(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년02월18일
(11) 등록번호 10-1949659
(24) 등록일자 2019년02월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61J 1/14 (2006.01) *B65D 25/34* (2006.01)
C03C 17/00 (2006.01) *C03C 17/30* (2006.01)
C03C 17/32 (2006.01) *C03C 17/42* (2006.01)
C03C 21/00 (2006.01) *C09D 179/08* (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61J 1/1468 (2015.05)
B65D 23/0821 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7008076(분할)
(22) 출원일자(국제) 2013년02월28일
심사청구일자 2018년03월21일
(85) 번역문제출일자 2018년03월21일
(65) 공개번호 10-2018-0032685
(43) 공개일자 2018년03월30일
(62) 원출원 특허 10-2014-7027234
원출원일자(국제) 2013년02월28일
심사청구일자 2016년02월18일
(86) 국제출원번호 PCT/US2013/028187
(87) 국제공개번호 WO 2013/130724
국제공개일자 2013년09월06일
(30) 우선권주장
61/665,682 2012년06월28일 미국(US)
61/604,220 2012년02월28일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US04689085 A
(뒷면에 계속)
전체 청구항 수 : 총 16 항

(73) 특허권자
코닝 인코포레이티드
미국 뉴욕 (우편번호 14831) 코닝 원 리버프론트 플라자
(72) 발명자
파디브, 안드레이, 겐나디에비치
미국, 뉴욕 14903, 엘미라, 란셀롯 드라이브 214
창, 테레사
미국, 뉴욕 14870, 페인티드 포스트, 카티 레인 21
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
청운특허법인

심사관 : 이영화

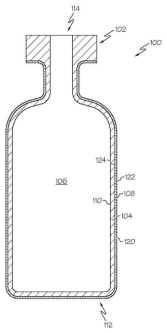
(54) 발명의 명칭 **저-마찰 코팅을 갖는 유리 제품**

(57) 요 약

저-마찰 코팅 및 저-마찰 코팅을 갖는 유리 제품은 개시된다. 하나의 구현 예에 따르면, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물을 포함할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적

(뒷면에 계속)

대 표 도 - 도1



어도 약 260℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다.

(52) CPC특허분류
B65D 25/34 (2013.01)
C03C 17/005 (2013.01)
C03C 17/30 (2013.01)
C03C 17/32 (2013.01)
C03C 17/42 (2013.01)
C03C 21/002 (2013.01)
C09D 179/08 (2013.01)
C03C 2217/78 (2013.01)
C03C 2218/111 (2013.01)

(72) 발명자
북바인더, 다나, 크라이그
미국, 뉴욕 14830, 코닝, 다비스 로드 2675
팔, 산토나
미국, 뉴욕 14870, 페인티드 포스트, 사우스 오크 우드 드라이브 53
사하, 찬단, 쿠마
미국, 마이애미 48025, 프랭클린, 하버포드 32509
데마티노, 스티븐, 에드워드
미국, 뉴욕 14870, 페인티드 포스트, 벤넷 로드 10202
티몬스, 크리스토퍼, 리
미국, 뉴욕 14814, 빅 플랫츠, 다우닝 스트리트 2897
피나스키, 존, 스티븐
미국, 뉴욕 14814, 빅 플랫츠, 카운티 라인 드라이브 2730

(56) 선행기술조사문헌
JP2009523105 A
US03577256 A1
US05979714 A
Rebecca L, De Rosa and Steven R. Wagner, The Journal of Adhesion, 78, 113-127, 2002

명 세 서

청구범위

청구항 1

약제 팩키지로서,

내부 부피를 둘러싸고, 외부 표면을 가지며, USP <660>:2011에 따르는 타입 1 기준을 충족시키는 보로실리케이트 유리로부터 형성되는 유리 몸체;

상기 유리 몸체의 외부 표면 상에 배치되며, 100 nm 이하의 제1 두께를 갖는 커플링제 층; 및

상기 커플링제 층 위에 위치되며, 50 nm 미만의 제2 두께를 갖는 중합체 층을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 유리 몸체의 외부 표면은 상기 약제 팩키지와 동일한 저-마찰 코팅을 포함하는 제2 코팅된 유리 약제 팩키지에 대하여 0.7 이하의 마찰 계수를 갖고, 여기서 상기 중합체 층은 폴리이미드 또는 실리콘 수지를 포함하는 약제 팩키지.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 제1 두께는 80 nm 미만인 약제 팩키지.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 제1 두께는 60 nm 미만인 약제 팩키지.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 제2 두께는 25 nm 이하인 약제 팩키지.

청구항 5

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 외부 표면의 일부는 상기 약제 팩키지와 동일한 저-마찰 코팅을 포함하는 제2 코팅된 유리 약제 팩키지에 대하여 0.6 이하의 마찰 계수를 갖고;

상기 약제 팩키지를 통과하는 광 투과도는 400 nm 내지 700 nm의 각각의 파장에 대해 비코팅된 약제 팩키지를 통과하는 광 투과도의 55% 이상인 약제 팩키지.

청구항 6

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 외부 표면의 일부의 마찰 계수는 30초 내지 72시간의 시간 동안 250℃ 내지 400℃의 온도에서 디피로제네이션 (depyrogenation) 사이클을 겪은 후에 0.6 이하이며, 상기 마찰 계수는 상기 약제 팩키지와 동일한 저-마찰 코팅을 포함하는 제2 코팅된 유리 약제 팩키지에 대하여 측정되는 약제 팩키지.

청구항 7

청구항 6에 있어서,

상기 디피로제네이션 사이클은 30분 동안 300℃의 온도로 약제 팩키지를 가열하는 단계를 포함하는 약제 팩키지.

청구항 8

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 중합체 층은 폴리이미드를 포함하는 약제 팩키지.

청구항 9

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층은 무기 물질을 포함하는 약제 팩키지.

청구항 10

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층은 티타네이트, 지르코네이트, 주석, 티타늄, 주석 산화물, 또는 티타늄 산화물 중 적어도 하나를 포함하는 약제 팩키지.

청구항 11

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층은 아민 모이어티를 포함하는 실란을 포함하는 약제 팩키지.

청구항 12

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 외부 표면의 일부는 0.6 이하의 마찰 계수를 갖고, 여기서, 상기 마찰 계수는 30 N의 수직 하중 하에서 바이알-온-바이알 시험 지그에서 제2 약제 팩키지에 대하여 측정된 최대 마찰 계수이고, 상기 제2 약제 팩키지는 동일 유리 조성물로부터 형성되고, 제2 약제 팩키지의 제2 외부 표면의 적어도 일부 상에 커플링제 층 및 중합체 층을 포함하며, 마찰 계수의 측정 전에 동일 환경 조건에 적용되고;

상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 외부 표면의 일부는, 상기 약제 팩키지 및 제2 약제 팩키지를 적어도 260℃의 온도로 30분 동안의 노출 후에, 30 N의 수직 하중 하에서 바이알-온-바이알 시험 지그에서, 제2 약제 팩키지로 20 mm의 길이를 따라 마모되었을 때, 5 mm 길이 당 6 미만의 유리 체크를 함유하는 약제 팩키지.

청구항 13

청구항 1 내지 4 중 어느 한 항에 있어서,

상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 일부의 마찰 계수는 동일 유리 조성물로부터 형성된 비코팅된 약제 팩키지의 표면의 마찰 계수보다 적어도 20% 미만인 약제 팩키지.

청구항 14

약제 팩키지로서,

중공 (hollow) 내부 및 외부 표면을 가지며, USP <660>:2011에 따르는 타입 1 기준을 충족시키는 보로실리케이트 유리로부터 형성되는 유리 몸체;

제1 두께를 갖는 커플링제 층; 및

상기 커플링제 층 위에 위치되며, 제2 두께를 갖는 중합체 층을 포함하며;

여기서, 상기 커플링제 층 및 중합체 층은 함께 200 nm 이하의 총 두께를 갖고, 상기 제1 두께는 100 nm 이하이고, 상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 유리 몸체의 외부 표면은 0.7 이하의 마찰 계수를 갖고;

여기서, 상기 커플링제 층 및 중합체 층을 갖는 약제 팩키지의 외부 표면의 일부는 상기 약제 팩키지와 동일한 저-마찰 코팅을 포함하는 제2 코팅된 유리 약제 팩키지에 대하여 0.6 이하의 마찰 계수를 갖고, 여기서

상기 중합체 층은 폴리이미드 또는 실리콘 수지를 포함하는 약제 팩키지.

청구항 15

청구항 14에 있어서,

상기 제1 두께는 90 nm인 약제 팩키지.

청구항 16

청구항 14에 있어서,

상기 제2 두께는 50 nm 미만인 약제 팩키지.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 출원은 발명의 명칭이 "Glass Container with a SurfaceTreatmentthat Enhances Glass Reliability and Methods for Manufacturing the Same"인, 2012년 2월 28일자에 출원한 미국 가 특허출원 제61/604,220호, 및 발명의 명칭이 "Delamination Resistant Glass Containers with Heat Resistant Coatings"인, 2012년 6월 28일자에 출원한 미국 가 특허출원 제61/665,682호의 우선권을 주장한다.

[0002] 본 명세서는 일반적으로 코팅, 좀더 구체적으로 약제 팩키지 (pharmaceutical packages)와 같은 유리 용기에 적용된 저-마찰 코팅에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 역사적으로, 유리는 다른 물질에 비하여 기밀성 (hermeticity), 광학적 투명도 (optical clarity), 및 우수한 화학적 내구성 때문에 약제를 팩키징하기 위한 바람직한 물질로서 사용되어왔다. 구체적으로, 약제 팩키지에 사용된 유리는 그 내부에 함유된 약제학적 조성물의 안정성에 영향을 미치지 않도록 적절한 화학적 내구성을 가져야만 한다. 적절한 화학적 내구성을 갖는 유리는 화학적 내구성의 입증된 이력을 갖는 ASTM 표준 '타입 1B'에 있는 유리 조성물을 포함한다.

[0004] 그러나, 이러한 적용을 위한 유리의 용도는 상기 유리의 기계적 성능에 의해 제한된다. 의약품 산업에 있어서, 유리 파손은, 파손된 팩키지 및/또는 상기 팩키지의 내용물이 최종 사용자를 부상을 입힐 수 있기 때문에, 최종 사용자에 대한 안전성 문제이다. 더욱이, 비-격변성 파손 (즉, 상기 유리에 균열은 있지만 깨지지 않은 경우)은 이들의 멸균성을 상실한 내용물을 유발할 수 있고, 결국, 비용적으로 생산품을 회수하는 결과를 초래할 수 있다.

