水蒸気透過性フィルム層に接着された不織物またはスクリムを含むラミネートからなる群から選択される不織物シートを含んでなる、上記 1 に記載の複合材シート。

40

3. 前記基材が、織物繊維またはテープを含んでなる織物シートを含んでなる、上記 1 に記載の複合材シート。

4. 前記基材が水蒸気透過性である、上記 1 に記載の複合材シート。

5. 前記複合材シートの水蒸気透過速度が、前記金属および外部ポリマーコーティング層のない前記基材の水蒸気透過速度の少なくとも約 8 0 % である、上記 4 に記載の複合材シート。

6. 前記外部ポリマーコーティング層が約 1 0 重量 % 以下の抽出可能な未硬化前駆体を

50



含んでなる、上記 1 に記載の複合材シート。

7. 前記外部ポリマーコーティング層が実質的に完全に硬化される、上記 1 に記載の複合材シート。

8. 前記外部ポリマーコーティング層が、約 0.1 ~ 5  $\mu\text{m}$  の範囲の厚さを有する、上記 1 に記載の複合材シート。

9. 前記外部ポリマーコーティング層が、約 10 ~ 100  $\mu\text{m}$  の範囲の厚さを有する、上記 1 に記載の複合材シート。

10. 前記金属層が、アルミニウム、金、銀、亜鉛、スズ、鉛、ニッケル、チタン、銅、あるいはそれらの混合物または合金の 1 つから本質的になる、上記 1 に記載の複合材シート。

11. 前記金属層がアルミニウムから本質的になる、上記 1 に記載の複合材シート。

12. 前記金属層の放射率が多くとも約 0.2 である、上記 1 に記載の複合材シート。

13. 上記 1 に記載の複合材シートを含んでなるウォールシステム。

14. 上記 1 に記載の複合材シートを含んでなるルーフシステム。

15. 第 1 の外部表面および反対側の第 2 の外部表面を有する基材と、  
前記基材の前記第 1 の外部表面上の多層膜コーティングと

を含んでなる複合材シートであって、前記多層膜コーティングが、

前記基材の前記第 1 の外部表面を被覆する金属層と、

前記金属層を被覆し、かつオレフィン基および水分硬化性基を含む二重官能性組成物を含む前駆体を硬化させることによって形成される、外部ポリマーコーティング層と  
を含んでなる、複合材シート。

16. 前記オレフィン基がラジカル重合性である、上記 15 に記載の複合材シート。

17. 前記前駆体がアクリレートまたはメタクリレート組成物をさらに含んでなる、上記 15 に記載の複合材シート。

18. 前記前駆体が、約 0.1 ~ 約 75 重量 % の前記二重官能性組成物を含んでなる、上記 15 に記載の金属化複合材シート。

19. 前記水分硬化性基が水分硬化性イソシアネート基である、上記 15 に記載の複合材シート。

20. 前記前駆体が、2 - イソシアノエチル (メタ) アクリレート、メタクリロイルイソシアネート、アリルイソシアネート、またはヒドロキシル官能性オレフィンおよびマルチイソシアネートの反応生成物を含んでなるモノマーの少なくとも 1 つを含んでなる、上記 19 に記載の複合材シート。

21. 前記水分硬化性基が水分硬化性シラン基である、上記 15 に記載の複合材シート。

22. 前記前駆体が、

水分硬化性シラン基を含んでなる (メタ) アクリルオキシアルキルシラン、

水分硬化性シラン基を含んでなるビニルシラン、アリルシランまたはより高次のアルケンシラン、あるいは

ヒドロキシル官能性オレフィンと、水分硬化性シラン基を含んでなるイソシアノアルキルシランとを反応させることによって得られるモノマー、

あるいはそれらのダイマー、トリマーまたはそれらのより高次のオリゴマーの少なくとも 1 つを含んでなり、

前記水分硬化性シラン基が、一官能性、二官能性または三官能性アルコキシシラン、フェノキシシラン、アシルオキシ (アセトキシ) シラン、アミノシラン、ハロゲンシラン、アミドシラン、イミダゾールシラン、カルバメートシラン、ケトキシミンシランまたはオキサゾリジノンシランの 1 つである、上記 21 に記載の複合材シート。

23. 前記二重官能性組成物が、(メタ) アクリルオキシプロピルトリプロポキシシランまたは (メタ) アクリルオキシプロピルトリブトキシシランの少なくとも 1 つを含んでなる、上記 22 に記載の複合材シート。

24. 前記基材が水蒸気透過性である、上記 15 に記載の複合材シート。

10

20

30

40

50

25. 前記金属層がアルミニウムから本質的になる、上記15に記載の複合材シート。  
 26. 前記金属層の放射率が多くとも約0.2である、上記15に記載の複合材シート

。

【図1】

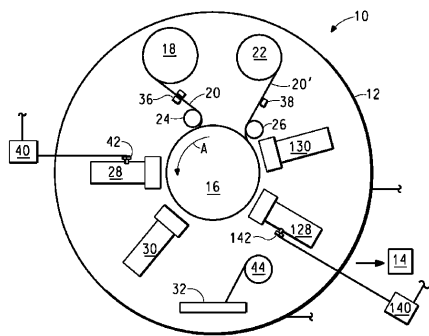


FIG. 1  
(Prior Art)

【図2A - 2D】

FIG. 2A  
(Prior Art)



FIG. 2B  
(Prior Art)



FIG. 2C  
(Prior Art)



FIG. 2D  
(Prior Art)



