

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号  
特表2020-526378  
(P2020-526378A)

(43) 公表日 令和2年8月31日(2020.8.31)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)	
B O 5 D	3/00 (2006.01)	B O 5 D 3/00	D	4 D O 7 5
C O 9 D	201/00 (2006.01)	C O 9 D 201/00		4 J O 3 8
C O 9 D	163/00 (2006.01)	C O 9 D 163/00		4 K O 4 4
C O 9 D	7/40 (2018.01)	C O 9 D 7/40		
B O 5 D	7/00 (2006.01)	B O 5 D 7/00	K	
		審査請求 未請求 予備審査請求 有	(全 15 頁)	最終頁に続く
(21) 出願番号 特願2019-571634 (P2019-571634)		(71) 出願人 599130449		
(86) (22) 出願日 平成30年7月5日 (2018.7.5)		サウジ アラビアン オイル カンパニー		
(85) 翻訳文提出日 令和1年12月25日 (2019.12.25)		サウジアラビア王国 3 1 3 1 1 ダーラ		
(86) 国際出願番号 PCT/US2018/040912		ン, イースタン アベニュー 1		
(87) 国際公開番号 W02019/010300		(74) 代理人 100108453		
(87) 国際公開日 平成31年1月10日 (2019.1.10)		弁理士 村山 靖彦		
(31) 優先権主張番号 15/641, 513		(74) 代理人 100110364		
(32) 優先日 平成29年7月5日 (2017.7.5)		弁理士 実広 信哉		
(33) 優先権主張国・地域又は機関 米国 (US)		(74) 代理人 100133400		
		弁理士 阿部 達彦		
		(72) 発明者 エンリコ・ボペロ		
		サウジアラビア・3 1 3 1 1・ダーラン・		
		ピー・オー・ボックス・1 1 5 2 0・サウ		
		ジ・アラビアン・オイル・カンパニー		
		最終頁に続く		

(54) 【発明の名称】 腐食防止のための疎水性コーティングおよび製作方法

(57) 【要約】

層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法であって、層統合可能材料の変形可能層を固体基材の表面に堆積させるステップと、変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むステップと、複数の粒子を含む変形可能層を固化させて、固体基材の表面と一体化させるステップとを含む方法を提供する。複数の粒子の少なくとも一部は、固化の前に変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれる。

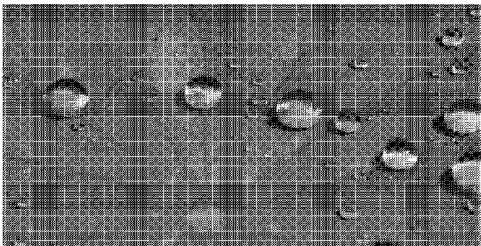


FIG. 1

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法であって、  
前記層統合可能材料の変形可能層を前記固体基材の前記表面に堆積させることと、  
前記変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むことと、  
前記複数の粒子を含む前記変形可能層を固化させて、前記固体基材の前記表面と一体化させることと、  
を含み、  
前記複数の粒子の少なくとも一部が、固化前に前記変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれている、方法。

10

**【請求項 2】**

前記変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むステップが、選択された運動量で粒子の流れを前記変形可能層に衝突させることを含む、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 3】**

前記複数の粒子が、約 1 nm ~ 約 50 μm の範囲のサイズを有する、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 4】**

前記複数の粒子が、約 5 nm ~ 約 50 nm の範囲のサイズを有する、請求項 3 に記載の方法。

20

**【請求項 5】**

前記複数の粒子が、平均サイズ値から 1 ~ 50 パーセントの範囲のサイズ分布をする、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 6】**

前記複数の粒子が、多峰性サイズ分布を有する、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 7】**

前記変形可能層が、流体、半粘性または粘性の形態のうちの 1 つで堆積される、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 8】**

第 1 の材料がエポキシ樹脂を含む、請求項 1 に記載の方法。

30

**【請求項 9】**

前記複数の粒子がシリカで構成されている、請求項 8 に記載の方法。

**【請求項 10】**

前記変形可能層が固化すると、前記複数の粒子が、前記複数の粒子の一部が前記固化した変形可能層の表面に露出し、かつ前記複数の粒子の一部が前記固化した変形可能層に完全に埋め込まれるような、階層形態を有する、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 11】**