[0005] 구체적으로, 제작에서 활용된 높은 공정 속도 및 유리 약제 팩키지의 충진은, 팩키지가 공정 설비, 취급 설비, 및/또는 다른 팩키지와 접촉을 일으키기 때문에, 마모와 같은, 팩키지 표면상에 기계적 손상을 결과할 수 있다. 이러한 기계적 손상은 상기 유리에서 균열이 발생할 증가된 가능성을 결과하는 상기 유리 약제 팩키지의 강도를 상당히 감소시켜, 잠재적으로 상기 팩키지에 함유된 약제의 멸균성을 위태롭게 하거나 또는 상기 팩키지의 완전한 파손을 유발시킨다.

[0006] 상기 유리 팩키지의 기계적 내구성을 개선하기 위한 하나의 접근법은 상기 유리 팩키지를 열적으로 및/또는 화학적으로 강화시키는 것이다. 열 템퍼링 (Thermal tempering)은 형성 후 급속한 냉각 동안 표면 압축 응력을 유도시켜 유리를 강화시킨다. 이러한 기술은 (창과 같은) 평면 기하학을 갖는 유리 제품, 약 2 mm를 초과하는 두께를 갖는 유리 제품, 및 높은 열 팽창을 갖는 유리 조성물에서 효과가 있다. 그러나, 약품 유리 팩키지는 통상적으로 복합 기하학 (바이알, 튜블러, 앰플, 등)의, 박형 벽 (때때로 약 1-1.5 mm 사이)를 가지며, 열 템퍼링에 의해 강화하기 부적절한 유리 약제 팩키지를 만드는, 낮은 팽창 유리로부터 제조된다. 화학적 템퍼링은 또한 표면 압축 응력의 도입에 의해 유리를 강화시킨다. 상기 응력은 용융염 욕조에서 상기 제품을 함침시켜 도입된다. 상기 유리로부터 이온이 상기 용융염으로부터 더 큰 이온에 의해 대체되기 때문에, 압축 응력은 상기 유리의 표면에 유도된다. 화학적 템퍼링의 장점은 이것이 복합 기하학의, 박형 샘플 상에 사용될 수 있고, 상기 유리 기판의 열팽창 특징에 상대적으로 둔감하다는 것이다.

[0007] 그러나, 전술된 템퍼링 기술이 무딘 충격을 견딜 수 있도록 상기 강화된 유리의 능력을 개선하지만, 이들 기술

은 제작, 이동 및 취급 동안 발생할 수 있는, 스크래치와 같은, 마모에 대한 상기 유리의 내성을 개선하는데 덜 효과적이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 따라서, 기계적 손상에 대한 개선된 내성을 갖는 대안적인 유리 제품에 대한 요구가 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 하나의 구현 예에 따르면, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있고, 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물 (polymer chemical composition)을 포함한다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도 (ramp rate)에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우, 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다.

[0010] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 외부 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 외부 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있고, 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물을 포함한다. 상기 저-마찰 코팅을 갖는 외부 표면의 일부의 마모된 영역의 마찰 계수는 30분 동안 280℃의 상승된 온도 및 30 N 하중 하에 마모에 노출된 후에 0.7 미만일 수 있고, 관찰가능한 손상을 갖지 않는다. 수평 압축에서 상기 코팅된 유리 제품의 잔류 강도 (retained strength)는 30 N 하중 하에 마모 및 30분 동안 280℃로 상승된 온도에 노출된 후에 약 20%를 초과하여 감소하지 않는다.

[0011] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 갖는 유리 몸체를 포함할 수 있다. 저-마찰 코팅은 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치될 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물 및; 방향족 실란 화학 조성물인 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물 (hydrolysate), 또는 이의 올리고머; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물; 중 적어도 하나를 포함하는 커플링제 (coupling agent)를 포함할 수 있다. 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물일 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이다. 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우, 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다.

[0012] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 하나 이상의 실란 화학 조성물의 올리고머를 포함하는 커플링제를 포함할 수 있다. 상기 올리고머는 실세스실세스퀴옥산 화학 조성물일 수 있고, 상기 실란 화학 조성물 중 적어도 하나는 적어도 하나의 방향족 모이어티 (moiety) 및 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다. 상기 저 마찰 코팅은 또한 적어도 제1 디아민 단량체 화학 조성물, 제2 디아민 단량체 화학 조성물, 및 이무수물 (dianhydride) 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성된 폴리이미드 화학 조성물을 포함할 수 있다. 상기 제1 디아민 단량체 화학 조성물은 상기 제2 디아민 단량체 화학 조성물과 다를 수 있다.

[0013] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물을 포함할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 300℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다.

[0014] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면 및 상기 제1 표면에 대립하는 제2 표면을 포함하는 유리 몸체를 포함할 수 있다. 상기 제1 표면은 유리 용기의 외부 표면일 수 있다. 저-마찰 코팅은 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합 될 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 중합체 화학 조성물을 포함할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 280℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리

제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다.

[0015] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 상기 유리 몸체의 제1 표면상에 위치된 커플링제 층을 포함할 수 있다. 상기 커플링제 층은 방향족 실란 화학 조성물인 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물; 중 적어도 하나를 포함하는 커플링제를 포함할 수 있다. 중합체 층은 상기 커플링제 층에 위에 위치될 수 있다. 상기 중합체 층은 폴리이미드 화학 조성물을 포함할 수 있다. 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물일 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 280℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다.

[0016] 또 다른 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합된 저-마찰 코팅을 포함할 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 하나 이상의 실란 화학 조성물의 올리고머를 포함하는 커플링제를 포함하는 커플링제 층을 포함할 수 있다. 상기 올리고머는 실세스실록산 화학 조성물일 수 있고, 상기 실란 화학 조성물 중 적어도 하나는 적어도 하나의 방향족 모이어티 및 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다. 상기 저 마찰 코팅은 적어도 제1 디아민 단량체 화학 조성물, 제2 디아민 단량체 화학 조성물, 및 이무수물 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성된 폴리이미드 화학 조성물을 포함하는 중합체 층을 더욱 포함할 수 있다. 상기 제1 디아민 단량체 화학 조성물은 상기 제2 디아민 단량체 화학 조성물과 다를 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 또한 상기 커플링제 층의 하나 이상의 화학 조성물과 결합된 상기 중합체 층의 하나 이상의 화학 조성물을 포함하는 계면층을 포함할 수 있다.

[0017] 또 다른 구현 예에 있어서, 기판용 저-마찰 코팅은 폴리이미드 화학 조성물 및 커플링제를 포함할 수 있다. 상기 커플링제는 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머, 및 제2 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머의 혼합물의 혼합물, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물일 수 있고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 지방족 실란 화학 조성물일 수 있으며; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 코팅은 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 55% 이상일 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다.

[0018] 상기 코팅된 유리 제품 및 이를 제조하는 방법 및 공정의 부가적인 특성 및 장점은 하기의 상세한 설명에서 더욱 설명될 것이고, 부분적으로는 하기 상세한 설명, 청구항, 뿐만 아니라 첨부된 도면을 포함하는, 여기에 기재된 구현 예들을 실행하여 인지되거나 또는 설명으로부터 기술분야의 당업자에게 쉽게 명백해 질 것이다.

[0019] 전술한 배경기술 및 하기 상세한 설명 모두는 다양한 구현 예들을 설명하며, 청구된 주제의 본질 및 특징을 이해하기 위한 개요 또는 틀거리를 제공하도록 의도된 것으로 이해될 것이다. 첨부하는 도면은 다양한 구현 예의 또 다른 이해를 제공하기 위해 포함되고, 본 명세서에 혼입되며, 일부를 구성한다. 도면은 여기에 기재된 다양한 구현 예들을 예시하고, 상세한 설명과 함께 본 발명의 원리 및 작동을 좀더 구체적으로 설명한다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기를 개략적으로 도시한 단면도이다.

도 2는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 중합체 층 및 커플링제 층을 포함하는 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기를 개략적으로 도시한 단면도이다.

도 3은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 중합체 층, 커플링제 층, 및 계면층을 포함하는 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기를 개략적으로 도시한 단면도이다.

도 4는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 디아민 단량체 화학 조성물의 예를 나타낸다.

도 5는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 디아민 단량체 화학 조성물의 예를 나타낸

다.

도 6은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 유리 용기에 적용된 폴리이미드 코팅으로서 사용될 수 있는 단량체의 화학적 구조를 나타낸다.

도 7은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기를 형성하기 위한 방법의 하나의 구현 예의 흐름도이다.

도 8은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 도 7의 흐름도의 단계를 도시한 개략도이다.

도 9는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 두 표면들 사이의 마찰 계수를 결정하기 위해 시험 지그 (testing jig)를 도시한 개략도이다.

도 10은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 유리 용기의 질량 손실을 시험하기 위한 장치를 도시한 개략도이다.

도 11은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 400-700 nm의 가시광 스펙트럼에서 측정된 코팅 및 비코팅된 바이알에 대한 광 투과도 데이터를 나타낸 그래프이다.

도 12는 본 명세서 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알에 대한 수평 압축 시험에서 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률 (probability)을 나타낸 그래프이다.

도 13은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 이온 교환 및 코팅된 대조 유리 조성물로부터 형성된 바이알 및 스콧 타입 (Schott Type) 1B 유리 바이알에 대한 측정된 마찰 계수 및 하중을 보고하는 표이다.

도 14는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 표준 조건 데로 (as received condition), 및 이온 교환된 조건에서 스콧 타입 1B 유리로부터 형성된 관, 및 표준 조건 데로, (비코팅된) 이온 교환된 조건에서, (코팅 및 마모된) 이온 교환된 조건에서, (비코팅 및 마모된) 이온 교환된 조건에서 대조 유리 조성물로부터 형성된 관에 대한 4 점 굽힘에 적용된 응력의 함수에 따른 파손 확률을 나타낸 그래프이다.

도 15는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, APS/Novastrat®800 코팅에 대한 가스 크로마토그래피-질량 분광계 출력 데이터를 나타낸 그래프이다.

도 16은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, DC806A 코팅에 대한 가스 크로마토그래피-질량 분광계 출력 데이터를 나타낸 그래프이다.

도 17은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 동결 건조 조건 하에서 시험된 다른 저-마찰 코팅 조성물을 보고하는 표이다.

