

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5117857号  
(P5117857)

(45) 発行日 平成25年1月16日(2013.1.16)

(24) 登録日 平成24年10月26日(2012.10.26)

(51) Int.Cl.	F 1
C09D 1/00 (2006.01)	C09D 1/00
C09K 3/10 (2006.01)	C09K 3/10 Q
B32B 9/00 (2006.01)	B32B 9/00 A

請求項の数 4 (全 34 頁)

(21) 出願番号	特願2007-534922 (P2007-534922)
(86) (22) 出願日	平成17年10月5日 (2005.10.5)
(65) 公表番号	特表2008-516015 (P2008-516015A)
(43) 公表日	平成20年5月15日 (2008.5.15)
(86) 國際出願番号	PCT/US2005/036167
(87) 國際公開番号	W02006/042116
(87) 國際公開日	平成18年4月20日 (2006.4.20)
審査請求日	平成20年10月3日 (2008.10.3)
(31) 優先権主張番号	60/615,920
(32) 優先日	平成16年10月5日 (2004.10.5)
(33) 優先権主張国	米国(US)
(31) 優先権主張番号	60/615,986
(32) 優先日	平成16年10月5日 (2004.10.5)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	503072942 アプライド シン フィルムズ, インコ ポレイティッド アメリカ合衆国, イリノイ州 60201 , エバンストン, スイート 5316, 1 801 メイプル アベニュー
(74) 代理人	110000202 新樹グローバル・アイピー特許業務法人
(72) 発明者	サンバシヴァン, サンカ アメリカ合衆国, イリノイ州 60645 , シカゴ, 2210 ウエスト アーサー アヴェニュー, #3

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】リン酸アルミニウム組成物、コーティング及び関連複合体

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

基材及びその上のコーティングを含む構成複合体を浸透性又は拡散性バリアとして備える電子又は光電子デバイスであって、

該基材は、プラスチック及び2.54mm未満の膜厚を有する金属箔から選択され、

該コーティングは、リン酸アルミニウム化合物を含み、電気的に絶縁性を有し、かつ厚みが10~500nmの範囲であり、

該化合物は、アルミニウム対リンのモル比が0.5対1から2.5対1の範囲であり、

前記構成複合体は、前記コーティングが該基材表面に対して垂直軸の周囲に配置されて構成される電子又は光電子デバイス。

10

## 【請求項 2】

金属箔は、アルミニウム、スチール、チタン、マグネシウム及びニッケル系合金から選択される請求項1に記載の電子又は光電子デバイス。

## 【請求項 3】

基材は、ポリカーボネート、ポリイミド及びポリエステルから選択されるプラスチックを含む請求項1に記載の電子又は光電子デバイス。

## 【請求項 4】

ロール-ロール製造プロセスにより形成された構成複合体を備える請求項1~3のいずれかひとつに記載の電子又は光電子デバイス。

## 【発明の詳細な説明】

20

**【技術分野】****【0001】**

本発明は、所望の電気的、化学的、機械的、物理的な特性を与えるために、基材に堆積されたリン酸アルミニウムコーティングに関する。本発明は、多孔性材料にシールする方法を教示することもでき、また、リン酸アルミニウム材の新規な組成物及び改変を教示する。

**【背景技術】****【0002】**

この出願は、2003年12月23日に出願した係属中の特許出願第10745955号の一部継続出願であり、優先権を享有する（全趣旨を参照することによりここに取り込む）。その出願は、2002年12月23日に出願した仮出願第60/615920及び60/615986号の優先権を享受する（全趣旨を参照することによりここに取り込む）。

10

**【0003】**

結晶及びアモルファス形態を含む触媒担体として主に用いられるリン酸アルミニウム材の合成に関連する多くの先行技術特許がある。大部分の合成方法は、一般に利用できるアルミニウム塩類及びリン酸、リン酸水素二アンモニウム、亜リン酸等を含む種々のリン源を含む原料でのゾルゲル法を使用している。これらの方法の多くは、結晶形態及び若干の熱的に安定なアモルファス組成物を產生する（米国特許第4289863号、ヒルら；第5698758号、レイサーら；第6022513号、ペカロら）。先行技術の材料は、例えば、高温で基材を腐食又は酸化から保護するためのコーティングとして使用することはできない。

20

**【0004】**

産業及び消費者向け使用の適用で種々の基材を保護するために、熱的に耐久性があり、安定なアモルファス高密度コーティングを使うことが望ましい。先行技術のコーティングは、材料が熱処理に付され又は腐食性の環境にさらされる特定の雰囲気条件の下又は特定の過酷産業もしくは使用環境の下で耐久性がない。二酸化ケイ素を主成分とするアモルファスコーティングが開発され、最近の特許はそのようなコーティング（米国特許第6162498号）を堆積する独特の方法を規定している。しかし、そのコーティングは特定の過酷条件下で耐久性がなく、高温で熱的に安定しておらず、あるいは、ガラス上の透明なコーティングとして適切に機能しない。高温で安定なガラス質又は硝子体のコーティングが、最初にガラスフリットのスラリーで基材を被覆し、続いてガラスフリットを溶解する十分に高い温度で被覆材を処理し、硝子体コーティングを形成することによって製造されている。硝子体エナメルコーティングは多くの種々の組成物で数十年も存在している。しかし、それらは、通常、濁っており、高い温度で変形する。ガラスフリットを溶解する高温処理の必要条件は基材を分解させるかもしだれず、低溶解ガラス組成物が選択されると、それらは耐久性がないかもしだれない。

30

**【0005】**

蒸着無機コーティングが、目下多くの適用に使われているが、それらは高価な装備を必要とし、非視線（non-line of sight）基材形状に適していない（例えば、米国特許第3442686号、米国特許第4702963号、米国特許第5434008号、米国特許第5792550号）。溶液由来無機コーティングは、基材を被覆するために低コストで共形能を提供する。

40

**【0006】**

また、先行技術の無機コーティングのいくつかは、透過特性が影響を受けるガラス上又は基材の美的な性質（金属的外観）を保つ必要がある他の基材上での使用に対して、完全に透明ではない。

**【0007】**

ブラシ研磨のスチール及び他の関連した固体表面が、建物、モール、エレベーター、テーブルランプ、浴槽取付け具、キャビネットのドア、ウォールプレート及びその他における

50

る前面で、広範囲に用いられている。これら表面の望ましい特性は、熱負荷又は熱、日光、種々の溶媒及び通常の洗剤、紫外線照射の暴露に対して十分な耐久性を有していることに加えて、掃除しやすく、指紋に対して耐性があり、食品に対してくっつかないなど、他の関連した特性を与える。

#### 【0008】

多孔質表面は、保管等の目的のために使われる場合、汚染に影響されやすい。エナメル、花崗岩、大理石、床タイル、ガラス、磁器化石器、オーブン及びキッチンでの関連した料理用機器、オーブンインテリアパネル、食品トレイ、クックトップ及び他の陶製表面は、それらの最終用途において望まないミクロ及びマクロの孔及び傷を有する。花崗岩の孔をシールすることは、例えば、キッチン調理台で、染色防止特性を与えるのを助けるであろう。また、これらの孔の気密シールは、特定の用途で重要であるガス浸透性を低減するのを助ける。ポリマーでの表面処理は、陶製表面をシールするために周知の技術であるが、それらの耐久性は、熱、洗浄溶媒又は剤への暴露に制約を受け、比較的柔軟である。化学的に不活性で熱的に安定している適当な薄い無機コーティングが望まれている。これらの適用の多くは、高度の大量販売を象徴し、そのために、低コストコーティング技術が、最も適用の好ましい方法である溶液への浸漬又はスプレーコーティングを考慮するのに重要である。また、そのような処理は、自己洗浄面、容易な洗浄、生物学的安全性、美的な価値、硬さ及び耐摩耗性、溶媒耐性と組み合わせられた抗菌性を可能にすることができる。さらに、そのようなシーラントは、良好な熱衝撃特性（例えば、花崗岩テーブル上の熱いパン）及び熱安定性を有しなければならず、シーラントが摩損した場合でも、表面で孔を塞ぐ効果が、相当コーティングの耐久性を広げるのを助けるであろう。10

#### 【0009】

陽極処理されたアルミニウム部品及び他の関連した材料における発明材料は、環境及びエネルギーの節約に加えて、性能及び耐久性を改善することができる。その発明材料は、耐性及び低ガス透過性を改善するためのタイル、電気パッケージ用基材及び耐火煉瓦を含む種々の適用におけるセラミックの気密シール及び付着促進剤（一体、複合体及びガラス-セラミック）として用いることができる。20

#### 【0010】

炭化ケイ素は、宇宙及び空中プラットフォーム光学材料として優れた特性を有するが、材料の高い硬度とともに脆弱な性質は、必要な耐性に仕上げることを困難にする。基材のサイズ及び形状によって、反射される光の波長画分にまで表面をみがくことは、数週間から数ヶ月かかる。30

#### 【0011】

現在の低誘電体材料は、熱及び機械的安定性との組み合わせにおいて、必要な誘電率を有さない。新規の低 k 材料は、半導体分野の現状を改善することが要求される。

研究者は、柔軟なディスプレイを商品化により近づけるために、ポリマー及び金属-箔基材を印刷可能な TFT バックプレーンと組み合わせることに取り組んでいる。まだ入手不能であるが、何年もにわたって、ディスプレイ業界の「至高の目標」は、ガラスシートのそれと同等のバリア特性を有する薄膜、透明、柔軟な基体である。つまり、先行技術では、このことについていくぶん不十分である。40

#### 【0012】

フォトマスクは、電子回路のマイクロイメージを含む高精度のプレートである。欠陥のないフォトマスクを達成するための構造を整備しなければならない。クロム層が、環境又は層間反応に影響を受ける場合に問題が起こる。すべてを回避することが必要であるが、アレイ外のクロムにおけるかき傷、AR コーティングのダメージ又は一部の除去、クロム上の汚染、マスク端のガラスチップを含む表面的な欠陥がある。コーティングは、約 10 ナノメートルの範囲で、非常に薄くしなければならず、欠陥がないことが必要である。

#### 【0013】

プラスチック材料は、一般に、摩滅、湿気攻撃、UV 放射線、酸素原子、溶媒への暴露、化学物質等からの劣化に影響されやすい。しかし、プラスチック上に蒸着した無機コ-50

ティングは、現在多くの適用の用途に用いられており、それらは高価な装備を必要とし、非視線基材の形状（例えば、米国特許第3442686号、米国特許第4702963号、米国特許第5434008号、米国特許第5792550号）に適していない。従って、適當な処理計画によるプラスチック基材に対する低コスト溶液由来保護コーティング（無機及び無機・有機複合体）が、複合体加工基材を被覆する能力とともに、リール・リール又はロール・ロールの連続処理を開発するために必要である。

#### 【0014】

しかし、ガラス及び金属とは異なり、全てのポリマーは、ガス及び蒸気に対してかなりの透過性を示す。多くのテクノロジーは、ポリマーの透過性を低減させるために開発されており、よって食物及び飲料包装に対する適用範囲を増大させる。また、浸透する材料を移さなければならぬときは必ず、浸透性バリア層が重要となる。ガソリン、フルオロカーボン蒸気、その他のための（自動車及び機器アプリケーションで重要な）チューブ及びホースは、現在利用できる以上のバリア性能を必要とする。同様に、細い欠陥及びピンホールのない、湿気及び酸素に対する無機バリアコーティングは、これらのディスプレイ用途に必要である。10

#### 【発明の開示】

##### 【課題を解決するための手段】

#### 【0015】

上記を考慮して、本発明の目的は、リン酸アルミニウムを主成分とする化合物、組成物、コーティング及び関連した複合体又は製品を、それらの使用及び製造方法とともに提供ことであり、それによって、上で概説されたものを含む、先行技術の種々の欠陥及び欠点を克服することができる。20

#### 【0016】

1以上の他の観点が特定の他の目的に対処することができる一方、本発明の1以上の観点が特定の目的に合致し得ることは、当業者によってよく理解される。本発明のすべての観点に、全ての点で、各々の目的が等しくあてはまらないかもしれない。このように、以下の目的は、本発明のどのような1つの観点に関して、択一的に考慮することができる。

#### 【0017】

本発明の目的のために、用語「発明材料」、その記載又はその引用は、A1:P化学量論比の全ての可能な範囲にわたって、本発明のいかなるリン酸アルミニウムを主成分とする化合物又は組成物を意味し、本発明の方法、複合体又は物品及び/又はそれらに関連するもしくは以下に記載されたフィルム、層又はコーティングとともに用いることができ、ここに記載されるように製造された又は特徴化された化合物又は組成物のように、あるいは、上記で組み込まれた参照文献及び/又は米国特許第6036762号及び第6461415号及び係属中の特許出願第10/362869（2003年7月15日出願）及び第10/627194号及びPCT/US03/36976号（それぞれ2003年7月24日出願及び2003年11月9日出願）及び第10/642069号及びPCT/US03/25542（2003年8月14日出願）（全趣旨を参考することによりここに取り込む）のいずれかに記載されたように製造され、特徴化され及び/又は適用されるリン酸アルミニウム化合物及び組成物として、それぞれ示される化合物及び組成物のように、理解されるであろう。30

#### 【0018】

限定されることなく、ここに及び/又は上記に組み込まれた特許又は出願の1以上を通して示されたように、本発明の材料は、モルベースで、アルミニウム含量がリン酸に対して化学量論比、化学量論比より少ない、化学量論比より多いかにかかわらず、有機分子、ポリマー、カーボン、シリコン、金属、金属酸化物及び/又は他の金属イオン/塩（非酸化物を含む）のドーパント、粒子及び/又は含有物を含むリン酸アルミニウムを主成分とする化合物及び組成物等を含むことができる。本発明材料の具体例は、アプライド・シン・フィルム社からCerablak商標の下、入手可能である。40