層統合可能な材料のマトリックスと、

前記層統合可能材料のマトリックス内の様々な深さに埋め込まれた複数の粒子と、を含む疎水性コーティングであって、

前記複数の粒子が、約 1 nm ~ 約 50 μm の範囲のサイズを有する、疎水性コーティング。

40

**【請求項 12】**

前記層統合可能材料のマトリックスが、エポキシ樹脂を含む、請求項 11 に記載の疎水性コーティング。

**【請求項 13】**

前記複数の粒子がシリカで構成されている、請求項 12 に記載の疎水性コーティング。

**【請求項 14】**

前記複数の粒子が、前記複数の粒子の平均サイズ値から 1 ~ 50 パーセントの範囲のサイズ分布を有する、請求項 11 に記載の疎水性コーティング。

**【請求項 15】**

50

前記複数の粒子が、多峰性サイズ分布を有する、請求項 1 1 に記載の疎水性コーティング。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、腐食保護に使用されるコーティング系に関し、特に、腐食に耐性のある疎水性コーティング系を製作する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

多くの業界では、過酷な環境に広範な設備が設置されている。そのような環境で風化条件に長期間さらされると、構造的劣化を引き起こす可能性がある。例えば、海洋環境内の石油産業で使用されるプラットフォームおよびパイプは、塩水による浸透に長期間さらされることになり、これらの構造の表面が腐食して劣化する。特に海洋環境では、「ロータス効果」を介して表面の耐水性（疎水性）を高めることにより、表面を腐食から保護する試みがなされてきた。「ロータス効果」とは、蓮の花の葉の自己洗浄特性を指す。ロータス（蓮）の花の葉には、マイクロスコピックな突起／ワックスの疎水性の高い二重層が含まれている。図 1 に示すように、蓮の葉上の水の高い表面張力により、液滴は、高い接触角でほぼ球形を形成する。

10

【0003】

様々なアプローチを使用して、表面コーティング上のロータス効果をシミュレートする試みが行われてきた。1つ目のアプローチは、典型的に、マイクロスコピックスケールまたはナノスコピックスケールの構造表面上の特定の形態の形成を伴う。このアプローチには、ナノファブリケーション手順または金型を用いてその場でその形態を形成することが困難かつ非効率であるという問題がある。したがって、このアプローチを大規模に適用することは経済的に困難である。2つ目のアプローチでは、表面粗さと任意の階層構造を提供するために、粒子の層を構造表面に追加することを伴う。2つ目のアプローチの重大な欠点は、添加剤の粘着性が一般的に不足していることである。これらの粒子添加剤は、一般に様々な表面および材料に適用して顕著な結果を得ることができるが、通常、下地基材への接着力は、比較的短い期間、例えば数か月より長い保護を提供するほど強力ではない。

20

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

したがって、防食疎水性構造コーティングを提供するための改善された費用効果の高い技術が必要である。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明の実施形態は、層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法を提供する。この方法は、層統合可能材料の変形可能層を固体基材の表面に堆積させることと、変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むことと、複数の粒子を含む変形可能層を固体基材の表面と一体化するように固化することを含む。複数の粒子の少なくとも一部は、固化前に変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれる。

40

【0006】

いくつかの実施形態では、変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むステップは、選択された運動量で粒子の流れを変形可能層に衝突させることを含む。本発明による製作方法の様々な実装形態において、複数の粒子のそれぞれは、1 nm ~ 50 μm の範囲のサイズを有する。いくつかの実装形態では、複数の粒子のそれぞれは、5 nm ~ 50 nm の範囲のサイズを有する。いくつかの実施形態では、複数の粒子のサイズ分布は、平均サイズ値から 1 ~ 50 パーセントの範囲であり得る。他の実施形態では、複数の粒子は多峰性サイズ分布を有する。

50

## 【 0 0 0 7 】

変形可能層は、流体、半粘性または粘性の形態で堆積させることができ、エポキシ樹脂を含むことができる。いくつかの実装形態では、複数の粒子はシリカで構成される。有利な実施形態では、変形可能層が固化すると、複数の粒子は、複数の粒子の一部が固化した変形可能層の表面に露出するような階層形態を有し、かつ、複数の粒子の一部は、固化した変形可能層内に完全に埋め込まれている。

## 【 0 0 0 8 】

本発明の実装形態ではまた、層統合可能材料のマトリックスと、層統合可能材料のマトリックス内の様々な深さに埋め込まれた複数の粒子とを含む疎水性コーティングが提供され、そこで、複数の粒子は、 $1\text{ nm} \sim 50\text{ }\mu\text{ m}$ の範囲のサイズを有する。