도 18은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알-온-바이알 지그 (vial-on-vial jig)에서 시험된 실리콘 수지 코팅을 갖는 바이알 및 맨 유리 바이알에 대한 마찰 계수를 보고하는 차트이다.

도 19는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알-온-바이알 지그에서 다른 적용 하중 하에서 여러 번 마모되고, APS/Kapton 폴리이미드 코팅으로 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 보고하는 차트를 함유한다.

도 20은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알-온-바이알 지그에 다른 적용 하중 하에서 여러 번 마모되고, APS 코팅으로 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 보고하는 차트이다.

도 21은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알이 12시간 동안 300℃에 노출된 후 바이알-온-바이알에서 다른 적용 하중 하에 여러 번 마모되고, APS/Kapton 폴리이미드 코팅으로 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 보고하는 차트이다.

도 22는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알이 12시간 동안 300℃에 노출된 후 바이알-온-바이알 지그에서 다른 적용 하중 하에 여러 번 마모되고, APS 코팅으로 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 보고하는 차트이다.

도 23은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알-온-바이알 지그에서 다른 적용 하중 하에 여러 번 마모되고, Kapton 폴리이미드 코팅으로 코팅된 스콧 타입 1B 바이알에 대한 마찰 계수를 보고

하는 차트이다.

도 24는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 동결 건조 전 및 후에 APS/Novastrat®800 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 나타낸다.

도 25는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알에 대한 수평 압축 시험에서 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 나타낸 그래프이다.

도 26은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 고압 살균 전 및 후에 APS/Novastrat®800 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 나타낸다.

도 27은 다른 온도 조건에 노출된 코팅된 유리 용기 및 비코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수를 나타낸 그래프이다.

도 28은 본 명세서에 기재된 바와 같은 유리 용기에 적용된 저-마찰 코팅의 커플링제의 조성물에서 변형에 따른 마찰 계수에서 변화를 예시하는 표이다.

도 29는 디피로제네이션 (depyrogenation) 전 및 후에 코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수, 적용된 힘, 및 마찰력을 나타낸 그래프이다.

도 30은 다른 디피로제네이션 조건에 대하여 코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수, 적용된 힘, 및 마찰력을 나타낸 그래프이다.

도 31은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 기판에 결합하는 실란의 반응 단계를 나타낸 개략도이다.

도 32는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 실란에 결합하는 폴리이미드의 반응 단계를 나타낸 개략도이다.

도 33은 비교 예의 그대로-코팅된 바이알에 대해 적용된 스크래치 (x-축)의 길이의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투 (scratch penetration), 적용된 수직력 (applied normal force), 및 마찰력 (y-축)을 나타낸 그래프이다.

도 34는 비교 예의 열 처리된 바이알에 대해 적용된 스크래치 (x-축)의 길이의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타낸 그래프이다.

도 35는 비교 예의 그대로-코팅된 바이알에 대해 적용된 스크래치 (x-축)의 길이의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타낸 그래프이다.

도 36은 비교 예의 열 처리된 바이알에 대해 적용된 스크래치 (x-축)의 길이의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타낸 그래프이다.

도 37은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 디피로제네이션 전 및 후에 코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수, 적용된 힘 및 마찰력을 나타낸 그래프이다.

도 38은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알에 대한 수평 압축 시험에 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 나타낸 그래프이다.

도 39는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 디피로제네이션 전 및 후에 코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수, 적용된 힘 및 마찰력을 나타낸 그래프이다.

도 40은 본 명세서에 기재되고, 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 열 처리 시간을 변화시킨 후에 마찰 계수를 나타낸 그래프이다.

도 41은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 디피로제네이션 전 및 후에 코팅된 유리 용기에 대한 마찰 계수, 적용된 힘, 및 마찰력을 나타낸 그래프이다.

도 42는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 바이알에 대한 수평 압축에 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 나타낸 그래프이다.

도 43은 본 명세서에 기재된 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 코팅의 주사 전자 현미경 사진을 나타낸다.

도 44는 본 명세서에 기재된 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 코팅의 주사 전자 현미경 사진을 나타낸다.

도 45는 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 코팅의 주사 전자 현미경 사진을 나타낸다.

도 46은 본 명세서에 기재되고 나타낸 하나 이상의 구현 예에 따라서, 400-700 nm의 가시광 스펙트럼에서 측정된 코팅 및 비코팅된 바이알에 대한 광 투과도 데이터를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 참조는 저-마찰 코팅, 저-마찰 코팅을 갖는 유리 제품, 및 이를 생산하기 위한 방법의 다양한 구현 예에 대해 상세하게 만들어질 것이고, 이의 실시 예들은 도면에 개략적으로 도시된다. 이러한 코팅된 유리 제품은 약제 팩키지를 포함하지만, 이에 제한되지 않는, 다양한 팩키지 적용에 사용하기에 적절한 유리 용기일 수 있다. 이들 약제 팩키지는 약제학적 조성물을 함유할 수 있거나 또는 함유하지 않을 수 있다. 상기 저-마찰 코팅, 저-마찰 코팅을 갖는 유리 제품, 및 이를 형성하기 위한 방법의 다양한 구현 예들은 첨부된 도면을 참조하여 여기에서 좀더 상세하게 설명될 것이다. 본 명세서에 기재된 저-마찰 코팅의 구현 예들이 유리 용기의 외부 표면에 적용되는 반면, 기재된 저-마찰 코팅은 비-유리 물질을 포함하는, 광범위한 물질 상에, 및 유리 디스플레이 패널 등을 포함하지만, 이에 제한되지 않는, 용기 외에 기판상에 코팅으로서 사용될 수 있다.

[0022] 일반적으로, 저-마찰 코팅은 약제 팩키지으로서 사용될 수 있는 용기와 같은, 유리 제품의 표면에 적용될 수 있다. 상기 저-마찰 코팅은 감소된 마찰 계수 및 증가된 내손상성과 같은 상기 코팅된 유리 제품에 대한 유리한 특성을 제공할 수 있다. 상기 감소된 마찰 계수는 상기 유리에 대한 마찰 손상을 완화시켜 상기 유리 제품에 대한 개선된 강도 및 내구성을 부여할 수 있다. 더욱이, 상기 저-마찰 코팅은, 예를 들어, 디피로제네이션, 가압 멸균 등과 같은, 약제 팩키지에 활용된 팩키징 및 예비-팩키징 단계 동안 경험되는 것과 같은, 상승된 온도 및 다른 조건에 노출된 후에 전술된 개선된 강도 및 내구성을 유지할 수 있다. 따라서, 상기 저-마찰 코팅 및 상기 저-마찰 코팅을 갖는 유리 제품은 열적으로 안정하다.

[0023] 상기 저-마찰 코팅은 일반적으로 실란과 같은, 커플링제, 및 폴리이미드와 같은, 중합체 화학 조성물을 포함할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 상기 유리 제품의 표면상에 위치된 커플링제 층에 배치될 수 있고, 상기 중합체 화학 조성물은 상기 커플링제 층상에 위치된 중합체 층에 배치될 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 및 상기 중합체 화학 조성물은 단일 층에서 혼합될 수 있다.

[0024] 도 1은 코팅된 유리 제품, 구체적으로 코팅된 유리 용기 (100)을 개략적으로 도시한 단면도이다. 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 유리 몸체 (102) 및 저-마찰 코팅 (120)을 포함한다. 상기 유리 몸체 (102)는 외부 표면 (108) (즉, 제1 표면) 및 내부 표면 (110) (즉, 제2 표면) 사이에 확장하는 유리 용기 벽 (104)를 갖는다. 상기 유리 용기 벽 (104)의 내부 표면 (110)은 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 내부 부피 (106)를 한정한다. 저-마찰 코팅 (120)은 상기 유리 몸체 (102)의 외부 표면 (108)의 적어도 일부 상에 위치된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 실질적으로 상기 유리 몸체 (102)의 전체 외부 표면 (108) 상에 위치될 수 있다. 상기 저-마찰 코팅 (120)은 외부 표면 (122), 및 상기 유리 몸체 (102) 및 상기 저-마찰 코팅 (120)의 계면에서 유리 몸체 접촉 표면 (124)을 갖는다. 상기 저-마찰 코팅 (120)은 상기 외부 표면 (108)에서 상기 유리 몸체 (102)에 결합될 수 있다.

[0025] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 약제 팩키지가다. 예를 들어, 상기 유리 몸체 (102)는 바이알, 앰플, 앰풀 (ampul), 병, 플라스크, 작은 약병, 비이커, 양동이, 유리병 (carafe), 통 (vat), 주사기 몸체 (syringe body) 등의 모양일 수 있다. 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 어떤 조성물을 함유하기 위해 사용될 수 있고, 하나의 구현 예에 있어서, 약제학적 조성물을 함유하는데 사용될 수 있다. 약제학적 조성물은 약학 진단, 치료, 처치, 또는 질병의 예방에서 사용하기 위해 의도된 어떤 화학적 물질을 포함할 수 있다. 약제학적 조성물의 예로는 약물, 의약품, 약, 약제, 치료제, 등을 포함하지만, 이에 제한되지 않는다. 상기 약제학적 조성물은 액체, 고체, 겔, 현탁액, 분말, 또는 이와 같은 형태일 수 있다.

[0026] 하나의 구현 예에 있어서, 도 1 및 2를 참조하면, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 이-층 구조를 포함한다. 도 2는 코팅된 유리 용기 (100)의 단면을 나타내고, 여기서 상기 저-마찰 코팅은 중합체 층 (170) 및 커플링제 층 (180)을 포함한다. 중합체 화학 조성물은 중합체 층 (170)에서 함유될 수 있고, 커플링제는 커플링제 층 (180)에 함유될 수 있다. 상기 커플링제 층 (180)은 상기 유리 용기 벽 (104)의 외부 표면 (108)과 직접 접촉할 수 있다. 상기 중합체 층 (170)은 상기 커플링제 층 (180)과 직접 접촉할 수 있고, 상기 저-마찰 코팅 (120)의 외부 표면 (122)을 형성할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 층 (180)은 상기 유리 벽 (104)에

결합되고, 상기 중합체 층 (170)은 계면 (174)에서 상기 커플링제 층 (280)에 결합된다. 그러나, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 커플링제를 포함할 수 없고, 상기 중합체 화학 조성물은 상기 유리 용기 벽 (104)의 외부 표면 (108)과 직접 접촉하는 중합체 층 (170)에 배치될 수 있는 것으로 이해될 것이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물 및 커플링제는 단일 층에 실질적으로 혼합될 수 있다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 층은 상기 커플링제 층, 및 상기 유리 벽 (104) 위에 위치될 수 있는데, 이는 상기 중합체 층 (170)이 커플링제 층 (180)에 대하여 외부 층에 있다는 것을 의미한다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 제2 층 "위에" 위치된 제1 층은 상기 제1 층이 상기 제2 층과 직접 접촉할 수 있거나 또는 제1 및 제2 층 사이에 배치된 제3 층과 같이, 상기 제2 층과 분리될 수 있다는 것을 의미한다.