#### 【0019】

50

また、「発明材料」は、リン酸アルミニウムを主成分とする材料を含み、アモルファスリン酸アルミニウムの独特的な形態を産生する特注の前駆体溶液を用いて基材上に薄膜として堆積することができる。米国特許第6036762号及び第6461415号(Sambasivanら)ならびに上述した特許出願は、前駆体合成に関して詳細を提供し、化学、特性及び他の処理詳細を提供する。また、発明材料で被覆された表面への種々の添加又は改変は、本発明の実施例と考えられ、それらの例を以下に示す。

#### 【0020】

同様に、用語「基材」または用語「固体基材」は、ポリマー、プラスチック、陶器、金属、合金、炭化ケイ素、シリコン、酸化物、カルコゲニド、ピニクチド、クオーツ、ガラス、その他を含むが、これらに限定されず、いかなる固体材料をも包含する。

10

#### 【0021】

1以上の以下の目的は、湿気、酸素、紫外線、その他を含む種々の環境要因からの基材を保護する種々の基材への発明材料のコーティング(特に強調されるのは、基材のロール-ロール連続コーティング)とともに達成することができる。従って、そのような発明材料コーティングは、保護及び機能的コーティングの働きをすることができる。

#### 【0022】

本発明の目的は、導電基材上の光電子装置のような電気的分離を必要とする種々の用途に用いられる有効な絶縁強度を有する絶縁層として発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0023】

20

本発明の他の目的は、包装された量の範囲内で所定の含水量を維持することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の目的は、虹色(anti-iridescent)防止及び曇り防止コーティングとして発明材料を使うことである。

#### 【0024】

本発明は、金属面及び有機ポリマーコーティング間で粘着力を高めるためにインターフェースを提供するために、金属表面への発明材料層を形成する方法の改良に適し、金属表面に被覆された結果として生じる酸化物層に適する。その方法は、金属面に、発明材料を適用することを含む。結果として得られたコーティング層は、金属面及び有機ポリマーコーティング間で粘着力を高めるためのインターフェースとして機能させることができる。

30

#### 【0025】

また、本発明の目的は、湿気高感度光学装置のような湿気高感度装置用のハウジングにおいて発明材料コーティングを用いることであり、それは、ハウジングを規定するそれらの端部で半田付けされた複数の金属プレートを含み、有機ポリマーコーティングがジョイントで腐食を防ぐ湿気バリアを提供するためにジョイントで少なくともハウジングの外面に適用される。

#### 【0026】

本発明の目的の一つは、簡便な浸漬、回転、スプレー、ブラッシュ又はフローコーティングプロセスを用いて、薄く、気密で、ミクロ構造的に高密度で、均一で、透明なコーティングとして本発明材料コーティングを堆積させる方法を提供することである。

40

#### 【0027】

本発明の目的は、固体基材を湿気、光、ガス、化学物質及び他の環境作用から保護するために発明材料コーティングを用いることである。

また、本発明の目的は、室温及び高温での処理及び用益の間、固体基材の表面を保護することである。

#### 【0028】

本発明のさらなる目的は、限定されないが、かき傷耐性、耐錆性、耐摩耗性、耐浸食性、高速粒子、雨、水、液体及び他の対象の衝撃によって生じるダメージを含む、固体基材の機械的特性を改善することである。

#### 【0029】

50

本発明の目的は、宇宙固体材料を、酸素、水素、窒素等の原子及び分子の高束のような低地球軌道環境から保護することである。

本発明の目的は、重合表面上の下塗りまたは粘着促進層として発明材料を用いることである。

#### 【0030】

本発明の目的は、金属表面上の下塗りまたは粘着促進層として発明材料を用いることである。

本発明の目的は、セラミック表面上の下塗りまたは粘着促進層として発明材料を用いることである。

#### 【0031】

本発明の目的は、金属カルコゲニド表面上の下塗りまたは粘着促進層として発明材料を用いることである。

本発明の目的は、固体表面上の下塗りまたは粘着促進層として発明材料を用いることである。

#### 【0032】

本発明の目的は、2種の同種又は異なるタイプの材料を接着又は結合剤として発明材料を用いることである。

本発明の目的は、2種の同種又は異なる光学材料の接着又は結合剤として発明材料を用いることである。

#### 【0033】

本発明の目的は、表面欠陥を被覆及び固体基材表面での孔をシールするために発明材料を用いることである。

本発明の目的は、被覆固体基材表面を平坦化することである。

#### 【0034】

本発明の目的は、被覆固体基材表面で摩擦を減らすことである。

本発明の目的は、固体基材の静電防止膜として発明材料を用いることである。

本発明の目的は、固体基材の低誘電体層として発明材料層を用いることである。

#### 【0035】

本発明の目的は、ポリマー等の基材上の反射防止層として発明材料及び改変発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、柔軟なディスプレイ構造の湿気及び酸素バリアとして発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0036】

本発明の目的は、固体基材の機械的損傷に対するバリアとして発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、固体材料の光学特性を適合させるために発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0037】

本発明の目的は、ポリマー熱可塑性物質及びその他の材料を光分解から保護するために発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、有害な微生物に対して固体基材を保護するために発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0038】

本発明の目的は、化学的、物理的なダメージに対して固体材料からなる医療機器及び部品に発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、体液腐食に対して固体材料からなる医療機器及び部品に発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0039】

本発明の目的は、生体適合性を与えるために、医療器具、装置、移植組織及び他の部品に発明材料コーティング及び改変発明材料を用いることである。

10

20

30

40

50

本発明の目的は、固体基材上に発明材料及び発明材料コーティングを組み込んだ生体適合性材料の開発に用いることである。

【0040】

本発明の目的は、高い無色透明なバリアフィルム及びそれを製造する方法を提供することである。

本発明の他の目的は、約10～約500nmの範囲の厚みを有する上記特性のフィルムを提供することである。

【0041】

本発明の他の目的は、低摩擦性を有する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、低成本で生産することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

【0042】

本発明の他の目的は、装置で必要な固体材料の総量を低減する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、リサイクルの困難性を低減する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

【0043】

本発明の他の目的は、電子レンジで用いることができる食物包装に利用することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、マイクロ波ユニットで使うことができ、長い貯蔵寿命で、依然として透明を維持することができる包装食物に利用することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

【0044】

本発明の他の目的は、バリアフィルムで包まれる内容物について所定の含水量を維持することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、バリアフィルムを高速で生産することができるコーティング又はフィルムを提供することである。

【0045】

本発明の他の目的は、ポリマー表面を平坦化することができ、光の散乱を低減するのに役立つことができるコーティングを提供することである。

発明の目的は、発明材料の前駆体溶液中で添加物の分散によって、固体基材上に機能性コーティング、好ましくは電気的導電性又は磁性コーティングを提供することである。

【0046】

本発明の目的は、固体基材上に発明材料コーティング及び固体基材上に堆積された電気的導電性金属酸化物コーティングを用いることにより、改善された航空機透明度を提供することである。

【0047】

本発明の目的は、保護および粘着促進層を航空機透明度に与えることである。

本発明の目的は、無機ポリマー及び分子（例えば、ホスファゼン、ボラジン又はボロゾール（borazole）等の材料を含むP及びB）を混合した発明材料を開発することである。

【0048】

本発明の目的は、高温潤滑油層を形成するために、窒化ホウ素、モリブデン（molybdenum）シリサイド、硫化モリブデン又は他の潤滑油材が分散した発明材料及び発明材料コーティングを開発することである。

【0049】

本発明の目的は、発明の材料の微細構造を適切に改変することによって、特に発明材料のコーティングの多孔性を増大させることによって、低誘電率の発明材料を開発することである。

【0050】

10

20

30

40

50

本発明は、摩滅又は摩損に対して及び環境アタックからの改善された保護のために、プラスチック又は重合基材にリン酸アルミニウムを主成分とする組成物の無機及び無機・有機複合体コーティングの使用に向けられる。

【0051】

特に、本発明は、プラスチック又は重合基材上に堆積される保護コーティングの構造及び特性を引き出すために利用される前駆体溶液の化学又は硬化可能なコーティング組成物に関する。

【0052】

本発明の目的は、比較的低温硬化条件下で良好な接着性を有し、実質的に無機のコーティングを形成するために、Al、P、O及び他種を含有する前駆体化学を適合させることであった。

10

【0053】

本発明のさらなる目的は、コーティングの柔軟性及び強度を高めるために、実質的に無機コーティングにおいて、補足水、水酸基、有機物及び多少の硝酸塩又は他の塩類の存在を含むことである。

【0054】

本発明のさらなる目的は、一般に、ストレスを最小限するための硬化条件を好適に適合させ、コーティングに他の機能性を追加するためにリン酸アルミニウム化合物を含有する硬化可能コーティング組成物に、所定の有機及び無機添加剤を追加することである。

20

【0055】

本発明のさらなる目的は、実質的に無機又は本来無機・有機ハイブリッドである層のような接着促進下地層と、a) 実質的に無機又は本来無機・有機ハイブリッドである層のようなバリア特性を改善する下地層のマイクロクラックをシールし、b) 耐溶媒又はコーティングシステムの摩損を改善するために所定の無機又は有機添加剤を含む上層とを含む多層を用いることであり、多層システムの総膜厚は、約15ミクロン、好ましくは約10ミクロン、もっとも好ましくは約5ミクロンを超えない。

【0056】

本発明のさらなる目的は、熱又はUV又はIR放射線又はマイクロ波処理で硬化可能な安定した噴霧可能な処方を開発することである。硬化は1以上の処理方法の単独又は組み合わせで機能させることができる。

30

【0057】

本発明のさらなる目的は、電磁放射の可視スペクトルに実質的に透明であるリン酸アルミニウムを主成分とするコーティングを開発することである。

本発明のさらなる目的は、耐久性のある親水性又は疎水性を促進するために、最上有機層を堆積するか、硬化可能な処方に特定の有機添加剤を組み込むかのいずれかである。

【0058】

本発明のさらなる目的は、他の金属、セラミック、ガラス及び他のプラスチック材料に、プラスチック基材を結合する接着剤として、リン酸アルミニウムを主成分とするコーティング組成物を利用することである。

【0059】

40

本発明の目的の1つは、簡便な浸漬、回転、スプレー、ブラッシュ又はフローコーティングプロセスを用いて、薄く、気密な、微細構造的に高密度で、均一で、透明なコーティングとして、この発明材料コーティングを堆積するため方法を提供することである。

【0060】

本発明の目的は、湿気、光、ガス及び他の環境作用から粒子、ポリマー等を保護するために、発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、不活性ガス（例えば、酸素、窒素、水素）、化学的に活性なガス（例えば、水、二酸化炭素）、液体及び蒸気（例えば、香料、ファインケミカル、ガソリン）に対するバリア膜として発明材料を用いることである。

【0061】

50

本発明の目的は、室温及び高温での処理及び用益の間、ポリマー表面を保護することである。

本発明の目的は、限定されないが、かき傷抵抗力、耐摩耗性、高速粒子及び他の対象の衝撃から生じる損傷を含む機械的特性を改善することである。

#### 【0062】

本発明の目的は、宇宙ポリマーを、酸素、水素、窒素等の原子及び分子の高束のような低地球軌道環境から保護することである。

本発明の目的は、重合表面上の下塗り又は粘着促進剤として発明材料を用いることである。

#### 【0063】

本発明の目的は、表面欠陥を被覆及びポリマー表面における孔をシールするために発明材料を用いることである。

本発明の目的は、被覆ポリマー表面を平坦化することである。

#### 【0064】

本発明の目的は、被覆ポリマー表面で摩擦を低減することである。

本発明の目的は、ポリマー及び関連基材の静電防止膜として発明材料を用いることである。

#### 【0065】

本発明の目的は、誘電体層として発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、ポリマー等の基材における反射防止層として発明材料及び改質発明コーティングを用いることである。

#### 【0066】

本発明の目的は、柔軟なディスプレイ構造の湿気及び酸素バリアとして発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、機械的損傷に対するバリアとして発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0067】

本発明の目的は、重合等の材料の光学特性を適合させるために発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、ポリマー、熱可塑性物質及びその他材料を光分解から保護するために発明材料コーティングを用いることである。

#### 【0068】

本発明の目的は、有害な微生物から保護するために発明材料コーティングを用いることである。

本発明の目的は、ポリマーからなる医療機器及び部品に発明材料コーティングを用いて、化学的及び物理的ダメージから保護することである。

#### 【0069】

本発明の目的は、高い無色透明性を有するバリアフィルム及びその製造方法を提供することである。

本発明の他の目的は、高い透明性を有する上記特性のバリアフィルムを提供することである。

#### 【0070】

本発明の他の目的は、全体として膜厚を低減する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、約10～約500nmの範囲の膜厚を有する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

#### 【0071】

本発明の他の目的は、被覆重合柔軟基材がカールしない上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、低摩擦性を有する上記特性のコーティング又はフィルムを提供す

10

20

30

40

50

ることである。

【0072】

本発明の他の目的は、低コストで製造することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、装置において必要なプラスチック又はポリマーの総量を低減する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

【0073】

本発明の他の目的は、リサイクルの困難性を低減する上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、電子レンジで使うことができる食物包装のために利用することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。 10

