

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4467186号
(P4467186)

(45) 発行日 平成22年5月26日 (2010.5.26)

(24) 登録日 平成22年3月5日 (2010.3.5)

(51) Int.Cl. F 1
C 2 3 C 14/58 (2006.01) C 2 3 C 14/58 Z

請求項の数 9 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2000-572423 (P2000-572423)	(73) 特許権者	504193583
(86) (22) 出願日	平成11年9月23日 (1999.9.23)		チバ スペシャルティ ケミカルズ ホールディング インコーポレイテッド
(65) 公表番号	特表2002-525436 (P2002-525436A)		スイス国 バセル 4057 クリベック
(43) 公表日	平成14年8月13日 (2002.8.13)		ストラーセ 141
(86) 国際出願番号	PCT/IB1999/001656	(74) 代理人	110000394
(87) 国際公開番号	W02000/018978		特許業務法人岡田国際特許事務所
(87) 国際公開日	平成12年4月6日 (2000.4.6)	(72) 発明者	ヴァイネルト, ヒルマール, ハー
審査請求日	平成18年8月29日 (2006.8.29)		ドイツ連邦共和国 D-87600 カウ
(31) 優先権主張番号	198 44 357.9		フボイレン, シュールシュトラッセ 1
(32) 優先日	平成10年9月28日 (1998.9.28)		
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)	審査官	宮澤 尚之
(31) 優先権主張番号	09/390,297		
(32) 優先日	平成11年9月3日 (1999.9.3)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 面平行フレクを製造するための装置及び方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

面平行フレクを製造するための装置であって、
大気圧よりも低い圧力が形成される蒸着チャンバと、
前記蒸着チャンバの少なくとも一部及び前記蒸着チャンバ内よりも高い圧力と、大気圧よりも低い圧力とが形成されるストリップングチャンバとを通るエンドレス軌道上を可動な基材と、

前記基材の上に分離剤を適用するために前記蒸着チャンバ内に設けられる第1の蒸発手段と、

前記分離剤が適用された基材に少なくとも一つの層を適用するために、前記蒸着チャンバ内に設けられる第2の蒸発手段と、

前記適用された分離剤が溶剤中に溶解した状態で存在した前記少なくとも一つの層が面平行フレクの形で存在するサスペンションを形成するために、前記ストリップングチャンバに設けられたストリップング手段と、

を有する装置。

【請求項 2】

前記基材が、ステンレススチール合金と、ニッケルと、別の金属の電気蒸着あるいは熱硬化性あるいは熱可塑性材料の有機保護コーティングを有する金属と、ポリアミドフィルムとから成るグループから選択される材料で形成される請求項1記載の装置。

【請求項 3】

10

20

前記基材が20～2000 μm の厚みを有する請求項2記載の装置。

【請求項4】

前記蒸着チャンバと前記ストリップングチャンバとの間に、動的にポンピングされるロックが設けられている請求項1記載の装置。

【請求項5】

面平行フレークを製造するための方法であって、

(a) 大気圧よりも低い圧力でエンドレスな基材に分離剤を蒸着して、エンドレス基材に分離剤層を形成する段階と、

(b) 大気圧よりも低い圧力で分離剤層の上に少なくとも一つの層を蒸着する段階と、

(c) 前記分離剤の層を溶剤中で溶解して、前記少なくとも一つの層が面平行フレークの形で存在するようなサスペンションを形成する段階と、

を有し、前記段階(c)が、段階(a)及び(b)における圧力よりも高く大気圧よりも低い圧力で実行される方法。

【請求項6】

前記分離剤が第1の分離剤であり、前記分離剤層が第1の分離剤層であり、前記段階(b)が、

(b. 1) 前記第1の分離剤層の上に第1の層を蒸着する段階と、

(b. 2) この第1の層の上に第2の分離剤を蒸着して、第2の分離剤層を形成する段階と、

(b. 3) 前記第2の分離剤層の上に第2の層を蒸着する段階と、

を有し、第1及び第2の層が前記段階(c)で形成されたサスペンション中に存在する請求項5記載の方法。

【請求項7】

前記溶剤が水を含んでおり、前記分離剤が高真空中で分解せずに蒸発可能な水溶性の物質であり、前記少なくとも一つの層が金属及び別の蒸発可能な物質を有している請求項5記載の方法。

【請求項8】

前記基材が、ステンレススチール合金と、ニッケルと、別の金属の電気蒸着あるいは熱硬化性あるいは熱可塑性材料の有機保護コーティングを有する金属と、ポリアミドフィルムとから成るグループから選択された材料で形成される請求項5記載の方法。

