

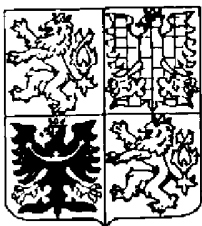
ČESKÁ
REPUBLIKA

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(21) 2697-93

(13) A3

(19)



(12)

5(51)

H 01 L 31/0236

C 23 C 14/12

C 23 C 14/58

F 24 J 2/48

(22) 27.05.92

(32) 27.05.92, 24.06.91

(31) 92IS/9204512, 91/720188

(33) WO, US

(40) 15.06.94

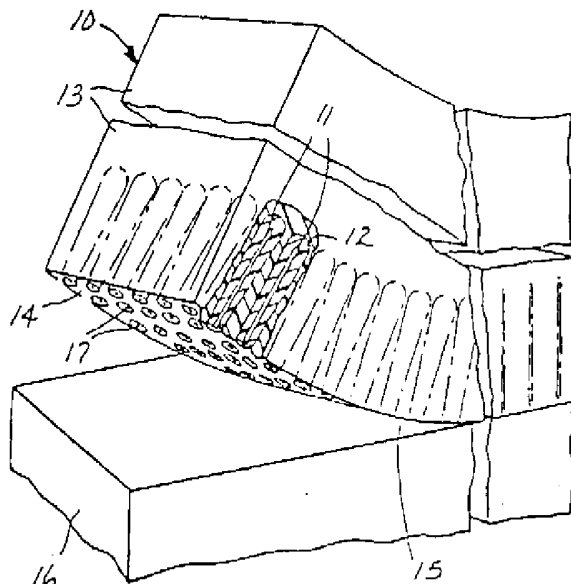
ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(71) Minnesota Mining and Manufacturing Company, Saint Paul, Minnesota, US;

(72) Debe Mark K., Saint Paul, Minnesota, US;

(54) **Kompozitní předmět, obsahující orientované mikrostruktury**

(57) Kompozitní předmět (10), obsahující vrstvu s hustým systémem oddělených mikrostruktur (11), které jsou v ní zčásti zapouzdřeny zapouzdřovacím materiálem (13). Jeden distální konec každé z mikrostruktur je obnažen a obnažené distální konce (17) mikrostruktur a povrch (14) vrstvy jsou na společné straně vrstvy a tyto mikrostruktury, původně vytvořené na povrchu (15) substrátu, vykazují topografii povrchu obnažených distálních konců, která je inverzní vzhledem k topografii povrchu substrátu, od něhož byly delaminovány. Tento kompozitní předmět se vyrábí tak, že se vytvoří první kompozitní předmět zahrnující substrát s určitou topografií povrchu. Substrát nese zapouzdřenou mikrostrukturovanou vrstvu tvořenou hustým systémem oddělených mikrostruktur. Potom se zapouzdřená mikrostrukturovaná vrstva od substrátu delaminuje, za vzniku druhého kompozitního předmětu, který zahrnuje vrstvu s hustým systémem oddělených mikrostruktur, které jsou v ní zčásti zapouzdřeny. Jeden distální konec každé z kompozitních mikrostruktur je obnažen a obnažené distální konce mikrostruktur, které byly delaminovány od substrátu vykazují topografii povrchu, která je inverzní vzhledem k topografii povrchu substrátu.



Kompozitní předmět, obsahující orientované mikrostruktury

Oblast techniky

Vynález se týká kompozitního výrobku, obsahujícího rovnoměrně nebo nepravidelně orientované mikrostruktury, které jsou z části zapouzdřeny ve vrstvě. Vynález se dále týká způsobu výroby těchto kompozitních výrobků.

Dosavadní stav techniky

Kompozitní výrobky, které obsahují nebo na nichž jsou zřejmé mikrostrukturované vrstevnaté nebo sloupcovité vrstvy jsou již známy.

Tak například v US patentu č. 4 410 565 (Kitamoto a další) je popsán předmět, který je údajně užitečný jako magnetické záznamové medium. Tento předmět se skládá ze substrátu, na němž je upravena vrstva základního povlaku, feromagnetická kovová vrstva, obsahující sloupcovitá zrna, která alespoň z části pronikají do základního povlaku jeho vrchní stranou a jsou s tímto povlakem integrována. V tomto patentu je také popsán způsob výroby tohoto předmětu. Kromě toho, v US patentu č. 4 588 656 (Kitamoto a další) je popsán způsob výroby předmětu, který je údajně užitečný jako magnetické záznamové medium. Při tomto způsobu se na substrát nanáší z parní fáze tenký film feromagnetického kovu, který obsahuje v určité vzdálenosti od sebe uspořádané sloupcovité zrnité struktury, prostory mezi sloupcovitými zrnitými strukturami se napustí alespoň jedním organickým monomerem nebo oligomerem v kapalně formě a tento monomer nebo oligomer se alespoň v prostorech mezi sloupcovitými zrnitými strukturami zpolymeruje, přičemž se výsledný polymer integruje s tenkým filmem feromagnetického kovu.

V US patentu č. 4 560 603 (Giacomet) je popsán způsob výroby vysoce pevného laminovaného materiálu s kompozitní strukturou, jehož podstata spočívá v tom, že se a) vytvoří whiskery ("hrotité materiály"), které vykazují v elektromagnetickém poli určitou charakteristickou přednostní orientaci, b) vlákna se uspořádají tak, že se vzájemně překrývají, přičemž mezi nimi je obsažen viskózní materiál, za vzniku kompozitní matrice, c) do viskózního materiálu se vloží whiskery, d) na whiskery se aplikuje magnetické pole takového tvaru, aby došlo k selektivní orientaci whiskerů v přednostním směru a e) kompozitní matrice se vytvrdí, za vzniku laminátu, přičemž současně jsou whiskery zachovány v požadovaném směru.

V US patentu č. 4 774 122 (Adler) je popsán pryskyřičný produkt, obsahující pryskyřičný povrch, který je povlékatelný kovovou vrstvou tak, že je tato vrstva vázána prostřednictvím systému mikrodendritů. Také je zde popsán způsob výroby tohoto produktu.

V US patentu č. 4 812 352 a 5 039 561 (Debe) a v evropské patentové přihlášce č. 0 258 752 je popsán předmět, který se skládá ze substrátu nesoucího mikrovrstvu (mikrostrukturovanou vrstvou), která obsahuje rovnoměrně orientované krystalické pevné organické mikrostruktury s velikostí řádové v nanometrech a způsob výroby takového předmětu. Dále, v US patentech č. 4 812 352 a 5 039 561 je popsán popřípadě konformní povlak na mikrovrstvě a zapouzdření této mikrovrstvy s konformním povlakem.

Kam a další v "Summary Abstract: Dramatic Variation of the Physical Microstructure of a Vapor Deposited Organic Thin Film", J. Vac. Sci. Technol. A, 5, (4), červenec/srpen 1987, strana 1914 až 1916 popisují vakuovou nanášecí metodu pro výrobu organických mikrostruktur (nebo whiskerů).

Debe a další v "Vacuum Vapor Deposited Thin Films of a Perylene Dicarboxide Derivative: Microstructure Versus Deposition Parameters", J. Vac, Sci. Technol. A, 6, (3), květen/červen 1988, strana 1907 až 1911 popisují nanášecí metodu pro výrobu organických mikrostruktur.

Debe a další v "Effect of Gravity on Copper Phthalocyanine Thin Films III: Microstructure Comparisons of Copper Phthalocyanine Thin Films Grown in Microgravity and Unit Gravity", Thin Solid Films, 186, 1990, strana 327 až 347 popisují organické mikrostrukturované povrchy, které narůstají fyzikálním transportem par při mikrogravitaci a na zemském povrchu.

Sadaoka a další v "Effects of Morphology on NO₂ Detection in Air at Room Temperature with Phthalocyanine Thin Films", J. Mat. Sci., 25, 1990, strana 5257 až 5268 popisuje způsob pěstování whiskerů z ftalocyaninu niklu žiháním filmu této látky na vzduchu.

Dirks a další podávají v "Columnar Microstructure in Vapor-Deposited Thin Films", Thin Solid Films, 47, 1977, strana 219 až 233, přehled metod, které jsou v tomto oboru známé, pro tvorbu sloupcových mikrostruktur.

V US patentu č. 3 969 545 (Slocum) je popsána vakuová nanášecí technika pro výrobu organických nebo anorganických mikrostruktur. Získaný mikrostrukturovaný povrch má údajně výborné polarizační vlastnosti v rozsahu vlnových délek od oblasti viditelného světla do oblasti infračerveného světla.

Ohnuma a další "Amorphous Ultrafine Metallic Particles Prepared By Sputtering Method", Rapidly Quenched Metals (Proc. of the Fifth Int. Conf. on Rapidly Quenched

Metals, Würzburg, Německo, 3. až 7. září 1984), S. Steeb a další, red. Elsevier Science Publishers B. V., New York (1985), strana 1117 až 1124, popisují mikrostrukturované povrchy zhotovované za použití leptání ionty a vysokofrekvenčního rozprašovacího leptání polymerních povrchů.

V US patentu č. 4 568 598 (Bilkadi a další) je popsán kompozitní listový předmět, který na povrchu obsahuje žebra nebo jehlice o amplitudě v rozmezí od 0,1 do 5,0 μm a vzdáleností jejich os v rozmezí od 0,01 do 1,0 μm , jejichž poměr stran leží v rozmezí od 0,01 do 10 μm .

V US patentu č. 4 340 276 (Maffit a další) je popsán způsob výroby mikrostruktury na povrchu předmětu, který zahrnuje stupeň nanášení nespojitého povlaku materiálu, vykazujícího nízký stupeň rozprašovacího leptání, načež se diferenčním způsobem povrch kompozitu zpracovává rozprašovacím leptáním, za vzniku topografie jehlanovitých mikrostruktur, které mají nepravidelnou výšku a vzdálenosti mezi sebou.

Oehrlein a další v "Study of Sidewall Passivation and Microscopic Silicon Roughness Phenomena in Chlorine-Based Reactive Ion Etching of Silicon Trenches", J. Vac. Sci. Technol. B, 8, (6), listopad/prosinec 1990, strana 1199 až 1211, popisují vzorované struktury, vytvářené za použití fotolitografických metod a metod založených na leptání reaktivními ionty.

Floro a další v "Ion-Bombardment-Induced Whisker Formation on Graphite", J. Vac. Sci. Technol. A, 1, (3), červenec až září 1983, strana 1398 až 1402, popisují grafitové struktury typu whiskerů, vyráběné iontovým bombardováním.

V US patentu č. 4 252 865 (Gilbert a další) je popsán povrch absorbující solární energii, kterýžto povrch se vyznačuje tím, že obsahuje systém směrem ven protažených strukturních prvků s relativně vysokým poměrem stran, s účinnými laterálními vzdálenostmi, které mají nebo které obsahují vzdálenosti řádově se stejnou velikostí, jako je vlnová délka spektra solární energie. Popisovaný způsob výroby povrchů absorbujících solární energii zahrnuje leptání naneseného amorfního polovodičového materiálu (například germania) rozprašovací technologií.

V US patentu č. 4 396 643 (Kuehn a další) je popsána kovová vrstva s mikrostrukturovaným povrchem, která se vyznačuje tím, že obsahuje řadu nepravidelně uspořádaných oddělených protuberancí s různou výškou a tvarem. Tento mikrostrukturovaný povrch je údajně užitečný jako absorbér záření.