10

## 【 0 0 0 9 】

いくつかの実装形態では、層統合可能材料のマトリックスはエポキシ樹脂を含む。複数の粒子は、シリカから構成され得る。いくつかの実装形態では、疎水性の複数の粒子は、複数の粒子の平均サイズ値から $1 \sim 50$ パーセントの範囲のサイズ分布を有する。他の実装形態では、複数の粒子は多峰性サイズ分布を有する。

## 【 0 0 1 0 】

これらおよび他の態様、特徴、ならびに利点は、本発明の特定の实施形態の以下の説明、ならびに添付の図面および特許請求の範囲から理解され得る。

## 【 0 0 1 1 】

図面は例示であり、必ずしも縮尺通りではないことに留意されたい。

20

## 【図面の簡単な説明】

## 【 0 0 1 2 】

【図 1】図 1 は、蓮の葉上の水の液滴を示す斜視図であり、ロータス効果（超疎水性）を示している。

【図 2】図 2 は、本発明の実装形態による、疎水性コーティングを製作する方法の概略図である。

【図 3 A】図 3 A は、本発明の実装形態による、単峰性分布の粒子が埋め込まれた例示的な変形可能層を示す概略図である。幅広いサイズ分布が描かれている。

【図 3 B】図 3 B は、本発明の実装形態による、別の単峰性分布の粒子が埋め込まれた例示的な変形可能層を示す概略図である。狭いサイズ分布が描かれている。

30

【図 3 C】図 3 C は、本発明の実装形態による、二峰性分布の粒子が埋め込まれた例示的な変形可能層を示す概略図である。

【図 4】図 4 は、本発明による水滴とコーティングとの間の接触角を測定する試験の概略図である。

【図 5】図 5 は、本発明による疎水性コーティングを製作する方法の一実施形態のフローチャートである。

## 【発明を実施するための形態】

## 【 0 0 1 3 】

概要として、他の目的の中でも特に、苛酷な環境での腐食および劣化から構造体を保護するのに適した疎水性コーティングの製作方法が本明細書に開示されている。エポキシ樹脂などの特定の材料には、流体または半流体層を互いに順次堆積および固化することにより、一体構造を生成できるという有用な特性がある。化学結合（例えば、ポリマー鎖の架橋、重合、結晶化）が層間で発生し、固体の連続したマトリックスを形成する。本明細書で「統合」という用語は、固化時に材料の堆積層の間に不連続性がなく、個々の層が基材に統合されることを示す。より詳細には、結合および/または架橋は堆積層の境界を超えて行われ、この結合は層内および/または基材自体内で生じるものと同じタイプであり、結果として生じる構造にさらなる強度を提供する。本開示内で、「層統合可能材料」または「L I M ( l a y e r - i n t e g r a b l e m a t e r i a l ) 」という用語は、この特性を有する材料を示すために使用される用語である。このような L I M 材料は、耐食性コーティングの製作に役立つ。

40

50

## 【 0 0 1 4 】

1つ以上の実施形態において、層統合可能材料から構成されるか、または層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法は、同じ層統合可能材料の変形可能層を固体基材の表面上に堆積することと、次に、変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むことと、複数の粒子を含む変形可能層を固化して、固体基材の表面と一体化することとを含み、そこで、複数の粒子の少なくとも一部は、固化前に変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれている。

## 【 0 0 1 5 】

図2は、本発明による製作方法の一実施形態を示す概略ブロック図である。図2では、パイプ、容器または他の構造体の壁であり得る基材100が示されている。環境に露出される基材の外表面105は、層統合可能な材料、例えばエポキシ樹脂から構成される。適切なエポキシ樹脂には、ビスフェノール、脂肪族、ノボラックおよびグリシジルアミンエポキシ樹脂が含まれる。エポキシ樹脂に含めることができる適切な硬化剤には、アミン、チオール、無水物およびフェノールが含まれ、単独重合は硬化性を改善する。エポキシ樹脂などの同じ層統合可能材料の変形可能層110は、基材の表面105上に配置される。変形可能層110は、粘性または半粘性の形態で表面105上に堆積させる。変形可能層に向けられたノズル122を有するスプレーガンまたは同様の粒子衝突装置120（「衝突装置」）は、変形可能層110に向かって粒子を発射するように示されている。衝突装置は、空気圧式または静電式に作動させることができるか、または他の適切なエネルギー源に基づいて作動させることができる。