【請求項9】

前記段階(b)が、前記分離剤上に第1の層及び少なくとも第2の層を蒸着する段階を有しており、前記分離剤が前記第1の層と前記少なくとも第2の層との間に介在している請求項5の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【関連出願の相互参照】

この特許出願は、ここで全体を引用によって導入する1998年9月28日に出願されたドイツ国特許出願第19844357.9号の優先権を主張しているものである。

【0002】

【発明の分野】

この発明は概略として面平行フレーク(plane-parallel flakes)に関し、さらに詳しくは面平行フレークを製造するための装置と方法とに関する。

【0003】

【発明の背景】

過去数年、塗料や印刷用インク中のピグメントとして、触媒材料として、磁氣的及び電氣的スクリーンのための初期生成物として、また導電性ラッカのための初期材料として、面平行フレークを使用することに関心が高まっている。粉碎法によって製造され、大なり小なり球形の形状を有する従来のピグメントとは対照的に、面平行フレークは、光沢が改善されることや、塗料中のピグメントとして必要な量がかなり少なくてよいという事実によ

10

20

30

40

50

って特徴付けられている。つまり、例えば物理的蒸着 (physical vapor deposition) (PVD) によって製造されたアルミニウムフレークは一般に30~500nmの厚みを有しており、その外面寸法は5~50ミクロンの範囲にある。こうしたアルミニウムフレークを3~4層重ねただけでも、0.3~0.4g/m²以下の量で光学的に不透明な層が形成される。

【0004】

面平行フレークはこれまで従来技術により、コストが掛かる断続的な3段階プロセスで製造されてきた。このプロセスが高コストであることと、生産量が低いことのために、メタリック塗料やプリンタインクなどの大量生産品では利用することができなかった。

【0005】

断続的多段階プロセスによる製造の一つの例には、欧州特許公報第227423号(EP227423)に開示されているような銀行紙幣において偽造に対する安全性を高めるために使用される光学的に可変なピグメントフレークの製造がある。同様な製品やプロセスがアメリカ合衆国特許第5,278,590号に開示されている。

10

【0006】

アメリカ合衆国特許第4,434,010号に開示されている方法は、分離剤の利用を含んでいない。その代わりに、プラスチックフィルムの上に直接、蒸着が施され、そのあと粉碎されて、適当な溶剤の中で完全に溶解される。その結果、解離して粒子になった蒸着層がサスペンションとして残る。

【0007】

上述したケースはすべて、製品を洗浄するために大量の溶剤が必要とされる。これらは再処理するか、廃棄する必要がある。

20

【0008】

従って、要約すると、従来の技術に関しては、アメリカ合衆国特許第4,434,010号を除いては、面平行フレークに対する周知のPVDプロセスはすべて、以下の段階を経る。

(1) 印刷と乾燥とによって、ポリエステルフィルムの上に分離用ラッカを適用する。このプロセスは、巻物材料に対する古くからの回転式グラビア印刷機で、防爆条件下で大気中で実施される。

(2) そのあと、フィルム基材を部分的に真空装置の中へ何回か往復させて通し、高真空のもとで蒸着層を形成し、蒸気コーティングされたロールを取り外す。

(3) 分離用ラッカを溶剤(アセトン、酢酸エチル)に溶解させ、溶剤から製品をフィルタリングすることによって、コンポジット製品を取り出す。この目的のために、フィルムのウェブを通す溶剤浴中にスクレーピング及びブラッシング用の手段が使用されており、製品はそのあと、フィルタリングされて、別の処理へ進む。

30

【0009】

真空中で蒸着される無機の分離剤の利用が、様々な用途について、ローゼンフェルド(Rosenfeld)のアメリカ合衆国特許第5,156,720号に開示されている。このプロセスにおいても、好ましくはポリエステルフィルムから構成されたフィルム基材が使用されており、このフィルム基材は、このプロセスによって引き起こされる大きな歪のために、一度しか使用できない。製造にあたり約6g/m²の量の分離剤を使用することによって16.8gの重量を有する1平方メートルのフィルムから、30nmの厚みと0.091gの質量を有する1平方メートルのアルミニウムフレークが製造されるから、重量での生産力は使用するフィルム及び分離用ラッカの1/272でしかない。従って、この方法は非経済的である。約0.1g/m²で蒸着された分離剤を使用するときには比率はいくらか良くなるが、この比率は依然としてほんの1/180である。各場合において、これは二つあるいは三つの異なる機械で実行しなければならない断続的間欠のプロセスである。それに応じて、製造コストは高くなり、これまでは製品の広範な利用を妨げてきた。特定の蒸着あるいはスパッタリング材料は、それらの耐熱性が低すぎるためにフィルム基材に適用することさえできない。