【0074】

本発明の他の目的は、マイクロ波ユニットで使うことができ、長い貯蔵寿命で依然として透明のままであることができる、食物を包装するために利用することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

【0075】

本発明の他の目的は、バリアフィルムで包まれる内容物が所定の含水量を維持することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。

本発明の他の目的は、バリアフィルムを高速度で生産することができる上記特性のコーティング又はフィルムを提供することである。 20

【0076】

本発明の他の目的は、ポリマー表面を平坦化することができ、光の散乱を低減することに役に立つことができるコーティングを提供することである。

本発明の他の目的は、発明材料コーティングによって改善された重合基材を電子又は光電式装置に提供することであり、それは先行技術の問題を避けることができるか、少なくとも低減させることができる。

【0077】

発明の目的は、発明材料の前駆体溶液中で添加物を分散させることによって、固体基材上で、機能性コーティング、好ましくは電気的導電性又は磁性コーティングを提供することである。 30

【0078】

本発明の目的は、固体基材上に発明材料コーティング及び固体基材上に分散された電気的導電性金属酸化物コーティングを用いることにより、改善された航空機の透明度を提供することである。

【0079】

本発明の目的は、保護および粘着促進層を航空機透明度に与えることである。

従って、本発明は、無機、有機・無機複合体又は無機優勢の組成物である材料を開発することに関するものである。特定の実施形態において、粉末、バルク、ファイバー及びコーティングとして用いることができる多くの適用において有用とすることができるリン酸アルミニウムを主成分とする材料である。本発明は、限定されないが、プラスチック、ポリマー、金属、合金、セラミック、シリコン、炭化ケイ素、クォーツ、サファイア、ガラス及び他の基材材料を含む、種々の固体基材上でのリン酸アルミニウムを主成分とするコーティングの適用に関する。本発明は、限定されないが、高温処理、UV放射線、湿気及びその他を含む、種々の暴露状況下で、リン酸アルミニウムを主成分とする材料コーティングによって、金属又は他の反射表面の反射のような表面上の特性を保持することに関する。 40

【0080】

本発明は、種々の基材上でのガス、水及び他の流体の拡散に対するバリアコーティングとして、リン酸アルミニウムを主成分とするコーティングを適用することに関する。本発明は、狭い隙間及び不均一な表面（例えば、半導体装置及び光学層）からなる構造を有する 50

システムでのスピンドルガラス（SOG）材料として、リン酸アルミニウムを主成分とする前駆体溶液を使用することに関するものとすることもできる。本発明は、一般に、リン酸アルミニウムを主成分とする材料組成物を利用しているポリマー又はプラスチック固体基材の表面処理又はコーティングに関する。本発明は、ポリマー及び他のタイプの材料の間で粘着力を向上させる方法に関するものである。

#### 【0081】

ひとつには、本発明は、基材及びその上のコーティング成分を含む構成された（configured）複合体に向けることができる。コーティング成分は、約0.5以下：約1、約10：約1、約20：約1、あるいは、約25：約1の範囲とすることができるアルミニウム対リン比からなるリン酸アルミニウム化合物を含むことができる。そのような複合体は、提供される構成に対して実質的に垂直な軸について配置させることができる。10

#### 【0082】

特定の実施形態では、基材は、そのようなコーティング成分を有するその複合体が、その後製品を製造するためにスプールに巻付け及び／又は巻いていないとすることができるよう、形態的に柔軟とすることができます。従って、当該技術分野で理解されるように、そのような基材は、金属、金属合金及びプラスチックから選択することができる。ある実施形態では、そのような金属基材は、ステンレス鋼及びブラシ研磨のステンレス鋼から選択することができる。にもかかわらず、ここ以外の他で記載されるように、本発明のコーティング成分（component）は、可視スペクトルで実質的に透明とすることができます、及び／又は複合体に虹色外観を提供することができる。あるいは、そのようなコーティング成分は、複合体に抗菌性の機能を提供するために、1以上の添加成分又は剤を含むことができ、そのような剤は、本発明を認識する当業者によって理解されるようなものである。さらに、ここで記載されるように、機能又は作用は、基材とコーティング成分との間に、層間成分のような1以上の中間成分を介在させることによって誘導することができる。20

#### 【0083】

特定の他の実施形態では、基材は、ポリカーボネート及び／又はその共重合体、ポリイミド及び／又はその共重合体、ポリエステル及び／又はその共重合体の1以上からなるプラスチック材料を含むことができる。限定されることなく、そのような重合材料の他のものはここ以外で記載されており、本発明を認識する当業者によって理解されるであろう。基材の同一性にかかわらず、コーティング成分は、湿気、ガス及び／又は他の浸透物に対して浸透性バリアを提供することができる。あるいは、有機溶媒の悪影響に関して、プラスチック基材に対して、そのような成分は、保護機能を提供することができる。基材が提供する機能的な利益にかかわらず、複合体にさらなる機能的な利益を与えるために、上層成分を、コーティング成分の上又は上方に堆積することができる。ここ以外で記載されているように、基材の同一性及びコーティング成分の種々の組成の観点によって、コーティング成分は、約 $1230\text{ cm}^{-1}$ での赤外スペクトルにおいて放射線を吸収する構造部分を含むものとして確認することができる。30

#### 【0084】

特定の他の実施形態では、基材成分は、金属箔を含むことができる。限定されることなく、最終用途適用（およそ100ミル未満の）によって、そのような基材は必要な大きさにすることができる。そのような箔状の基材は、アルミニウム、ステンレス鋼、チタン、マグネシウム、ニッケルを主成分とする合金及び超合金から選択することができる。上記のように、そのような複合物は、種々の中間層成分及び上層成分をさらに含むことができる。例えば、限定されることなく、そのようなコーティング成分における金属上層成分は、鏡のような反射表面を提供することができ、種々の照明適用における使用のために、そのような複合物に利益を与える。

#### 【0085】

ひとつには、本発明は、多孔質の基材表面をシールするためにリン酸アルミニウムリン組成物を用いる方法を提供することもできる。そのような方法は、表面成分を含む基材を準備し、表面成分を、少なくとも1つのリン酸エチル部分を含むリン酸アルミニウムリ40

ン化合物を含有する組成物に接触させ、エステル部分の一部を少なくとも部分的に除去及び／又は酸化するために十分な温度及び時間で組成物を加熱することからなる。限定されることなく、そのような実施形態では、基材は、花崗岩、大理石、設計又は加工された石材、磁器、種々のセラミック材料から選択することができる。にもかかわらず、そのような方法は、約 1000 の温度まで実質的に熱的に安定な接触組成物で実質的に平坦化された表面成分を提供することができる。

#### 【0086】

特定の実施形態において、そのような組成物は、表面の構成要素にスプレーすることができる。特定の用途又は処理条件によって、そのような組成物は、少なくとも 1 つの水溶性担体成分、非水性単体成分及びエアロゾル噴霧体を含むことができる。そのような成分は、本発明を認識する当業者によって理解されるであろう。本発明のより幅広い観点の範囲内で意図されるように、そのような方法は、種々のキッチン用途及びカウンター、バスルームカウンター及び設備、床及び壁のタイル部材とともに使うことができ、そのような組成物は、そのような物品の製造の間かまたはその後にそれらに適用することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0087】

オープン等のようなキッチン用途で使われるエナメル表面は、アルミニウムケイ酸塩が混合された種々のアルカリとの化学的な複合体であり、種々の食物化学物質で化学反応に影響されやすい。反応生成物は強力に表面に接着し、本来有毒である強力な洗浄液（苛性処理）を必要として、簡単に除去することができない。そのうえ、表面は、除去することが困難な粒子の機械的な結合を引き起こすある程度の多孔性を有する。表面処理に対する解決策は、安定で、不活性で、低表面エネルギーのシーリング作用を与える低コスト溶液がないために試みられていない。シールコートとしての発明材料膜の使用は、この適用のために鍵となる革新に相当する。

#### 【0088】

オープン空洞適用に対して、焼き付けられた食物は、洗浄するのが困難であり、エナメル面に機械的に結合しないようにするために、発明材料コーティングによって少なくとも 50 % まで表面の多孔性を低減することが必要である。さらに、エナメルの表面エネルギーを低減することで洗浄を容易にし、テフロン（登録商標）被覆の焦げ付かないフライパンを使うことに似ている。35 ダイン / cm<sup>2</sup> 未満の表面エネルギーは、この種の適用に望まれる。

#### 【0089】

エナメルクーポン及びセラミックタイルの研究では、サブミクロン厚のコーティングでセラミック又は金属表面を十分にコーティングする発明材料のコーティング能を示している。機械的結合が、エナメル面の比較的ラフな表面の形態を有するため、この適用に対する主な関心であると考えられる。発明材料の比較的不活性な表面化学作用は、オープンでの高温で種々の食品材料と相互作用して安定していることが予想される。

#### 【0090】

食品加工装置は、深刻な健康問題に変化し得るバクテリア / 生物膜の付着及び成長の源となる。細菌付着の理由のうち 1 つは、機械的結合によって生物膜構造を助長する表面の粗さである。もう 1 つは、湿気の存在である。細菌付着の双方の源は、発明材料コーティング及び有機疎水性層を伴う発明材料コーティングを使って除くことができる。このように、抗細菌コーティングは、発明材料コーティングを用いて、電解研磨レベルにまで金属表面仕上げを、例えば、5 倍 (by a factor of 5) に低減することによって形成することができる。発明材料コーティングは、低温加工された (cryomachined) 表面 (in-lathe スプレーコーティング及び IR ランプ) のために用いることもできる。発明材料は、また、レンズ及びガラス鏡の摩滅抵抗コーティングとして用いることができる。

#### 【0091】

発明材料は、ポリエステル及び他の食品包装プラスチック基材上のこびりつかないコーティングとして機能させることができる。以下で議論されるように、ロール - ロールコー

10

20

30

40

50

ティングプロセスは、被覆された製品の高いスループットを成し遂げるためにフラッシュ硬化とともに利用することができる。

#### 【0092】

本発明のもう1つの実施形態は、低表面のエネルギー層（例えば、発明材料コーティング層上の有機金属シラン、フルオロシラン、有機分子又はポリマー）を使うことである。この表層は、限定されないが、調理温度で食物から糊塗様の残渣の形成を低減又は消失させることを含むいくつかの方法を助長することができる。これらのオーバーコートは、スプレー技術によって非常に簡単に再度適用することができる。

#### 【0093】

本発明のもう1つの実施形態は、商業的又は家庭での適用のために、スプレー製品としての発明材料の使用である。10

技術的な障害は、スプレー製剤を使って目標とされる膜厚（50～500nm）で均一な適用をもたらすことが重要である。大部分の商業的なスプレーコーティングは比較的厚く（数ミル）、プロセスは、高品質薄膜を形成するのに適さない。適切な水性製剤（それは安全性及び環境の理由のために好まれる）を開発することは、アルコール製剤よりさらに困難である。アルコール系前駆体の利用に関連する多くの危険、毒性、引火性、廃棄物が軽減されるであろう。水性製剤は、適切な濡れ特性を与えず、水性製剤の保存安定性は低い。

#### 【0094】

本発明のもう1つの実施形態は、適切なスプレー製剤を開発する前駆体の改変である。20 エアゾール技術は、種々の環境とユーザーに非常に適している。連続的な、サブミクロン厚の堆積は、先行技術に対する我々の最大の挑戦である。さらに、溶媒及び添加剤、表面カバレージ及び濡れに基づいて変化するであろう原子化パラメータが、基材ごとに変化するであろう。

#### 【0095】

本発明の他の実施形態は、水系又は水・エタノール混合液系の発明材料の溶液の開発である。濡れ特性は、還流によってポリマー鎖長を増大することにより、前駆体溶液の重合特性を高めることによって改善することができる。さらに濡れ性を改善するために、市販の界面活性剤の少量（2重量%未満）及び/又は水/アルコール溶媒の混合物を用いることができる。有用な界面活性剤は水の表面張力を下げるが、硬化の間、前駆体と化学的適合性を有する（溶媒除去の容易）。上質のコーティングは、アルコール溶液の既知のエアゾール技術で、限定されないが、エナメル、ステンレス鋼、ガラス、セラミック及びポリマーを含む固体基材に適用することができる。30

#### 【0096】

また、本発明は、炭化ケイ素の光学部品の表面を加工するために、安価で、迅速なプロセスを提供することができる。この新たなプロセスは、SiCの種々のタイプに適しており、製造技術にかかわらず、宇宙、地上の光学システムのためにSiC表面を平坦化するために用いることができる。リン酸アルミニウム及び二酸化ケイ素間の低溶融共晶のために、発明材料コーティングは、基材との反応によって、SiC表面を平坦化することができる。40

#### 【0097】

発明材料の薄膜の使用は、単独で又は反応メカニズムによって、SiC反射を平坦化するために、コスト及び必要な時間を低減することに関して、現在の表面仕上技術において相当改善することができる。焼結SiCの小片の表面粗さは、約0.5工数の投資によって、100倍（1μmのダイヤモンド研磨材表面の2.7nmのrms粗さへの研磨）以上低減した。さらに、発明材料の薄いコーティングは、反応メカニズムに頼ることなく、他の非光学的基材と同様にアルミニウム鏡又は銀鏡の表面を平坦化するのに用いることができる。

