

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成28年3月17日 (2016.3.17)

【公表番号】特表2015-511254(P2015-511254A)

【公表日】平成27年4月16日 (2015.4.16)

【年通号数】公開・登録公報2015-025

【出願番号】特願2014-555664(P2014-555664)

【国際特許分類】

C 0 8 F 2/44 (2006.01)

C 0 8 F 20/20 (2006.01)

C 0 8 F 2/46 (2006.01)

C 0 8 J 7/04 (2006.01)

C 0 8 J 5/18 (2006.01)

B 0 5 D 7/24 (2006.01)

B 0 5 D 3/06 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 F 2/44 A

C 0 8 F 20/20

C 0 8 F 2/46

C 0 8 J 7/04 C F C A

C 0 8 J 5/18 C E Y

B 0 5 D 7/24 3 0 3 A

B 0 5 D 3/06 Z

【手続補正書】

【提出日】平成28年1月26日 (2016.1.26)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 5 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 3 5 6 】

本明細書で特定の代表的な実施形態を詳細に説明したが、当然のことながら、当業者は上述の説明を理解した上で、これらの実施形態の代替物、変更物、及び均等物を容易に想起することができるであろう。したがって、この本開示は、上記説明の例示的な実施形態に過度に限定されないと理解されるべきである。更に、本明細書にて参照される全ての出版物、公開された特許出願及び交付された特許は、それぞれの個々の出版物又は特許が参照により援用されることを明確にかつ個別に指示したかのごとく、それらの全体が同じ範囲で、参照により本明細書に援用される。様々な代表的な実施形態を上で説明した。これらの実施例及び他の実施形態は以下の特許請求の範囲に含まれるものである。本発明の実施態様の一部を以下の項目 [1] - [5 3] に記載する。

[1]

高分子マトリックス中に分散したサブマイクロメートル粒子を含む材料であって、厚み及び該厚みにわたって少なくとも第 1 及び第 2 の一体領域を有し、該第 1 の領域が、外側主表面を有し、少なくとも最外のサブマイクロメートル粒子が、該高分子マトリックスによって部分的にコンフォーマルコーティングされ、該第 1 及び第 2 の領域が、第 1 及び第 2 の平均密度をそれぞれ有し、該第 1 の平均密度が、該第 2 の平均密度未満である、材料

。

[2]

前記第 1 の平均密度と前記第 2 の平均密度との間の差が、 $0.1 \text{ g/cm}^3 \sim 0.8 \text{ g/cm}^3$ の範囲にある、項目 1 に記載の材料。

[3]

前記第 2 の領域が、密閉気孔率を実質的に含まない、項目 1 又は 2 のいずれか一項に記載の材料。

[4]

少なくとも 1 のスチールウール引っ掻き試験値を有する、項目 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の材料。

[5]

少なくとも前記最外のサブマイクロメートル粒子が、前記高分子マトリックスによって部分的にコンフォーマルコーティングされ、かつ、前記高分子マトリックスに共有結合される、項目 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の材料。

[6]

少なくとも一部の前記高分子が、フリーラジカル硬化性プレポリマーを含むプレポリマーから製造される、項目 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の材料。

[7]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの多官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 6 に記載の材料。

[8]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの二官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 6 に記載の材料。

[9]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの単官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 6 に記載の材料。

[1 0]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、多官能性、二官能性及び単官能性の（メタ）アクリレートの混合物を含む、項目 6 に記載の材料。

[1 1]

前記プレポリマー組成物が、 $1.25 \sim 2.75$ の官能性を有する、項目 6 ~ 1 0 のいずれか一項に記載の材料。

[1 2]

前記サブマイクロメートル粒子が、表面改質されたサブマイクロメートル粒子を含む、項目 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の材料。

[1 3]

前記サブマイクロメートル粒子が、少なくとも $5 \text{ nm} \sim 1000 \text{ nm}$ のサブマイクロメートル粒子径を有する、項目 1 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の材料。

[1 4]

前記サブマイクロメートル粒子が、シリカを含む、項目 1 ~ 1 3 のいずれか一項に記載の材料。

[1 5]

前記サブマイクロメートル粒子が、 $5 \text{ nm} \sim 10 \text{ }\mu\text{m}$ の範囲の粒径を有する、項目 1 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の材料。

[1 6]