40

【0010】

ポリエチレンやポリプロピレンなどの感温性プラスチックフィルムの上に一酸化シリコンから形成されていることが好ましい酸化物層を形成するための真空コーティング装置がド

50

イツ国公開特許公報第4221800号(DE4221800A1)に開示されている。この装置の目的は、酸素や水蒸気、そして芳香物質に対するベースフィルムの遮蔽特性を向上させることである。ウェブの経路や蒸発領域、そして熱処理ステップ列の特性によって、微小クラックがほとんどない酸化物層を形成することが可能である。この装置によれば、過剰な凝縮物を絶えず除去することが可能であり、これによって、フィルムの縁をコーティングから遮蔽する必要なく、コーティングプロセスを実施することが可能である。しかし、この除去は、ベルトが偏向ローラの上を通過するとき細かくするか、過剰な凝縮物をスクレーピングあるいはブラッシングすることによって行われる。

【0011】

走行するウェブの右側及び左側に、あるいは溶融プロセスに近い領域に真空のもとで蒸着される廃棄金属コーティングを除去するための閉じたループベルトから成るシステムが、フランス国特許第1,507,784号に開示されている。真空のもとでの溶融プロセスの際には、金属蒸気からの飛び跳ねや堆積が生じる。このシステムによれば、ある程度の堆積厚みに達するまえにこの堆積物を除去することができる。しかし、このシステムは面平行フレークの製造にはほとんど適用できない。

【0012】

前述に鑑みて、上述した不都合や欠点を克服する面平行フレークを製造するための技術の提供が望ましい。さらに詳しくは、効率がよく、コスト的に有効に面平行フレークを製造する技術を提供することが好ましい。

【0013】

【発明の目的】

この発明の主要な目的は、製造コストが低減され、使用する装置の寿命が長く、また生産性が高くなることが確実化され、そして高い安全性の要件が考慮された面平行フレークを製造するための装置及び方法を提供することにある。

【0014】

この発明の上述した主要な目的や、その他の目的、特徴、及び利点は、添付図面に関連して以下の詳しい説明を読めば当業者に即座に明白となるであろう。この発明は以下で実施の形態を参照しつつ説明するが、この発明はそれらに限定されるわけでないことを理解すべきである。ここに記載されている教示を読んだ当業者は、他の工夫や変形及び実施の形態さらには、開示され請求された発明の範囲の中に含まれ、この発明が著しい有用性を有するその他の利用分野を認識するであろう。

【0015】

【発明の概要】

この発明によれば、面平行フレークを製造するための装置及び方法が提供されている。好ましい実施の形態においては、この発明の装置は、分離剤層と少なくとも一つの別の層をエンドレス基材に適用するための第1及び第2の蒸発手段を有する蒸着チャンバを備えたベルトタイプの蒸着装置として実現されている。このベルトタイプの蒸気蒸着装置はストリッピングチャンバも有しており、分離剤層と少なくとも一つの別の層がストリッピング手段の助けにより基材から引き剥されて、分離剤層が溶解した状態で存在し、少なくとも一つの別の層が面平行フレークの形で存在するようにしている。ストリッピングチャンバ内の圧力は蒸気蒸着チャンバ内よりも高く、大気圧よりも低い。その結果、面平行フレークの製造コストは連続プロセスによって低減し、高い製品生産性が得られ、均一な機械的歪みのために装置部品の寿命が延びて、安全基準が満たされる。

【0016】

この発明の他の側面においては、一つの実施の形態においては前記少なくとも一つの別の層は金属及び別の蒸発可能な物質であり、少ない使用材料で良好な被覆特性を有する塗料を得ることができる。

【0017】

この発明のさらに別の側面によれば、分離剤によって分離された二つの層が第2の蒸発手段によって形成されるならば能力がさらに向上する。

【0018】

この発明のさらに別の側面によれば、高真空中で分解せずに蒸発可能であり、塩化物とフッ化物とホウ酸塩から成るグループから選択される水溶性物質が分離剤として採用するのが好ましく、これにより不燃性の物質が溶剤として利用でき、非常に小さく調整できる層厚のために、ほんの少量の材料量しか必要としない。溶剤として水を使用すると、装置全体の安全性が改善される。しかし、溶剤として第二及び第三アルコールを使用すると、真空チャンバ中の真空条件をより好ましく工夫することができる。