#### 【0098】

表面仕上げプロセスに基づく発明材料の長所は、以下のようである。50

- ・平滑面（10 nmのrms粗さ未満）を達成するために実質的に低コスト、
- ・光学品質仕上げを製造するために必要な時間の低減、
- ・最終的な使命にかかわらず、多くのセラミック及び金属の光学システムへの適用可能性、
- ・処理装置の相当の投資が光学的品質の仕上げを達成するために必要でないであろう、
- ・発明材料の堆積方法が非常に簡便で汎用性がある。コーティングを製造するために用いられる前駆体溶液は低粘度であり、透明で、安定で（貯蔵寿命が何年も延びる）、浸漬及びスピンドルコーティング法に適する、
- ・得られる表面は事実上ガラス質であり、従来又はMRF系の仕上げ技術がさらに表面粗さを低減するために用いることができる。

#### 【0099】

このように、本発明は、限定されないが、SiC及び窒化シリコンのようなセラミックの優れた機械的及び熱的特性を利用しながら、ガラス鏡のために使用される同様の方法で仕上げすることができる発明材料膜の熱処理を経て又は直接的な堆積を経て、セラミック表面に硝子層を得る機会を与える。

#### 【0100】

いずれかの理論にとらわれることを望まなければ、炭化ケイ素上の発明材料コーティングは、高温アニールにアルミニノホスホシリケートガラスの形成を促進すると思われる。先行技術から、1400で溶融する70mol%のSiO<sub>2</sub>でのAlPO<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub>システムの共晶があることが知られている。1400でのアニールの後、焼結SiC上に適用された発明材料のコーティングはガラス質相を形成するようである。いずれかの理論にとらわれることを望まなければ、SiCのSiO<sub>2</sub>への酸化は、反応相を形成するために二酸化ケイ素を与えると思われる。その表面上の相は、ガラス質となるようであり、結晶質の形状を欠いている。光学顕微鏡下及びSEMによる表面の評価で、表面が最初の基材又はコーティングしていないアニールされたサンプルよりもかなりなめらかであることは、明瞭である。

#### 【0101】

ヘキソロイ(Hexoloy)SiCは、1μmのダイヤモンドスラリーで研磨され1~3μmのオーダーで表面仕上げされたものである。ヘキソロイSAは99%純粋な焼結SiCである。ヘキソロイはCVDによるSiCと比較して、幾分多孔質であり、これらの孔は発明材料コーティングで有效地にシールされた。この基材は、コーティングしていないサンプルとともに、被覆され、熱処理された。熱処理後、被覆サンプルは高反射率を有し、平滑な表面を示す。AFMの測定で、被覆サンプルのrms粗さは、約2.7nmに低減していた。コーティングせず、アニールし、仕上げした表面は、非常に粗く、比較的多孔質の表面形態を維持した。最初の研磨、コーティングの工程及び熱処理がなければ、約0.5工数を要する。（この場合、（1μmダイヤモンド研磨剤で）研磨した炭化ケイ素基材を超音波で洗浄し、発明材料溶液でディップコートし、次いで実験炉で熱処理した。）いずれかの理論にとらわれることを望まなければ、発明材料中に存在するリン酸アルミニウムは、炭化ケイ素の酸化から形成された二酸化ケイ素と反応すると思われる。さらに、冷却後、クラックは観察されず、ガラスがSiC基材に比較的良好なCTEマッチを示している。

#### 【0102】

加えて、発明材料は、高温での酸化からのSiCの優れた保護を可能にした。重量増加の実質的な低減が、1400まで100時間暴露した後、得られたままの炭化ケイ素と比較してコーティングされた材料に観察された。シリコンを発明材料に取り込むことにより、アルミニノシリケートホスフェートガラス組成物を形成するためのシリコン源として機能するかもしれない。高温アニールの後、リンの若干の損失が観察されたが、表面は、環境保護を付与するために良好にシールされたようである。変更された方法では、CVDを含む公知のいずれかの方法によって、まずSiCコーティングを堆積し、次いで上述した

発明材料で表面を処理することによって、他の基材にも用いることができる。高温での用途で使用されるC/C及びC/SiC複合体は、酸化に対する保護が必要である。そのような処理は、これら及び他の非酸化及び酸化複合体システムの保護を高めるとみなすことができる。

#### 【0103】

本発明は、有機ポリマーコーティング及び酸化物層を生じさせるか又は生じさせないかもしない金属表面の間で良好な粘着力を促進するために用いることができる。ホスファート及びアルミナート基は、金属表面で金属原子と共有結合することができる。また、本発明のコーティング組成物は、有機物及びポリマーとの結合を改善するために、少なくとも他の有機物又は有機シラン又は有機リン酸塩の上層を含むかもしない。あるいは、有機樹脂と結合することができる少なくとも1つの反応性部位を有する他の有機物又は有機シラン又は有機リン酸塩の層が、他の上層として別個に適用されるかもしない。本発明は、特に比較的不活性な金属表面（貴金属表面、例えば、金、銀、プラチナ、パラジウム、イリジウム、レニウム、ルテニウム及びオスミウム等）と有機ポリマーコーティングとの間で粘着性を促進する発明材料の界面を提供するために役立つ。発明材料コーティングの粘着力促進効果は、金属-ポリマー材に限定されない。これは、同様に金属-セラミック、セラミック-ポリマー、ガラス-ポリマー、ガラス-セラミック、セラミック-ガラス、セラミック-セラミック及び他のシステムを含むことができる。

#### 【0104】

また、本発明は、ステンレス鋼等の表面上の虹色、非虹色、曇り防止、高反射（高反射率）のコーティングに関する。1ミクロン未満の膜厚のステンレス鋼上の酸化防止コーティングは、コーティングされた層に対する基材の屈折率の違いのために、虹色の色を示す。ステンレス鋼上の発明材料のアモルファスリン酸アルミニウムの薄膜コーティングは、高温で酸化に対して有効であり、よって、曇りを防止する。また、それらは、被覆された金属表面の反射性を維持するか、改善する。このコーティングは、また、物品上に装飾的なコーティングとして利用することができる虹色を示す。いずれかの理論に拘束されることは望まなければ、発明者は、コーティングにおいて観察される虹色がコーティングの化学作用、厚み及び均一性に依存すると考えている。

#### 【0105】

発明のコーティング材料は、薄いコーティングのために反射率、光彩、光沢及び他の光学的效果を改変するために、アンダーコート及びオーバーコートとともに、用いることができる。アンダーコートとして、3又は4価のリン原子を含むいずれのリン材をも用いることができる。リン化合物は、有機又は無機のいずれでもよい。有機リン酸塩は、有機亜リン塩に限定されず、例えば、リン酸塩、ホスホン酸塩、水素亜リン酸塩、水素リン酸塩、ポリリン酸塩、ポリホスホン酸塩、リン酸エステル類、亜リン酸エステル類、ホスフィン、アルキルクロロホスフィン、クロロホスフェート及びそれらの混合物とすることができる。無機リン酸塩は、限定されないが、例えば、金属リン酸塩、適当な溶媒と混合されたリン酸、五酸化リン溶液、ハログン化リン、リン及びそれらの混合物とすることができる。オーバーコートは、有機又は無機又はハイブリッドコーティングとすることができる。有機オーバーコート層は、限定されないが、有機分子又はポリマーの自己アセンブリ単分子層とすることができる。また、シラン系コーティングは、オーバーコートとして用いることができる。発明材料自体、アンダー及びオーバーコートとして機能することができる。また、発明材料コーティングは、有機又は無機添加剤を含むことができる。無機添加剤は、限定されないが、シリコン、鉄、亜鉛及びマンガン及び/又はそれらの混合物等の金属イオンとすることができる。ナノ結晶質酸化物は、限定されないが、例えば、酸化亜鉛、酸化チタン及びそれらの混合物とすることができる。

#### 【0106】

発明材料層は、有機テンプレート（例えば、ポリマー及び有機大分子）を用いる多孔性バルク材料として製造することができる。特に、高温半導体であり、熱的に安定な低k誘電体層を必要とする炭化ケイ素のために、設計された多孔性を有する発明材料を、低k誘

10

20

30

40

50

電体として及びシリコン、ヒ化ガリウム及びその他の半導体のためのコーティングとして用いることができる。プロセスとしてのスピンドルガラス法を、有効な拡散バリアとして機能する発明材料層を堆積するために用いることができる。コーティングが良好な機械的特性を維持することができるように、発明材料の多孔性はナノスケールとなるように設計することができる。コーティング組成物における有機含量は、プロセスのためにクラックを最小にするだけでなく、層の強度を改善するのを助長するために改変することができる。

#### 【0107】

発明材料コーティングを用いることにより、半導体、太陽電池、フレキシブルディスプレイで用いられるガラス、ポリマー及び他の関連基材の表面欠陥のシールを有効に達成することができる。さらに、発明材料コーティングは、酸素、湿気、ナトリウム及び他の環境要因の拡散に対するバリア層として機能することもできる。

#### 【0108】

また、半導体産業においてフォトプランクとして用いられる石英、ガラス及び他の基材上の欠陥をシールするために有用である。また、発明材料は、サブミクロンのスケールで、必要ならば化学的又は物理的方法を用いてエッチングすることができる。

#### 【0109】

スチール又は他の表面上の光彩ガラスコーティングは、表面の美的価値を高めることができる。金属表面上に被覆されたとき、発明材料は、虹色を示す。そのようなコーティングは、形状、サイン、部分標識化及び多くの他のものとして適用されるかもしれない。

#### 【0110】

溶液ベースのプロセスを用いてマイクロスケールレベルでの連続的なクラックのないコーティングを実現することは非常に困難な仕事である。ギャップを含む構造及び不均一な表面構造ではより困難である。先行技術では、そのようなコーティングは、半導体装置でケイ酸塩、ホウケイ酸塩及びリンケイ酸塩のスピンドルガラスコーティングによって提供される。しかし、それらはクラック及びナトリウム拡散のような欠点ならびに他の問題を有する。半導体産業では、既存のものを、製造コストを低減し、同等又は高い性能及び単一材料での複数の特性の組み合わせに置き換えることができる低コスト技術を探求している。

#### 【0111】

コーティングは、ナトリウム拡散を防止し又は制限するために十分厚く、気密であるとともに、クラックフリーでなければならない。双方の組合せは、ゾルゲルコーティング技術を使用して達成するのは困難である。コーティング技術の適当な改変及び発明のコーティング材料によって、これらの状況を達成することができる。コーティングは、コーティング上に多層フィルムを形成するために被覆基材を平坦化することができなければならない。コーティング材料は、高い絶縁破壊強度で安定していなければならない。連続的なカバレージ又は端部のコーティングを達成する際に問題を生じさせるかもしれない液体の表面張力機能を、適当な添加剤、発明材料及び改変発明材料前駆体の組成物、粘度及び濃度を用いることにより、最小限にするか、排除することができる。

#### 【0112】

発明材料は、限定されないが、石英、シリコン、炭化ケイ素、ヒ化ガリウム及び他の基材等の基材上のスピンドルガラスコーティングとして用いることができる。発明材料コーティングは、限定されないが、絶縁、低誘電率、平坦化及びイオンバリア等、半導体装置上のコーティングにとって不可欠な特性を有する。同様のコーティングを、発明材料の強力な粘着性の性質のため、それらの表面化学にかかわりなく、いかなる種類の不均一性の表面に形成することができる。発明材料及びその改変前駆体は、コーティング厚及び方法によって、修正 (conformal) コーティング及び平坦化コーティングの双方として用いることができる。発明材料コーティングは、必要ならば、より上質の表面を達成するために、MRF又はCMPのような他の平坦化技術を組み合わせることもできる。また、コーティングは、半導体装置を、取り扱い環境からナトリウム拡散に起因している問題から保護

10

20

30

40

50

することができる。発明材料及び改変発明材料の前駆体は、スピノングラス技術を用いて、流動可能なギャップ充填材料として用いることができる。このように発明材料は、流動可能なスピノン絶縁体を製造するために用いることができる。スピノングラス技術に基づいて、限定されないが、ファスナーのような複雑な形状を有する小さな製品を、溶媒、化学物質及び他の環境攻撃からの電解腐食（例えば、アルミニウムシャーシへのスチールファスナー）及び分解から保護するため、発明材料で被覆することができる。

#### 【0113】

金属及びポリマーホイル基材は、ディスプレイ、光起電力装置、熱シールド及びその他を含む種々の適用で用いることができる。発明材料の熱的安定なコーティングを、望ましい特性を与えるために、これらの基材上に連続的に堆積することができる。発明のコーティング材料の多機能性は、安価な処理コスト及び高スループットで、先行技術材料に対して相当な利益を提供することができる。例えば、発明材料は、電気的絶縁性を与えて、平滑な表面を提供するために堆積することができる。これは、十分な平坦性を付与することを要求されるさらなるコーティング層を伴うアルミナ層を堆積するために、一般に用いられる高価なPVD又はCVDプロセスを回避する。食品包装産業に対して、発明材料は、連続的なロール-ロール法でプラスチック基材上に堆積することができ、食物がこびりつかない特性を与えることができる。また、発明材料は、食物包装材料に又はから拡散するガスに対して、適当なバリア特性を与える。

#### 【0114】

真空ベースのコーティングは、処理方法のために本質的にピンホール及び他の欠陥を含む。真空ベースの薄膜の発明材料コーティングは、これらの欠陥を取り除くことができ、コーティングのバリア特性を有効に増大させることができる。さらに、発明材料コーティングは、他のタイプのコーティングを製造するために平坦化テンプレートの働きをすることができる。