Lee a další v "Measurement and Modeling of the Reflectance-Reducing Properties of Gradient Index Microstructured Surfaces", Photo. Sci. and Eng., 24, (4) červenec/srpen, 1980, strana 211 až 216, popisují mikrostrukturované povrchy, ve kterých mají prvky struktury rozměry srovnatelné s vlnovou délkou viditelného světla.

V US patentu č. 4 148 294 (Scherber a další) je popsán panel, o němž se tvrdí, že je schopen ve vysoké míře absorbovat dopadající sluneční energii a vyzařovat pouze malou část absorbované energie. Tento panel obsahuje a) souvislý kovový substrát, který se skládá převážně z hliníku, b) anodizovanou vrstvu, pokrývající čelní plochu tohoto substrátu a integrálně s ní spojenou, přičemž tato vrstva se převážně skládá z oxidu hlinitého a její povrch odvrácený od substrátu obsahuje mnoho pórů, které jsou od sebe vzdáleny 0,1 až 1 μm a mají průměr 0,1 až 0,5 μm a c)

velké množství protáhlých kovových těles usazených v těchto pórech, které podélně zasahují směrem ven z tohoto povrchu.

V US patentu č. 4 155 781 (Diepers) je popsán způsob výroby solárních článků pěstováním polovodičových whiskerů na substrátu, jehož podstata spočívá v tom, že se a) vytvoří substrát umožňující růst nebo vznik zárodků whiskerů, b) na substrát se nanese několik lokalizovaných oblastí činidla, v němž je polovodičový materiál rozpustný, c) v těchto oblastech se nechají růst whiskery polovodičového materiálu za použití metody pára-kapalina-pevná látka (Vapor Liquid Solid - VLS), d) whiskery se dopují dopovacím materiálem p nebo n a potom se e) povrchová oblast whiskerů dopuje až do hloubky, která přibližně odpovídá délce difuzi nabitých nosičových párů, zbývajícím dopovacím materiálem p nebo n.

V US patentu č. 4 209 008 (Lemkey a další) je popsán povrch absorbující fotony, který má orientovanou mikrostrukturu, skládající se z alespoň dvou fází, spojitě kovové matricové fáze a nespojitě druhé fáze zvolené ze souboru zahrnujícího kovy, nekovy a intermetalické látky, přičemž tato druhá fáze má řádové rozměry 0,001 až 10 μm a je orientována v podstatě kolmo vůči povrchu. Povrchová část matricové fáze se sejme, takže druhá fáze proniká reliefem.

V US patentu č. 4 002 541 (Streander) je popsán anodizovaný předmět a způsob absorpce solární energie. Tento anodizovaný předmět zahrnuje vrstvu hliníkové slitiny, s až do asi 18 % hmotnostními křemíku, obsahující povrchovou matricovou vrstvu oxidu hlinitého a krystaly oxidu křemičitého narostlé ze slitiny, které pronikají povrchovou matricovou vrstvou oxidu hlinitého a jsou v ní zakotveny.

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je kompozitní předmět, jehož podstata spočívá v tom, že obsahuje vrstvu s hustým systémem oddělených mikrostruktur, které jsou v ní z části zapouzdřeny, přičemž jeden distální konec alespoň části mikrostruktur je obnažen a obnažené distální konce těchto mikrostruktur koincidují s povrchem vrstvy na společné straně této vrstvy. Přednostně jsou obnažené distální konce mikrostruktur a povrch vrstvy ve společné rovině. Kompozitní předmět podle vynálezu popřípadě dále obsahuje alespoň jeden konformní povlak vložený mezi mikrostruktury a zapouzdřovací materiál tak, že konformní povlak alespoň z části obklopuje velký počet mikrostruktur.

Předmětem vynálezu je dále kompozitní předmět, jehož podstata spočívá v tom, že obsahuje vrstvu s hustým systémem oddělených orientovaných mikrostruktur, které jsou v ní (úplně) zapouzdřeny tak, že alespoň jeden distální konec každé z mikrostruktur leží těsně pod povrchem vrstvy (tj. mikrostruktury nejsou obnaženy).

Hustý systém oddělených mikrostruktur může být orientován rovnoměrně nebo nepravidelně. Distribuce vzdáleností může být také nepravidelná nebo pravidelná.

Distribuce mikrostruktur nemusí být rovnoměrná (tj. může být spojitá nebo nespojitá). Tak například distribuce mikrostruktur může vytvářet vzor. Tento vzor se může opakovat nebo nemusí.

Mikrostruktury přednostně obsahují monokrystalické nebo polykrystalické oblasti.

Vhodnými materiály pro tyto mikrostruktury jsou materiály, které jsou stálé na vzduchu a které je možno tvářet do podoby mikrostruktur. Mikrostruktury přednostně obsahují alespoň jednu anorganickou látku a jednu organickou látku.

Jako užitečné anorganické látky je například možno uvést keramické látky (například oxidy kovů nebo nekovů, jako je oxid hlinitý, oxid křemičitý, oxid železa a oxid mědi; nitridy kovů nebo nekovů, jako je nitrid křemíku a nitrid titanu; karbidy kovů a nekovů, jako je karbid křemíku; boridy kovů nebo nekovů, jako je borid titanu; sulfidy kovů nebo nekovů, jako je sulfid kadmnatý a sulfid zinečnatý; silicidy kovů, jako je silicid hořečnatý, silicid vápenatý a silicid železa; kovy (například vzácné kovy, jako je zlato, stříbro, platina, rhenium, osmium, iridium, paladium, ruthenium, rhodium a jejich kombinace); přechodové kovy, jako je skandium, vanad, chrom, mangan, kobalt, nikl, měď, zirkon a jejich kombinace; kovy s nízkou teplotou tání, jako je vizmut, olovo, indium, antimon, cín, zinek a hliník; žáruvzdorné kovy, jako je wolfram, rhenium, iridium, tantal, molybden, rhodium a jejich kombinace; polovodičové materiály (jako je například diamant, germanium, selen, arsen, křemík, tellur, arsenid gallia, antimonid gallia, fosfid gallia, antimonid hliníku, antimonid india, komplexní oxid india a cínu, antimonid zinku, fosfid india, komplexní arsenid hliníku a gallia, telurid zinku a jejich kombinace).

Jako vhodné organické látky je například možno uvést polymery a jejich předpolymery (například termoplastické polymery, jako například alkydové pryskyřice, aminové pryskyřice, jako jsou melaminoformaldehydové a močovinoformaldehydové pryskyřice, dále pak diallylftalátové pryskyřice, epoxidové pryskyřice, fenolické pryskyřice, polyestery a silikony; termosetické polymery, jako jsou

například kopolymery akrylonitrilu, butadienu a styrenu, acetalu, akrylové pryskyřice, celulózy, celulózy, chlorované polyethery, kopolymery ethylenu a vinylacetátu, fluorované uhlovodíkové polymery, ionomery, různé druhy polyamidů, peryleny, fenoxidové pryskyřice, polyallomery, polyethylen, polypropylen, polyamid-imidy, polyimidy, polykarbonáty, polyesteru, polyfenylenoxidy, polystyren, polysulfony a vinylové pryskyřice) a organokovové sloučeniny (jako je například bis(éta⁵-cyklopentadienyl)železo(II), pentakarbonyl železa, pentakarbonyl ruthenia, pentakarbonyl osmia, hexakarbonyl chromu, hexakarbonyl molybdenu, hexakarbonyl wolframu a tris(trifenylfosfin)rhodiumchlorid).

Mikrostruktury přednostně obsahují organickou látku. Molekuly organické látky jsou přednostně rovinné a obsahují řetězce nebo kruhy, přednostně kruhy, v nichž je hustota pí-elektronů extrémně delokalizována. Třídou organických sloučenin, které se dává největší přednost, je možno obecně charakterizovat jako vícejaderné aromatické uhlovodíky a heterocyklické aromatické sloučeniny.

Při přednostním způsobu výroby kompozitních předmětů podle tohoto vynálezu se postupuje tak, že se vytvoří kompozitní předmět zahrnující substrát nesoucí zapouzdřenou mikrostrukturovanou vrstvu, přičemž tato mikrostrukturovaná vrstva je tvořena hustým systémem oddělených, rovnoměrně nebo nepravidelně orientovaných mikrostruktur a potom se zapouzdřená mikrostrukturovaná vrstva ze substrátu delaminuje, za vzniku kompozitního předmětu podle vynálezu.

Při způsobu, kterému se dává ještě větší přednost, kompozitní předmět, který zahrnuje substrát nesoucí zapouzdřenou mikrostrukturovanou vrstvu, dále obsahuje alespoň jeden konformní povlak vložený mezi jednu nebo více

mikrostruktur a zapouzdřovací materiál, takže konformní povlak alespoň z části obklopuje každou z četných mikrostruktur a potom se zapouzdřená mikrostrukturovaná vrstva delaminuje od substrátu, za vzniku kompozitního předmětu podle tohoto vynálezu.

Na každé mikrostruktuře může být přítomen více než jeden konformní povlak. Různé konformní povlaky mohou mít stejné nebo různé složení.

Jednotlivý konformní povlak na každé mikrostruktuře může být spojitý nebo nespojitý. Jediný konformní povlak je přednostně spojitý. Pokud se nanáší více konformních povlaků, může být každý jednotlivý konformní povlak spojitý nebo nespojitý. Pokud je přítomno více konformních povlaků, jsou jako celek přednostně spojité.

Konformní povlak zakrývající systém mikrostruktur může být vzorován, přičemž vzor se může opakovat nebo nikoliv.

Zapouzdřovací materiál může tvořit spojitý nebo nespojitý povlak na mikrostrukturované vrstvě nebo konformním povlakem potažené mikrostrukturované vrstvě. Zapouzdřovací materiál tvoří přednostně spojitou vrstvu. Obnažený povrch mikrostrukturované vrstvy nebo konformním povlakem potažené mikrostrukturované vrstvy s diskontinuálním povlakem zapouzdřovacího materiálu může být potažen dalším zapouzdřovacím materiálem, který má stejné nebo různé složení a který vytváří spojitý nebo nespojitý povlak. Větší počet zapouzdřovacích materiálů může vytvářet spojitý nebo nespojitý povlak na kolektivním povrchu podkladového zapouzdřovacího materiálu a obnažené mikrostrukturované vrstvy nebo mikrostrukturované vrstvy opatřené konformním

povlakem. Nespojité povlak zapouzdřovacího činidla může být vzorován, přičemž vzor se může opakovat nebo nikoliv.

Kompozitní předmět podle tohoto vynálezu, zahrnující mikrostrukturovanou vrstvu nebo konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu, která je v něm zčásti zapouzdřena, může dále zahrnovat krycí vrstvu, jako například vrstvu tepelně vodivého materiálu, nanesenou na hlavní povrch, který je protilehlý vzhledem k obnaženému povrchu kompozitního předmětu (tj. zadní povrch), za účelem usnadnění přenosu tepla; vrstvu adhesivního materiálu, která je nanesena na zadní povrch kompozitního předmětu, za účelem přilepení předmětu k substrátu; vrstvu antireflexního materiálu, která je nanesena na přední povrch kompozitního předmětu, za účelem snížení nebo přizpůsobení odrazivosti zapouzdřovacího materiálu nebo mikrostruktury; vrstvu pasivního materiálu, která je nanesena alespoň na zadní povrch nebo přední povrch (tj. alespoň na jeden z nich) kompozitního předmětu; vrstvu polymerního nebo anorganického materiálu, která je nanesena na přední povrch kompozitního předmětu a která například může sloužit jako ochranná vrstva.