【0019】

この発明のさらに別の側面によれば、基材は、ステンレススチール合金、ニッケル、あるいは電気蒸着あるいは有機保護コーティングを有する金属から製造される。この結果、基材には良好な耐熱性と高い機械的抵抗性が得られる。これに代えて、ポリイミドフィルムも、その良好な熱的及び機械的特性のために基材として適している。特性とコストの観点から、基材の厚みは20~2000 μm が好ましい。

10

【0020】

この発明のさらに別の側面によれば、好ましい実施形態においては、蒸着チャンバとストリップングチャンバとの間に動的にポンピングされるロック(dynamically pumped locks)を配置して、互いに分離されたチャンバ内のプロセスを最適に調節することが可能である。

【0021】

この発明の方法は、好ましくは、分離剤と少なくとも一つの別の層を基材に蒸着する段階と、次にこれらの層をサスペンションに処理して、少なくとも一つの別の層が面平行フレークの形で存在するようにする段階とを有する。サスペンションを形成する際の圧力は大気圧よりも低い、蒸着段階における圧力よりも高い。このため、寿命が長くて製品の生産性が高い、面平行フレークを連続的に製造する効率的な方法が提供される。

20

【0022】

この発明の他の側面によれば、前記少なくとも一つの別の層は第1の層と分離剤層と次の第2の層の形で存在でき、面平行フレークの製造において高い効率が実現される。

【0023】

この発明のさらに別の側面によれば、プロセス全体が、高価なクリーンルーム環境を提供する要なく、清浄度が非常に高い閉じこめられた装置の中でダストのない状態で実施される。

30

【0024】

この発明のさらに別の側面によれば、多数の層を蒸着したときに基材の耐熱性が向上し、分離剤を適用するにあたり、また製品を基材から引き剥すにあたる可燃性の溶剤の利用が大幅に排除され、層厚が非常に小さいときでも分離剤がその機能を満足しかつ容易に基材へ適用してそこから除去でき、また基材は、十分な熱的及び機械的特性を有しつつ非常に長い寿命を提供することができるということが言える。

【0025】

この発明をより完全に理解するために、ここで添付の図面を参照する。これらの図面はこの発明を限定するものとみなされるべきものではなく、単なる例示のためのものである。

40

【0026】

【発明の実施の形態の詳細な説明】

図1には、この発明による蒸気蒸着装置100が示されている。この蒸気蒸着装置100は概略として真空チャンバ1を有し、真空チャンバ1は一つあるいはいくつかの動的ロック(dynamic locks)6a、6bによって、以後は蒸着部と称する蒸着チャンバ2と、以後はチャンバ部と呼ぶストリップングチャンバ7とに分割されている。蒸着部2とチャンバ部7の中を基材としてエンドレスベルト5が通っている。この基材5の上には 10^{-3}mbar 以下の真空のもとでエバポレータ3から、水溶性の分離剤が約5~100nmの厚みを有する薄いフィルムとして蒸着され、次に、別のエバポレータ4a、4b、4cから、製品となる所望の金属や酸化物、フッ化物が順次蒸着される。装置100はほんの僅かな変更で、P V

50

Dプロセスに従った蒸着装置としても、スパッタリングあるいはプラズマエンハンスト化学的蒸着(plasma enhanced chemical vapor deposition) (PECVD) プロセスに従った蒸着装置としても運転することができる。

【0027】

チャンバ部7内では製品が基材5から引き剥される。チャンバ部7内の圧力条件は、4mbar以上の真空となるように工夫されている。実際的な条件下では、20~200mbarの間が適用される。真空のもとでの引き剥がしは上述した大気圧力での引き剥がしよりもエネルギーの観点からは著しく好ましい。なぜなら、ステーション間での急激な圧力変化はかなり小さく、ロックを互いにシールするのに必要な費用は少なくなるからである。

【0028】

より詳しくは、この発明による分離剤の溶解が水中で起き、これは、動作温度における水蒸気圧よりもずっと高い圧力がチャンバ部7内に広がっている必要があることを意味している。溶剤の温度が高くなるほど、蒸着された分離剤の溶解はより迅速に起きることに留意すべきである。試行の結果、以下のような要件が満足されると、十分な速度で分離剤の溶解が起き、また蒸着部2とチャンバ部7の高真空範囲の間に二つのロック6a、6bがあるだけで動作可能であるような最も好ましい条件が提供されることがわかった。