#### 【0115】

装置、特にマイクロ及びナノ流体装置は、ブロー成形、ディップ成形、フィルム挿入成形（FIM）、ガスアシスト成形、反応射出成形、レジントランスマスター成形、回転成形、SF成形、熱可塑性射出成形、真空アシスト成形、圧縮成形、延伸ブロー成形、熱成形、UV反応成形もしくはエンボス加工又は他の成形法によってプラスチック材料から成形される金型を用いる。これらの装置は、限定されないが、バイオメディカル装置、光学通信システム（一部の直径は1mm以下、許容誤差は1μm以下）及びその他のような種々の分野での適用を見出している。ナノ構造の表面を伴うマイクロ光学部品、完全な透明性及び摩擦に対する長期耐性を伴う大面積自動車ウインドウは、プラスチック加工技術の最先端である。マイクロ流体のラボオンチップ（lab-on-a-chip）システムは、臨床診断及び生命科学研究を含む多くの研究所の適用への大きな可能性を有する。全血及び他の体液のような実際の臨床試料の困難な要求を取り扱うために非常に適している種々の装置が開発されている。その装置は、定量及び半定量的な分析及び分離適用のための自己充足的な不動態使い捨て商品として独立型の適用で使うことができ、あるいは、それらは高度な器具システムの構成部品として用いることができる。

#### 【0116】

ツールからの成形された部品の迅速で効果的なリリースは、いかなる効率的なモールドプロセスに対しても鍵である。処理中に、高温樹脂（例えば、ポリエーテルイミド）は、多くの標準的な離型添加剤の分解を引き起こす700°F以上の温度に達するかもしれない。新たな高温モールドリリースでは、一部表面でのより良い再生及び一部の低傾斜面による迅速なモールドサイクルを考慮して、処理窓の開口が必要である。モールディング表面は、金属、シリコンその他を含む。

#### 【0117】

また、プラスチック加工は、モールドが永久型のモールドで用いられたコーティングをリリースすることを必要とする。他の目的は、耐摩耗性、腐食抵抗力及び改善された樹脂フローのためのより良いコーティングである。成功したコーティングは、改善された部分

10

20

30

40

50

リリース及び部分品質、粗い材料からの摩損に対するモールドの保護及び低減された堆積の蓄積をもたらし、より早いモールドの洗浄を可能にする。また、モールドへの部分的な粘着、突き出しピンの破損、逆流弁のような不適切な稼動機械部品に起因する休止期間を消失させることによって、相当の経済利益が得られる。正味の影響は、サイクル時間を減少させ、メンテナンス間隔をより長くすることができる。

#### 【0118】

例えば、40ロックウェルCの硬度と18インチごとの12の空洞周囲長を有するP-20モールドは、テフロン（登録商標）ニッケル層、ラッピング化合物及びワイヤブラシ処理及びショットごとの前離型適用にもかかわらず、リリースすることが困難であるモールディング部品である。さらに、いかなる歪曲又は反りを引き起こさなくしようとすると同時に、72秒サイクルにおける最終工程で、労働者が手動で用心深くそれを型から引き離すことを含む。部品から剥がすことは時間がかかり、高くつくことが証明されている。スクラップ率は、30から40パーセントまで変動した。ツール表面上の6μmの仕上げが、自動的にリリースするこの種のスピーカー格子適用に必要であることが確認されている。従来のEDM技術を用いて、仕上げ仕事の150時間後に、わずか12から14μmの仕上げを達成することが可能である。150時間後に、それより良好ないずれかの表面仕上げを成し遂げることができた。

10

#### 【0119】

発明材料技術は、恒久的な離型コーティングとして有効かもしれない。発明材料は、従来の研磨技術に対してほんの少しの必要な仕事及びコストで、6μm以下の表面粗さに低減する利益を得ることができる。表面の粗さを低減することとともに、被覆表面の表面エネルギーも、自己アセンブリ又はそれ自体の上層とすることができる有機オーバー層で、低減することができる。12ミクロンの表面への発明材料コーティングで改善したエネルギー及び仕上げは、プラスチック及びマイクロ流体産業にとって非常に有益となり得る。ポリマー、金属、合金、高温安定ポリマー等の種々の材料が、適用の必要条件によって、成形の際に使用される。

20

#### 【0120】

軍用機のウインドウは、それがジェット戦闘機の天蓋か赤外線センサーのカバーであるかどうかにかかわらず、高速で破片によって砲撃されるのに耐え、パイロットが外を見る又は赤外信号を到達させるために、十分に透明性を維持するために、相当頑丈でなければならない。従来のイットリアからなるウインドウは、飛行状況によってひびが入る傾向がある。発明材料は高負荷で、そのようなナノ粒子を分散させ、コーティングとして適用する媒体として用いることができる。これは、赤外線ストアスキャナ及び他の適用のコーティングのための費用効果がよい方法として用いることができる。また、それは、ジェット戦闘機で天蓋の寿命を延ばすことを助長する。

30

#### 【0121】

本発明の種々の他の用途及び応用は、以下を含む。

発明材料コーティングは、熱スプレーコーティング産業で用いることができる。例えば、発明材料が、MCrAlY系タービン羽根のスプレーコーティングのための浸透シーラーとして、コールドスプレーコーティング適用のための供給原料として用いることができる。

40

#### 【0122】

疎水性オーバー相の有無にかかわらず、発明材料コーティングは、低濡れ性フロントガラスコーティングとして用いることができる。

低温アモルファスの発明材料コーティング/A<sub>1</sub><sub>2</sub>O<sub>3</sub>コーティングは、限定されないが、エレクトロニクス、テキスタイル及びポリマーを含む種々の分野で用いることができる。

#### 【0123】

発明材料は、熱いガスを取り扱っているシステムで用いられるNiの豊富な構成部材のための抗触媒性コーティングとして用いることができる。

50

本発明材料は、粉末冶金構成成分（焼結物硬化性）用の浸潤剤として用いることができる。

#### 【0124】

発明材料は、コーティング組成物として、燃料電池及びガス改質部品（熱い表面）において用いることができる。

金属上の発明材料コーティングは、腐食保護を伴う接着剤の改善及びラッカー粘着剤の改善のための界面層として用いることができる。

#### 【0125】

また、発明材料コーティングは、それらの低誘電率特性に関して、光電式及び他のセンサーに有用である。電気的絶縁性の発明材料コーティングは、金属ホイル上の太陽電池の設計を必要とする。発明材料コーティングは、太陽電池の電気的バックコンタクトと導電性基材との間の保護層として機能する。10

#### 【0126】

発明材料コーティングの厚み必要量は、適用によって変動する。

以下の表は、実用性と、限定されない必要な層の厚みとともに用途をリストしたものである。

#### 【0127】

##### 用途 / 層厚

高反射及び反射防止コーティング用光学層積層物 / 10 nm ~ 200 nm

プラスチックウェブ上の透明ガスバリアコーティング / 30 nm ~ 100 nm

ポリカーボネートシート上の耐摩耗性コーティング / 4 ~ 6 ミクロン

接着性改善用界面層（いくつかの基材） / 5 ~ 20 nm

スチール上の変換層（腐食防止、ラッカー接着） / 0.3 ~ 0.4 ミクロン

誘電コーティング（センサー、太陽電池のバックサイド保護） / 2 ~ 5 ミクロン

発明の材料コーティングは、基材表面の種々の特性を調節するために、非常に有益となり得る。例えば、異なる会社によって製造されたスライドガラスは、同じ組成を有さないかもしれない。同じメーカーのものでさえ、異なるバッチのスライドガラスは、必ずしも一致しないかもしれない。例えば、表面粗さは、これらのサンプルが経た処理によって異なるかもしれない。例えば、マイクロアレイのようなサンプルでほとんど同一の表面特性を備えることは、用途によっては非常に重要である。発明材料コーティングは、均一な表面上の特徴（例えば、均一な表面の化学的均一な表面粗さ等）を提供することができる。20

#### 【0128】

金属及び合金（例えば、チタン、Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V、CoCr）は、それらの優れた機械的特性及び非毒性な挙動のために整形移植組織のための材料として広く使われている。高い強度及び耐疲労性ならびに有効性、加工容易性及び低コストは、インプラント歯科学において、金属によって得られる重要な役割を証明する。これらの金属が周辺組織、特に硬い組織、合金と一体化するかもしれない。化学的及び機械的結合を示し、良好な生体適合性/組織適合性及び生体機能性を示すため、特別な重要性がチタン及びその合金ならびにCoCr合金に与えられる。とりわけフレッティング疾患が、粒子疾患、引き続いて移植組織剥離を招くかもしれない磨耗粒子の生成に強く寄与するため、腐食の差及び高い割合が、移植組織材料の選択に影響する。また、微生物汚染物質及び生物膜への金属表面の親和性は、重大な問題である。移植組織感染症の割合は、危険の多いインプラントの交換を必要とし、良好なクリニックでさえ、2%から3%に達するかもしれない。最初のインプラント及びインプラントの交換のための慎重な設計は、応力遮蔽及び骨株の損失の問題に直面する。大部分の先行技術で、コーティングはひびが入り、ガラス-金属界面の信頼性が乏しい。そのため、強力に付着し、保護及び生体適合性のあるコーティングが非常に有益であろう。30

#### 【0129】

先行技術で、装置産業において用いられたポリマー、金属及び合金又は他の生体適合物質の表面を改質することが、種々の方法が開発されている。その例は、従来のコーティン40

グローバル（例えば、スプレー又は浸漬）、真空蒸着技術、拡散、レーザー及びプラズマプロセスのような表面改質技術、化学めっき、グラフト又は結合、ヒドロゲルカプセル化及び高エネルギー粒子の衝撃が挙げられる。一般に、例えば、より簡単に挿入するために付着しないコーティングをカテーテルに付加することによって、部品又は装置において、物理的又は機械的特性を改善することを達成することが目的であった。しかし、次第に、表面改質は、特定の望ましい生体反応を誘発するか、潜在的な副作用を妨げることを目指している。低摩擦、疎水性、親水性又は他の官能化コーティングが、頸動脈及び胆管閉塞、抹消血管疾患を治療するため用いられ、頸動脈ステント、ガイドワイヤ、カテーテル等に使用するために、侵襲性器具、製品及びアクセサリコーティングが必要とされている。

## 【0130】

10

本発明は、発明材料に基づく保護的、機能的、生物学的適合性のコーティングを開発することに関する。発明材料の組成物は、医療装置とインプラントとの上にコーティングするための必要を適合させるように手直しすることができる。金属又はポリマー基材上の発明材料コーティングは、相当程度摩擦係数を低下させることができる。コーティング及び硬化の後、発明材料の表面は、親水性又は疎水性となっている。発明材料コーティング上に自己アセンブリ有機層又は有機層のコーティングを用いることにより、適当な機能性を与えることができる。ヒドロキシアパタイト又は他の生理活性ナノ粒子を、生体適合性を改善するために、発明材料コーティング中に取り入れることができる。生理活性層、例えば、ヒドロキシアパタイトは、真空、プラズマ又はゾルゲルベースのコーティング技術を使用して堆積することができる。この場合、発明材料コーティングは、生理活性材料とともに金属又は重合医療装置基材間で粘着力を向上させる接着材層の働きをすることができる。

## 【0131】

20

発明材料コーティングは、例えば、外科的プローブ、照明製品等で使われる溶融シリカ又はクオーツ及び他のアモルファス材料のアルカリ又は他の種での反応からの失透を、有効の防止又は低減することができる。

## 【0132】

30

境界潤滑は、多くのシステムの注油特性を強化することが知られている。本発明は、発明材料コーティング表面上のアルキルフルオロシランの堆積及びそのような有機層の安定性に取り組む。なめらかな表面は、低い摩擦特性にとって非常に望ましいが、相当の表面の準備を必要とし、合金表面のピットのような表面欠陥の存在は、表面の仕上がりの品質を制限する。表面を平坦化することができる良好な接着性、摩滅抵抗するコーティングは、摩擦学的適用のために非常に有用である。発明材料膜は、潤滑油及び雰囲気の双方から基材の腐食を防止することができる。気密な発明材料コーティングは、潤滑油及び雰囲気には存在する腐食性の種から基材を保護することができる。

## 【0133】

ポリマー等の材料上の発明材料コーティングは、a) 光照射（例えば、UV照射）に対して良好な保護、b) 酸、アルカリ、有機溶媒及び他の化学物質に対して良好な保護、c) コーティングが被覆表面を平坦化し、表面粗さを低減するようにポリマー表面における欠陥（例えばピット）を適切にシールし、粒子を被覆する、d) 不活性ガス（例えば、酸素、窒素、水素）に対して、化学的に活性なガス（例えば、水、二酸化炭素）ならびに液体及び蒸気（例えば、原子、ファインケミカル、ガソリン）に対する良好なバリア、e) 原子酸素、窒素、酸素、水素及び低地球軌道で見出され又は実験室で開発された他の元素に対する良好なバリア、f) 種々の源（例えば、常習的な取り扱い材料、高速材料での衝撃等）から発生するポリマー表面の機械的ダメージに対する良好な保護、g) 酸化に対する良好な保護、h) 腐食に対する良好な保護、i) 湿気に対する良好な保護、j) 体液、化学物質及び微生物からの腐食に対する医療用途で用いられるバイオメディカルポリマーの良好な保護、k) 平坦化によるポリマー表面の摩擦係数の低減及びl) 被覆ポリマー表面の耐摩耗性の増加を付与する。理論に束縛されることを望まないならば、これらのうち、適切で革新的な特性は、高密度で、連続的で、スムーズで、強力な粘着性の無機、主