Pod označením "mikrostruktura" nebo "prvek mikrostruktury" se v tomto popisu a nárocích rozumějí jednotlivé opakující se entity, jako jsou například whiskery, tyče, kužele, jehly, válce apod.

Pod označením "hustý systém" se rozumějí mikrostruktury, které jsou umístěny vzájemně těsně, přičemž mají pravidelné nebo nepravidelné uspořádání. Jejich vzájemná střední vzdálenost leží obvykle v rozmezí od asi 1 do asi 5000 nm a přednostně od asi 10 do asi 1000 nm, přičemž přednostně se tato střední vzdálenost přibližně shoduje se středním průměrem těchto mikrostruktur.

Pod pojmem "mikrostrukturovaná vrstva" se rozumí vrstva společně tvořená všemi mikrostrukturami dohromady.

Pod pojmem "kompozitní mikrostruktury" se rozumějí mikrostruktury opatřené konformním povlakem.

Pod pojmem "konformní povlak" se rozumí povlak materiálu nanesený na alespoň část alespoň jednoho prvku mikrostruktury, který sleduje tvar alespoň části tohoto prvku mikrostruktury.

Pod pojmem "rovnoměrně orientovaný", jak se ho používá při popisu mikrostruktur, se rozumí, že úhly mezi imaginární kolmicí k povrchu substrátu a hlavními osami alespoň 90 % mikrostruktur se neliší o více než asi $\pm 15^\circ$ od střední hodnoty těchto úhlů.

Pod pojmem "nepravidelně orientovaný", se při popisu mikrostruktur rozumí, že úhly mezi imaginární kolmicí k povrchu mikrostrukturovaného kompozitního předmětu podle vynálezu a hlavními osami alespoň 90 % mikrostruktur se liší o více než asi $\pm 15^\circ$ od střední hodnoty těchto úhlů.

Pod pojmem "ztuhlý", pokud se týče zapouzdřovacího materiálu, se rozumí, že zapouzdřovací materiál změní své skupenství, obvykle z kapalně fáze nebo z podobného stavu na tužší, pevnou fázi nebo na podobný stav, například v důsledku sušení, chemického síťování, ochlazení, zmrazení, želatinace, polymerace atd.

Pod pojmem "spojitý", pokud se týče charakteristiky povlaku se rozumí zakrytí povrchu bez přerušení.

Pod pojmem "nespojité", pokud se týče charakteristiky povlaku, se rozumí zakrytí povrchu, při němž

dochází k periodickému nebo neperiodickému přerušení (takové přerušení povlaku může například zahrnovat jednotlivé mikrostruktury, které obsahují povlečené a nepovlečené oblasti, nebo více než jednu mikrostrukturu a v tomto případě je jedna nebo více mikrostruktur povlečena a jedna nebo více sousedních mikrostruktur nepovlečena).

Pod pojmem "rovnoměrný", pokud se týče velikosti, se rozumí, že hlavní rozměr průřezu jednotlivých mikrostruktur se neliší o více než asi 25 % od střední hodnoty hlavního rozměru a vedlejší rozměr průřezu jednotlivých mikrostruktur se neliší o více než asi 25 % od střední hodnoty vedlejšího rozměru.

Pod pojmem "plošná hustota", používaným v souvislosti s mikrostrukturami, se rozumí počet mikrostruktur na jednotku plochy.

Kompozitní předměty podle tohoto vynálezu jsou užitečné pro zařízení absorbující záření, včetně zařízení absorbujících například viditelné záření. Obzvláště užitečnými zařízeními absorbujícími záření jsou například selektivní sluneční absorbéry, plošné deskovité sluneční kolektory, sluneční absorbční panely a solární články (baterie).

Přehled obrázků na výkresech

Na obr. 1 je ilustrován kompozitní předmět podle tohoto vynálezu, který je zčásti delaminován od původního substrátu.

Na obr. 2a a 2b jsou znázorněny elektronové mikrofotografie (tzv. SEM), pořízené při 10000- a 15000-násobném zvětšení, které ukazují prasklý povrch okraje kompozitní

vrstvy, která byla vytvořena částečným zapouzdřením whiskerů povlečených železem pomocí lepidla, tj. roztoku termoplastické pryskyřice v toluenu nebo jiném rozpouštědle (tato pryskyřice je na trhu k dostání pod obchodním označením DUCO CEMENT, výrobek firmy Devcon Corp., Wood Dale, IL, USA), vytvrzením ahdesiva a následující delaminací kompozitní vrstvy od povrchu původního substrátu. Mikrografie byly pořízeny při úhlu pozorování, mezi rovinou povrchu a delaminovaným povrchem vytvrzeného lepidla asi 45° (obr. 2a) a asi 0° (obr. 2b).

Následuje podrobnější popis přednostních prvedení tohoto vynálezu.

Orientace mikrostruktur je obvykle rovnoměrná vzhledem k povrchu substrátu. Mikrostruktury jsou obvykle orientovány "normálně" k původnímu povrchu substrátu. Normální směr vzhledem k povrchu je definován jako směr kolmice k imaginární rovině umístěné tangenciálně vzhledem k lokálnímu povrchu substrátu v místě styku základu mikrostruktury s povrchem substrátu. Normální směr vzhledem k povrchu sleduje obrysy povrchu substrátu. Hlavní osy mikrostruktur jsou přednostně vzájemně rovnoběžné.

Mikrostruktury mají přednostně rovnoměrnou velikost a tvar a mají rovnoměrné rozměry průřezu podél svých hlavních os. Přednostní délka každé mikrostruktury je nižší než asi $50\ \mu\text{m}$. Výhodnější je, jestliže je délka každé mikrostruktury v rozmezí od asi $0,1$ do $5\ \mu\text{m}$. Šířka každé mikrostruktury je přednostně nižší než asi $1\ \mu\text{m}$. Ještě výhodnější je, když je šířka každé mikrostruktury v rozmezí od $0,01$ do $0,5\ \mu\text{m}$.

Mikrostruktury mají přednostně plošnou hustotu v rozmezí od asi 0,04 do asi 10^6 mikrostruktur na 1 mikrometr čtvereční.

Mikrostruktury mohou mít sice různé tvary (může se například jednat o whiskery, tyčinky, kužele, jehlany, válce apod.) přednostně je však tvar jednotlivých mikrostruktur v každé dané mikrostrukturované vrstvě stejný.

Mikrostruktury mají přednostně vysokou hodnotu poměru stran (tj. poměr délky k průměru leží v rozmezí od asi 3:1 do asi 100:1).

Následuje popis přednostního způsobu výroby mikrostrukturované vrstvy.

Přednostní způsob výroby mikrostrukturované vrstvy na organické bázi je popsán v US patentech č. 4 812 352 a 5 039 561. Jak je to uvedeno v těchto patentech, při způsobu výroby mikrostrukturované vrstvy se postupuje tak, že se

i) pára organického materiálu nanáší ve formě tenké spojitě nebo nespojitě vrstvy na substrát, za vzniku kompozitní struktury a potom se

ii) nanesená organická vrstva žihá za vakua po dobu a při teplotě postačující pro vyvolání fyzikální změny nanesené organické vrstvy, za vzniku mikrostrukturované vrstvy zahrnující hustý systém oddělených mikrostruktur.

Materiály, které jsou užitečné jako substráty zahrnují látky, které si udržují svou celistvost při teplotě a vakuu, kterých se používá při nanášení páry a při následujícím žihání. Substrát může být ohebný nebo tuhý, rovinný

nebo nerovinný, konvexní nebo konkávní nebo asferický nebo může být i kombinovaný.

Přednostní substrátové materiály zahrnují organické materiály a anorganické materiály a jedná se například o keramické materiály, kovové materiály a polovodičové materiály. Přednostním substrátovým materiálem je kov.

Přednostními organickými substráty jsou například polyimidové filmy (které jsou obchodně dostupné například pod označím "KAPTON" od firmy Du Pont Electronics, Wilmington, DE, USA).

Kovy, které jsou užitečné jako materiál pro substráty, zahrnují například hliník, kobalt, měď, molybden, nikl, platinu, tantal a jejich kombinace. Keramické materiály, které jsou užitečné jako materiály pro substráty, zahrnují například oxidy kovů nebo nekovů, jako je oxid hlinitý a oxid křemičitý.

Při přednostních způsobech výroby kovových substrátů se například postupuje tak, že se kovová vrstva ukládá na polyamidový list nebo tkaninu či rouno technikou vakuového napařování nebo nanášení iontovým rozprašováním. Tloušťka kovové vrstvy činí přednostně asi 100 nm. Přestože to nemusí být nutně škodlivé, je třeba počítat s tím, že expozice povrchu kovu oxidační atmosféře (například vzduchu) může mít za následek vznik vrstvy oxidu.

Organické materiály, z nichž se tvoří mikrostruktury, je možno nanášet na substrát za použití technologií, které jsou v tomto oboru známy pro nanášení vrstev organického materiálu na substrát, jako je například technologie napařování (například technologie vakuového napařování, rozprašovacího povlékání a chemického napařování), techno-

logie povlákání z roztoku nebo disperse (například technologie máčení, stříkání, odstředivého lití, nanášení raklí, nanášení tyčí, navalování a polévání (při posledně uvedené technologii se postupuje tak, že se kapalina rozlije na povrchu a nechá se na něm roztéci). Organická vrstva se přednostně nanáší fyzikálním vakuovým napařováním (tj. sublimací organického materiálu, k níž dochází za použitého vakua).

Chemické složení mikrostrukturované vrstvy na organické bázi bude přednostně stejné jako chemické složení výchozího organického materiálu. Organické materiály, které jsou užitečné při výrobě mikrostrukturované vrstvy, zahrnují například rovinné molekuly obsahující řetězce nebo kruhy, v nichž je hustota pí-elektronů ve značné míře delokalizována. Tyto organické materiály obvykle krystalují v konfiguraci tzv. "kostry sledě". Přednostní organické materiály je možno v širokém smyslu charakterizovat jako vícejaderné aromatické uhlovodíkové nebo heterocyklické aromatické sloučeniny.

Vícejaderné aromatické uhlovodíky jsou například popsány v Morrison a Boyd, Organic Chemistry, třetí vydání, Allyn and Bacon, Inc. (Boston: 1974), kapitola 30. Heterocyklické aromatické sloučeniny jsou popsány ve výše citované učebnici Morrisona a Boyda, v kapitole 31.

Přednostní vícejaderné aromatické uhlovodíky, které jsou obchodně dostupné, zahrnují například sloučeniny odvozené od naftalenu, fenantrenu, perylenu, fenylantracenu, koronenu a pyrenu. Přednostním vícejaderným aromatickým uhlovodíkem je N,N'-di(3,5-xylyl)perylen-3,4,9,10-bis(dikarboximid) (což je sloučenina, která je obchodně dostupná pod označením "C.I. Pigment Red 149" od firmy American Hoechst Corp., Somerset, NJ, USA), v tomto popisu dále označovaný názvem "perylenevá červeň".