(1) チャンバ部7内の真空>53mbar

(2) 53mbarの蒸気圧力に対応した水の温度:35°C

【0029】

チャンバ部7内では、4~25°Cまで冷却されたコンデンサ8の表面により、発生した水蒸気が凝縮して、チャンバ部7の内のストリップングステーション9へ還流する。例として、真空条件と設置すべきポンプの寸法と種類とに対して、図2の表に示されている値が、600×0.4mmのエンドレスベルトの通過と、蒸着部2とチャンバ部7との間で基材5を往復運動させるために設けられる基材5の上方の0.2×600.2mmの開口隙間とのために定められる。

【0030】

もちろん、基材5をシステムへ連結された他のステージへ通したり、大気からの空気間でのダストの取り込みを防止する別の正の圧力ステージへ通して、そこで基材5から製品を引き剥すことが可能である。こうした装置が、公開ドイツ国特許出願第4020999号(DE4020999)においてはエンドレスベルトユニットとして変形されたかたちで、またイギリス国公報第2072095号(GB2072095)では、紙の転写金属化のための大径ロールに沿ういくつかの圧力ステージを有する装置として開示されており、またドイツ国公開特許出願第2747061号(DE2747061)では、上に載せられた非常に薄いプラスチックフィルムの金属化のための純粋な基材ベルトとして周知となっている。基材を用いない純粋な空気-空気(air-to-air)装置、すなわち、プラスチックフィルムの金属化のための装置が欧州特許公報第337369号(E P337369)に開示されている。これらの装置はすべて、ピグメントフレイクを製造するには、基材フィルムと、シートの前処理及び後処理を行うための別の機械を利用しなければならない。1000~50mbarの範囲にある別のロックステージのために、空気-空気装置の費用は機械装置の観点からかなり高くなり、従って、真空ポンプのエネルギー消費は、本発明による装置100のその2倍も高くなる。

【0031】

本発明のベルトタイプの蒸着装置100は、 10^{-4} から50mbarの間の範囲の動的ロック6a、6bを二つより多くは必要としない。水の代わりに第二あるいは第三アルコールを溶剤として使用すれば、真空条件はより好ましくなる。これは、前述した物質に十分に溶解可能な分離剤を使用する条件のもとでのことある。第二及び第三アルコールは水よりもかなり低い蒸気圧力を有しており、0.01mbar以下の蒸気圧力に対応する-5°Cでのポンピングに十分に助けとなる。第二あるいは第三アルコールは0.05mbar以上で使うことが好ましい。従って、ロック6a、6bを省略してもよく、チャンバ部7は蒸着部2のあとに、スロットによってそれから分離されつつ直接続くこととなる。しかし、そうした2チャンバユニットの経済的な利点は小さい。なぜなら、第二あるいは第三アルコールに溶解可能

10

20

30

40

50

で十分に蒸発可能な分離剤の数は限られており、これらのアルコールは環境に対して有害だからである。

【0032】

しかし、分岐したあるいはリニアな第一アルコール、あるいは水と、分岐したあるいはリニアな第一アルコールと、第二アルコールと、第三アルコールとの混合物も溶剤として適している。

【0033】

基材5を真空チャンバ1内でガイドするために、エバポレータ3の上流に偏向ローラ16が、またチャンバ部7内にストリップングステーション9が設けられている。ストリップングステーション9は多数の偏向ローラ10から構成されており、各偏向ローラ10は、昇降が可能な容器11a、11b内へ基材5を浸すものである。装置100を起動するために、また作動を停止する場合には、第1の容器11aが走行方向に上昇されて、安定した条件になる時まで、除外すべき製品のためのストリップングステーションとして機能する。次に、良品の材料を収集するコレクタとして機能する容器11bを上昇させて、容器11aを下降させる。製品の引き剥しと、そのあとのサスペンションの形でその収集が容器11bの中で行われる。分離剤の溶解を促進するために、水中高圧ジェットや超音波振動器あるいは回転式ブラシなどを用いた周知の方法を適用することができる。生成物すなわち水と溶解した分離剤とのサスペンションは容器11bの底部のところから連続的に排出され、水ポンプ12によって大気中へ運ばれ、そこで二つの交換可能なフィルタ13a、13bの一方をによって加圧される。このような生成物はこれらのフィルタから断続的に除去され、清浄な水で繰り返しすすがれ、乾燥され、所望の粒子寸法に粉碎される。そして、そのあとさらに塗料に処理され或いは印刷用インク製造が行われ、あるいは他の用途に送られる。