## 【 0 0 1 6 】

衝突装置125から発射される粒子125は、マイクロスコピックスケールおよび/またはナノスコピックスケールである。すなわち、粒子125の最大寸法（例えば、直径）は、約1nm～約50μmの範囲であり得、好ましくは約5～約50ナノメートルの範囲であるが、他の粒子寸法を使用することもできる。粒子の目的は、変形可能層に表面粗さを与え、ロータス効果のように疎水性を与えることである。粒子サイズは、表面が過度に脆弱にならないように（粒子が小さすぎる場合）、かつ表面と液滴との接触面積が大きくなりすぎないように慎重に選択されるが、それらがロータス効果を低減し得る。したがって、粒子サイズは、望ましくないギャップが形成することを回避し、粒子と液滴間の表面積を最適な範囲に保つことにより、ロータス効果を最大化するように選択される。

## 【 0 0 1 7 】

衝突のために選択された一連の粒子内のサイズ分布も、コーティングの結果として生じる形態に影響を与えるように変えることもできる。一部の実装形態では、分布は単峰性（unimodal）で、中央平均を有し、サイズの分散は平均サイズについて1～50%の範囲になる。他の実装形態では、分布は多峰性（multimodal）（例えば、2～5の異なるサイズ分布）であり、それぞれの異なる範囲が独自のモーダル平均と、より狭い分散、例えば、各モーダル平均から1～10%、を有する。他の数のモードおよび分布の分散を使用できる。サイズ分布の選択は、表面の粗さが通常、異なるサイズ分布の数とともに減少し、これが疎水性を低減し得るため、表面の疎水性を調整する任意の方法を提供する。

## 【 0 0 1 8 】

しかしながら、多峰性サイズ分布の利点の1つは、疎水性が強化された階層構造を作成できることである。図3Aは、本発明の実施形態に従って単峰性分布の粒子210が埋め込まれた変形可能層205を概略的に示す。粒子210の分布は、平均について約50%変動する（すなわち、平均が1.0で正規化されている場合、粒子のサイズは0.5～1.5まで変動する）。図3Bは、別の単峰性分布の粒子220が埋め込まれた変形可能層215を示す別の実施形態を示している。図3Bでは、粒子のサイズが平均から約10パーセントしか変化しないという点で、単峰性分布がより狭い（すなわち、平均が1.0で正規化されている場合、粒子のサイズは0.9から1.1まで変動する）。図3Cは、二峰性分布の粒子226、228が埋め込まれた変形可能層225を示すさらなる実施形態を示す。粒子226の第1の分布は、粒子228の第2の分布の平均直径の半分未満の平均

直径を有する。図 3 C に示される実施形態における各分布 2 2 6、2 2 8 は、平均から約 1 0 パーセント様々である。図 3 C は、多峰性粒子サイズ分布を使用して作成できる階層的表面構造を示している。粒子は図 3 A ~ 図 3 C では円として描かれているが、これは便宜上の例示のみを目的としており、必ずしも不規則であり得る粒子の形状を表していないことに留意されたい。

#### 【 0 0 1 9 】

変形可能層内の粒子の接着は、衝突装置により放出された粒子の一部が変形可能層内のしきい値深さまで浸透するように選択される。しきい値深さは、粒子の平均直径の 4 分の 1 ~ 平均粒子直径の約 1 0 0 倍までの範囲であり得る。この深さ範囲は、変形可能な層の深さ全体に粒子が分布する複雑な形態を提供し得る。これは、変形可能層の粘度と衝突装置によって放出される粒子の運動量の両方を調整することにより達成される。第 1 の因子に関して、変形可能層の材料は、粒子の少なくとも一部がしきい値深さに達するのに十分な流動性を提供するように調整される。粘度も、粒子が変形可能層から完全に基材の表面に完全に貫通することを回避するのに十分高くなるように調整される。したがって、因子は、粒子の大部分が変形可能層の表面に露出して表面粗さを提供するように調整される。変形可能層の粘度の適切な範囲は、約 1 0 0 0 ~ 約 5 0 0 , 0 0 0 c P であるが、他の粘度レベルを使用することもできる。このような粘度により、マイクロメートルサイズからナノメートルサイズの粒子が、基材を貫通することなく、変形可能層のマトリックスに浸透することができまる。さらに、使用する材料の種類に応じて温度条件が調整され、変形可能層の粘度を適切な範囲内に確実に維持する。