40

50

に無機又は無機・有機複合体コーティングの形成を促進する発明材料の能力である。

【0134】

プラスチックフィルム又は基材を形成するポリマーの例に関して、セルロースエステル類（例えば、トリアセチルセルロース、ジアセチルセルロース、プロピオニルセルロース、ブチリルセルロース、アセチルプロピオニルセルロース、ニトロセルロース）、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリエステル（例えば、ポリ（エチレンテレフタレート）、ポリ（エチレンナフタレート）、ポリ（1,4-シクロヘキサンジメチレンテレフタレート）、ポリエチレン-1,2-ジフェノキシエタン-4,4'-ジカルボキシレート、ポリ（ブチレンテレフタレート））、ポリスチレン（例えば、シンジオタクチックポリスチレン）、ポリオレフィン（例えば、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリメチルベンテン）、ポリスルホン、ポリ（エーテルスルホン）、ポリアリーレート、ポリ（エーテルイミド）、ポリ（メチルメタクリレート）及びポリ（エーテルケトン）が含まれる。トリアセチルセルロース、ポリカーボネート、ポリ（エチレンテレフタレート）及びポリエチレンナフタレート）が好ましい。ポリマーからなる包装材料は、例えば、ポリプロピレンPP、ポリエチレンPE、ポリアミドPA、PET、種々のポリマー材料（例えば、PP/PE、PET/PP、PET/PE、PE/PA）からなる積層膜が挙げられる。  
10

【0135】

フレキシブルディスプレイ装置に用いられるプラスチック層は、例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリビニルブテレート、ポリエチレン及び置換ポリエチレン、ポリヒドロキシブチレート、ポリヒドロキシビニルブチレート、ポリエーテルイミド、ポリアミド、ポリエチレンナファラート（polyethylenenaphthalate）、ポリアミド、ポリエーテル、ポリスルホン、ポリビニルアセチレン、透明熱可塑性物質、透明ポリブタジエン、ポリシアノアクリレート、セルロース系ポリマー、ポリアクリレート及びポリメタクリレート、ポリビニルアルコール、ポリスルフィド及びポリシロキサンから作ることができる。  
20

【0136】

また、基材は、積層体の形態とすることができる、複合体のプラスチック層は、いずれかの適当な方法によってガラス層上に被覆される。つまり、(i)プラスチックがすでにフィルムとして存在し、ガラスに積層され、(ii)プラスチックは、フィルム形態ではないが、ディップ、スプレー及び他の方法によってグラス上に被覆された異なる状態とすることが可能である。上述したプレポリマーは、例えば、(ii)の場合に従う。しかし、上述した他のプラスチックのいくつかは、(ii)の場合のために被覆してもよい。この例において、ポリマーは、溶液、溶融又はプレポリマーから被覆することによって、実質的にガラス上に被覆することができる。  
30

【0137】

基材は、また、高温の熱安定性を有するいかなる有機物、望ましくは有機ポリマーであつてもよい。ポリマーは、熱可塑性物質または熱硬化性物質、望ましくは高温熱可塑性物質（例えば、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリエーテルイミド、ビスマレイミド）、フッ素樹脂（例えば、ポリテトラフルオロエチレン）、ケトン系樹脂、ポリフェニレンスルフィド、ポリベンズイミダゾール、芳香族ポリエステル及び液晶ポリマーとしてもよい。さらに、ポリオレフィン、特に、結晶性の高分子量タイプを用いることができる。  
40

【0138】

硬化は、縮合し、A1-O-A1、P-O-A1基の形成をもたらすことができるいかなる方法によっても生じさせることができる。例えば、熱処理、関連周波数のUV光の露光、3以上へ溶液のpHを増加させること、IR放射線の暴露、マイクロ波放射の暴露、P-O-R基を加水分解することができる化学物質への暴露、縮合率を増大させができる適当な化学物質の添加又は上記の方法のいずれかの組み合わせである。

【0139】

ポリマーへの無機コーティングの粘着力は、先行技術で報告されるコーティングの使用を制限する重大な問題である。粘着力をテープテストで測定することは、発明材料で被覆されたポリイミドサンプル（ASTM D-3359のテストと同様）において実行した  
50

。3M(商標)スコッチ(商標)テープを、コーティング上に適用し、次いで、迅速に剥がした。ポリイミド膜上の発明材料の除去又は接着力の損失はなかった。180°まで屈曲した後の発明材料で被覆されたポリイミドの光学顕微鏡観察では、コーティングのいかなるクラックもなかった。これらの結果は、ポリマーの上でCerablak(商標)の強力な接着力を示す。リン酸ベースのコーティングは、ポリマー上で強力な粘着力を示すことは、知られている。例えば、ポリエチレン及びポリ(テトラフルオロエチレン)上のリン酸カルシウムは、それぞれ6.4及び5.8MPaの粘着強度を示した。いずれかの理論に拘束されることを望まないならば、強力な接着力は、コーティングの硬化の間、リン酸基とポリマー界面との間のC-O結合の形成によると考えられる。粘着力は、Arイオンで基材をあらかじめ処理することによって向上させることができる。発明材料の前駆体溶液は、若干酸性であるが、コーティングプロセスの間、酸に敏感なポリマー基材面にダメージを与えない。

#### 【0140】

前駆体溶液においてリンに結合する有機基は、P-O-R基をP-OH基で置換することによって低減させることができるか、完全に消失させることができる。しかし、前駆体溶液のいずれかの化学変化が、縮合及び薄膜の形成に影響を及ぼすかもしれない。発明の前駆体溶液のいくつかの実施形態では、特徴的な[O=P-O-A1-O-A1]結合を有するアルミニノホスフェート複合体を保持することができる。いずれかの理論に拘束されることを望まないならば、有機含量は、「P-OH」種の相対的な含量を増大させることにより、かなり低減させることができる。溶媒として水または他の非アルコール系化学製品を使うことに加えて、有機含量は、立体配置的に障害されたアルコール類(例えば、硝酸アルミニウムの溶媒としてのイソブチルアルコール)を用いて低減させることもできる。凝集されたリン酸塩(P-O-P)基によるイソブチルアルコールの反応速度は低い。たとえP-O-i-Bu基が溶液中で形成されるとしても、それらは還流で除去することができ、室温でガスである2-メチルプロパン(沸点:6.6)を形成する。

#### 【0141】

アルコール類による低表面エネルギーポリマーの濡れは、課題である。高硬化温度が接着力を改善するために必要かもしれないため、接着力は懸念である。ポリイミドフィルムの場合、発明材料コーティング接着力は、いずれの表面処理がなくても、良好であることを示す。いずれかのポリマーに対してコーティング粘着力が弱い場合、ポリマー表面の改変を採用することができる。いくつかの技術、プライマー堆積、表面アセンブリ単分子層SAMの使用、酸素プラズマエッティング及び硫化クロム(sulfochromic)浴処置を、濡れを改善するのに用いることができる。発明材料コーティングは、また、他の金属で、ポリマー及び無機コーティングのために、下塗り又は粘着力を促進する層を用いることができる。

#### 【0142】

下層及び上層は、いずれかの有機ポリマーコーティング、無機-有機複合型コーティング又は金属コーティングから選択することができる。また、これらの層は、異なる組成の同じ発明材料から形成することができる。これらの層は、また、いずれかの無機又は有機官能化剤で改質された発明材料前駆体によって形成することができる。例えば、UV放射線保護のためのUV吸収体、ZnO、CeO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>のような散乱体、抗菌活性のためのAgイオン、電気特性のためのITOのような透明金属酸化物、機械的特性を改善するためのSiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>又は親水性を与えるためのTiO<sub>2</sub>のような光触媒種が挙げられる。これら下層及び上層のいくつかの層は、必要に応じて形成することができる。発明材料コーティングは、適当に改変された屈折率でポリマー表面を平坦化することができ、被覆された重合基材から光の散乱を低減することを助長する。

#### 【実施例】

#### 【0143】

以下の非限定的な実施例及びデータは、それとともに種々のリン酸アルミニウム化合物及び関連した組成物の使用を含む本発明の複合体、製品及び方法に関して種々な観点及び

10

20

30

40

50

特徴を例示する。そのことはここに記述される合成方法論を通して入手される。先行技術と比較すると、本発明の組成物、複合体、製品及び関連した方法は、意外であり、予想外で、それらと対照的な結果及びデータを提供する。本発明の有用性は、それとともに使われるいくつかの複合体／製品とリン酸アルミニウムを主成分とするコーティング組成物を用いることにより例示される一方、相当する結果が種々の他の複合体／製品及びコーティング組成物で入手できることは当業者によってよく理解されている。そして、そのことはこの発明の範囲に相応している。

#### 【0144】

##### 実施例1

アモルファスリン酸アルミニウムコーティングを堆積する好ましいひとつの方法は、透明化前駆体溶液、好ましくは有機溶媒中にアルミニウム塩及びリン酸エステルを含む溶液を用いる。アルミニウム：リン比が2：1のアモルファスリン酸アルミニウムコーティングを堆積するために用いられる溶液は、300mLエタノール中にA1(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>・9H<sub>2</sub>Oを264g溶解することにより調製する。別の容器に、100mLエタノールに、25gのP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を溶解する。これらの溶液を混合する。得られた溶液を0.2モルA1/L溶液の濃度に、エタノールで希釈する。この溶液を、基材上にアモルファスリン酸アルミニウムを堆積するために用いる。

#### 【0145】

##### 実施例2

アルミニウム：リン比が4：1のアモルファスリン酸アルミニウムコーティングを堆積するために用いられる溶液は、300mLエタノール中にA1(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>・9H<sub>2</sub>Oを528g溶解することにより調製する。別の容器に、100mLエタノールに、25gのP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を溶解する。これらの溶液を混合する。得られた溶液を0.2モルA1/L溶液の濃度に、エタノールで希釈する。

#### 【0146】

##### 実施例3

ステンレス鋼プレートを洗剤と水で、続いて、メタノール中で超音波によって洗浄した。実施例1で調製した溶液に浸漬した。ヒートガンを用いて乾燥した。乾燥サンプルを1分間、400で加熱し、室温に冷却した。硬化したステンレス鋼表面は強い虹色を示した。この種の発明材料コーティングは、物品の装飾コーティングとして適用することができる。

#### 【0147】

##### 実施例4

ステンレス鋼プレートを洗剤と水で、続いて、メタノール中で超音波によって洗浄した。次いで、リン酸とアルミニウム混合物を含むアルコール溶液に浸漬した。次に、ヒートガンを用いて乾燥した。乾燥サンプルを1分間、400で加熱し、室温に冷却した。

#### 【0148】

##### 実施例5

実施例4で製造したサンプルのIR吸収スペクトルを、80°かすめ角アクセサリーを用いたパーキン・エルマー・スペクトル・ワン・スペクトルメータで記録した（図1）。

#### 【0149】

##### 実施例6

実施例1で調製された前駆体溶液のオーバーコートを、実施例2で調製したサンプル上にディップコーティングによって塗布した。次いで、サンプルを15分間、500で熱処理し、室温に冷却した。プレートの未被覆部は、酸化のために変色する。被覆部は輝いて、銀色を保持した。前駆体溶液濃度、組成物及びコーティング状態は、被覆された表面の表面モロジーに強く依存する。このように、発明材料コーティングの虹色の光彩効果は、前駆体及びコーティング法の適切な改変によって取り除かれるかもしれない。

#### 【0150】

##### 実施例7

10

20

30

40

50

実施例 6 で製造したサンプルの I R 吸収スペクトルを、 80 ° かすめ角アクセサリーを用いたパーキン・エルマー・スペクトル・ワン・スペクトルメータで記録した（図）。

#### 【 0 1 5 1 】

##### 実施例 8

発明材料で被覆されたステンレス鋼の一表面に、指紋の痕跡を、表面に親指を押し付けることで形成した。次いで、その痕跡をふき取るために清浄クロスを用いた。親指の痕跡は、審美的な、快い、きれいな表面を残して、非常に容易に被覆表面から除去することができた。同様の清浄方法を用いては、未被覆表面から指紋の痕跡を除去することはできなかった。

#### 【 0 1 5 2 】

10

##### 実施例 9

固体基材の発明材料コーティングの着色に抵抗する作用をこの実施例で示す。種々の材料（例えば、ケチャップ、H<sub>2</sub>O + N a C l、トマト、レモン、茶、コーヒー、ミルク、酢酸、クエン酸 20 %、ラード + オレイン酸、ジャム、バター、オリーブ油及び他のアイテム）を、発明材料が被覆されたステンレスカーポンにつけ、室温及び 90 ° で乾燥した。次いで、水で洗浄し、続いて視覚的に被覆表面についていたいずれかのしみについて調べた。発明材料で被覆された表面は、少しの汚れも示さなかった。

#### 【 0 1 5 3 】

##### 実施例 10

実施例 5 で調製された、発明材料で被覆されたステンレス鋼サンプルについて、鉛筆硬度試験を行った。鉛筆硬度は、 6 H を超えることが認められた。

20

#### 【 0 1 5 4 】

##### 実施例 11

発明材料で被覆された表面の反射率を、 700 ° に加熱処理する前後で測定した。反射率は、未被覆対照サンプルと比較して、被覆表面で維持された。

#### 【 0 1 5 5 】

##### 参考例 12

結晶アルミナ（サファイア）の小片サンプルを脱イオン水、アセトン及びメタノールで洗浄した。次いで、実施例 2 ( 4 : 1 の A l : P 比 ) で調製された前駆体溶液を用いてディップコートした。ディップコートの引き出し速度は 2 cm / 秒である。次いで、 800 ° で 10 分間硬化した。透明なコーティングが得られた。