【0034】

容器11bから出た基材5は容器11b内の浴と同じ温度を有する水が入ったリンシングステーション14と、残留した水を拭くためのワイピングステーション15を通る。ベルトの軌道は、ロック6b、6aを経て蒸着部2へと戻り、基材は偏向ローラ16の上をガイドされて、分離剤のためのエバポレータ3や、エバポレータ4a、4b、4cへ進む。このようにして、回路が閉じられている。

【0035】

ここで、基材5に付着した残留水分はロック6a、6b内で吸出されることに留意すべきである。

【0036】

図3には装置100の選択された部分100'のより詳細な図が示されており、本発明に従って基材5の1サイクルの間にどのようにして層が形成され、また層の引き剥しが行われるかを示している。基材5の走行方向に沿って設けられたいくつかの様々なエバポレータ4a、4b、4cの利用によって、広範囲な面平行フレークやそれらの組合せを製造することが可能になる。こうしたフレークの例が、対応するいくつかの代表的な用途とともに図4の表に示されている。

【0037】

エバポレータを一つだけ利用する場合と、いくつかのエバポレータを利用する場合との両方とも、水あるいはアルコールに溶解可能な分離剤を第1の層として基材5の上に蒸着する必要がある、ここでは、 gsm は一般に $0.05 \sim 0.1g/m^2$ である。分解することなく蒸発が可能であり、ほとんどあるいはまったく毒性を有しておらずまた水溶性であるような適当な分離剤には、例えば無水塩化ナトリウムや、塩化カリウム、塩化リチウム、フッ化ナトリウム、フッ化カリウム、フッ化リチウム、フッ化カルシウム、ナトリウムアルミニウムフッ化物（氷晶石）、四ホウ酸二ナトリウム(di-sodium tetraborate)がある。また、三酸化アンチモン、酸化ホウ素、ヨウ化カルシウム、ヨウ化セリウム(III)、ヨウ化リチウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化イットリウム、硫酸リチウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、及びその他の硫酸塩、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、臭化イットリウム

、及びその他の臭化物も分離剤として適していることがわかった。

【0038】

この発明による蒸着装置100を動作させるためには、基材ベルト5の選択が特に重要である。基材ベルト5は面粗さが非常に小さい表面を有していて、ベルトタイプの蒸着装置100の中へ導入したあとに溶接を行えて、非常に良好な化学的及び機械的強度を有している必要がある。以下の材料が基材ベルト5に適している。すなわち、鏡面仕上げの圧延あるいは電気研磨されたステンレススチール、INCONEL（商標）やINCOLOY（商標）などの超合金、高研磨されたニッケルが適しているが、電気メッキされた金属も適しており、この場合には被膜によって化学的な耐久性や表面の品質が決まり、裏打ち材料によって所望の強度が決まる。硬質で化学的耐久性を有する熱硬化性及び熱塑性材料から成る着色あるいは無着色の塗料の有機被膜を有する金属基材も基材ベルト5に適している。金属基材の非常に長寿命を放棄すれば、真空中では200℃まで永続的に耐久性を有する例えばKAPTON（商標）などのポリイミドフィルム基材も基材ベルト5に適している。

10

【0039】

基材ベルト5の厚みは、ベルトタイプの蒸着装置100に利用されている偏向ローラの直径に関係する。10⁶サイクルの期待寿命においては、約1000万回の曲げ変形が仮定される。材料の疲労強度や、基材ベルト5の厚みと、ローラの直径はここでは互いに適合していなければならない。必要とされる小さな表面粗さを有する市販の品質のスティールあるいはニッケルのベルトは、0.2mm以上の厚みのものしか入手できないので、0.2mm及び0.4mmのフィルム厚についてのそれぞれ典型的なロール直径は約250mmあるいは500mmになる。

20

【0040】

基材の厚みをこのように選択すると、その結果、別の問題が生じる。特に多層の蒸着の場合には、冷却されたロールによって基材5が途中で冷却されないと、基材5はエバポレータ源で発生する液化熱と熱放射によって歪みを生じる。計算と測定によれば、鏡面仕上げされた基材、及び殆どが蒸着された金属層の良好な赤外線反射のために、入射エネルギーのおよそ70～85%が反射される。さらに、プラスチックフィルム以外の金属ベルトは通過するときに真空中で180℃まで熱せられ、プラスチック材料は60℃ですでに、蒸発領域において真空が破れる程度にまでのガス放出を生じる。