#### 【 0 0 2 0 】

粒子の衝突に関しては、衝撃の勢いと粒子のサイズが考慮される。特に、同じ衝撃速度および同じ質量に対して、より直径の小さい粒子はより直径の大きい粒子よりも深く浸透する傾向がある。同様に、衝突速度およびサイズを一定に保つと、より重い粒子はより軽い粒子よりもさらに浸透する傾向がある。その結果、粒子の少なくとも一部が所望の深さまで浸透できるように、変形可能層の粘度が粒子衝突パラメータと共に調整される。経験則として、粘度は粒子の運動量に正比例し、衝撃の面積に反比例すると推定される。この関係は、次の式で要約できる。

#### 【 数 1 】

$$V = k \cdot \frac{p}{a} \quad (1)$$

式中、V は粘度、p は粒子の運動量、a は粒子のサイズに直接関係する衝撃の面積、k は定数である。

#### 【 0 0 2 1 】

本発明のいくつかの実装形態では、エポキシ樹脂が変形可能層のマトリックスとして使用され、シリカが粒子の材料として使用される（エポキシ / シリカ系と呼ぶ）。市販のエポキシ樹脂は、プレポリマーと硬化剤とを混合することで調製できる。次いで、樹脂は、当該分野で公知の技術を使用して、流体形態で構造体に適用され得る。一般に、調製直後のこのようなエポキシ樹脂の粘度は約 1 0 0 0 ~ 約 3 0 0 0 c P の範囲であり、構造体への適用の 3 0 分以内に、粘度は約 1 0 , 0 0 0 ~ 約 5 0 , 0 0 0 c P の範囲に達する可能性がある。この範囲は、本発明によるシリカナノ粒子による衝突に適している。特定の実装形態において、二峰性分布の粒子サイズが使用され、第 1 の分布は約 2 0 0 ~ 約 8 0 0 n m の範囲のサイズを有し、第 2 の分布は約 1 0 ~ 約 1 0 0 n m の範囲のより小さな粒子を有する。これらの条件での衝突の速度は、単純な鋳造の速度ほどであり、変形可能層内の粒子の所望の最終的な深さに応じて、0 . 1 m / 秒 ~ 1 0 m / 秒の範囲であり得る。

#### 【 0 0 2 2 】

ナノ粒子がコーティングに埋め込まれると、変形可能層を硬化および固化させることができる。粒子は様々な深さに浸透するように衝突するという事実により、固化すると階層

的な形態が固定される。階層的形態は、本発明に従って製作されたコーティングに、一定量の腐食および表面摩耗の後でもコーティングが疎水性および表面粗さを保持できるという点で、顕著な利点を与える。これは、表面の粒子の露出層が摩耗するにつれて、下に埋め込まれた粒子が次に表面に露出し、コーティングに相応のレベルの表面粗さと疎水性がもたらされるためである。

#### 【0023】

本発明に従って製作されたコーティングは、超疎水性範囲で平均150度の大きさの接触角（水滴が表面に接触する角度（ $\alpha$ ））を達成することができる。図4は、本発明による水滴とコーティングとの間の接触角を測定するための試験の概略図である。描かれているように、水滴410とコーティング415との間の接触角（ $\alpha$ ）は約150度である。

10

#### 【0024】

本発明の製作方法の主な利点の1つは、それらの一般的な適用性である。この方法では、既存のコーティング（つまり、基材）を変更する必要がないため、既存の設備で簡単に使用できる。これにより、この方法を用いることは特に経済的に魅力的である。注目すべき用途の1つは、厳しい海洋環境にさらされる金属構造物を腐食から保護することである。このような金属構造物は、Hempadur 45070、Interseal 41/Interzone 954、Jotamastic 80/Penguard FC、Sigmacover 410 prime/Sigmacover 410、Carboguard 690、およびEuronavy ES301を含む市販のエポキシ塗料を使用して最初にコーティングできる。この塗料に、記載のように本発明によるコーティングを加えることができる。コーティングは、下地塗料および基材の構造および統合性を最小限修正するだけで、高い疎水性を達成するのに十分な追加の表面粗さを提供する。ポリマーコーティングがまだ完全に硬化していないときに粒子がコーティングの表面に追加されるため、粒子はコーティングの表面の近くに組み込まれる。

20

#### 【0025】

添加剤の使用により、本発明に従って製作されたコーティングの特性をさらに強化することができる。例えば、疎水性リガンドをシリカ粒子に加えることができる。これらのリガンドは、追加の化学的疎水性バリアを追加する。リガンドの選択は多様である。例えば、フッ素化シランをシリカナノ粒子に加えることができる。フッ素化化学基は疎水性を促進し、当技術分野で知られているように、シラン基はシラン化によりシリカに結合することができる。