上記突出しているサブマイクロメートル粒子間の平均間隔が、 $40 \text{ nm} \sim 300 \text{ nm}$ の範囲にある、項目 1 ~ 1 5 のいずれか一項に記載の材料。

[1 7]

サブマイクロメートル粒子が分散されたフリーラジカル硬化性層を提供する工程と、
該フリーラジカル硬化性層の主表面領域の硬化を阻害するのに十分な量の阻害剤ガスの存在下で該フリーラジカル硬化性層を化学線硬化して、第 1 の硬化度を有するバルク領域及び第 2 の硬化度を有する主表面領域を有する層を提供する工程とを含み、

該第 1 の硬化度が該第 2 の硬化度より大きく、前記材料が一部の該サブマイクロメートル粒子を含む構造化表面を有する、項目 1 ～ 16 のいずれか一項に記載の材料を製造する方法。

[1 8]

前記阻害剤ガスが、100 ppm ～ 100,000 ppm である酸素含有量を有する、項目 17 に記載の方法。

[1 9]

全ての化学線硬化が、1つのチャンパ内で行われる、項目 17 又は 18 のいずれか一項に記載の方法。

[2 0]

一部の前記化学線硬化が、第 1 の阻害剤ガス及び第 1 の化学線レベルを有する第 1 のチャンパ内で行われ、一部の前記化学線硬化が、第 2 の阻害剤ガス及び第 2 の化学線レベルを有する第 2 のチャンパ内で行われ、前記第 1 の阻害剤ガスが、前記第 2 の阻害剤ガスより低い酸素含有量を有し、前記第 1 の化学線レベルが、前記第 2 の化学線レベルより高い、項目 17 ～ 19 のいずれか一項に記載の方法。

[2 1]

前記第 1 の阻害剤ガスが、100 ppm ～ 100,000 ppm の範囲の酸素含有量を有し、前記第 2 の阻害剤ガスが、100 ppm ～ 100,000 ppm の範囲の酸素含有量を有する、項目 20 に記載の方法。

[2 2]

前記フリーラジカル硬化性層の最終的な硬化が、前記第 2 のチャンパ内で行われる、項目 20 又は 21 のいずれか一項に記載の方法。

[2 3]

一部の前記化学線硬化が、第 1 の阻害剤ガス及び第 1 の化学線レベルを有する第 1 のチャンパ内で行われ、一部の前記化学線硬化が、第 2 の阻害剤ガス及び第 2 の化学線レベルを有する第 2 のチャンパ内で行われ、前記第 1 の阻害剤ガスが、前記第 2 の阻害剤ガスより高い酸素含有量を有し、前記第 1 の化学線レベルが、前記第 2 の化学線レベルより低い、項目 17 ～ 22 のいずれか一項に記載の方法。

[2 4]

前記第 1 の阻害剤ガスが、100 ppm ～ 100,000 ppm の範囲の酸素含有量を有し、前記第 2 の阻害剤ガスが、100 ppm ～ 100,000 ppm の範囲の酸素含有量を有する、項目 23 に記載の方法。

[2 5]

前記フリーラジカル硬化性層の最終的な硬化が、前記第 2 のチャンパ内で行われる、項目 23 又は 24 のいずれか一項に記載の方法。

[2 6]

高分子マトリックス中に分散したサブマイクロメートル粒子を含む材料であって、厚み及び該厚みにわたって少なくとも第 1 及び第 2 の一体領域を有し、該第 1 及び第 2 の領域が、第 1 及び第 2 の平均密度をそれぞれ有し、該第 1 の平均密度が該第 2 の平均密度より小さく、少なくとも 1 のスチールウール引っ掻き試験値を有する、材料。

[2 7]

前記第 1 の領域が、外側主表面を有し、少なくとも最外のサブマイクロメートル粒子が、前記高分子マトリックスによって部分的にコンフォーマルコーティングされる、項目 26 に記載の材料。

[2 8]

前記サブマイクロメートル粒子が、前記高分子マトリックスに共有結合される、項目 26 又は 27 のいずれか一項に記載の材料。

[2 9]

前記第 1 の平均密度と前記第 2 の平均密度との間の差が、 $0.1 \text{ g/cm}^3 \sim 0.8 \text{ g/cm}^3$ の範囲にある、項目 26 ～ 28 のいずれか一項に記載の材料。

[3 0]