【0041】

この状況の影響は、代表的な厚みを有する種々の基材材料の熱抵抗の比を示す以下の比較で表される。基材を加熱するときに決定的なのは、比

30

$$(1 / (c_p \times \rho \times d) \text{ 金属}) / (1 / (c_p \times \rho \times d) \text{ プラスチック})$$

である。この比は、400 μmの金属と12 μmのプラスチックについては約1/66である。これは、他は同じ条件のもとでは、金属ベルトはプラスチックの1.5%しか熱せられないことを意味している。それと同時に、金属ベルトは以下のファクタだけ高い加熱を許容できる。

$$f = (180 - 20) / (60 - 20) = 4$$

【0042】

金属ベルトは、耐熱性の限界に達するまでに、プラスチックに比べて4×66=264倍の熱量を吸収できる。基材5のサイクルの繰り返しに起因する加熱は起きない。なぜなら、基材は各サイクルごとにストリップングステーション9の中の液体浴によって35℃まで冷却されるからである。この有用な副効果のために、内部冷却式ローラを使用しなくてもよい。

40

【0043】

基材ベルト5を装置100の中へ導入したあとその端部は、突き合わせ溶接によって、溶接接合部でベルトの厚みを大きくせずに結合される。なぜなら、真空ロックは固定部分からの距離をほんの短い距離にできるからである。基材ベルト5のとりまわしで重要なのは、図1に示されている基材ベルト5の軌道である。基材5の蒸着コーティングのあと、基材ベルト5は、蒸着された層が損傷を受けないように、蒸着側において接触せずにすべてのロックの中を通過させられる。

【0044】

50

上述したベルトタイプの蒸着装置 100 は 350m/min までの移動速度が可能であるが、すべてのステージで挙動が同期している必要がある。蒸着速度は、それ自身周知の適当な制御機構によって、所望の層厚に適合される必要がある。

【0045】

各エバポレータによって形成された層厚が測定され、日にちのオーダの非常に長い周期にわたって制御されるような層厚測定システムがドイツ国公報第 4338907 号 (DE4338907) に開示されている。

【0046】

ストリップングステーション 9 は、たとえ最大移動速度でも基材 5 から製品を完全に引き剥されるように設計されねばならない。このステーション 9 は約 50mbar 以下の真空中で作動させられるので、チャンバ長やポンプ性能を大きくすることによる適合が妥当なコストで可能である。

【0047】

エバポレータのメンテナンスや洗浄のために中断が必要な時まで数日の周期にわたって装置 100 の連続運転が可能である。これには、それ自身は周知の構造を有する連続充填可能なエバポレータを使用する必要がある。

【0048】

600mm の基材幅と 300m/min の移動速度を有するこの発明によるベルトタイプの蒸着装置 100 の性能例として、時間当りに製造されるアルミニウムの面平行フレークの計算量は、金属塗料が 25mm² の表面にわたってそれぞれ塗装され 4 層のフレークで覆われた自動車を 108 台分をスプレー塗装するのに十分である。

【0049】

装置 100 及び方法についての上述した実施の形態は以下のように変形することが可能である。

【0050】

製品のエバポレータの各下流に、別の分離剤エバポレータを設置することも可能である。従って、基材サイクル毎に製品のいくつかの層を分離することが可能である。その結果、装置 100 の性能は増大する。

【0051】

これに代えて、あるいは上述した実施の形態に追加的に、様々な表面構造の基材を使用することで、製品の光沢度に影響を与えることが可能である。

【0052】

従って、この発明はエンドレスに循環する基材に真空中で、蒸着される層を形成するためのマルチチャンバ装置に関するものであり、以下の連続的段階、すなわち、高真空中での分離剤の蒸着と、高真空中での金属、酸化物、フッ化物、窒化物から成る一つあるいはいくつかの層の蒸着と、低真空のもとでのエンドレス基材からの蒸着層の引き剥しとを有する。そのあと、動的ロックによって蒸気蒸着チャンバから分離されている別の真空ステージにおいて、蒸着層は、溶剤と分離剤との混合物での細かいフレークのサスペンションとなる。このサスペンションは前記別の真空ステージから連続的にあるいは断続的に外へ移されて、別の処理が行われる。溶剤は 20mbar 以上での真空環境中では水であり、0.05mbar 以上では第二あるいは第三アルコールである。