Přednostní heterocyklické aromatické sloučeniny, které jsou obchodně dostupné, zahrnují například ftalocyani-ny, porfyriny, karbazoly, puriny a pteriny. Jako reprezentativní příklady heterocyklických aromatických sloučenin je například možno uvést kovuprosté ftalocyaniny (například dihydrogenftalocyanin) a jeho kovové komplexy (například ftalocyanin mědi).

Organické materiály jsou při nanášení na substrát přednostně schopny vytvořit spojitou vrstvu. Tloušťka takové spojitě vrstvy leží přednostně v rozmezí přibližně od 1 nm do 1000 nm.

Orientaci mikrostruktur ovlivňuje nanášená organická látka, teplota substrátu při nanášení a rychlost nanášení a úhel dopadu, kterého se při nanášení používá. Jestliže je teplota substrátu v průběhu nanášení organického materiálu dostatečně vysoká, nanesený organický materiál vytvoří nepravidelně orientované mikrostruktury buď již při nanášení nebo při následném žihání. Je-li teplota substrátu v průběhu nanášení poměrně nízká (tj. je-li blízká teplotě místnosti), má nanášený organický materiál sklon vytvářet rovnoměrně orientované mikrostruktury při následném žihání. Tak například, mají-li se získat rovnoměrně orientované mikrostruktury na bázi perylenové červeni, používá se při nanášení perylenové červeni teploty substrátu přednostně v rozmezí od asi 0 do asi 30 °C.

Hlavní rozměr každé mikrostruktury je přímo úměrný tloušťce původně nanesené organické vrstvy. Vzhledem k tomu, že mikrostruktury jsou oddělené (diskretní), jsou mezi nimi vzdálenosti, jejichž velikost řádově odpovídá šířce mikrostruktur. Mikrostruktury mají přednostně rovnoměrné rozměry průřezu a vzhledem k tomu, že se zdá, že všechny materiál původního organického filmu byl převeden do mikrostruktur,

vyplývá ze zákona o zachování hmoty, že délky mikrostruktur budou přímo úměrné tloušťce původně nanesené vrstvy. Díky zjevnému vztahu mezi tloušťkou původní organické vrstvy a délkami mikrostruktur, je možno délky a poměry stran mikrostruktur měnit nezávisle na jejich rozměrech průřezu a plošné hustotě. Tak například se zjistilo, že délka mikrostruktur je přibližně desetinásobkem tloušťky napařené organické vrstvy, pokud tato tloušťka leží v rozmezí od asi 0,05 do asi 0,2 μm . Vedlejší rozměr mikrostruktur je určován poměry povrchové volné energie hraničních krystalografických bočních ploch a lze jej vysvětlit Wulffovým theoremem. Povrchová plocha mikrostrukturované vrstvy (tj. součet povrchových ploch jednotlivých mikrostruktur) je podstatně vyšší než povrchová plocha organické vrstvy, která byla původně nanesená na substrát. Tloušťka původně nanesené vrstvy je přednostně v rozmezí od asi 0,05 do asi 0,25 μm .

Každá jednotlivá mikrostruktura je monokrystalická nebo polykrystalická, spíše než amorfní. Mikrostrukturovaná vrstva má vysoce anisotropní vlastnosti, díky krystalické povaze a rovnoměrné orientaci mikrostruktur.

Má-li se dosáhnout nespojitého rozdělení mikrostruktur, může se při nanášení organické vrstvy používat masek, které slouží k tomu, aby se selektivně povlékly specifické plochy nebo oblasti substrátu. Nespojitého rozdělení mikrostruktur se také může dosáhnout tím, že se na organickou vrstvu před žíháním nanese povlak (například rozprašovací nanášením, napařováním nebo chemickým napařováním) vrstvy kovu (například zlata, stříbra nebo platiny). Oblasti organické vrstvy, na nichž je uspořádán kovový povlak, v průběhu žíhání zpravidla nepřejdou na mikrostruktury. Tloušťka kovového povlaku je přednostně v rozmezí od asi 0,1 do asi 10 nm.

Užitečné mohou být i jiné technologie, známé v tomto oboru, pro selektivní nanášení organických vrstev na specifické plochy nebo oblasti substrátu.

V průběhu žihání se substrát, který nese organickou vrstvu, zahřívá za vakua po dostatečnou dobu a na dostatečnou teplotu, aby povlaková organická vrstva prodělala fyzikální změnu, spočívající ve vytvoření mikrostrukturované vrstvy tvořené hustým systémem oddělených, orientovaných mikrokystalických nebo polykystalických mikrostruktur. Orientace mikrostruktur je inhrentním znakem postupu žihání. Expozice povlečeného substrátu atmosféře před žiháním není považována za škodlivou pro následující tvorbu mikrostruktur.

Je-li například povlakovým organickým materiálem perylenová červeň nebo ftalocyanin mědi, provádí se žihání přednostně za vakua (tj. za tlaku nižšího než 0,13 Pa), při teplotě v rozmezí od asi 160 do asi 300 °C. Doba žihání, které je zapotřebí pro přeměnu původní organické vrstvy na mikrostrukturovanou vrstvu, je závislá na teplotě žihání. Obvykle postačuje doba žihání v rozmezí od asi 10 minut do asi 6 hodin. Přednostní doba žihání leží v rozmezí od asi 20 minut do asi 4 hodin.

Časový interval mezi napařováním a žiháním se může měnit v rozmezí od několika minut do několika měsíců, aniž by to mělo podstatný nepříznivý účinek, za předpokladu, že se povlečený kompozit skladuje v uzavřené nádobě, aby se na nejnižší míru snížilo znečištění (například prachem). V průběhu růstu mikrostruktur se mění intenzity infračervených pásů a zrcadlová odrazivost pro laser klesá, což umožňuje přesné monitorování konverze, například in situ, pomocí infračervené spektroskopie. Když mikrostruktury vyrostou do požadovaných rozměrů, výsledná vrstvistá struktura, zahrnu-

jící substrát a mikrostruktury, se nechá zchladnout a teprve potom se vyrovná tlak na tlak atmosférický.

Je-li požadováno nerovnoměrné rozdělení mikrostruktur, mohou se mikrostruktury ze substrátu selektivně odstranit, například mechanickými prostředky, zpracováním za vakua, chemickými prostředky, tlakovým plynem nebo tekutinou nebo kombinacemi těchto prostředků. Za užitečný mechanický prostředek je například možno považovat seškrabání mikrostruktur ze substrátu pomocí ostrého nástroje (například holicí čepelkou). Za užitečný chemický prostředek je například možno považovat odleptání zvolených oblastí nebo ploch mikrostrukturované vrstvy. Za užitečnou vakuovou technologii je například možno považovat iontové rozprašování a leptání reaktivními ionty. Za užitečné tlakové postupy je například možno uvést odstraňování mikrostruktur ze substrátu ofukováním plynem (například vzduchem) nebo proudem kapaliny.

V tomto oboru jsou známy i jiné způsoby výroby mikrostrukturovaných vrstev, kterých lze při způsobu podle vynálezu použít. Tak například způsoby výroby organických mikrostrukturovaných vrstev jsou popsány v J. Vac. Sci. Technol. A, 5, (4), červenec/srpen, 1987, strana 1914 až 1916; J. Vac. Sci. Technol. A, 6, (3), květen/srpen, 1988 strana 1907 - 1911; Thin Solid Films, 186, 1990, strana 327 až 347; J. Mat. Sci. 25, 1990, strana 5257 až 5268; US patent č. 3 969 545 (Slocum); Rapidly Quenched Metals, Würzburg, Německo, 3 až 7. září (1984), S. Steeb a další, red., Elsevier Science Publishers B. V., New York, (1985), strana 1117 až 1124; a US patentu č. 4 568 598 (Bilkadi a další); Photo. Sci. and Eng., 24, (4), červenec/srpen, 1980, strana 211 až 216; a US patentu č. 4 340 276 (Maffit a další). Způsoby výroby mikrostrukturovaných vrstev typu whisterů na anorganické bázi jsou například popsány v US

patentu č. 3 969 545 (Slocum); J. Vac. Sci. Tech. A, 1, (3), červenec/září, 1938, strana 1398 až 1402; US patentu č. 4 252 865 (Gilbert a další); US patentu č. 4 396 643 (Kuehn a další); US patentu č. 4 148 294 (Scherber a další); US patentu č. 4 155 781 (Diepers); a US patentu č. 4 209 008 (Lemkey a další).

Do rozsahu tohoto vynálezu spadají také modifikované metody výroby mikrostrukturovaných vrstev, jejichž úkolem je dosáhnout nespojitého rozdělení mikrostruktur. Příklady prostředků pro modifikaci těchto metod jsou uvedeny výše v souvislosti s popisem přednostního způsobu výroby mikrostrukturované vrstvy.

Konformní povlakový materiál, pokud se ho používá, přednostně slouží jako funkční vrstva dodávající požadované vlastnosti, jako například tepelné vlastnosti, optické vlastnosti, mechanické vlastnosti (tak například vrstva konformního povlakového materiálu může zpevňovat mikrostrukturovanou vrstvu obsahující mikrostruktury), elektronické vlastnosti a chemické vlastnosti (vrstva konformního povlakového materiálu může například tvořit chránící vrstvu).

Materiálem pro konformní povlaky může být organický materiál, včetně polymerních materiálů, nebo anorganický materiál. Užitečné organické a anorganické materiály pro konformní povlaky zahrnují například materiály, které byly popsány výše, v souvislosti s popisem mikrostruktur. Užitečné organické materiály zahrnují také například vodivé polymery (například polyacetylen), polymery odvozené od poly-p-xylylenu a povrchově aktivní látky.

Přednostní tloušťka konformního povlaku je obvykle v rozmezí od asi 0,2 do asi 50 nm, v závislosti na konkrétně zamýšlené aplikaci.

Konformní povlak je možno ukládat na mikrostrukturovanou vrstvu za použití konvenčních technologií, včetně takových technologií, jaké jsou například zveřejněny v US patentech č. 4 812 352 a 5 039 561 (Debe). Konformní povlak se přednostně nanáší takovým způsobem, při kterém nedochází k porušení mikrostrukturované vrstvy mechanickými silami, jako například napařováním (například vakuovým napařováním, rozprašovacím povlékáním a chemickým napařováním), technologií povlékání z roztoku nebo disperze (například technologií máčení, stříkání, odstředivého lití, a polévání (při posledně uvedené technologii se postupuje tak, že se kapalina rozlije na povrchu a nechá se roztéci po mikrostrukturované vrstvě). Dále se může použít povlékání, při němž se mikrostrukturovaná vrstva ponoří do roztoku na dostatečnou dobu, aby vrstva mohla adsorbovat molekuly z roztoku nebo koloidní nebo jiné částice z disperze. Konformní povlak se přednostně nanáší napařováním, jako například rozprašovacím nanášením iontů, kondenzací par, vakuovou sublimací, fyzikálním transportem par, chemickým transportem par a chemickým napařováním organokovových chemických sloučenin.

Pro nanášení nespojitých konformních povlaků se nanášecí technologie modifikují způsobem známým v tomto oboru tak, aby se získaly takové nespojité povlaky. Známé modifikace zahrnují například použití masek, clon, orientovaných proudů iontů a proudů nanášecího zdrojového materiálu.