30

#### 【 0 1 5 6 】

##### 参考例 13

サファイア上の発明材料コーティングの T E M イメージは、気密で、高密度で、均一な発明のコーティングを示す（図 3）。発明材料コーティングから得られた電子回折パターンは、コーティングアモルファス特性を示す。発明材料膜は、膜厚 140 nm 以下で均一である。高解像度 T E M は、膜中で典型的なアモルファスコントラストを示した。発明材料とサファイアとの間に界面層（ 5 nm 以下）がある。

30

#### 【 0 1 5 7 】

##### 参考例 14

40

部分的に発明材料で被覆されたエナメルカーポンのテストでは、 300 ° で 15 分間硬化したトマトソースを、水及び柔らかい布だけを用いて、被覆していない領域と比較して、被覆領域において、比較的容易に除去されたことを示す（図 4）。この残渣は、光学顕微鏡下で観察したとき、基材に良好に結合しているようであった。

#### 【 0 1 5 8 】

##### 参考例 15

熱処理後の 1 μ m 研磨の未被覆 S i C 表面及び発明材料で被覆された S i C は、未被覆に比較して反射面を示した（図 15）。

#### 【 0 1 5 9 】

##### 参考例 16

50

発明材料で被覆され、熱処理された SiC の AFM イメージは、非常に平滑な表面を示した（図 6）。

#### 【0160】

##### 実施例 17

いくつかの金属、合金及びガラス基材のために観察した発明材料膜の気密特性に基づいて、発明材料がかなり良好にポリマー上でマイクロスケール面欠陥をシールするのに有用であることが予想される。図 7 は、膜によって誘導される顕著な平坦化効果を示す発明材料で被覆された金属合金表面の AFM イメージを示す。表面の粗さの 4 X を超える低減が膜の存在で見られる。

#### 【0161】

10

金属表面（ミクロン仕上げの研磨後でさえ）上のミクロンスケールの表面欠陥は、酸化の開始部位として用いられる。金属基材が高温酸化の間、酸化されて、これらの小さな表面欠陥は酸化の開始点として用いられる。これらの小さな欠陥は、大きなピットになる。しかし、点食が基本的に消失するように、比較的薄い発明材料膜を十分に堆積することによって、これらの欠陥を被覆する。これらの結果は、被覆表面でミクロンスケールの欠陥（かき傷、ピット等）をシールすることに対する発明材料の可能性を示す。

#### 【0162】

##### 実施例 18

銅のブロック 1 × 3 径を、アセトン及びメタノール中の超音波処理で洗浄した。次いで、発明材料前駆体溶液中でディップコートした。空気中で乾燥し、200 の炉中で 15 分間熱処理した。この熱処理後の発明材料コーティングの作用を写真に示す（図 8）。発明材料で被覆された部分は、明るく、輝いたままである。他方、コーティングしていない側は、完全に曇っている。同様に銅、真鍮及び他の金属ワイヤを発明材料で被覆することができ、酸化及び環境ダメージに対して保護することができる。

20

#### 【0163】

##### 参考例 19

発明材料で被覆したスライドガラスの AFM イメージを、被覆していないガラスとともに、図 9 に示す。発明材料で被覆された表面は、非常に平滑で rms 粗さは被覆されていないガラスと桁違いに低減する。

#### 【0164】

30

##### 実施例 20

重合基材上のセラミック材料のクラックのないコーティングの形成は、大きな熱膨張係数の不適合及び重合基材の熱感受特性のため、技術的課題である。特に、コーティングが高温で硬化するならば、残りの熱ストレスは膜にクラックをもたらす。これは、コーティング厚さを最小限に維持し、膜の基材に対する粘着力エネルギーを増大する場合に、最小限に止めることができる。これらの双方の形態の発明材料は、低粘度であり、比較的低温で熱分解により容易に分解するリン酸ベースの前駆体溶液のため、達成することができる。ポリイミド複合体上の発明材料コーティングの光学イメージは、被覆表面に対する平坦化作用を示した。また、発明材料は欠陥をカバーし、そのような隙間を作ることなく、表面を気密にする。

40

#### 【0165】

##### 実施例 21

ポリビニルピロリドン、PVP (MW 630000) を、実施例 2 で調製した発明材料の前駆体溶液に溶解した。溶液中の PVP 量を 0 ~ 100 重量 % で変化することができる。溶液の濃度は、PVP 含量の増加に伴い増大する。また、溶液を、PVP と A1(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 及び P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 溶液を混合することによって直接調製することができる。他の分子量の PVP を用いることもできる。

#### 【0166】

##### 実施例 22

ポリカーボネートサンプル（1 × 1 径）を、30 秒間、硫化クロム浴中に浸漬した。次

50

いで、大量の脱イオン水で洗浄した。続いて、実施例2で調製した発明材料の前駆体溶液でディップコートした。ヒートガンで被覆サンプルを乾燥した。次いで、130℃のオーブン中で熱処理した。しばらく硬化させた後、透明コーティングが形成された。

#### 【0167】

##### 実施例23

ポリカーボネートサンプル(1×1径)を、30秒間、硫化クロム浴中に浸漬した。次いで、大量の脱イオン水で洗浄した。続いて、実施例3で調製した改変発明材料の前駆体溶液でディップコートした。ヒートガンで被覆サンプルを乾燥した。次いで、130℃のオーブン中で熱処理した。しばらく硬化させた後、透明コーティングが形成された。

#### 【0168】

##### 実施例24

メチルエチルケトン溶液を、実施例5で調製した発明材料で被覆されたポリカーボネート膜の表面に滴下した。ポリカーボネートとの反応は認められなかった。これは、発明材料コーティングの化学物質に対する保護能及びその良好なバリア特性を示唆する。

#### 【0169】

##### 実施例25

メティウム中に分散したナノサイズの酸化亜鉛粒子を、実施例2で調製した発明材料の前駆体溶液と混合した。酸化亜鉛の量は、変化させることができる。また、溶液を、酸化亜鉛とAl(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>及びP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>溶液を混合することによって直接調製することができる。

#### 【0170】

##### 実施例26

発明材料コーティングの硬化状態を測定するために、発明材料で被覆されたステンレス鋼箔のFTIR反射率スペクトルを、温度と熱処理時間との関数として記録した(図10)。リン酸エステルのための有機吸収ピーク(1370、1432、1473、1720、2987cm<sup>-1</sup>)の強度が減少し、完全に結合したPO<sub>4</sub>基のための単一の強力な吸収が、硬化温度及び時間の増加とともに1200cm<sup>-1</sup>付近に現れた。硬化温度が増加するにつれて、要求される熱処理を短縮化することができる。FTIRデータに基づいて、325℃の硬化温度が、若干の水を含んで完全な無機コーティングを得るために必要である。クラックのないコーティングは、340℃まで、発明材料で被覆されたポリイミドを硬化することによって得られた。コーティングの硬化温度及び安定性は、基材の性質、厚み及び処理前の形態によって変化させることができる。硬化温度は、発明材料の前駆体溶液の構成に従い、異ならせることもできる。200℃より長い時間熱処理したサンプルのFTIRデータは、コーティングが、200℃での硬化でさえも十分に高密度で気密であることを示すであろう。コーティング中の残留水分含量においてわずかな変化を示したことには注目することは興味深い。この研究によると、200℃の硬化温度は、ポリマー上の保護コーティングを形成するのに十分に違いない。しかし、より高温では、より良好な粘着力を付与し、気密品質がより良好であろう。

#### 【0171】

##### 実施例27

清浄なステンレス鋼箔を、実施例1で調製した前駆体溶液で被覆した。サンプルの熱処理を、800℃を超える炉中で、数秒間行った。フラッシュ硬化された発明材料コーティングのかすめ角赤外線反射スペクトルは、有機物及び水分子の欠如と完全に硬化した無機金属ホスフェート層の形成を示す(図11)。このフラッシュ硬化プロセスの間、表面コーティングは、500℃より高い温度に達するが、基材は、250℃未満である。このフラッシュ硬化技術は、ある種のコーティングプロセス(例えば、ロール-ロール等)及びポリマーのような熱に敏感な基材のために好ましい。

#### 【0172】

##### 実施例28

ポリイミドは、有機樹脂として分類され、それらの特別な熱的及び化学的抵抗性のため

10

20

30

40

50

にエンジニアリング適用で用いられる。半導体産業で、これらの材料が、主に柔軟なプリント回路基材のため及び無線、デジタル及びコンピュータ産業の集積回路適用のための基材として用いられる。これらの材料の表面仕上げは、それらの性能に直接的な影響を及ぼし、従って、これらの形態を最適化することが重要である。発明材料は、清浄されたポリイミド膜上を被覆し、300 °で1時間硬化する。発明材料で被覆されたポリイミド膜のSEMイメージは、コーティングのクラックのない特性を示した。また、ポリイミド面上の粒子は、発明材料コーティングによって被覆される。

## 【0173】

## 実施例29

発明材料コーティングへのナノスケールのZnO(10mol%未満)の40%の添加によるUV吸収の低減。この実施例は、発明材料へのUV吸収剤の添加の作用を示す。発明材料及びサファイアプレート上に被覆された発明材料に分散されたZnOのUV-可視透過スペクトル(図13)。

10

## 【0174】

## 参考例30

発明材料コーティング又は表面の処置を含む石英ガラス製品は、用益の間、環境でケイ酸塩反応を防止することができる。この実施例の結果は、溶融シリカサンプル上の発明材料コーティングのこの作用を示す。融解シリカサンプルを、部分的に発明材料で被覆し、硫酸ナトリウムで、900 °、15時間処理した。この処理条件下で、被覆されていない溶融石英はナトリウムイオンとの反応のために不透明になり、発明材料で被覆された部分は透明のままであり、ナトリウムイオン拡散に対して発明材料コーティングのバリア効果を示す(図14)。

20

## 【0175】

## 実施例31

発明材料の実施形態は、化学的、熱的に安定な結合剤又は接着剤として用いることができる。これらの実験において、改変前駆体溶液を、結合すべき一表面に適用し、他表面を、第1に押し付け、前駆体溶液が十分に、結合すべき2つの小片を被覆したことを確かめた。2つの小片と一緒に固定し、無機材料を形成するために熱処理した。製造されたジョイントは、これらの予備実験での低レベルの労力を考慮すると、比較的良好な結合強度を示した。リン含有量は、透過性及び接着力強度の双方に作用するであろう。発明材料のリンに富む組成物は、比較的高いリン含有量であるため、IR範囲における若干の吸収を示したが、結合は、より強力であるかもしれない。結合実験を、ガラスとステンレス鋼クーポンとの上で行った。ガラスは非常に滑らかな表面を有しており、一方、鋼は#3仕上げを有していた。これらの実験は、発明材料ベースの接着剤は、表面仕上げが異なる基材材料を結合することができることを証明した。

30

## 【0176】

この適用への直接的な関連のさらなる証拠を提供するために、サファイアプレート(長方形の)を、ZnSディスククーポンに結合した。結合は、ジョイントの熱安定性をテストするために、1時間、空気中で、450 °にてアニールした。材料は、良好な結合を維持し、発明材料接着剤の強力な特性を示唆する。結合対の透過スペクトル測定では、サファイアの不透明さのために、6 μm以上での透過率が減少するが、3~5 μmにおいて良好な透過性を示す(図15)。

40

## 【0177】

## 参考例32

発明材料は、他の元素(例えば、シリコン)の添加又はドーピングを含む広範囲にわたるAl/P比(例えば、0.5/1~10/1及び25/1)で合成することができ、それは特定の機能的な特性を誘導するのに必要かもしれない。図16で示したように、ZnS上の種々の組成物の2つの発明材料膜の透過性の比較では、6/1のAl/P比が、シリコン添加(二酸化ケイ素も同領域周辺で吸収)で比較的リン酸塩に富む組成物に比較して、無視できるほどのリン酸塩吸収を示すことが分かる。しかし、良好な粘着力が、リン

50

酸塩種によって提供されるので、透過性及び高い粘着強度のバランスを見出すことが必要かもしれない。このように、発明材料システムは、特別な性質を手直しするために柔軟な構成バリエーションを可能にする。

## 【0178】

## 実施例33

## ポリマー上のコーティングの用途

## 【0179】

## 【表1】

産業	コーティングの機能	例	
航空宇宙	拡散バリア、静電気コーティング、宇宙環境作用に対する保護	浴室鏡、照明カバー、熱成形部材、トレイ、机、窓	10
器具	湿気及び酸素の拡散バリア	コンソール、膜スイッチ、幕面パネル食物貯蔵容器、印刷ラベル、нейムプレート	
自動車の設計	機械的ダメージ(腐食)に対する保護、容易な掃除、フロントガラスの疎水性コーティング、反射防止コーティング、静電気防止コーティング	バンパー、アセンブリ、板ガラス	
ビル及び建築物	腐食に対する保護、容易な掃除、疎水性コーティング、抗反射コーティング	一般板ガラス、照明パネル板ガラス、オフィスインテリア、プライバシー板ガラス、公共ビル、屋根、照明、隔壁、天窓、音壁、壁パネル、窓	20
電気・電子機器	電気絶縁体、拡散バリア	筐体、絶縁バリア、印刷回路	
加工機械	機械的ダメージに対する保護(摩擦、腐食)	ブッシング、ベアリング、ギア	
メンテナンス、材料取り扱い	摩擦及び腐食に対する防止、コーティング	シュートライナー、コンベア摩擦ストライプ、組み立てパーツ、機械ガード、熱成形トレイ	
航海用	機械的ダメージに対する保護、疎水性コーティング	ダイブプラットフォーム、エクステリア、インテリア、室内装飾部材	30
光学媒体	湿気バリア	ディスプレイLCD、OLED	
印刷	機械的ダメージに対する保護	装飾ラミネート、メンブレンスイッチ、ネームプレート、オーバー層	
安全装備	機械的ダメージに対する保護	ゴーグル、機械ガード	
信号、ディスプレイ	機械的ダメージに対する保護	バックライトサイン、ビル看板、チャネルレター、地上装備産業ネームプレート、LEDカバー、メニューカバー、ポールマウント、POPディスプレイ、熱成形サイン、トレードショープース、ベンディングカバー、壁マウント	40
テレコム、ビジネス基材	機械的ダメージに対する保護光学部材の容易な掃除	携帯電話カバー、ダイカット絶縁体、キーボード、キーパッド、レンズ、カバー、モニター、ディスプレイ	
交通	機械的ダメージに対する保護	バグシールド、看板、インテリア、熱成形部品	