30

#### 【0026】

図5は、本発明による層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法の一実施形態のフローチャートである。ステップ500において、この方法は、防食コーティングで保護される層統合可能材料を含む基材（または初期コーティング）の選択から始まる。ステップ502では、層統合可能材料の変形可能な粘性または半粘性層が基材上に堆積される。ステップ504において、粒子は、選択された運動量で変形可能層に強制的に（例えば、衝突により）埋め込まれ、様々な深さで変形可能層に埋め込まれる。ステップ506では、変形可能層が固化され、基材とシームレスかつ連続的に統合される。

40

#### 【0027】

開示された方法は主にエポキシコーティングおよびシリカ粒子に関して説明されたが、上で定義されたように層統合可能な他の材料を使用することができる。そのような層統合可能材料には、ポリウレタン、ポリシロキサン、ポリアクリレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレンなどのポリマー樹脂が含まれ得る。さらに、使用可能な代替粒子材料には、酸化亜鉛、酸化マンガン、炭酸カルシウム、カーボンナノチューブ、酸化グラフェン、酸化マグネシウム、その他の酸化物または硫化物が含まれる。

#### 【0028】

本明細書に開示されたいずれの構造および機能の詳細も、システムおよび方法を限定するものとして解釈されるべきではなく、むしろ、当業者に、方法を実装するための1つ以

50

上のやり方を教示するための典型的な実施形態および／または構成として提供されていることを理解されたい。

【0029】

上述の説明の多くは、フォトリソ材料を埋め込むためのシステムおよび方法を対象としているが、本明細書に開示された方法は、参照シナリオを超えるシナリオ、状況、および場面において他の「スマート」構造体を同様に展開することができることを理解されたい。このような実装形態および／または展開のいずれも、本明細書に記載のシステムおよび方法の範囲内であることをさらに理解されたい。

【0030】

図面中の類似の数字が、いくつかの図を通して類似の要素を表し、図に関連して説明され、示された構成要素および／またはステップのすべてが、すべての実施形態または構成に必要とされるわけではないことをさらに理解されたい。

10

【0031】

本明細書に使用されている専門用語は、特定の実施形態のみを説明するためのものであり、本発明を限定することを意図するものではない。本明細書で使用される際、単数形「a」、「an」、および「the」は、文脈が明らかに他の意味を示している場合を除き、複数形も含むことが意図される。「comprises（備える）」および／または「comprising（備える）」という用語は、本明細書で使用する際、述べた特徴、整数、ステップ、作業、要素、および／または構成要素の存在を明示するが、1つ以上の他の特徴、整数、ステップ、作業、要素、構成要素、および／またはそれらの群の存在または追加を排除しないことがさらに理解されるであろう。

20

【0032】

配向の用語は、本明細書では、単に慣例および参照の目的で使用され、限定するものとして解釈されるべきではない。ただし、これらの用語が見る人を基準にして使用されている可能性があることが分かる。したがって、限定が暗に意味されることもなく、推察されるべきでもない。

【0033】

また、本明細書に使用されている表現および専門用語は、説明目的のものであり、限定するものと見なされるべきではない。本明細書における「including（含む）」、「comprising（備える）」、または「having（有する）」、「containing（含む）」、「involving（伴う）」、およびそれらの変形の使用は、それ以降に挙げられた項目、およびその等価物、ならびに追加項目を包含することを目的としている。

30

【0034】

例示的な実施形態に関連して本発明が説明されてきたが、本発明の範囲から逸脱しない限り、様々な変更が行われてもよく、その要素を等価物に置き換えてもよいことが、当業者には理解されるであろう。さらに、本発明の基本的な範囲から逸脱せずに、特定の計器、状況、または材料を本発明の教示に適合させるための多くの修正が当業者には理解されるであろう。したがって、本発明が、本発明を実施するために考えられた最良の形態として開示された特定の実施形態に限定されず、本発明が、添付の特許請求の範囲内に含まれるすべての実施形態を含むであろうことが意図されている。