[0027] 도 3을 참조하면, 하나의 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 상기 커플링제 층 (180) 및 상기 중합체 층 (170) 사이에 위치된 계면층 (190)을 더욱 포함할 수 있다. 상기 계면층 (190)은 상기 커플링제 층 (180)의 하나 이상의 화학 조성물과 결합된 상기 중합체 층 (170)의 하나 이상의 화학 조성물을 포함할 수 있다. 이러한 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 층 및 중합체 층의 계면은 상기 중합체 화학 조성물 및 상기 커플링제 사이에서 결합이 발생하는 계면층 (190)을 형성한다. 그러나, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 중합체 및 커플링제가, 도 2를 참조하여 기재된 바와 같이, 서로 화학적으로 결합되는 상기 커플링제 층 (180) 및 중합체 층 (170)의 계면에서 주목할 만한 층이 없을 수 있다.

[0028] 상기 유리 몸체 (102)에 적용된 상기 저-마찰 코팅 (120)은 약 100 ㎛ 미만 또는 약 1 ㎛ 이하의 두께를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)의 두께는 약 100 nm 이하의 두께일 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 약 90 nm 미만 두께, 약 80 nm 미만 두께, 약 70 nm 미만 두께, 약 60 nm 미만 두께, 약 50 nm 미만 두께, 또는 약 25 nm 미만 두께일 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 상기 유리 몸체 (102)의 전체에 걸쳐 균일한 두께가 아닐 수 있다. 예를 들어, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 상기 저-마찰 코팅 (120)을 형성하는 하나 이상의 코팅 용액으로 유리 몸체 (102)를 접촉시키는 공정에 기인하여, 약간의 면적에서 더 두꺼운 저-마찰 코팅 (120)을 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 비-균일한 두께를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 코팅 두께는, 선택된 영역의 보호를 촉진하기 위해, 코팅된 유리 용기 (100)의 다른 영역에 걸쳐 변화될 수 있다.

[0029] 이러한 상기 중합체 층 (170), 계면층 (190), 및/또는 커플링제 층 (180)과 같은, 적어도 두 층을 포함하는 구현 예에 있어서, 각 층은 약 100 ㎛ 미만 또는 심지어 약 1 ㎛ 이하의 두께를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 각 층의 두께는 약 100 nm 이하일 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 각 층은 약 90 nm 미만 두께, 약 80 nm 미만 두께, 약 70 nm 미만 두께, 약 60 nm 미만 두께, 약 50 nm 미만, 또는 약 25 nm 미만 두께일 수 있다.

[0030] 본 명세서에 기록된 바와 같이, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 커플링제를 포함한다. 상기 커플링제는 상기 유리 몸체 (102)에 중합체 화학 조성물의 접착 또는 결합을 개선할 수 있고, 일반적으로 상기 유리 몸체 (102) 및 상기 중합체 화학 조성물 사이에 배치되거나, 또는 중합체 화학 조성물과 혼합된다. 본 명세서에 사용된 바와 같이, 접착력은 열 처리와 같이, 상기 코팅된 유리 용기에 적용된 처리 후, 및 전에 저-마찰 코팅의 접착 또는 결합의 강도를 의미한다. 열 처리는 가압 멸균, 디피로제네이션, 동결 건조, 등을 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0031] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 적어도 하나의 실란 화학 조성물을 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같이, "실란" 화학 조성물은 수성 용액에서 실란으로부터 형성된 실라놀 뿐만 아니라, 기능성 유기 실란을 포함하는, 실란 모이어티를 포함하는 어떤 화학 조성물이다. 상기 커플링제의 실란 화학 조성물은 방향족 또는 지방족일 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 적어도 하나의 실란 화학 조성물은 1차 아민 모이어티 또는 2차 아민 모이어티과 같은, 아민 모이어티를 포함할 수 있다. 더군다나, 상기 커플링제는 하나 이상의 실란 화학 조성물로부터 형성된 하나 이상의 실세스퀴옥산 화학 조성물과 같은, 이러한 실란의 올리고머 및/또는 가수분해물을 포함할 수 있다. 상기 실세스퀴옥산 화학 조성물은 전체 케이지 구조 (cage structure), 부분적 케이지 구조, 또는 케이지 구조가 없는 것을 포함할 수 있다.

[0032] 상기 커플링제는 하나 이상의 단량체 화학 조성물로부터 형성된 올리고머를 포함하는, 하나의 화학 조성물, 두 개의 다른 화학 조성물, 또는 둘 이상의 다른 화학 조성물과 같은 여러 가지의 다른 화학 조성물을 포함할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 (1) 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머 및 (2) 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 제1 및 제2 실란을 포함

한다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, "제1" 실란 화학 조성물 및 "제2" 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물을 갖는 실란이다. 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 또는 지방족 화학 조성물일 수 있고, 선택적으로 아민 모이어티를 포함할 수 있으며, 및 선택적으로 알콕시실란일 수 있다. 유사하게, 상기 제2 실란 화학 조성물은 방향족 또는 지방족 화학 조성물일 수 있고, 선택적으로 아민 모이어티를 포함할 수 있으며, 및 선택적으로 알콕시실란일 수 있다.

[0033] 예를 들어, 하나의 구현 예에 있어서, 오직 하나의 실란 화학 조성물은 상기 커플링제로서 적용된다. 이러한 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머를 포함할 수 있다.

[0034] 또 다른 구현 예에 있어서, 다중 실란 화학 조성물은 상기 커플링제로서 적용될 수 있다. 이러한 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 (1) 상기 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 혼합물, 및 (2) 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.

[0035] 전술된 구현 예들을 참조하면, 상기 제1 실란 화학 조성물, 제2 실란 화학 조성물, 또는 모두는 방향족 화학 조성물일 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 방향족 화학 조성물은 상기 벤젠 시리즈 및 관련된 유기 모이어티의 하나 이상의 6-탄소 고리 특징을 함유한다. 상기 방향족 실란 화학 조성물은 디알콕시실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머, 또는 트리알콕시실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머와 같은 알콕시실란일 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 방향족 실란은 아민 모이어티를 포함할 수 있고, 아민 모이어티를 포함하는 알콕시실란일 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 방향족 실란 화학 조성물은 방향족 알콕시실란 화학 조성물, 방향족 아실옥시실란 화학 조성물, 방향족 할로겐 실란 화학 조성물, 또는 방향족 아미노실란 화학 조성물일 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 방향족 실란 화학 조성물은 아미노페닐, 3-(m-아미노페녹시) 프로필, N-페닐아미노프로필, 또는 (클로로메틸) 페닐 치환된 알콕시, 아실옥시, 할로겐 또는 아미노 실란으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 예를 들어, 상기 방향족 알콕시실란은 아미노페닐트리메톡시 실란 (때때로 "APhTMS"라 한다), 아미노페닐디메톡시 실란, 아미노페닐트리에톡시 실란, 아미노페닐디에톡시 실란, 3-(m-아미노페녹시) 프로필트리메톡시 실란, 3-(m-아미노페녹시) 프로필디메톡시 실란, 3-(m-아미노페녹시) 프로필트리에톡시 실란, 3-(m-아미노페녹시) 프로필디에톡시 실란, N-페닐아미노프로필트리메톡시실란, N-페닐아미노프로필디메톡시실란, N-페닐아미노프로필트리에톡시실란, N-페닐아미노프로필디에톡시실란, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머화된 화학 조성물일 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 방향족 실란 화학 조성물은 아미노페닐트리메톡시 실란일 수 있다.

[0036] 전술된 구현 예를 다시 참조하면, 상기 제1 실란 화학 조성물, 제2 실란 화학 조성물, 또는 모두는 지방족 화학 조성물 일 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 지방족 화학 조성물은 알칼, 알켄, 및 알킨과 같은, 개방 사슬 구조를 갖는 화학 조성물과 같은, 비-방향족이지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 알콕시실란인 화학 조성물을 포함할 수 있고, 디알콕시실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머, 또는 트리알콕시실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머와 같은, 지방족 알콕시실란일 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 지방족 실란은 아민 모이어티를 포함할 수 있고, 아미노알킬트리알콕시실란과 같은, 아민 모이어티를 포함하는 알콕시실란일 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 지방족 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필, 비닐, 메틸, N-페닐아미노프로필, (N-페닐아미노)메틸, N-(2-비닐benzyl아미노에틸)-3-아미노프로필 치환된 알콕시, 아실옥시, 할로겐, 또는 아미노 실란, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 아미노알킬트리알콕시실란은, 3-아미노프로필트리메톡시 실란 (때때로 "GAPS"라 한다), 3-아미노프로필디메톡시 실란, 3-아미노프로필트리에톡시 실란, 3-아미노프로필디에톡시 실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필디메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리에톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필디에톡시실란, 이의 가수분해물, 및 이의 올리고머화된 화학 조성물을 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 지방족 알콕시실란 화학 조성물은 알킬트리알콕시실란 또는 알킬바이알콕시실란과 같은, 아민 모이어티를 함유하지 않을 수 있다. 이러한 알킬트리알콕시실란 또는 알킬바이알콕시실란은 비닐트리메톡시 실란, 비닐디메톡시 실란, 비닐트리에톡시 실란, 비닐디에톡시 실란, 메틸트리메톡시실란, 메틸트디메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 메틸디에톡시실란, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머화된 화학 조성물을 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 지방족 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필트리메톡시 실란이다.