Jako zapouzdřovacího materiálu, kterým se povléká mikrostrukturovaná vrstva nebo konformním povlakem povlečená

mikrostrukturovaná vrstva, se používá takového materiálu, který se může nanášet na obnažený povrch mikrostrukturované vrstvy nebo konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy v kapalném nebo tekutém stavu a potom se může nechat ztuhnout nebo immobilizovat. Alternativně se může používat zapouzdřovacího materiálu, který je v parním stavu a je schopen nanesení na obnažený povrch mikrostrukturované vrstvy nebo na povrch konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy.

Jako zapouzdřovacího materiálu se může použít organického materiálu, včetně polymerního materiálu, nebo anorganického materiálu. Jako užitečné organické a anorganické zapouzdřovací materiály je například možno uvést materiály popsané výše, v souvislosti s popisem mikrostruktur a popisem konformního povlaku. Obzvláště vhodnými polymery jsou například termoplasty, termosety a fotopolymery.

Přednostní celková tloušťka povlakového zapouzdřovacího materiálu je obvykle v rozmezí od asi 2 do asi 100 μm , v závislosti na zamýšlené aplikaci.

Zapouzdřovací materiál se může nanášet na mikrostrukturovanou vrstvu nebo konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu způsobem, který se hodí pro konkrétně zvolený zapouzdřovací materiál. Tak například, zapouzdřovací materiál, který je v kapalném nebo tekutém stavu, se může nanášet na obnažený povrch mikrostrukturované vrstvy nebo povrch konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy nanášením z roztoku nebo disperze (například rotačním litím, máčením, ponořováním, stříkáním, navalováním, rozléváním, nanášením stíracím nožem či raklí a nanášením tyčí). Zapouzdřovací materiál se může nanášet v parním stavu za použití konvenčních napařovacích technologií, které například zahrnují kondenzaci par na mikro-

strukturované vrstvě nebo konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvě.

Zapouzdřovací materiál se také může ukládat postupem pevná látka - kapalina, při kterém se pevná látka, přednostně prášek, nanáší na obnažený povrch mikrostrukturované vrstvy nebo konformním povlakem opatřený povrch mikrostrukturované vrstvy a potom se nanesený prášek zkapalní přívodem dostatečného množství energie (například zahříváním, ozařováním nebo vedením). Přitom se pevný materiál změnil na kapalný nebo tekutý materiál (aniž by došlo k nepříznivému ovlivnění mikrostrukturované vrstvy nebo konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy) a potom se vzniklý kapalný nebo tekutý materiál nechá ztuhnout nebo se immobilizuje.

Nanesený zapouzdřovací materiál se může nechat ztuhnout nebo immobilizovat způsoby, které jsou vhodné pro konkrétně zvolený materiál. Takové ztuhnutí nebo immobilizaci je například možno vyvolat vytvrzením nebo polymerací, což jsou technologie dobře známé v tomto oboru (může se například použít fotopolymeračních reakcí, radikálových postupů, aniontových, kationtových nebo kondenzačních polymeračních nebo vytvrzovacích postupů, postupů zahrnujících prodlužování řetězce nebo jejich kombinací). Jiné ztužovací nebo immobilizační prostředky zahrnují například zmrazování.

Nanášení nespojitého povlaku zapouzdřovacího materiálu se může provádět za použití modifikovaných technologií pro nanášení zapouzdřovacího materiálu. Jako užitečné modifikace je například možno uvést použití masek, směrově orientovaný nástřik a fotolitografické technologie.

Výsledná kompozitní vrstva, zahrnující mikrostrukturovanou vrstvu nebo konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu a zapouzdřovací materiál se může delaminovat od substrátu na původním rozhraní mechanickým způsobem, jako například odtržením kompozitní vrstvy od substrátu, odtržením substrátu od kompozitní vrstvy nebo kombinacemi těchto způsobů. V některých případech se může kompozitní vrstva samovolně delaminovat v průběhu tuhnutí zapouzdřovacího materiálu. Podobně lze kompozitní vrstvu od substrátu delaminovat zahříváním nebo ochlazením, při němž je delaminace kompozitní vrstvy od substrátu způsobena silami vznikajícími na základě rozdílů koeficientů tepelné roztažnosti mezi substrátem a kompozitní vrstvou.

Delaminací kompozitní vrstvy od substrátu se obnaží jeden konec průřezu každé mikrostruktury, přičemž dochází ke koincidenci povrchu zapouzdřovacího materiálu s obnaženými konci průřezu mikrostruktur na společné straně. Topografie delaminovaného povrchu kompozitní vrstvy (tj. povrch vzniklý z delaminovaného rozhraní) bude inverzní, vzhledem k topografii povrchu substrátu, od něhož byl tento povrch delaminován. Je-li povrch substrátu perfektně hladký, mohou být obnažené konce průřezu mikrostruktur a delaminovaný povrch zapouzdřovacího materiálu obsaženy v jedné rovině.

Delaminovaný povrch kompozitního předmětu podle vynálezu je popřípadě možno opatřit dalším povlakem alespoň jednoho povlakotvorného materiálu. Každý z takových dodatečných povlaků může být spojitý nebo nespojitý. Takové dodatečné povlaky jsou užitečné pro zlepšování manipulačních vlastností a trvanlivosti kompozitního předmětu, nebo jsou nutné pro některé konkrétní aplikace.

V provedení, které je znázorněno na obr. 1, obsahuje kompozitní předmět 10 větší počet mikrostruktur 11,

případný konformní povlak 12 a vrstvu 13 zapouzdřovacího materiálu, která je zčásti odtržena, aby byly zřejmé podrobnosti. Na obr. 1 je dále ilustrována delaminace povrchu 14 kompozitního předmětu od povrchu 15 substrátu 16, při které dojde k obnažení distálních konců 17 mikrostruktur.

Tloušťka krycího povlaku (tj. zapouzdřovacího činidla) leží obvykle v rozmezí od asi 1 μm do asi 1 mm, v závislosti na konkrétní aplikaci.

Způsoby nanášení krycího materiálu na delaminovaný povrch kompozitního předmětu podle tohoto vynálezu zahrnují technologie, které jsou známé v tomto oboru pro nanášení povlakových materiálů na substráty. Tyto technologie zahrnují například technologie uvedené výše, v souvislosti s nanášením konformních povlaků na mikrostrukturované povrchy a v souvislosti s nanášením zapouzdřovacího materiálu na mikrostrukturovanou vrstvu nebo konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu.

Do rozsahu tohoto vynálezu spadají i kompozitní předměty obsahující několikanásobné mikrostrukturované vrstvy. Tak například je možno laminovat dva nebo více kompozitní předměty dohromady.

Kompozitní předměty podle tohoto vynálezu jsou užitečné pro zařízení pro absorpci viditelného záření, jako jsou například selektivní sluneční absorbery, ploché deskovité sluneční kolektory, sluneční absorbční panely (jako jsou například zařízení typu popsaného v US patentu č. 4 148 294) a solární články (baterie) (jako jsou například zařízení typu popsaného v US patentu č. 4 155 781).

Předměty a výhody tohoto vynálezu jsou blíže objasněny v následujících příkladech provedení. Tyto příklady mají výhradně ilustrativní charakter a údaje, které se vztahují ke konkrétním materiálům, jejich množstvím, stejně tak jako i k jiným podmínkám a další podrobnosti v žádném ohledu neomezují rozsah vynálezu. Všechny údaje v dílech a procentech jsou údaje hmotnostní, pokud není uvedeno jinak.

Příklady provedení vynálezu

P ř í k l a d 1

Vzorek se vyrobí nastříkáním latexového kaučuku na mikrostrukturovanou vrstvu oddělených kolmo orientovaných krystalických whiskerů z N,N'-di(3,5-xylyl)perylene-3,4,9,10-bis(dikarboximidu) (tj. perylenové červení). Mikrostrukturovaná vrstva se vyrobí technologií popsanou v US patentu č. 4 812 352. Přitom se konkrétně vrstva mědi o tloušťce asi 100 nm nanese rozprašovacím nanášením na mikroskopické sklíčko. N,N'-di(3,5-xylyl)perylene-3,4,9,10-bis(dikarboximid) je organický pigment, který je obchodně dostupný pod názvem "C.I. Pigment Red 149", výrobek firmy American Hoechst Corb, Somerset, NJ, USA. Tento pigment se napaří (základní tlak přibližně 267×10^{-6} Pa) na poměděné mikroskopické sklíčko v tloušťce asi 146 nm průměrnou rychlostí nanášení 20 nm/min.

Výsledný kompozit se potom žihá na maximální teplotu 200 °C za vakua, aby se organická vrstva převedla na mikrostrukturovanou vrstvu oddělených kolmo orientovaných krystalických whiskerů.

Přibližně jedna třetina mikrostrukturované vrstvy se rozprašovacím nanášením opatří povlakem mědi. Tím vznikne konformní měděný povlak, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je asi 100 nm. Účinná tloušťka měděného povlaku na bočních stranách whiskerů je podstatně menší než 100 nm, díky podstatně větší ploše povrchu whiskerů ve srovnání s rovinným povrchem.

Přibližně jedna polovina mikrostrukturované vrstvy se rozprašovacím nanášením opatří platinovým povlakem, za vzniku konformního platinového povlaku, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je přibližně 100 nm.

Zbývající jedna šestina mikrostrukturované vrstvy se nechá nepovlečena.

Pro nástřik vrstvy zapouzdřovacího prekursoru (obchodní produkt, který je na trhu k dostání pod označením "Strippable Maskant YR-43", výrobek firmy 3M Company, St. Paul, MN, USA) se použije konvenční vzduchové stříkací pistole. Prekursor zapouzdřovacího prostředku se nastříká na celou mikrostrukturovanou vrstvu v takovém množství, že tloušťka vlhkého povlaku je přibližně v rozmezí od 0,157 do 0,165 mm. Zapouzdřující vrstva se potom suší v konvenční sušárně při asi 66 °C po dobu asi 20 minut.

Výsledný kompozitní předmět na poměděném mikroskopickém sklíčku (tj. konformním povlakem opatření mikrostrukturovaná vrstva, na níž byla nanesena vrstva zapouzdřovacího materiálu) se nařeže na proužky o šířce asi 0,6 cm pomocí holicí čepelky. Kompozitní vrstva každého proužku, která obsahuje jednak část mikrostrukturované vrstvy opatřenou konformním povlakem a jednak část mikrostrukturované vrstvy nepovlečenou (tj. část mikrostrukturované vrstvy, která neobsahuje měděný nebo platinový

konformní povlak), se delaminuje od povrchu poměděného mikroskopického sklíčka. Relativní adheze plochy kompozitu obsahující měděný konformní povlak, plochy obsahující platinový konformní povlak a plochy neobsahující žádný konformní povlak (tj. holé whiskery) k poměděnému mikroskopickému sklíčku je různá. Adheze proužků obsahujících platinu jako konformní povlak k poměděnému mikroskopickému sklíčku je nejvyšší a potom následuje adheze proužků s konformním měděným povlakem k poměděnému povrchu. Nejslabší adheze se zjistí u proužku, na němž jsou holé whiskery připojeny k poměděnému povrchu.