前記第 2 の領域が、密閉気孔率を実質的に含まない、項目 2 6 ~ 2 9 のいずれか一項に記載の材料。

[3 1]

少なくとも一部の前記高分子が、フリーラジカル硬化性プレポリマーを含むプレポリマーから製造される、項目 2 6 ~ 3 0 のいずれか一項に記載の材料。

[3 2]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの多官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 3 1 に記載の材料。

[3 3]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの二官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 3 1 に記載の材料。

[3 4]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、少なくとも 1 つのモノマー又はオリゴマーの単官能性（メタ）アクリレートを含む、項目 3 1 に記載の材料。

[3 5]

少なくとも一部の前記プレポリマーが、多官能性、二官能性及び単官能性の（メタ）アクリレートの混合物を含む、項目 3 4 に記載の材料。

[3 6]

前記プレポリマー組成物が、1 . 2 5 ~ 2 . 7 5 の官能性を有する、項目 3 1 ~ 3 5 のいずれか一項に記載の材料。

[3 7]

前記サブマイクロメートル粒子が、表面改質されたサブマイクロメートル粒子を含む、項目 2 6 ~ 3 6 のいずれか一項に記載の材料。

[3 8]

前記サブマイクロメートル粒子が、少なくとも 5 n m ~ 1 0 0 0 n m の粒径を有する、項目 2 6 ~ 3 7 のいずれか一項に記載の材料。

[3 9]

前記サブマイクロメートル粒子が、シリカを含む、項目 2 6 ~ 3 8 のいずれか一項に記載の材料。

[4 0]

前記サブマイクロメートル粒子が、5 n m ~ 1 0 マイクロメートルの範囲のサブマイクロメートル粒子径を有する、項目 2 6 ~ 3 9 のいずれか一項に記載の材料。

[4 1]

突出しているサブマイクロメートル粒子間の平均間隔が、4 0 n m ~ 3 0 0 n m の範囲にある、項目 2 6 ~ 4 0 のいずれか一項に記載の材料。

[4 2]

前記材料が、シリカナノ粒子の粒塊を含む外層を更に備え、該シリカナノ粒子が 4 0 ナノメートル以下の平均粒子直径を有し、前記粒塊がシリカナノ粒子の三次元多孔性網状組織を含み、更に、該シリカナノ粒子が隣接するシリカナノ粒子に結合される、項目 2 6 ~ 4 1 のいずれか一項に記載の材料。

[4 3]

サブマイクロメートル粒子が分散されたフリーラジカル硬化性層を提供する工程と、
該フリーラジカル硬化性層の主表面領域の硬化を阻害するのに十分な量の阻害剤ガスの存在下で該フリーラジカル硬化性層を化学線硬化して、第 1 の硬化度を有するバルク領域及び第 2 の硬化度を有する主表面領域を有する層を提供する工程とを含み、

該第 1 の硬化度が該第 2 の硬化度より大きく、前記材料が、一部の前記サブマイクロメートル粒子を含む構造化表面を有する、項目 2 6 ~ 4 2 のいずれか一項に記載の材料を製造する方法。

[4 4]

前記阻害剤ガスが、100ppm～100,000ppmである酸素含有量を有する、項目43に記載の方法。

[45]

全ての化学線硬化が、1つのチャンパ内で行われる、項目43又は44のいずれか一項に記載の方法。

[46]

一部の前記化学線硬化が第1の阻害剤ガス及び第1の化学線レベルを有する第1のチャンパ内で行われ、一部の前記化学線硬化が第2の阻害剤ガス及び第2の化学線レベルを有する第2のチャンパ内で行われ、前記第1の阻害剤ガスが前記第2の阻害剤ガスより低い酸素含有量を有し、前記第1の化学線レベルが前記第2の化学線レベルより高い、項目43～45のいずれか一項に記載の方法。

[47]

前記第1の阻害剤ガスが、100ppm～100,000ppmの範囲の酸素含有量を有し、前記第2の阻害剤ガスが、100ppm～100,000ppmの範囲の酸素含有量を有する、項目46に記載の方法。

[48]

前記フリーラジカル硬化性層の最終的な硬化が、前記第2のチャンパ内で行われる、項目46又は47のいずれか一項に記載の方法。

[49]