[0037] 다른 화학 조성물의 조합, 특히 실란 화학 조성물의 조합으로부터 상기 커플링제의 형성은 상기 저-마찰 코팅(120)의 열 안정성을 개선할 수 있다는 것을 발견하였다. 예를 들어, 전술된 바와 같은, 방향족 실란 및 지방족 실란의 조합은 상기 저-마찰 코팅의 열 안정성을 개선하여, 이에 의해 상승된 온도에서 열 처리 후 마찰 계수 및 접착 성능과 같은 이의 기계적 특성을 보유하는 코팅을 생산하는 것을 발견하였다. 따라서, 하나의 구현예에 있어서, 상기 커플링제는 방향족 및 지방족 실란의 조합을 포함한다. 이들 구현 예에 있어서, 지방족 실란 대 방향족 실란 (지방족:방향족)의 비는 약 1:3 내지 약 1:0.2일 수 있다. 만약 상기 커플링제가 적어도 지방족 실란 및 방향족 실란과 같은, 둘 이상의 화학 조성물이라면, 상기 두 화학 조성물의 중량비는 약 0.1:1 내지 약 10:1의 제1 실란 화학 조성물 대 제2 실란 화학 조성물 (제1 실란:제2 실란)의 중량비와 같은, 어떤 비율일 수 있다. 예를 들어, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 비는 2:1, 1:1, 0.5:1과 같은, 0.5:1 내지 약 2:1의 비일 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 다중 지방족 실란 및/또는 다중 방향족 실란의 조합을 포함할 수 있고, 이것은 유기 또는 무기 충전제와 함께 또는 없이 하나 또는 다중 단계에서 상기 유리 용기에 적용될 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 지방족 및 방향족 실란 모두로 부터 형성된, 실세스퀴옥산과 같은, 올리고머를 포함한다.

[0038] 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 지방족 실란 화학 조성물이다. 하나의 대표적인 구현 예에 있어서,상기 제1 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는 방향족 알콕시실란 화학 조성물이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는 지방족 알콕시실란 화학 조성물이다. 또 다른 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 하나 이상의 실란 화학 조성물의 올리고머를 포함하고, 여기서 상기 올리고머는 실세스퀴옥산 화학 조성물이고, 상기 실란 화학 조성물 중 적어도 하나는 적어도 하나의 방향족 모이어티 및 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다. 하나의 특별한 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐트리메톡시 실란이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필트리메톡시 실란이다. 방향족 실란 대 지방족 실란의 비는 약 1:1일 수 있다. 또 다른 특별한 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 아미노페닐트리메톡시 및 3-아미노프로필트리메톡시로부터 형성된 올리고머를 포함한다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 아미노페닐트리메톡시 및 3-아미노프로필트리메톡시의 혼합물 및 상기 둘로부터 형성된 올리고머 모두를 포함할 수 있다.

[0039] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 아미노알킬실세스퀴옥산인 화학 조성물을 포함할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 (Gelest로부터 수성 용액으로 상업적으로 이용가능한) 아미노프로필실세스퀴옥산 (APS) 올리고머를 포함한다.

[0040] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 방향족 실란 화학 조성물은 클로로실란 화학 조성물이다.

[0041] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 (3-아미노프로필)실란트리올, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필-실란트리올 및/또는 이의 혼합물과 같은 아미노알콕시실란의 가수분해된 동종체인 화학 조성물을 포함할 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0042] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 금속 및/또는 세라믹 필름과 같은, 무기 물질일 수 있다. 상기 커플링제로서 사용된 적절한 무기 물질의 비-제한적인 예로는 티타네이트, 지르코네에트, 주석, 티타늄, 및/또는 이의 산화물을 포함한다.

[0043] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 침지 공정 (submersion process)에 의해 희석된 커플링제와 접촉시켜 상기 유리 몸체 (102)의 외부 표면 (108)에 적용된다. 상기 커플링제는 상기 유리 몸체 (102)에 적용시 용매에 혼합될 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 분무 또는 다른 적절한 수단에 의해 상기 유리 몸체 (102)에 적용될 수 있다. 커플링제를 갖는 상기 유리 몸체 (102)는 15분 동안 약 120℃에서, 또는 상기 유리 용기 벽 (104)의 외부 표면 (108)에 존재하는 물 및/또는 다른 유기 용매를 적절히 유리시키기 충분한 어떤 시간 및 온도에서 건조될 수 있다.

[0044] 도 2를 참조하면, 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 커플링제 층 (180)으로 상기 유리 용기 상에 위치되고, 메탄올과 같은, 이에 제한되지 않는, 유기 용매 및 물 중 적어도 하나와 혼합된 약 0.5 wt%의 제1 실란 및 약 0.5 wt%의 제2 실란 (총 1 wt% 실란)을 포함하는 용액으로서 적용된다. 그러나, 상기 용액에서 총 실란 농도가 약 0.1 wt% 내지 약 10 wt%, 약 0.3 wt% 내지 약 5.0 wt%, 또는 약 0.5 wt% 내지 약 2.0 wt%과 같이, 약 1 wt%보다 많거나 적을 수 있다. 예를 들어, 하나의 구현 예에 있어서, 유기 용매 대 물의 중량비 (유기 용매:물)는 약 90:10 내지 약 10:90일 수 있고, 하나의 구현 예에 있어서, 약 75:25일 수 있다. 용매에서 실란의 중량비는 상기 커플링제 층의 두께에 영향을 미칠 수 있으며, 여기서 상기 커플링제 용액에서 실란 화학 조성물

의 증가된 퍼센트는 상기 커플링제 층 (180)의 두께를 증가시킬 수 있다. 그러나, 다른 변수로는 욕조로부터 인출 속도와 같이, 딥 코팅 공정의 세부사항과 같은 것이 상기 커플링제 층 (180)의 두께에 영향을 미칠 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 예를 들어, 더 빠른 인출 속도는 더 얇은 커플링제 층 (180)을 형성할 수 있다.

[0045] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 층 (180)은 0.1 vol%의 상업적으로 이용가능한 아미노프로필실세스퀴옥산 올리고머를 포함하는 용액으로서 적용될 수 있다. 다른 농도의 커플링제 층 용액은 0.01-10.0 vol%의 아미노프로필실세스퀴옥산 올리고머을 포함하여 사용될 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0046] 본 명세서에 기록된 바와 같이, 상기 저 마찰 코팅은 또한 중합체 화학 조성물을 포함한다. 상기 중합체 화학 조성물은 유기 또는 무기 충전제를 갖거나 갖지 않는, 폴리이미드, 폴리벤즈이미다졸, 폴리술폰, 폴리에테르에테르케톤, 폴리에테르이미드, 폴리아미드, 폴리페닐, 폴리벤조티아졸, 폴리벤조옥사졸, 폴리비스티아졸, 및 폴리방향족 이형고리형 (heterocyclic) 중합체와 같은, 열적으로 안정한 중합체 또는 중합체의 혼합물일 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 상기 중합체 화학 조성물은 250℃, 300℃, 및 350℃을 포함하는, 200℃ 내지 400℃의 온도 범위에서 분해되지 않는 중합체와 같은, 다른 열적으로 안정한 중합체로부터 형성될 수 있다. 이들 중합체는 커플링제와 함께 또는 없이 적용될 수 있다.

[0047] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 폴리이미드 화학 조성물이다. 만약 상기 저-마찰 코팅 (120)이 폴리이미드를 포함한다면, 상기 폴리이미드 조성물은, 단량체들의 중합화에 의해 용액에서 형성된, 폴리아미산 (polyamic acid)으로부터 유도될 수 있다. 하나의 이러한 폴리아미산은 (NeXolve로부터 상업적으로 이용가능한) Novastrat® 800이다. 경화 단계는 상기 폴리이미드를 형성하기 위해 폴리아미산을 이미드화시킨다. 상기 폴리아미산은 디아민과 같은, 디아민 단량체, 및 이무수물 (dianhydride)과 같은, 무수물 단량체의 반응으로부터 형성될 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 폴리이미드 단량체는 디아민 단량체 및 이무수물 단량체로서 기재된다. 그러나, 디아민 단량체는 두 개의 아민 모이어티를 포함하지만, 하기 상세한 설명에 있어서, 적어도 두 개의 아민 모이어티를 포함하는 어떤 단량체가 디아민 단량체로서 적절할 수 있는 것으로 이해될 수 있다. 유사하게, 이무수물 단량체가 두 개의 무수물 모이어티를 포함하지만, 하기 상세한 설명에 있어서, 적어도 두 개의 무수물 모이어티를 포함하는 어떤 단량체가 이무수물 단량체로서 적절할 수 있는 것으로 이해될 것이다. 상기 무수물 단량체의 상기 무수물 모이어티 및 상기 디아민 단량체의 아민 모이어티 사이의 반응은 상기 폴리아미산을 형성한다. 따라서, 본 명세서에 사용된 바와 같은, 특정화된 단량체의 중합화로부터 형성된 폴리이미드 화학 조성물은 이들 특정한 단량체로부터 형성된 폴리아미산의 이미드화 후에 형성된 폴리이미드를 의미한다. 일반적으로, 총 무수물 단량체 및 디아민 단량체의 몰 비는 약 1:1일 수 있다. 상기 폴리이미드가 오직 두 개의 구별되는 화학 조성물 (하나의 무수물 단량체 및 하나의 디아민 단량체)로 형성될 수 있는 반면, 적어도 하나의 무수물 단량체는 중합될 수 있고, 적어도 하나의 디아민 단량체는 중합될 수 있어 상기 폴리이미드를 형성한다. 예를 들어, 하나의 무수물 단량체는 두 개의 다른 디아민 단량체로 중합될 수 있다. 다수의 단량체 종 조합은 사용될 수 있다. 더군다나, 하나의 무수물 단량체 대 다른 무수물 단량체, 또는 하나 이상의 디아민 단량체 대 다른 디아민 단량체의 비는 약 1:9, 1:4, 3:7, 2:3:, 1:1, 3:2, 7:3, 4:1 또는 1:9과 같은, 약 1:0.1 내지 0.1:1 사이의 어떤 비일 수 있다.

[0048] 상기 디아민 단량체와 함께, 상기 폴리이미드를 형성하는, 상기 무수물 단량체는 어떤 무수물 단량체를 포함할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 무수물 단량체는 벤조페논 구조를 포함한다. 대표적인 구현 예에 있어서, 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물은 상기 폴리이미드를 형성하는 상기 무수물 단량체 중 적어도 하나일 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 디아민 단량체는 전술된 이무수물의 치환된 버전을 포함하는, 안트라센 (anthracene) 구조, 페난트렌 (phenanthrene) 구조, 피렌 (pyrene) 구조, 또는 펜타센 (pentacene) 구조를 가질 수 있다.