Delaminace kompozitních vrstev s konformním platinovým povlakem, konformním měděným povlakem i s holými whiskery od poměděného skleněného povrchu je 100%.

Elektronovou mikroskopií (SEM) delaminovaného povrchu kompozitní vrstvy při 2000-násobném zvětšení se zjistí, že whiskery mírně pronikají latexovým zapouzdřovacím prostředkem.

P ř í k l a d 2

Konvenční hliníková folie o tloušťce přibližně 0,025 mm se v roztaženém stavu upevní mezi nerezové kroužky, z nichž každý má průměr přibližně 10 cm. Jeden z povrchů jak hliníkové folie, tak kroužků se očistí odmaštěním parou a leptáním kyslíkovou plazmou.

Na očištěný povrch hliníku a nerezové ocelové kroužky se způsobem, který byl popsán v příkladu 1 pro případ poměděného skleněného povrchu, nanese mikrostrukturovaná vrstva whiskerů perylenové červení.

Mikrostrukturovaná vrstva na fólii a kroužcích se rozprašovací metodou opatří povlakem kobaltochromu, jakožto konformním povlakem, který má ekvivalentní rovinnou tloušťku přibližně 125 nm. Rozprašovací nanášení se provádí za použití konvenční vysokofrekvenční (13,7 MHz) tavné aplikační jednotky, přičemž vzdálenost mezi terčí o průměru 20 cm a substrátem je přibližně 10 cm. Rozprašovací tlak činí přibližně 3200 mPa argonu, dopředná energie (forward power) 500 W a předpětí terče je asi 1200 V. V průběhu rozprašovacího nanášení kobaltochromu se podpěra substrátu chladí vodou.

Na obvod jednoho z nerezových ocelových kroužků se umístí několik kapiček lepidla, tj. roztoku termoplastické pryskyřice v toluenu nebo jiných rozpouštědlech (obchodně dostupný výrobek pod označením "DUCO CEMENT" výrobek firmy Devcon Corp., Wood Dale, IL, USA), čímž se dosáhne stykového úhlu přibližně 90 ° na rozhraní lepidlem konformně povlečené mikrostrukturované vrstvy. Tyto kapičky se zakryjí několika malými kousky (asi 1 x 1 cm) polyesterového filmu o tloušťce 152 μm, aby se každá kapička lepidla mírně rozprostřela do oblasti s průměrem asi 6 až 9 mm. Lepidlo se částečně vysuší na vzduchu v průběhu asi 10 minut a potom se asi 2 hodiny zahřívá na teplotu přibližně 50 °C. Proužky usušeného lepidla s konformně povlečenými whiskery, které jsou k nim připojeny, se snadno delaminují od kroužku z nerezové oceli tím, že se okraj holicí čepelky zasune pod každý proužek, za vzniku samonosných plátků o tloušťce přibližně 0,1 až 0,125 mm.

Z elektronových mikrografií (SEM), pořízených při 10000násobném zvětšení, zmrazením popraskaných okrajů jednoho z delaminovaných kompozitů, který obsahuje kobaltochromový konformní povlak, je zřejmé, že whiskery jsou orientovány tak, že jejich jeden konec je umístěn

v místě původního rozhraní se substrátem z nerezové oceli. Dále je z těchto mikrografií zřejmé, že relief delaminovaného povrchu je "negativní", vzhledem ke struktuře povrchu kroužku z nerezové oceli.

Delaminovaná kompozitní vrstva (kompozitní předmět) má dostatečnou celistvost pro manipulaci, otěr, ohyb a protahování a nedochází u ní ke zjevnému zhoršování jejich fyzikálních vlastností. Kompozitní vrstva je přitahována malým magnetem držným v ruce.

P ř í k l a d 3

Kousek běžné hliníkové folie o tloušťce přibližně 25 μm se v nataženém stavu upevní na kroužek z nerezové oceli o průměru 8,9 cm. Povrch hliníkové folie se očistí způsobem popsaným v příkladu 2. Na čistý hliníkový povrch se způsobem popsaným v příkladu 1 nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni.

Vzniklá mikrostrukturovaná vrstva se rozprašováním nanášením povleče železem, za vzniku konformního železného povlaku s ekvivalentní rovinnou tloušťkou 280 nm. Mikrostrukturovaná vrstva s konformním povlakem se potom převrství lepidlem ("DUCO CEMENT") tak, že se do středu povlečené hliníkové folie umístí několik kapek lepidla a potom se nechá povlečená hliníková folie asi 5 až 10 sekund otáčet s frekvencí otáčení 500 min^{-1} . Použité množství lepidla postačuje pro získání tloušťky vrstvy po vytvrzení přibližně 0,064 mm. Výsledná kompozitní vrstva, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a lepidla se snadno delaminuje od povrchu hliníkové folie. Delaminace však vyžaduje větší sílu než v příkladech 1 a 2. Delaminace je 100%.

Na obr. 2a je znázorněna elektronová mikrografie (SEM) při 10000-násobném zvětšení delaminovaného povrchu kompozitní vrstvy při pozorovacím úhlu vzhledem k normále povrchu 45° . Na obr. 2b je znázorněna elektronová mikrografie (SEM) při 15000-násobném zvětšení pohledu na okraj delaminovaného povrchu kompozitní vrstvy.

P ř í k l a d 4

Způsobem popsaným v příkladu 3 se na hliníkovou folii nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni. Tato mikrostrukturovaná vrstva se rozprašovacím nanášením povleče mědí, za vzniku konformního měděného povlaku s ekvivalentní rovinnou tloušťkou přibližně 100 nm.

Polyesterová pryskyřice, která je na trhu dostupná pod obchodním označením "VITEL 200 A" od firmy Goodyear Tire and Rubber Co., Atlanta, GA, USA, se smíchá s rozpouštědlem, které je tvořeno směsí methylethylketonu a toluenu v poměru 1:1, za vzniku zapouzdřovací pryskyřice obsahující přibližně 45 % pevných látek. Zapouzdřovací pryskyřice se nanese na konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvou tak, že se několik kapek pryskyřice uloží na tuto vrstvu a zapouzdřovací pryskyřice se nechá roztéci do plochy o průměru přibližně 1 cm. Potom se nechá zapouzdřovací materiál zaschnout na vzduchu. Tloušťka nánosu zaschlé zapouzdřovací pryskyřice je asi 0,25 mm. Výsledná kompozitní vrstva obsahující konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvou a zapouzdřovací materiál se delaminuje od povrchu hliníkové folie odloupenutím hliníkové folie od kompozitní vrstvy. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 5

Způsobem popsáným v příkladu 4 se vyrobí delaminovaná kompozitní vrstva. Jako zapouzdřovacího materiálu se však v tomto případě použije kaučukového lepidla (obchodně dostupný výrobek o názvu "ADHESIVE 847", výrobek společnosti 3M) a lepidlo se vytvrdí zaschnutím na vzduchu při teplotě místnosti. Delaminace kompozitní vrstvy je 100%, přestože se provádí trochu obtížněji než v případě tužších kompozitních vrstev popsáných v příkladech 2, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 11 a 14.

P ř í k l a d 6

Polyimidový film (obchodně dostupný výrobek o názvu "NOVAL" od firmy Mitsubishi Chemical Industries Ltd., Tokyo, Japonsko) o tloušťce 0,05 mm se v nataženém stavu upevní do kroužků z nerezové oceli, za vzniku kotouče o průměru 8,9 mm, který se očistí způsobem popsáným v příkladu 2 a rozprašovacím nanášením povleče přibližně 100 nm tlustou vrstvou mědi (způsobem popsáným v příkladu 4). Na poměděný povrch se způsobem popsáným v příkladu 1 nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni. Mikrostrukturovaná vrstva se potom rozprašovacím nanášením povleče železem, za vzniku konformního železného povlaku o ekvivalentní rovinné tloušťce přibližně 210 nm.

Na kotouček o průměru 8,9 mm se rovnoměrně nanesou 3 ml lepidla ("DUCO CEMENT") rotačním odléváním po dobu 3 sekund při frekvenci otáčení přibližně 560 min^{-1} . Lepidlo se nechá zaschnout na vzduchu při teplotě místnosti. Poměděný polyimidový film se snadno odloupne od výsledné kompozitní vrstvy, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a lepidla.

Následující příklady 7 až 11 ilustrují použití materiálů, které lze vytvrdit ozařováním, jako zapouzdřovacích činidel.

P ř í k l a d 7

Několik kapek UV-zářením vytvrditelného lepidla pro optické aplikace (obchodně dostupný výrobek o názvu "NOA 68" od firmy Norland Products, Inc., New Brunswick, NJ, USA) se nanese na mikrostrukturovanou vrstvu perylenové červeně povlečenou kobaltochromem, která byla vyrobena způsobem popsáním v příkladu 2. Každá kapka lepidla se nechá samovolně roztéci na smáčený povrch, přičemž tloušťka se záměrně nereguluje. Lepidlo se nechá vytvrdit pod proudem dusíku za použití ozařování UV-lampou (obchodně dostupný výrobek označovaný názvem "LICHTCAST II" od firmy Merck, Sharp & Dohme Orthopedics, Co., West Point, PA, USA) po dobu asi 1 hodiny. Výsledný kompozit obsahující lepidlo a kobaltochromem povlečenou mikrostrukturovanou vrstvu se delaminuje od hliníkové folie. Delaminace je přibližně 100 %.

Tloušťka kompozitní vrstvy kolísá v rozmezí od asi 0,125 do asi 0,875 mm.

Elektronová mikrografie (SEM), pořízená při 15000-násobném zvětšení, lomu vzorku kompozitní vrstvy ve zmrazeném stavu při úhlu pozorování 45° ukazuje, že mikrostrukturovaná vrstva je uložena na povrchu kompozitní vrstvy v podstatě v kolmém směru vzhledem k rozhraní s původním substrátem (tj. hliníkovou folií).

P ř í k l a d 8

Způsobem popsaným v příkladu 2 se vyrobí kobaltochromem povlečená mikrostrukturovaná vrstva perylenové červení. Přibližně 0,5 ml nevytvrzeného fotopolymeru, který se skládá z jednoho dílu cyklohexylmethakrylátu (obchodně dostupný výrobek distribuovaný pod označením "SARTOMER 208 MONOMER" firmou Sartomer Co., Inc., Westchester, PA, USA) a jednoho dílu licí fotopolymerovatelné monomerní směsi připravené způsobem popsaným v příkladu 11 US patentu č. 4 785 064, pouze s tím rozdílem, že se použije jednoho molu pentaerythritoltriakrylátu a dvou molů 2-hydroxyethylmethakrylátu místo dvou molů pentaerythritoltriakrylátu a jednoho molu 2-hydroxyethylmethakrylátu, se rotačním odléváním při frekvenci otáčení 950 min^{-1} nanese na trojúhelníkový kousek (délka strany 2,5 cm) kobaltochromem povlečené mikrostrukturované vrstvy. Fotopolymer se vytvrdí 30 minutovým vytvrzováním popsaným v příkladu 7. Výsledná kompozitní vrstva, která se skládá z vytvrzeného polymeru a kobaltochromem povlečené mikrostrukturované vrstvy, se oddělí od hliníkové folie tím, že se laminát, skládající se z kompozitní vrstvy a substrátu, ponoří do kapalného dusíku a potom se kompozit odloupne. Delaminace je 100%.