40

【符号の説明】

【0035】

- 100・・・基材
- 105・・・基材の表面
- 110・・・変形可能層
- 120・・・粒子衝突装置
- 122・・・ノズル



【 図 1 】

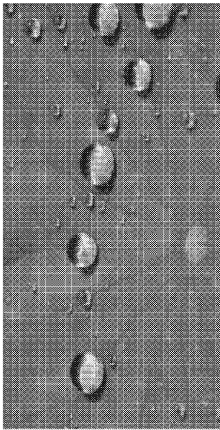


FIG. 1

【 図 2 】

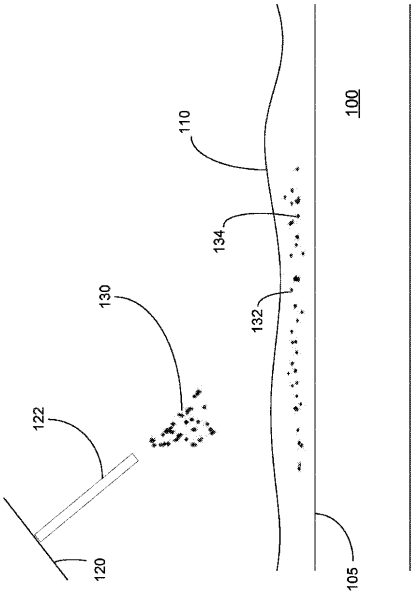


FIG. 2

【 図 3 A 】

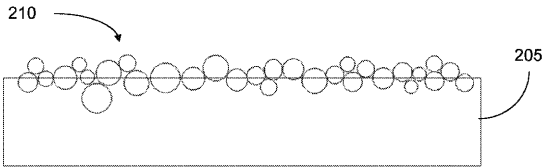


FIG. 3A

【 図 3 B 】

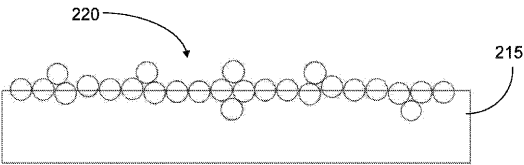


FIG. 3B

【 図 3 C 】

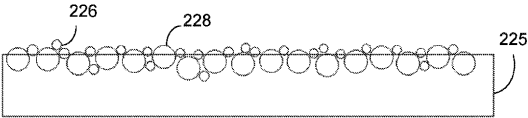


FIG. 3C

【 図 4 】

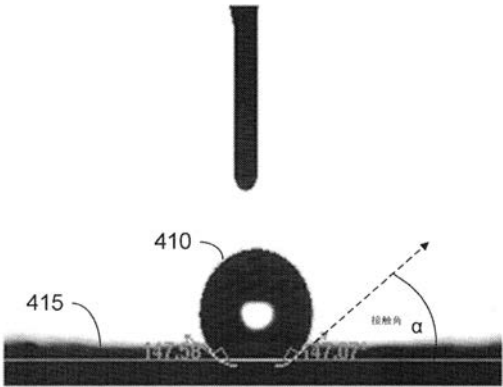


図4

【図 5】

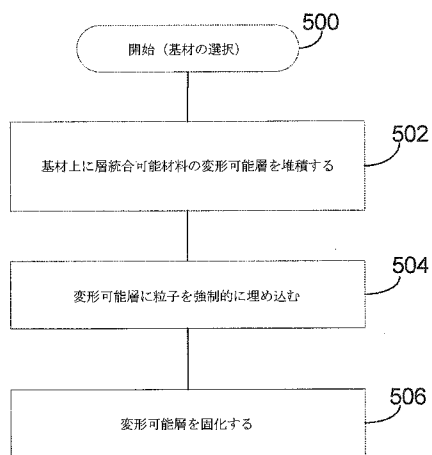


図5

## 【手続補正書】

【提出日】令和2年1月7日(2020.1.7)

## 【手続補正 1】

【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】

層統合可能材料を含む固体基材の表面に疎水性コーティングを製作する方法であって、  
前記層統合可能材料の変形可能層を前記固体基材の前記表面に堆積させることと、  
前記変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むことと、  
前記複数の粒子を含む前記変形可能層を固化させて、前記固体基材の前記表面と一体化させることと、  
を含み、

前記複数の粒子の少なくとも一部が、固化前に前記変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれており、前記しきい値深さは、前記複数の粒子の平均直径の4分の1～平均粒子直径の約100倍までの範囲である、方法。

【請求項 2】

前記変形可能層内に複数の粒子を強制的に埋め込むステップが、選択された運動量で粒子の流れを前記変形可能層に衝突させることを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記複数の粒子が、約1nm～約50μmの範囲のサイズを有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記複数の粒子が、約 5 nm ~ 約 50 nm の範囲のサイズを有する、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記複数の粒子が、平均サイズ値から 1 ~ 50 パーセントの範囲のサイズ分布をする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記複数の粒子が、多峰性サイズ分布を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記変形可能層が、流体、半粘性または粘性の形態のうちの 1 つで堆積される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