【図 3 A】

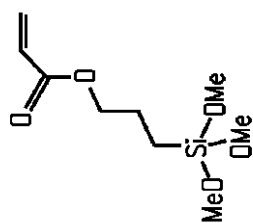


FIG. 3A

【図 3 B】

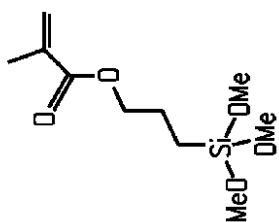


FIG. 3B

【図 3 C】

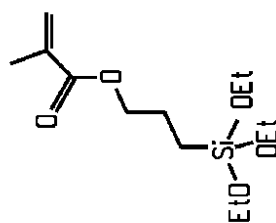


FIG. 3C

【図 3 D】

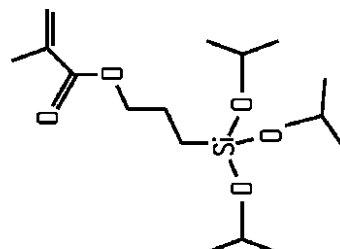


FIG. 3D

【図 3 E】

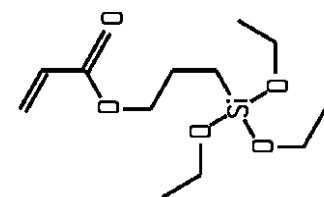


FIG. 3E

【図 3 F】

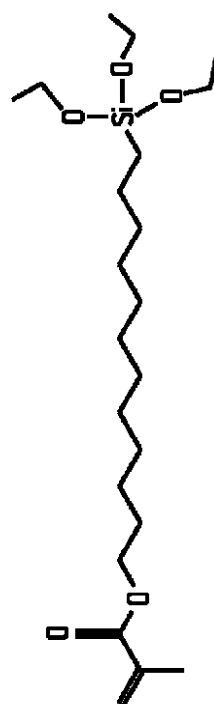


FIG. 3F

【図 3 G】

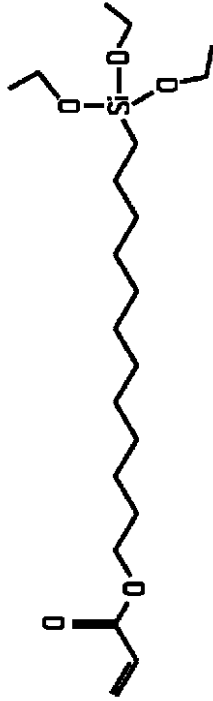


FIG. 3G

【図 3 H】

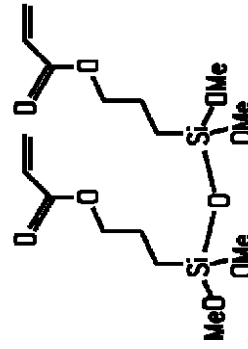


FIG. 3H

【図 4】

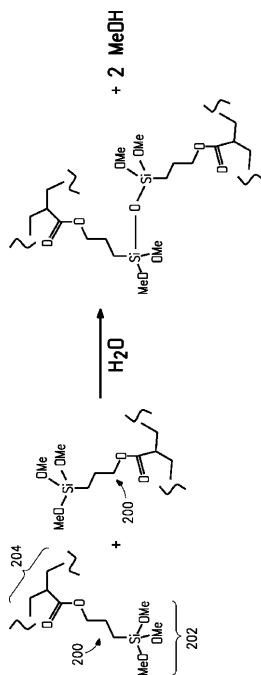


FIG. 4

【図 5】

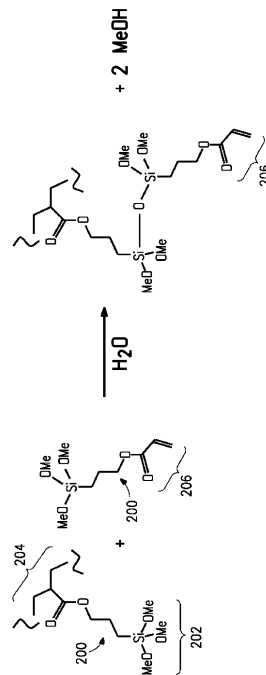


FIG. 5





## フロントページの続き

- (74)代理人 100093300  
弁理士 浅井 賢治
- (74)代理人 100119013  
弁理士 山崎 一夫
- (74)代理人 100123777  
弁理士 市川 さつき
- (74)代理人 100137626  
弁理士 田代 玄
- (72)発明者 ブラッブス ノエル ステファン  
ルクセンブルク エル - 8 3 5 4 ガルニッシュ リュー デ トロワ カントン 2 9
- (72)発明者 ヒュブシュ エリック  
ルクセンブルク エル - 5 3 1 4 コンテルン リュー ド ルクセンブルク 2 5
- (72)発明者 タオ ユエフェイ  
アメリカ合衆国 デラウェア州 1 9 7 0 7 ホッケシン ウィンダム サークル 2 9
- (72)発明者 ウィルチェック レシュ  
アメリカ合衆国 デラウェア州 1 9 8 1 0 ウィルミントン エングルウッド ロード 3 3 1  
0

審査官 加賀 直人

- (56)参考文献 特表2008-510640(JP,A)  
米国特許出願公開第2008/0096996(US,A1)  
特開昭54-162787(JP,A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0  
D 0 6 M 1 1 / 8 3  
D 0 6 M 1 5 / 2 6 3  
D 0 6 M 1 5 / 6 4 3