[0049] 상기 무수물 단량체와 함께, 상기 폴리이미드를 형성하는 상기 디아민 단량체는 어떤 디아민 단량체를 포함할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 디아민 단량체는 적어도 하나의 방향족 고리 모이어티를 포함한다. 도 4 및 5는 하나 이상 선택된 무수물 단량체와 함께, 상기 중합체 화학 조성물을 포함하는 상기 폴리이미드를 형성할 수 있는, 디아민 단량체의 예를 나타낸다. 상기 디아민 단량체는, 도 5에서 나타낸 바와 같이, 두 개의 방향족 고리 모이어티를 연결하는 하나 이상의 탄소 분자를 가질 수 있고, 여기서 도 5의 R은 하나 이상의 탄소 원자를 포함하는 알킬 모이어티에 상응한다. 선택적으로, 상기 디아민 단량체는, 도 4에서 나타낸 바와 같이, 적어도 하나의 탄소 분자에 의해 분리되지 않고 직접 연결된 두 개의 방향족 고리 모이어티를 가질 수 있다. 상기 디아민 단량체는 도 4 및 5에서 R' 및 R"로 표시된 바와 같은, 하나 이상의 알킬 모이어티를 가질 수

있다. 예를 들어, 도 4 및 5에 있어서, R' 및 R"는 하나 이상의 방향족 고리 모이어티에 연결된 메틸, 에틸, 프로필, 또는 부틸 모이어티과 같은 알킬 모이어티를 대표할 수 있다. 예를 들어, 상기 디아민 단량체는 두 개의 방향족 고리 모이어티를 가질 수 있고, 여기서 각 방향족 고리 모이어티는 거기에 연결되고 상기 방향족 고리 모이어티에 연결된 아민 모이어티에 인접한 알킬 모이어티를 갖는다. 도 4 및 5 모두에서, R' 및 R"는 같은 화학적 모이어티일 수 있거나 또는 다른 화학적 모이어티일 수 있는 것으로 이해될 것이다. 선택적으로, 도 4 및 5 모두에서, R' 및/또는 R"는 전혀 원자가 없는 것을 대표할 수 있다.

[0050] 디아민 단량체의 두 개의 다른 화학 조성물은 상기 폴리이미드를 형성할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 제1 디아민 단량체는 연결 탄소 분자 (linking carbon molecule)에 의해 분리되지 않고, 직접적으로 연결된 두 개의 방향족 고리 모이어티를 포함하고, 제2 디아민 단량체는 상기 두 개의 방향족 고리 모이어티를 연결하는 적어도 하나의 탄소 분자로 연결된 두 개의 방향족 고리 모이어티를 포함한다. 하나의 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 제1 디아민 단량체, 상기 제2 디아민 단량체, 및 상기 무수물 단량체는 약 0.465:0.035:0.5의 몰 비 (제1 디아민 단량체 : 제2 디아민 단량체 : 무수물 단량체)를 갖는다. 그러나, 상기 제1 디아민 단량체 및 상기 제2 디아민 단량체의 비는 약 0.01:0.49 내지 약 0.40:0.10의 범위에서 다양할 수 있는 반면, 상기 무수물 단량체 비는 약 0.5로 유지된다.

[0051] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 폴리이미드는 적어도 제1 디아민 단량체, 제2 디아민 단량체, 및 무수물 단량체의 중합화로부터 형성되고, 여기서 상기 제1 및 제2 디아민 단량체는 다른 화학 조성물이다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 무수물 단량체는 벤조페논이고, 상기 제1 디아민 단량체는 서로 직접적으로 결합된 두 개의 방향족 고리를 포함하며, 상기 제2 디아민 단량체는 상기 제1 및 제2 방향족 고리를 연결하는 적어도 하나의 탄소 분자와 함께 결합된 두 개의 방향족 고리를 포함한다. 상기 제1 디아민 단량체, 상기 제2 디아민 단량체, 및 상기 무수물 단량체는 약 0.465:0.035:0.5의 몰 비 (제1 디아민 단량체 : 제2 디아민 단량체 : 무수물 단량체)를 가질 수 있다.

[0052] 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 제1 디아민 단량체는 오르토-톨리딘 (ortho-Tolidine)이고, 상기 제2 디아민 단량체는 4,4'-메틸렌-비스(2-메틸아닐린)이며, 상기 무수물 단량체는 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물이다. 상기 제1 디아민 단량체, 상기 제2 디아민 단량체, 및 상기 무수물 단량체는 약 0.465:0.035:0.5의 몰 비 (제1 디아민 단량체 : 제2 디아민 단량체 : 무수물 단량체)를 가질 수 있다.

[0053] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 폴리이미드는 바이시클로 (bicyclo) [2.2.1]헵탄-2,3,5,6-테트라카르복실릭 이무수물, 시클로펜탄-1,2,3,4-테트라카르복실릭 1,2;3,4-이무수물, 바이시클로[2.2.2]옥탄-2,3,5,6-테트라카르복실릭 이무수물, 4arH,8acH)-데카하이드로-1t,4t:5c,8c-디메타노나프탈렌-2t,3t,6c,7c-테트라카르복실릭 2,3:6,7-이무수물, 2c,3c,6c,7c-테트라카르복실릭 2,3:6,7-이무수물, 5-엔도-카르복시메틸바이시클로[2.2.1]-헵탄-2-엑소,3-엑소,5-엑소-트리카르복실산 2,3:5,5-이무수물, 5-(2,5-디옥소테트라하이드로-3- 푸라닐)-3-메틸-3-시클로헥센-1,2-디카르복실릭 무수물, 비스(아미노메틸)바이시클로[2.2.1]헵탄의 아이소머 또는 4,4'-메틸렌비스(2-메틸시클로헥실아민), 피로멜리트 (Pyromellitic) 이무수물 (PMDA) 3,3',4,4'-비페닐 이무수물 (4,4'-BPDA), 3,3',4,4'-벤조페논 이무수물 (4,4'-BTDA), 3,3',4,4'-옥시디프탈 (Oxydiphthalic) 무수물 (4,4'-ODPA), 1,4-비스(3,4-디카르복실-페녹시)벤젠 이무수물 (4,4'-HQDPA), 1,3-비스(2,3-디카르복실-페녹시)벤젠 이무수물 (3,3'-HQDPA), 4,4'-비스(3,4-디카르복실 페녹시페닐)-이소프로필리덴 이무수물 (4,4' -BPADA), 4,4'-(2,2,2-트리플루오르-1-펜타플루오르페닐에틸리덴) 디프탈린 이무수물 (3FDA), 4,4'-옥시디프탈린 (ODA), m-페닐렌디아민 (MPD), p-페닐렌디아민 (PPD), m-톨루엔디아민 (TDA), 1,4-비스(4-아미노페녹시)벤젠 (1,4,4-APB), 3,3'-(m-페닐렌비스(옥소))디아닐린 (APB), 4,4'-디아미노-3,3'-디메틸디페닐메탄 (DMMDA), 2,2'-비스(4-(4-아미노페녹시)페닐)프로판 (BAPP), 1,4-시클로헥산디아민 2,2'-비스[4-(4-아미노-페녹시) 페닐] 헥사플루오르이소프로필리덴 (4-BDAF), 6-아미노-1-(4'-아미노페닐)-1,3,3-트리메틸린단 (DAPI), 말레인 무수물 (MA), 시트라코닌 무수물 (CA), 나딘 무수물 (NA), 4-(페닐에티닐)-1,2-벤젠디카르복실산 무수물 (PEPA), 4,4'-디아미노벤즈아닐리드 (DABA), 4,4'- (헥사플루오르이소프로필리덴)디-프탈산무수물 (6-FDA), 피로멜리트 이무수물, 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물, 3,3',4,4'-비페닐테트라카르복실릭 이무수물, 4,4'-(헥사플루오르이소프로필리덴)디프탈린 무수물, 페닐렌-3,4,9,10-테트라카르복실릭 이무수물, 4,4'-옥시디프탈 무수물, 4,4'-(헥사플루오르이소프로필리덴)디프탈린 무수물, 4,4'-(4,4'-이소프로필리덴디페녹시)비스(프탈산 무수물), 1,4,5,8-나프탈렌테트라카르복실릭 이무수물, 2,3,6,7-나프탈렌테트라카르복실릭 이무수물, 뿐만 아니라 U.S. Pat. No. 7,619,042, U.S. Pat. No. 8,053,492, U.S. Pat. No. 4,880,895, U.S. Pat. No. 6,232,428, U.S. Pat. No. 4,595,548, WO Pub.No. 2007/016516, U.S. Pat. Pub.No. 2008/0214777, U.S. Pat. No. 6,444,783, U.S. Pat. No. 6,277,950, 및 U.S. Pat. No. 4,680,373호에 기재된 이들 물질 중 하나 이상의 중합화로부터 형성될 수 있

다. 도 6은 유리 몸체 (102)에 적용된 폴리이미드 코팅을 형성하기 위해 사용될 수 있는 몇몇 적절한 단량체의 화학적 구조를 나타낸다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 폴리이미드를 형성하는 상기 폴리아민산 용액은, (Aldrich사에서 상업적으로 이용가능한) 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아민산을 포함할 수 있다.

[0054] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 플루오르 중합체를 포함할 수 있다. 상기 플루오르 중합체는 모든 단량체들이 많이 플루오르화된 공중합체일 수 있다. 상기 플루오르 중합체의 몇몇 단량체는 플루오르에틸렌일 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 (DuPont사로부터 상업적으로 이용가능한) 테플론 AF (Teflon AF)와 같은 무정형 플루오르 중합체를 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 (DuPont사로부터 상업적으로 이용가능한) 테플론 PFA TE-7224과 같은 퍼플루오르 알콕시 (PFA) 수지 입자를 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0055] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 실리콘 수지를 포함할 수 있다. 상기 실리콘 수지는 화학식 $R_nSi(X)_mO_y$를 갖는 분지형, 케이지-같은 올리고실록산에 의해 형성된, 고분지형 3-차원적 중합체일 수 있고, 여기서 R은 일반적으로 메틸 또는 페닐인, 비반응성 치환기이고, X는 OH 또는 H이다. 이론에 제한받는 것을 원하지는 않지만, 상기 수지의 경화는 Si-O-Si 결합의 형성을 갖는 Si-OH 모이어티의 축합반응 (condensation reaction)을 통해 발생하는 것으로 믿어진다. 상기 실리콘 수지는 M-수지, D-수지, T-수지, 및 Q-수지를 포함하는, 네 개의 가능한 기능성 실록산 단량체 단위 중 적어도 하나를 가질 수 있고, 여기서 M-수지는 화학식 R_3SiO을 갖는 수지를 의미하고, D-수지는 화학식 R_2SiO_2를 갖는 수지를 의미하며, T-수지는 화학식 $RSiO_3$를 갖는 수지를 의미하고, 및 Q-수지는 화학식 SiO_4 (융합 석영)을 갖는 수지를 의미한다. 몇몇 구현 예에 있어서, 수지는 D 및 T 단위 (DT 수지) 또는 M 및 Q 단위 (MQ 수지)로 구성된다. 다른 구현 예에 있어서, 다른 조합 (MDT, MTQ, QDT)은 또한 사용된다.