第 1 の材料がエポキシ樹脂を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記複数の粒子がシリカで構成されている、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記変形可能層が固化すると、前記複数の粒子が、前記複数の粒子の一部が前記固化した変形可能層の表面に露出し、かつ前記複数の粒子の一部が前記固化した変形可能層に完全に埋め込まれるような、階層形態を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

層統合可能な材料のマトリックスと、

前記層統合可能材料のマトリックス内の様々な深さに埋め込まれた複数の粒子と、を含む疎水性コーティングであって、

前記複数の粒子が、約 1 nm ~ 約 50  $\mu$ m の範囲のサイズを有し、

前記複数の粒子の少なくとも一部が、前記変形可能層内のしきい値深さに埋め込まれており、前記しきい値深さは、前記複数の粒子の平均直径の 4 分の 1 ~ 平均粒子直径の約 100 倍までの範囲である、疎水性コーティング。

【請求項 12】

前記層統合可能材料のマトリックスが、エポキシ樹脂を含む、請求項 11 に記載の疎水性コーティング。

【請求項 13】

前記複数の粒子がシリカで構成されている、請求項 12 に記載の疎水性コーティング。

【請求項 14】

前記複数の粒子が、前記複数の粒子の平均サイズ値から 1 ~ 50 パーセントの範囲のサイズ分布を有する、請求項 11 に記載の疎水性コーティング。

【請求項 15】

前記複数の粒子が、多峰性サイズ分布を有する、請求項 11 に記載の疎水性コーティング。

## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/US2018/040912

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
INV.	C09D5/08 C09D5/16 C08K3/36 C09D163/00 B05D1/12	
ADD.	B05D5/08 B05D7/00	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
C09D C08K B05D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
EP0-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X, P	US 2017/204279 A1 (LARIMER CURTIS J [US] ET AL) 20 July 2017 (2017-07-20)	1-7, 9-15
A, P	abstract	8
	claims 1,16	
Y	US 2014/162022 A1 (NOWAK ANDREW P [US] ET AL) 12 June 2014 (2014-06-12)	8
	abstract; claims 1,2	
Y	WO 2015/078099 A1 (GUANGZHOU CHEMISTRY CO LTD CAS [CN]) 4 June 2015 (2015-06-04)	8
	claims 2,3	
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents :		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
14 September 2018		21/09/2018
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Mill, Sibel

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No

PCT/US2018/040912

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2017204279 A1	20-07-2017	US 2017204279 A1 WO 2017127500 A1	20-07-2017 27-07-2017
US 2014162022 A1	12-06-2014	CN 104937042 A EP 2928970 A1 US 2014162022 A1 US 2017096568 A1 WO 2014088598 A1	23-09-2015 14-10-2015 12-06-2014 06-04-2017 12-06-2014
WO 2015078099 A1	04-06-2015	CN 103709882 A WO 2015078099 A1	09-04-2014 04-06-2015

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
<b>C 2 3 C 24/04 (2006.01)</b>		C 2 3 C 24/04		
<b>C 2 3 C 28/00 (2006.01)</b>		C 2 3 C 28/00	D	

(81) 指定国・地域 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT

(72) 発明者 ガサン・セルマン・アラベディ  
 サウジアラビア・ 3 1 3 1 1 ・ダーラン・ピー・オー・ボックス・ 1 4 0 1 8 ・サウジ・アラビアン・オイル・カンパニー

(72) 発明者 アジス・フィーリ  
 サウジアラビア・ 3 1 3 1 1 ・ダーラン・ピー・オー・ボックス・ 1 4 0 1 8 ・サウジ・アラビアン・オイル・カンパニー

F ターム (参考) 4D075 AA01 AA76 AA81 AA85 AA86 BB16X BB91Z BB95Z CA33 CA36  
 CA47 CA48 DA06 DC05 DC06 EA02 EA05 EB33 EB45 EB47  
 EB51 EC03 EC51 EC53  
 4J038 CB021 CB081 DB001 DG001 DL031 HA166 HA266 HA446 KA20 NA03  
 NA05 PB05 PB06 PC02  
 4K044 AA16 AB03 AB10 BA11 BA12 BA14 BA18 BA19 BA21 BB11  
 BC02 CA23 CA53 CA71

【要約の続き】