## 実施例34

## 50

1 以上の上述又は実施例に関して、種々の複合体及び / 又は製品要素を、公知のロール - ロール又は連続的製造方法を用いて製造することができ、この発明を認識する当業者に理解されるであろう。従って、上述したリン酸アルミニウム組成物のコーティング及び組み込まれた引例の方法（例えば、Cerablak（商標）化合物及び製品、アプライド・シン・フィルム・インク、エバンストン、IL）を、広範囲にわたる基材材料に適用することができる。そのような器材装置及び構成は、米国特許第6,951,770号及び第6,878,871号により完全に記述されている（それぞれ全趣旨を参照することによりここに取り込む）。

#### 【0180】

任意に、基材は、まず、剥離した表面デブリスを除去し、続いて、1 以上のスプレー又は浸漬塗布法を用いて、適当な有機又は水性溶液（例えば、アルコール又は洗剤 / 水）で脱脂し、水及び / 又はアルコール rinses を行うことができる。乾燥オーブン（約 50 から 500 の温度範囲で）を、全ての溶媒を除去するために用いることができ、空気流、乾燥空気、酸素、窒素又は他のいかなる不活性ガスも使用することができる。

#### 【0181】

上で及び / 又は組み込まれた引用で示されたように、リン酸アルミニウム組成物の前駆体溶液は、基材にスプレーすることができる。あるいは、基材は前駆体溶液の 1 以上の槽又は貯蔵槽に浸漬することができる。そのような基材の多数又は全ての側の双方が被覆される場合、従って、1 以上のスプレーノズルを構成することができる。あるいは、ディップコーティングで、全ての基材側を被覆することができる。前駆体構成は、限定されず、A1 / P 化学量論比、粘度、担体（例えば、水性又は非水性）及び添加剤の存在（有機又は無機のいずれか）に関して、変化させることができる。例えば、高放射率コーティングのために有利かもしれないため、スラリーを溶媒（水性又は非水性）担体成分で製造することができる。

#### 【0182】

種々のボリューム及びスループット必要条件を考慮して、コーティング組成物を、1 以上のオーブン又は加熱 / 硬化源で、最高約 100 フィート以上の長さにわたって、硬化することができる。例えば、設定スケジュールに従って乾燥及び硬化させることができ十分な長さのオーブン又は炉は、滞留時間が有効な加熱 / 硬化帯の速度及び長さに依存して、約 50 から 1000 の有効な温度範囲を与えることができる。そのような帯は、1 以上の源（例えば、UV / IR、空気、他、不活性ガスの加熱気流又は抵抗加熱源）で変化させることができる。

#### 【0183】

硬化した適用コーティングは、適当な溶媒で清浄化することができ、次いで、以降のコーティング塗布の前に乾燥する。あるいは、温度に敏感な基材（例えば、特定のプラスチック）からなる複合体又は高スループットシステムで使用することができ、硬化を、基材に有害な衝撃又は作用を与えることなくコーティング効果に十分な時間（例えば、約 1 時間以内）、基材を比較的低温（例えば、約 250 以下）で維持しながら、比較的高温で被覆部品を加熱することができる方法で、適当な熱源を用いて行うことができる。

#### 【0184】

種々のプロセス関連の考慮すべき問題のために、加熱 / 硬化源とともに又は加熱 / 硬化源によって移動させる前に直角でサブストレートをロールすることが望ましいかもしれない。基材がかなり湿っているか硬化していない場合、屈曲からのコーティングダメージは最小限となるであろう。初期の表面粗さによって、基材は、洗浄及びコーティング適用の前に、当該分野で理解されるように、電気研磨又は機械的研磨を行うことができる。にもかかわらず、ロール - ロール / 連続コーティングプロセスのさらなる説明のために、図 17 及び図 18 のように行われ、限定されない巻き又はロール複合体形態がそれからもたらされる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0185】

10

20

30

40

50

【図1】コーティングにおけるリン酸塩及び水基に対応する吸収ピークを示す実施例4で製造されたサンプルのFTIRイメージである。

【図2】コーティングにおけるリン酸塩及び水基に対応する吸収ピークを示す実施例6で製造されたサンプルのFTIRイメージである。

【図3】気密で、高密度で均一な特性を示すサファイア上の発明材料のコーティングの断面TEMイメージである。発明材料コーティングに対応する電子回折パターンは、アモルファス特性を示す。

【図4】食物・粘着力テストの後の部分的に発明材料で被覆されたエナメルクーポンの写真である。

【図5】 $1 \mu\text{m}$ 研磨（左）のコーティングしていない炭化シリコン表面及び熱処理後の発明材料で被覆されたSiC（右）の写真であり、反射表面を示す。  
10

【図6】発明材料で被覆された、熱処理炭化ケイ素のAFMイメージを示す。

【図7】発明材料で被覆された、熱処理金属合金のAMFイメージを示す。

【図8】部分的に発明の材料で被覆された銅板の写真である。

【図9】コーティングしていないガラス（rms ~ 1 ~ 2 nm）（左）及び発明材料被覆（rms ~ 0.1 ~ 0.2 nm）（右）を示す。

【図10】200 °Cでの熱処理の温度長の関数として、ステンレス上の発明材料のコーティングのFTIRスペクトルを示す。

【図11】ステンレス鋼箔上にフラッシュ硬化した発明材料コーティングのFTIRスペクトルを示す。  
20

【図12】ポリイミド膜の発明材料で被覆した表面のSEM顕微鏡写真である。

【図13】ドープされていない発明材料及び酸化亜鉛などの粒子拡散発明材料コーティングの紫外線可視吸収スペクトルを示す。

【図14】発明材料で部分的に被覆された溶融クオーツサンプルの写真であり、環境攻撃に対するコーティングのバリア作用を示す。

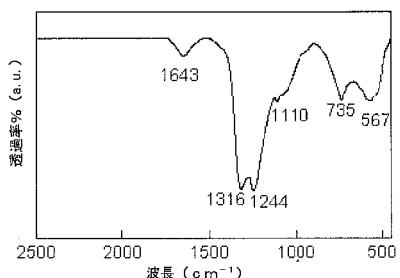
【図15】サファイア/ZnS結合対の透過スペクトルである。6 μmより上の減少した透過率はサファイアによる。

【図16】ZnS上の発明材料の透過スペクトルである。

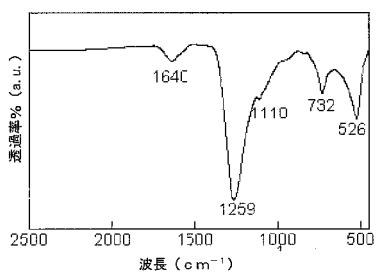
【図17】本発明によるロール-ロールプロセス及び得られた複合体形状を示す。

【図18】本発明によるロール-ロールプロセス及び得られた複合体形状を示す。  
30

【図1】



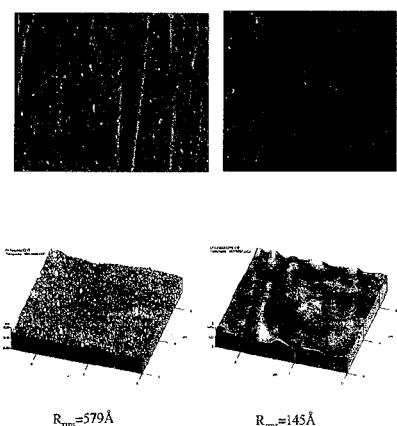
【図2】



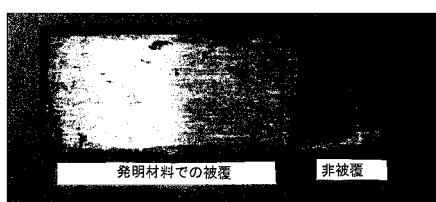
【図3】



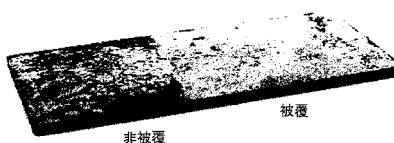
【図7】



【図8】



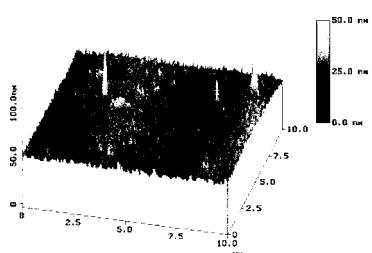
【図4】



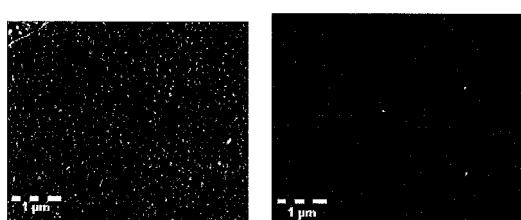
【図5】



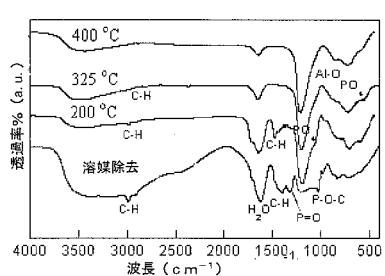
【図6】



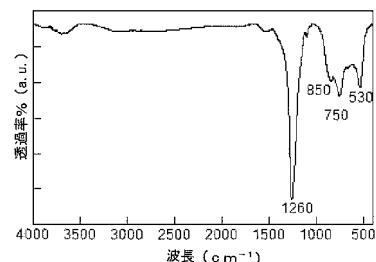
【図9】



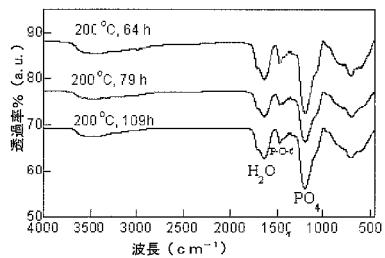
【図10】



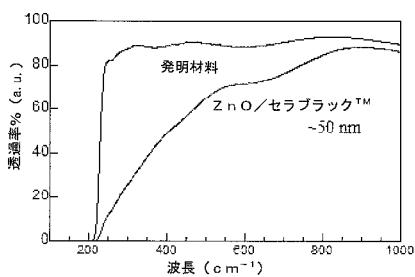
【図11】



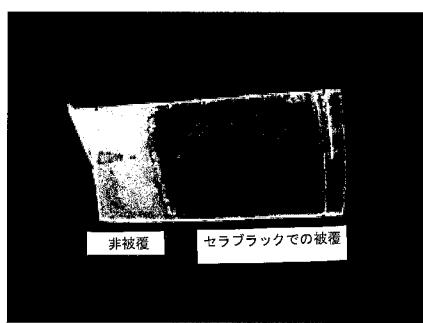
【図12】



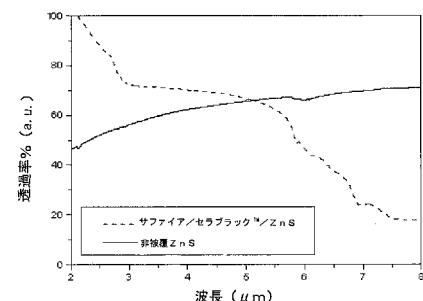
【図13】



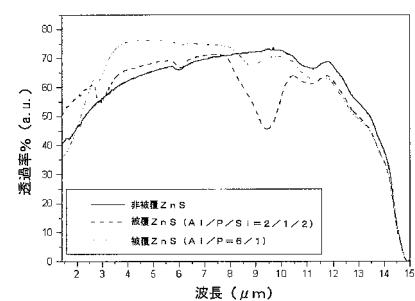
【図14】



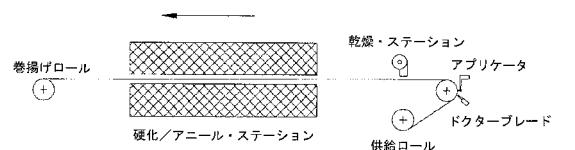
【図15】



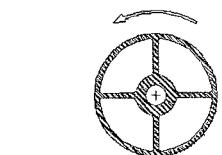
【図16】



【図17】



【図18】



金属／合金基材

---

フロントページの続き

(72)発明者 ランガン , クリシュナスワミー , ケー .

アメリカ合衆国 , イリノイ州 60201 , エヴァンストン , 1410 シカゴ アヴェニュー ,  
アパートメント 303

審査官 牟田 博一

(56)参考文献 国際公開第02/056465 (WO , A1 )

国際公開第2004/016548 (WO , A1 )

特表2004-506584 (JP , A)

特開昭47-012233 (JP , A)

特表2003-526727 (JP , A)

特開昭59-025538 (JP , A)

特表2005-535554 (JP , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C09D 1/00 ~ 10/00

101/00 ~ 201/10