Delaminovaný povrch kompozitní vrstvy má kovové zelené zbarvení. Druhá strana kompozitní vrstvy (tj. vytvrzený fotopolymer) je lesklá a černá.

P ř í k l a d 9

Způsobem popsaným v příkladu 6 se na poměděném polyimidovém filmu vytvoří mikrostrukturovaná vrstva perylenové červení. Tato mikrostrukturovaná vrstva se rozprašovacím nanášením povleče kobaltochromem způsobem

popsaným v příkladu 2, za vzniku konformního kobaltochromového povlaku s ekvivalentní rovinnou tloušťkou přibližně 125 nm. Nevytvrzený fotopolymer (popsaný v příkladu 8, uvedené výše) se nanese na mikrostrukturovanou vrstvu, vytvrdí a výsledná kompozitní vrstva se delaminuje způsobem popsáným v příkladu 8. I v tomto případě je delaminace 100%.

P ř í k l a d 1 0

Způsobem popsáným v příkladu 3 se vyrobí mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni opatřená konformním povlakem železa. Na konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu se nanese přibližně 6 ml fotopolymeru (vyrobeného způsobem popsáným v příkladu 6 US patentu č. 4 510 593) a útvarem se jemně zakývá, aby se fotopolymer rovnoměrně rozdělil po celém vzorku. Fotopolymer se vytvrdí v průběhu 30 minut způsobem popsáným v příkladu 7.

Od vzniklé kompozitní vrstvy se snadno odloupne hliníková folie, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a vytvrzeného fotopolymeru. Delaminace mikrostrukturované vrstvy od hliníkové folie je 100%.

P ř í k l a d 1 1

Způsobem popsáným v příkladu 9 se vyrobí mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni s konformním povlakem (o ekvivalentní rovinné tloušťce 250 nm) kobaltochromu. Na konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu se nanese fotopolymer (vyrobený podle příkladů 1 a 2 US patentu č. 4 262 072) a vytvrdí se za podmínek popsáných v příkladu 10.

Kompozitní vrstva, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a vytvrzeného fotopolymery, se delaminuje od poměděného polyimidového filmu následujícím způsobem. Přibližně 5 ml kyselého UV-vytvrditelného lepidla, které obsahuje 90 % isooktyl-akrylátu a 10 % kyseliny akrylové (vyrobeného způsobem popsáným v souvislosti se směsí 1 v příkladech 1 až 17 US patentu č. 4 181 752) se smíchá s přibližně 0,27 % hmotnostního 1,6-hexandioldiakrylátu (vztaženo na hmotnost 5 ml kyselého UV-vytvrditelného lepidla) a asi 0,2 % hmotnostního 2,2-dimethoxy-2-fenylacetofenonu (obchodně dostupný výrobek distribuovaný pod názvem "IRGACURE" firmou Ciba-Geigy Corp, Summit, NJ, USA) a vzniklá směs se nanese na obnažený povrch vytvrzeného fotopolymery ve formě mezikruží umístěného v poloviční vzdálenosti mezi středem a okrajem vzorku. Na lepidlem opatřený povrch kompozitu se umístí kousek polyesterové folie o tloušťce 0,1 mm a průměru 15 cm, jehož jeden povrch je opatřen základním nátěrem tak, že povrch opatřený základním nátěrem přiléhá k lepidlu. Polyesterový film se uhladí, aby se lepidlo rovnoměrně rozdělilo po obnaženém povrchu kompozitní vrstvy. Lepidlo se 55 minut vytvrzuje UV-zářením způsobem popsáným v příkladu 7. Výsledný kompozit, který se skládá z konformním povlakem povlečené mikrostrukturované vrstvy, vytvrzeného fotopolymery, vytvrzeného kyselého foto-vytvrditelného lepidla (předpolymeru) a polyesteru opatřeného základním nátěrem, se delaminuje od poměděného polyimidového filmu. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 2

Mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni se nanese na vyleštěný galvanicky poniklovaný ocelový kotouč o průměru 8,9 cm za použití způsobu popsáného v příkladu 1 pro nanášení mikrostrukturované vrstvy na poměděný skleněný

povrch. Mikrostrukturovaná vrstva se rozprašovacím nanášením povleče kobaltochromem způsobem popsaným v příkladu 2, za vzniku konformního kobaltochromového povlaku s ekvivalentní rovinnou tloušťkou 200 nm.

Na konformním povlakem opatřený povrch se rotačním odléváním přibližně 1,5 ml fotopolymeru (asi 1 minuta, frekvence otáčení 3000 min^{-1}) nanese tenká vrstva polymeru (vyrobeného způsobem popsaným v příkladu 4 US patentu č. 4 986 496. Fotopolymer se vytvrdí UV-zářením v proudu dusíku v průběhu 30 minut za použití UV-lamp popsaných v příkladu 7. Kompozitní vrstva obsahující konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu a vytvrzený fotopolymer se delaminuje od poniklovaného kotouče za použití delaminační technologie popsané v příkladu 11. Delaminace je 100 %.

P ř í k l a d 1 3

Způsobem popsaným v příkladu 2 se na hliníkovou folii nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni. Rozdíl je v tomto případě, že organická vrstva obsahující perylenovou červeň se nanáší na hliníkovou folii udržovanou při teplotě asi $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ rychlostí přibližně $0,25 \text{ nm/s}$ a že organická vrstva se po nanesení na hliníkovou folii nežihá. Výsledná mikrostrukturovaná vrstva obsahuje nepravidelně orientované whiskery, které mají větší velikost než whiskery obsažené v mikrostrukturované vrstvě z příkladu 2.

Mikrostrukturovaná vrstva se způsobem popsaným v příkladu 2 povleče rozprašovacím nanášením kobaltochromem, za vzniku konformního kobaltochromového povlaku, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je přibližně 125 nm.

Na plochu o rozměrech 2,5 x 2,5 cm konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy se nanese asi 3 kapky UV-vytvrditelného lepidla popsaného v příkladu 11. UV-vytvrditelné lepidlo se rozdělí po mikrostrukturované vrstvě za použití kousku polyesterové folie způsobem popsaným v příkladu 11. UV-vytvrditelné lepidlo se vytvrzuje 20 minut v proudu dusíku za použití UV-lamp popsaných v příkladu 7. Výsledná kompozitní vrstva, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a vytvrzeného UV-tvrditelného lepidla, se delaminuje od polyesterového substrátu odloupením polyesteru od kompozitní vrstvy. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 4

Způsobem popsaným v příkladu 2 se vyrobí konformním povlakem opatřená mikrostrukturovaná vrstva. Tato mikrostrukturovaná vrstva perylenové červení se rozprašovací nanášením povleče mědí za použití systému popsaného v příkladu 2. Tak se vyrobí konformní měděný povlak, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je přibližně 60 nm.

Konformním povlakem opatřená mikrostrukturovaná vrstva se povleče 2 kapkami dvousložkové epoxidové pryskyřice (obchodně dostupný výrobek distribuovaný pod obchodním názvem "5-MINUTE EPOXY" firmou Devcon Corp.). Epoxidová pryskyřice se rukou rozprostře po povrchu mikrostrukturované vrstvy.

Epoxidová pryskyřice se nechá vytvrdit na vzduchu při teplotě místnosti přes noc. Výsledný kompozit, který se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a vytvrzené epoxidové pryskyřice, se delaminuje od

hliníkové folie odloupenutím hliníkové folie od kompozitní vrstvy. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 5

Způsobem popsaným v příkladu 12 se nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni na poniklovaný kotouč o průměru 9,5 cm. Mikrostrukturovaná vrstva se rozprašovacím nanášením opatří povlakem kobaltochromu (způsobem popsaným v příkladu 2), za vzniku konformního kobaltochromového povlaku, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je přibližně 70 nm.

Poniklovaný kotouč s koformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvou se umístí do skleněné misky o průměru 154 cm tak, že strana s mikrostrukturovanou vrstvou je nahoře a miska se zakryje. Zakrytá miska se zahřívá na asi 158 °C na horké plotýnce, přičemž se zakrytou miskou cirkuluje plynný dusík.

Když teplota kotouče dosáhne přibližně 158 °C, umístí se na konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvou asi 50 krychlových pelet (o rozměrech stran 3 až 4 mm) polyesterového materiálu (obchodně dostupný výrobek distribuovaný pod označením "VITEL PE200 POLYESTER" firmou Goodyear Tire and Rubber Co., Atlanta, GA, USA). Polyesterové pelety se roztaví, za vzniku loužičky o průměru přibližně 3,5 cm. Kotouč se nechá zchladnout na vzduchu a během této doby zkapalněný polyester ztuhne. Výsledná kompozitní vrstva obsahující konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvou a ztuhlou krycí polyesterovou vrstvou se snadno delaminuje od poniklovaného substrátu vložním holicí čepelky na rozhraní kotouče s mikrostrukturo-

rovanou vrstvou. Delaminovaný povrch kompozitní vrstvy má zrcadlový kovově bronzový vzhled. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 6

Kompozitní kotouč se vyrobí způsobem popsaným v příkladu 15, pouze s tím rozdílem, že se místo polyesterových pelet použije přibližně 18 malých pelet o rozměrech stran 2 až 4 mm bisfenol A-polykarbonátu a zkapalnění pelet se provede zahříváním kotouče přibližně na 200 °C. Po ochlazení zkapalněný bisfenol A-polykarbonát ztuhne. Delaminace je 100%. Výsledná kompozitní vrstva má strukturu, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a ztuhlého bisfenol A-polykarbonátu.

P ř í k l a d 1 7

Kompozitní kotouč se vyrobí způsobem popsaným v příkladu 15, pouze s tím rozdílem, že se místo polyesterových pelet použije přibližně 4 nebo 5 krychlových pelet z polykarbonátu (obchodně dostupný výrobek distribuovaný pod označením "LEXAN 123-112 POLYCARBONATE" firmou General Electric, Cleveland, OH, USA), a zkapalnění pelet se provede zahříváním kotouče přibližně na 200 °C. Zkapalněný polykarbonát po ochlazení ztuhne. Delaminací výsledné kompozitní vrstvy se získá struktura, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a ztuhlého polykarbonátu. Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 8

Kompozitní kotouč se vyrobí způsobem popsaným v příkladu 15, pouze s tím rozdílem, že se místo polyesterových pelet použije přibližně 4 nebo 5 krychlových pelet z poly(methylmethakrylátu) a zkapalnění pelet se provede zahříváním kotouče přibližně na 200 °C. Zkapalněný poly(methylmethakrylát) po ochlazení ztuhne. Delaminací výsledné kompozitní vrstvy se získá struktura, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a ztuhlého poly(methylmethakrylátu). Delaminace je 100%.

P ř í k l a d 1 9

Tento příklad ilustruje schopnost kompozitního předmětu podle tohoto vynálezu absorbovat záření.

Způsobem popsaným v příkladu 6 se na poměděný polyimidový film nanese mikrostrukturovaná vrstva perylenové červeni. Tato mikrostrukturovaná vrstva se vakuovým nanášením par povleče zlatem, za vzniku konformního zlatého povlaku, jehož ekvivalentní rovinná tloušťka je přibližně 2500 nm.