【0053】

この発明の範囲は上述した特定の実施の形態に限定されるわけではない。実際、上述した説明や添付図面から、以上に述べたものに加えて、この発明の様々な変形が当業者に明かであろう。従って、このような変形例は添付されている特許請求の範囲の範囲内のものである。また、この発明はここでは特定の目的のための特定の環境における特定の手段に関連して説明したが、当業者はその有用性がそれに限定されるわけではないこと、またこの発明が多く目的のために多くの環境において有用な形で実現できることを認識するであろう。従って、記載されている請求の範囲は、ここに記載したこの発明の要旨及び精神全体を考慮して解釈すべきである。

10

20

30

40

50

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明による蒸着装置を示している。

【図 2】 図 1 に示した特定の実施形態の装置についての真空条件とポンプ寸法及び種類を示す表である。

【図 3】 図 1 に示した本発明による装置における基材の 1 サイクルの過程で、層の形成や層の分離がどのように行われるかを示している。

【図 4】 図 1 に示した本発明による装置を用いて製造される様々な面平行フレーク及びそれらの組合せの例と、それらのいくつかの典型的な用途とを示している。

【図 1】

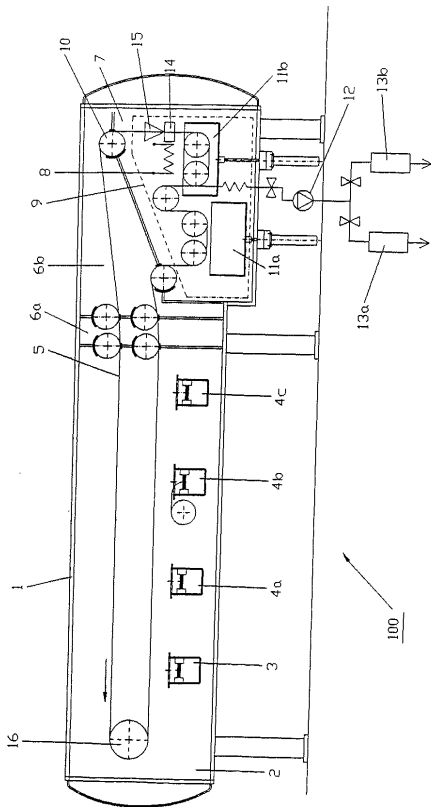


Figure 1

【図 2】

場所	真空度	ロックフローを克服 するのに必要な 吸引能力	真空ポンプ の種類
蒸着部 (2)	10-4 mbar 分子流	5400 l/sec	拡散ポンプ+ 下流に設けら れた機械式 ポンプ
ロック (6a)	0.2 mbar 層流	11,700 m ³ /h	回転ピストン ブロウ+機械 式ポンプ
ロック (6b)	10 mbar 層流	1380 m ³ /h	機械式ポンプ
チャンバ部 (7)	50 mbar	100 m ³ /h, コンデンサ のみにおける水, 水 蒸気に溶解した空気 の取り出しのため	機械式ポンプ +水冷コンデ ンサ

【図 3】

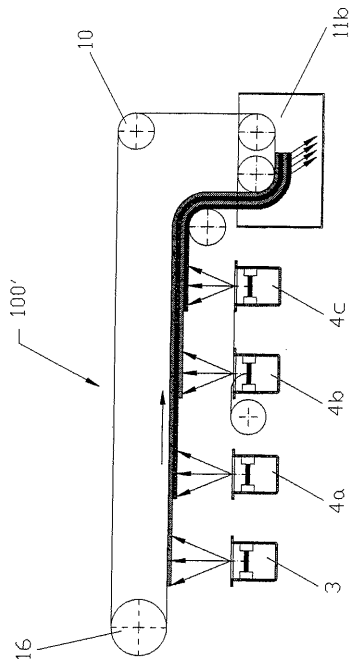


Figure 3

【図 4】

製品	用途
Al	自動車のボデーペイント、印刷インク用の金属ピグメント
$\text{SiO}_2 - \text{Al} - \text{SiO}_2$	化学的腐蝕保護層を含む上記と同様な用途
Ag	接着用の導電性ラッカーとして
Ag - Cu - Ag	低価格導電性ラッカーとして
Ti ($> 2 \mu\text{m}$ 厚)	後に空気中において 300°C で酸化されるイリデセント(真珠光)製品
Ti 珪化物 - Al - Ti 珪化物	青銅色或いは金色の粒子
貴金属	触媒
3-成分多重層	マイクロ波アブソーバ

フロントページの続き

- (56)参考文献 特公昭62-045905 (JP, B1)
特公昭56-015711 (JP, B1)
米国特許第04168986 (US, A)
米国特許第04113815 (US, A)
西独国特許出願公開第04020999 (DE, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C23C 14/00-14/58
B22F 9/00- 9/30