一部の前記化学線硬化が第1の阻害剤ガス及び第1の化学線レベルを有する第1のチャンパ内で行われ、一部の前記化学線硬化が第2の阻害剤ガス及び第2の化学線レベルを有する第2のチャンパ内で行われ、前記第1の阻害剤ガスが前記第2の阻害剤ガスより高い酸素含有量を有し、前記第1の化学線レベルが前記第2の化学線レベルより低い、項目43～48のいずれか一項に記載の方法。

[50]

前記第1の阻害剤ガスが、100ppm～100,000ppmの範囲の酸素含有量を有し、前記第2の阻害剤ガスが、100ppm～100,000ppmの範囲の酸素含有量を有する、項目49に記載の方法。

[51]

前記フリーラジカル硬化性層の最終的な硬化が、前記第2のチャンパ内で行われる、項目49又は50のいずれか一項に記載の方法。

[52]

a) 0.5～99重量%の水と、b) 0.1～20重量%の、40nm以下の平均粒子直径を有するシリカナノ粒子と、c) 0～20重量%の、50nm以上の平均粒子直径を有するシリカナノ粒子と、b) 及び c) の合計は0.1～20重量%であり、d) pHを5未満に低下させるのに十分な量の $pK_a < 3.5$ を有する酸と、e) 該シリカナノ粒子の該量に対して、0～20重量%のテトラアルコキシシランと、を含むコーティング組成物に、前記層を接触させる工程と、

乾燥して前記層上にシリカナノ粒子コーティングを提供する工程と、を更に含む、項目17～25又は43～51のいずれか一項に記載の方法。

[53]

項目52に記載の方法に基づいて製造されるナノ構造化材料。

【手続補正2】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

高分子マトリックス中に分散したサブマイクロメートル粒子を含む材料であって、厚み

及び該厚みにわたって少なくとも第 1 及び第 2 の一体領域を有し、該第 1 の領域が、外側主表面を有し、少なくとも最外のサブマイクロメートル粒子が、該高分子マトリックスによって部分的にコンフォーマルコーティングされ、該第 1 及び第 2 の領域が、第 1 及び第 2 の平均密度をそれぞれ有し、該第 1 の平均密度が、該第 2 の平均密度未満であり、任意に、前記第 1 の平均密度と前記第 2 の平均密度との間の差が、 $0.1 \text{ g / cm}^3 \sim 0.8 \text{ g / cm}^3$ の範囲にある、材料。

【請求項 2】

サブマイクロメートル粒子が分散されたフリーラジカル硬化性層を提供する工程と、
該フリーラジカル硬化性層の主表面領域の硬化を阻害するのに十分な量の阻害剤ガスの存在下で該フリーラジカル硬化性層を化学線硬化して、第 1 の硬化度を有するバルク領域及び第 2 の硬化度を有する主表面領域を有する層を提供する工程とを含み、

該第 1 の硬化度が該第 2 の硬化度より大きく、前記材料が一部の該サブマイクロメートル粒子を含む構造化表面を有し、任意に、前記阻害剤ガスが、 $100 \text{ ppm} \sim 100,000 \text{ ppm}$ である酸素含有量を有する、請求項 1 に記載の材料を製造する方法。

【請求項 3】

高分子マトリックス中に分散したサブマイクロメートル粒子を含む材料であって、厚み及び該厚みにわたって少なくとも第 1 及び第 2 の一体領域を有し、該第 1 及び第 2 の領域が、第 1 及び第 2 の平均密度をそれぞれ有し、該第 1 の平均密度が該第 2 の平均密度より小さく、少なくとも 1 のスチールウール引っ掻き試験値を有する、材料。

【請求項 4】

サブマイクロメートル粒子が分散されたフリーラジカル硬化性層を提供する工程と、
該フリーラジカル硬化性層の主表面領域の硬化を阻害するのに十分な量の阻害剤ガスの存在下で該フリーラジカル硬化性層を化学線硬化して、第 1 の硬化度を有するバルク領域及び第 2 の硬化度を有する主表面領域を有する層を提供する工程とを含み、

該第 1 の硬化度が該第 2 の硬化度より大きく、前記材料が、一部の前記サブマイクロメートル粒子を含む構造化表面を有し、任意に、前記阻害剤ガスが、 $100 \text{ ppm} \sim 100,000 \text{ ppm}$ である酸素含有量を有する、請求項 3 に記載の材料を製造する方法。