Na konformním povlakem opatřenou mikrostrukturovanou vrstvu se způsobem popsaným v příkladu 6 nanese lepidlo ("DUCO CEMENT"), za vzniku kompozitu s tloušťkou po vytvrzení přibližně 0,06 mm.

Poměděný polyimidový film se snadno odloupne od výsledné kompozitní vrstvy, která se skládá z konformním povlakem opatřené mikrostrukturované vrstvy a lepidla.

Absolutní spektra odrazivosti a propustnosti delaminované kompozitní vrstvy se měří za použití konvenčního spektrofotometru s rozsahem od UV-záření do viditelného světla, přičemž měření se provádí v rozsahu vlnových délek 200 až 800 nm. Měření odrazivosti se provádí ve spekulárním modu (tj. úhel odrazu se rovná úhlu dopadu) přibližně 5° od normálního dopadu. Měření propustnosti se provádějí za použití kompozitního předmětu v těsné blízkosti integrační koule, takže je zde přidavný úhel pro detektor, přibližně 60° od normály k delaminovanému povrchu kompozitní vrstvy. Změřená odrazivost je nižší nebo rovná přibližně 1,6 % ve vlnovém rozsahu 200 až 800 nm. Změřená propustnost je nižší nebo rovna přibližně 0,3 % ve vlnovém rozsahu 200 až 800 nm. Výsledky ukazují, že kompozitní vrstva absorbuje více než 98 % dopadajícího záření s vlnovou délkou v rozmezí od asi 200 do asi 800 nm.

Vynález lze různým způsobem obměňovat a modifikovat, jak je odborníkům v tomto oboru zřejmé, aniž by to znamenalo únik z rozsahu tohoto vynálezu. Pro rozsah vynálezu jsou rozhodující pouze následující patentové nároky.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Kompozitní předmět, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsahuje vrstvu s hustým systémem oddělených mikrostruktur, které jsou v ní zčásti zapouzdřeny zapouzdřovacím materiálem, přičemž jeden distální konec každé z mikrostruktur je obnažen a obnažené distální konce mikrostruktur a povrch vrstvy jsou na společné straně vrstvy a tyto mikrostruktury, původně vytvořené na povrchu substrátu, vykazují topografii povrchu obnažených distálních konců, která je inverzní vzhledem k topografii povrchu substrátu, od něhož byly delaminovány.

2. Kompozitní předmět podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že exponované distální konce mikrostruktur a povrch vrstvy jsou ve společné rovině.

3. Kompozitní předmět podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , že mikrostruktury jsou vytvořeny z rovinných molekul s řetězci nebo kruhy, v nichž je hustota pí-elektronů v rozsáhlé míře delokalizována.

4. Kompozitní předmět podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že hustý systém mikrostruktur je orientován tak, že jejich hlavní osy jsou vzájemně rovnoběžné.

5. Kompozitní předmět podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že mikrostruktury mají poměr stran v rozmezí od asi 3:1 do asi 100:1.

6. Kompozitní předmět podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m ,

že dále zahrnuje konformní povlak, který je vložen mezi alespoň jednu z mikrostruktur a zapouzdřovací materiál.

7. Kompozitní předmět podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že mikrostruktury mají plošnou číselnou hustotu v rozmezí od asi 0,04 do asi 10^6 mikrostruktur na mikrometr čtvereční.

8. Kompozitní předmět podle kteréhokoliv z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že dále obsahuje krycí povlak na společné straně vrstvy.

9. Způsob výroby kompozitního předmětu, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se

a) vytvoří první kompozitní předmět zahrnující substrát s určitou topografií povrchu, kterýžto substrát nese zapouzdřenou mikrostrukturovanou vrstvu, tvořenou hustým systémem oddělených mikrostruktur; a potom se

b) zapouzdřená mikrostrukturovaná vrstva od substrátu delaminuje, za vzniku druhého kompozitního předmětu, který zahrnuje vrstvu s hustým systémem oddělených mikrostruktur, které jsou v ní zčásti zapouzdřeny přičemž jeden distální konec každé z kompozitních mikrostruktur je obnažen a obnažené distální konce kompozitu a povrch vrstvy jsou na společné straně vrstvy a exponované distální konce mikrostruktur, které byly delaminovány od substrátu vykazují topografii povrchu, která je inverzní vzhledem k topografii povrchu substrátu.

10. Způsob podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m , že první kompozitní předmět se vyrobí tak, že se

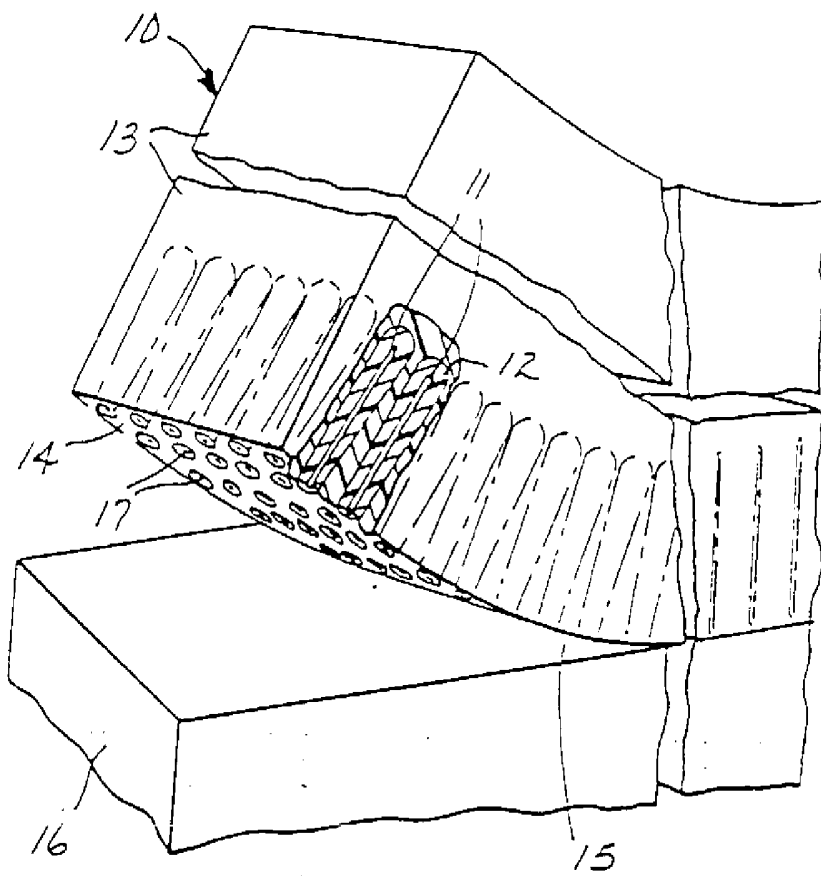
i) organický materiál nanáší ve formě tenké vrstvy na substrát;

ii) nanesená organická vrstva se žihá za vakua po dobu a při teplotě postačující pro vyvolání fyzikální změny v nanesené organické vrstvě, za vzniku mikrostrukturované vrstvy zahrnující hustý systém oddělených mikrostruktur; a

iii) mikrostrukturovaná vrstva se zapouzdří alespoň jedním zapouzdřovacím materiálem.

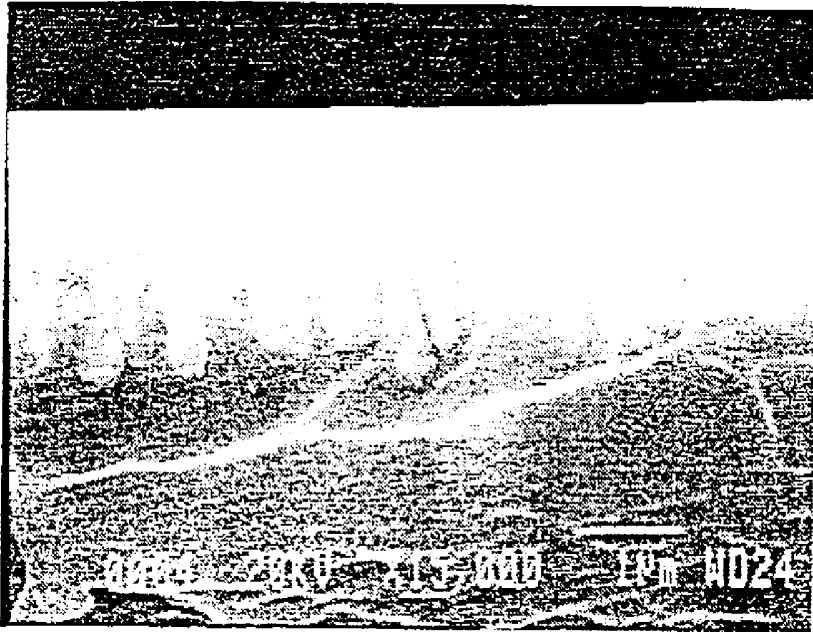
11. Způsob podle nároku 9 nebo 10, v y z n a -
č u j í c í s e t í m , že se před zapouzdřením mikro-
strukturované vrstvy nanese na mikrostrukturovanou vrstvu
konformní povlak alespoň jednoho povlakového materiálu.

12. Způsob podle některého z nároků 9, 10 nebo 11,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se na společnou
stranu vrstvy nanese povlak krycího materiálu.

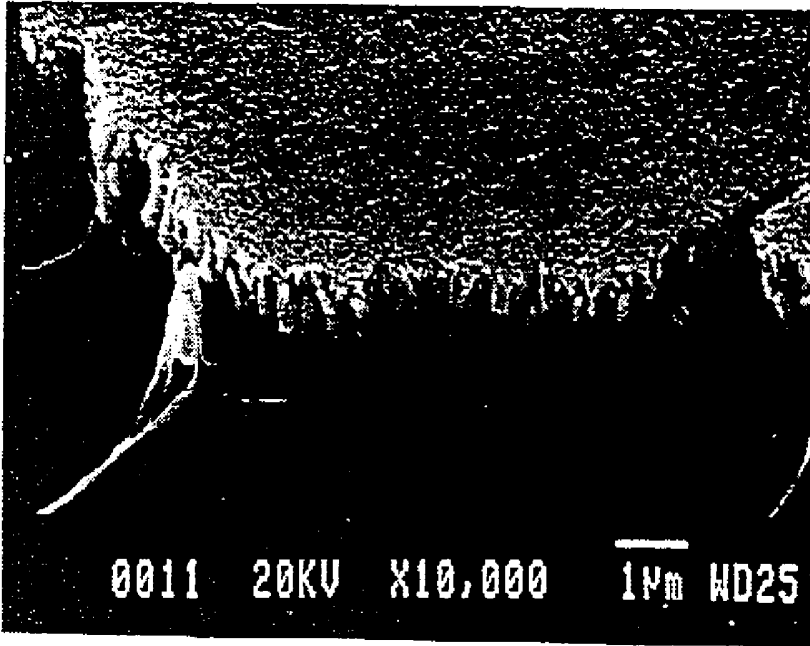


Obr. 1

PRIL
 VLASTNOSTI
 PRAVITELNI
 U RAD
 09. XII 93
 00810
 1-69104
 33



Obr. 2a



Obr. 2b

0011
20KV X10,000
1μm WD25
0011
20KV X10,000
1μm WD25
0011
20KV X10,000
1μm WD25
0011
20KV X10,000
1μm WD25