[0056] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 메틸 또는 페닐 실리콘 수지와 비교하여 더 높은 열 안정성에 기인하여 페닐메틸 실리콘 수지를 포함한다. 상기 실리콘 수지에서 페닐 대 메틸 모이어티의 비는 상기 중합체 화학 조성물에서 변화될 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 페닐 대 메틸의 비는 약 1.2이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 페닐 대 메틸의 비는 약 0.84이다. 다른 구현 예에 있어서, 페닐 대 메틸 모이어티의 비는 약 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.3, 1.4, 또는 1.5일 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 실리콘 수지는 (Dow Corning사로부터 상업적으로 이용가능한) DC 255이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 실리콘 수지는 (Dow Corning사로부터 상업적으로 이용가능한) DC806A이다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 (Dow Corning사로부터 상업적으로 이용가능한) DC 시리즈 수지, 및/또는 (Gelest사로부터 상업적으로 이용가능한) Hardsil 시리즈 AP 및 AR 수지 중 어느 하나를 포함할 수 있다. 상기 실리콘 수지는 커플링제 없이 또는 커플링제와 함께 사용될 수 있다.

[0057] 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 (Honeywell사로부터 상업적으로 이용가능한) T-214, (Gelest사로부터 상업적으로 이용가능한) SST-3M01, (Hybrid Plastics사로부터 상업적으로 이용가능한) POSS Imiclear, 및 (Dow Corning 사로부터 상업적으로 이용가능한) FOX-25과 같은 실세스퀴옥산-계 중합체를 포함할 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 실라놀 모이어티를 포함할 수 있다.

[0058] 도 1 및 2를 다시 참조하면, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 다단계 공정에 적용될 수 있고, 여기서 상기 유리 몸체 (102)는 (전술된 바와 같은) 상기 커플링제 층 (180)을 형성하기 위해 상기 커플링제 용액과 접촉하고, 건조되며, 그 다음 침지 공정에 의해, 중합체 또는 중합 전구체 용액과 같이, 중합체 화학 조성물 용액과 접촉되거나, 또는 선택적으로, 상기 중합체 화학 조성물 층 (170)은 분무 또는 다른 적절한 수단에 의해 적용될 수 있고, 건조되며, 그 다음 고온에서 경화된다. 선택적으로, 만약 커플링제 층 (180)이 사용되지 않는다면, 상기 중합체 층 (170)의 중합체 화학 조성물은 상기 유리 몸체 (102)의 외부 표면 (108)에 직접적으로 적용될 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물 및 상기 커플링제는 상기 저-마찰 코팅 (120)에서 혼합될 수 있고, 상기 중합체 화학 조성물 및 상기 커플링제를 포함하는 용액은 단일 코팅 단계에서 상기 유리 몸체 (102)에 적용될 수 있다.

[0059] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물은 폴리이미드를 포함하고, 여기서 폴리아미산 용액이 상기 커플링제 층 (180) 위에 적용된다. 다른 구현 예에 있어서, 폴리아미산 유도체는, 예를 들어, 폴리아미산 염, 폴리아미산 에스테르, 등과 같은 것이 사용될 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 폴리아미산 용액은 1

vol% 폴리아미산 및 99 vol% 유기 용매의 혼합물을 포함할 수 있다. 상기 유기 용매는 톨루엔 및 N,N-디메틸아세트아미드 (DMAc), N,N-디메틸포름아미드 (DMF), 및 1-메틸-2-피롤리돈 (NMP) 용매, 또는 이의 혼합물 중 적어도 하나의 혼합물을 포함할 수 있다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 유기 용매 용액은 약 85 vol%의 DMAc, DMF, 및 NMP 중 적어도 하나 및 약 15 vol% 톨루엔을 포함한다. 그러나, 다른 적절한 유기 용매는 사용될 수 있다. 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 그 다음 약 20분 동안 약 150℃에서, 또는 상기 저-마찰 코팅 (120)에 존재하는 유리 용매를 적절하게 유리화하기 위해 충분한 어떤 시간 및 온도에서 건조될 수 있다.

[0060] 상기 적층된 저-마찰 코팅 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체 (102)가 상기 커플링제 층 (180)을 형성하기 위해 상기 커플링제 및 상기 중합체 층 (170)을 형성하기 위해 폴리아미산 용액과 접촉되고, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 고온에서 경화될 수 있다. 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 30분 이하 동안 300℃에서, 또는 더 짧은 시간 동안 적어도 320℃, 340℃, 360℃, 380℃, 또는 400℃과 같은, 300℃를 초과하는 온도에서 경화될 수 있다. 이론에 제한되는 것은 원하지는 않지만, 상기 경화 단계는 폴리이미드를 포함하는 중합체 층 (170)을 생성하기 위해 카르복실산 모이어티 및 아미드 모이어티의 반응에 의해 상기 중합체 층 (170)에서 폴리아미산을 이미드화시키는 것으로 믿어진다. 상기 경화는 또한 상기 폴리이미드 및 상기 커플링제 사이의 결합을 촉진할 수 있다. 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 그 다음 실온으로 냉각된다.

[0061] 더군다나, 제한되는 것을 원하지는 않지만, 상기 커플링제, 중합체 화학 조성물, 또는 모두의 경화는 물 및 다른 유기 분자와 같은, 휘발성 물질을 몰아내는 것으로 믿어진다. 이로써, 경화 동안 유리화된 이들 휘발성 물질은, 만약 용기로서 사용된다면, 상기 제품이 물질에 의해 접촉되거나 또는 (디피로제네이션과 같은) 열 처리된 경우, 존재하지 않으며, 여기서 그것은 약제와 같은 것을 위한, 팩키지이다. 본 명세서에 기재된 경화 공정은, 디피로제네이션과 같은, 상기 약제 팩키지 산업에서 공정과 유사 또는 동일한 이들 열 처리 또는 본 명세서에 기재된 바와 같이, 열 안정성을 한정하기 위해 사용된 열 처리와 같은, 본 명세서에 기재된 다른 열처리 외 별개의 열 처리인 것으로 이해될 것이다.

[0062] 상기 저-마찰 코팅 (120)이 적용될 수 있는 유리 용기는 다양한 다른 유리 조성물로부터 형성될 수 있다. 상기 유리 제품의 특별한 조성물은 상기 유리가 원하는 세트의 물리적 특성을 갖도록 특별한 적용에 따라 선택될 수 있다.

[0063] 상기 유리 용기는 약 $25x10^{-7}$/℃ 내지 $80x10^{-7}$/℃의 범위에서 열팽창계수를 갖는 유리 조성물로부터 형성될 수 있다. 예를 들어, 본 명세서에 기재된 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체 (102)는 이온 교환에 의해 강화할 수 있는 알칼리 알루미노실리케이트 유리 조성물로부터 형성된다. 이러한 조성물은 일반적으로 SiO_2, Al_2O_3, 적어도 하나의 알칼리 토 산화물, 및 Na_2O 및/또는 K_2O과 같은, 하나 이상의 알칼리 산화물의 조합을 포함한다. 몇몇 이들 구현 예에 있어서, 상기 유리 조성물은 붕소 및 붕소 함유하는 화합물이 없을 수 있다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 상기 유리 조성물은, 예를 들어, SnO_2, ZrO_2, ZnO, TiO_2, As_2O_3, 등과 같은 최소량의 하나 이상의 부가적인 산화물을 더욱 포함할 수 있다. 이들 성분들은 청징제로서 및/또는 상기 유리 조성물의 화학적 내구성을 더욱 향상시키기 위해 첨가될 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 유리 표면은 SnO_2, ZrO_2, ZnO, TiO_2, As_2O_3, 등을 포함하는 금속 산화물 코팅을 포함할 수 있다.

[0064] 본 발명에 기재된 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체 (102)는 이온-교환 강화에 의해 강화되고, 이를 "이온-교환된 유리"라 한다. 예를 들어, 상기 유리 몸체 (102)는 약 300 MPa 이상 또는 약 350 MPa 이상의 압축 응력을 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 압축 응력은 약 300 MPa 내지 약 900 MPa의 범위 일 수 있다. 그러나, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리에서 상기 압축 응력은 300 MPa 미만 또는 900 MPa 초과일 수 있는 것으로 이해될 것이다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체 (102)는 20 ㎛ 이상의 층의 깊이를 가질 수 있다. 몇몇 이들 구현 예에 있어서, 상기 층의 깊이는 50 ㎛ 초과 또는 심지어 75 ㎛ 이상일 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 층의 깊이는 100 ㎛까지 또는 초과일 수 있다. 상기 이온-교환 강화는 약 350℃ 내지 약 500℃의 온도로 유지된 용융염 욕조에서 수행될 수 있다. 원하는 압축 응력을 달성하기 위하여, (비코팅된) 상기 유리 용기는 약 30시간 미만 동안 또는 심지어 약 20시간 미만 동안 상기 염 욕조에 침적될 수 있다. 예를 들어, 하나의 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기는 8시간 동안 450℃에서 100% KNO_3 염 욕조에 침적된다.

[0065] 하나의 특히 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체 (102)는 코닝사에서 출원한 발명의 명칭이 "Glass Compositions with Improved Chemical and Mechanical Durability"인,2012년 10월 25일자에 출원한 미국 특허출원 제13/660894호에 기재된 이온 교환가능한 유리 조성물로부터 형성될 수 있다.

[0066] 그러나, 본 명세서에 기재된 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 이온-교환가능한 유리 조성물 및 비-이온 교환가능한 유리 조성물을 제한 없이 포함하는 다른 유리 조성물로부터 형성될 수 있다고 이해될 것이다. 예를 들어, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기는, 예를 들어, 스콧 타입 1B 알루미노실리케이트 유리와 같은 타입 1B 유리 조성물로부터 형성될 수 있다.

[0067] 본 명세서에 기재된 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 유리 제품은 내가수분해성에 기초하여, USP (미국 약전), EP (유럽 약전), 및 JP (일본 약전)과 같은 규제 기관에 의해 기재된 약제학적 유리에 대한 기준을 충족시키는 유리 조성물로부터 형성될 수 있다. USP 660 및 EP 7에 따르면, 보로실리케이트 유리는 타입 I 기준을 충족시키고, 경구용 팩키지를 위해 일상적으로 사용된다. 보로실리케이트 유리의 예는 Corning® Pyrex® 7740, 7800 및 Wheaton 180, 200, 및 400, Schott Duran,Schott Fiolax, KIMAX®N-51A, Gerrescheimer GX-51 Flint 등을 포함하지만, 이에 제한되는 것은 아니다. 소다-라임 유리는 타입 III 기준을 충족시키고, 용액 또는 버퍼를 제조하기 위해 나중에 용해되는 건조 분말의 팩키지에 허용가능하다. 타입 III 유리는 또한 알칼리에 대해 둔감한 것으로 입증되어 액체 제형을 팩키지하기 위해 적절하다. 타입 III 소다 라임 유리의 예로는 Wheaton 800 및 900을 포함한다. 탈-알칼리화된 소다-라임 유리는 더 높은 수준의 수산화나트륨 및 산화칼슘을 가지며, 타입 II 기준을 충족시킨다. 이들 유리는 타입 I 유리 보다 침출 (leaching)에 대해 내성이 적지만 타입 III 유리보다 좀더 내성이 있다. 타입 II 유리는 이들의 유통기간 동안 pH 7 이하로 유지되는 생산품에 대해 사용될 수 있다. 예로는 황산 암모늄 처리된 소다 라임 유리를 포함한다. 이들 약제학적 유리는 다양한 화학 조성물을 갖고, 20-85 x 10^{-7} ℃$^{-1}$의 범위에서 선형 열팽창계수 (CTE)를 갖는다.

[0068] 본 명세서에 기재된 코팅된 유리 제품이 유리 용기인 경우, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 유리 몸체 (102)는 다양한 다른 형태를 갖출 수 있다. 예를 들어, 본 명세서에 기재된 유리 몸체는 약제학적 조성물을 저장하기 위한 바이알, 앰플, 카트리지, 시린지 몸체 및/또는 어떤 다른 유리 용기와 같은 코팅된 유리 용기 (100)을 형성하는데 사용될 수 있다. 더군다나, 코팅 전 상기 유리 용기를 화학적으로 강화하기 위한 능력은 상기 유리 용기의 기계적 내구성을 더욱 개선하는데 활용될 수 있다. 따라서, 적어도 하나의 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기는 상기 저-마찰 코팅의 적용 전에 이온 교환 강화될 수 있다고 이해될 것이다. 선택적으로, 미국특허 제7,201,965호에 기재된 바와 같이, 열 템퍼링, 불꽃 연마 (flame polishing), 및 적층과 같은, 다른 강화 방법은 코팅 전에 상기 유리를 강화하는데 사용될 수 있다.

[0069] 하나의 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 알콕시실란과 같은, 실란 화학 조성물을 포함하고, 이것은 상기 유리 몸체의 상기 중합체 화학 조성물의 접착을 개선시킬 수 있다. 이론에 제한되는 것을 원하지는 않지만, 알콕시실란 분자는 물에서 빠르게 가수분해되어, 분리된 단량체, 고리형 올리고머, 및 큰 분자내 고리형을 형성하는 것으로 믿어진다. 다양한 구현 예에 있어서, 어떤 종이 우위를 차지하는 조절은 실란 타입, 농도, pH, 온도, 저장 조건 및 시간에 의해 결정될 수 있다. 예를 들어, 저농도의 수성 용액에서, 아미노프로필트리알콕시실란 (APS)은 트리실라놀 단량체 및 매우 낮은 분자량 올리고머성 고리형을 형성하고, 안정할 수 있다.

[0070] 이론에 제한되는 것을 원하지는 않지만, 상기 유리 몸체에 대한 하나 이상의 실란 화학 조성물의 반응은 여러 단계를 포함할 수 있는 것으로 믿어진다. 도 31에 나타낸 바와 같은, 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 실란 화학 조성물의 가수분해 후, 반응성 실라놀 모이어티는 형성될 수 있는데, 예를 들어, 유리 몸체와 같은, 기판의 표면상에서, 다른 실라놀 모이어티와 축합될 수 있다. 상기 제 1 및 제2 가수분해가능한 모이어티가 가수분해된 후, 축합 반응은 시작될 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 자가 축합의 경향은 신선한 용액, 알코올성 용매, 희석제를 사용하여, 및 pH 범위의 세심한 선택에 의해 조절될 수 있다. 예를 들어, 실란트리올은 pH 3-6에서 가장 안정하지만, pH 7-9.3에서 빠르게 축합하며, 및 실라놀 단량체의 부분적 축합은 실세스퀴옥산을 생산할 수 있다. 도 31에서 나타낸 바와 같이, 상기 형성된 종의 실라놀 모이어티는 상기 기판 상에 실라농 모이어티와 수소 결합을 형성할 수 있고, 건조 또는 경화 동안, 공유 결합은 물의 제거로 상기 기판과 형성될 수 있다. 예를 들어, 온화한 경화 사이클 (15분 동안 110℃)는 자유 형태로 유지하는 실라놀 모이어티를 남길 수 있고, 어떤 실란 유기기능성과 함께, 후속하는 상도코팅 (topcoat)과 결합될 수 있어, 개선된 접착력을 제공한다.

[0071] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제의 하나 이상의 실란 화학 조성물은 아민 모이어티를 포함할 수 있다. 이론에 제한되는 것을 원하지는 않지만, 이러한 아민 모이어티는 가수분해 및 공-축합 중합화에서 염기 촉매로서 작용할 수 있고, 유리 표면상에 아민 모이어티를 갖는 상기 실란의 흡착율을 향상시킬 수 있다. 이것은 또한 상기 유리 표면을 조건으로 하고, 표면 실라놀 모이어티의 밀도를 증가시키는 수성 용액에서 높은 pH (9.0-10.0)를 생성할 수 있다. 이러한 물 및 프로톤 용매와의 강한 상호작용은 APS과 같은, 아민 모이어티 화학 조

성물을 갖는 실란의 용해도 및 안정성을 유지시킨다.

[0072] 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 유리 몸체는 이온-교환 유리를 포함할 수 있고, 상기 커플링제는 실란일 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 이온-교환된 유리 몸체에 대한 상기 저-마찰 코팅의 접착력은 비-이온-교환된 유리 몸체에 대한 상기 저-마찰 코팅의 접착력보다 더 강할 수 있다. 이론에 의한 한계 없이, 이온-교환된 유리의 몇 가지 관점 중 어느 하나는 비-이온-교환된 유리와 비교하여, 결합 및/또는 접착력을 촉진할 수 있는 것으로 믿어진다. 첫째, 이온-교환된 유리는 상기 커플링제의 안정성 및/또는 유리 표면에 대한 이의 접착력에 영향을 미칠 수 있는 화학적/가수분해적 안정성을 향상시킬 수 있다. 비-이온-교환된 유리는 통상적으로 하위의 가수분해적 안정성을 갖고, 습기 및/또는 상승된 온도 조건 하에, 알칼리 금속은 상기 유리 표면 및 커플링제 층 (만약 존재한다면)의 계면에서 상기 유리 몸체의 밖으로 이동할 수 있거나, 또는 만약 존재한다면, 상기 커플링제 층으로 심지어 이동할 수 있다. 전술된 바와 같이, 만약 알칼리 금속이 이동하고, pH에서 변화가 있다면, 상기 커플링제 층 자체에서 또는 상기 유리/커플링제 층 경계면에서 Si-O-Si 결합의 가수분해는 상기 유리에 대한 이의 접착력 또는 상기 커플링제 기계적 특성을 약화할 수 있다. 둘째, 이온-교환된 유리가 400℃ 내지 450℃와 같은, 상승된 온도에서, 아질산 칼륨 욕조와 같은, 강한 산화제 욕조에 노출된 경우, 상기 유리의 표면상에 유기 화학 조성물은 제거되고, 또 다른 세정단계 없이 실란 커플링제에 대해 매우 적절하게 만든다. 예를 들어, 비-이온-교환된 유리는 상기 공정에 대해 부가적인 표면 세정 처리, 부가 시간 및 비용이 들어야 할 것이다.

[0073] 하나의 대표적인 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는 아민 모이어티를 포함하는 적어도 하나의 실란을 포함할 수 있고, 상기 중합체 화학 조성물은 폴리이미드 화학 조성물을 포함할 수 있다. 도 32를 참조하면, 이론에 의한 한계 없이, 이러한 아민 모이어티 상호작용 및 상기 폴리이미드의 폴리아미산 전구체 사이의 상호작용은 계단식 공정을 따른다고 믿어진다. 도 32에서 나타낸 바와 같이, 상기 제1 단계는 폴리아미산의 카르복실 모이어티 및 상기 아민 모이어티 사이의 폴리아미산 염의 형성이다. 상기 제2 단계는 아미드 모이어티로 상기 염의 열 전환이다. 상기 제3 단계는 상기 중합체 아미드 결합의 절단으로 상기 아미드 모이어티의 이미드 모이어티로의 또 다른 전환이다. 상기 결과는, 도 32에서 나타낸 바와 같이, 상기 커플링제의 아민 모이어티에 더 짧은 중합 사슬 (폴리이미드 사슬)의 공유 이미드 부착이다.

[0074] 도 7 및 8을 종합적으로 참조하면, 도 7은 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기 (100)을 생산하기 위한 방법의 공정 흐름도 (500)을 함유하고, 도 8은 상기 흐름도에서 기재된 공정을 개략적으로 도시한다. 제1 단계 (502)에 있어서, 이온-교환가능한 유리 조성물로부터 형성된 유리관 스톡 (1000)은 종래의 형상 및 형성 기술을 사용하여 유리 용기 (900) (구체적으로 구현 예에 묘사된 유리 바이알)로 초기 형상화된다. 단계 (504)에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 기계적 매거진 로더 (magazine loader) (602)를 사용하여 매거진 (604)로 적재된다. 상기 매거진 로더 (602)는 캘리퍼 (caliper) 등과 같은, 기계적 그립핑 장치 (gripping device)일 수 있고, 이것은 한 번에 다중 유리 용기에 그립핑할 수 있다. 선택적으로, 상기 그립핑 장치는 상기 유리 용기 (900)를 그립핑하기 위해 진공 시스템을 활용할 수 있다. 상기 매거진 로더 (602)는 상기 유리 용기 (900) 및 매거진 (604)에 대하여 상기 매거진 로더 (602)를 위치할 수 있는, 로봇 팔 또는 다른, 유사한 장치와 연결될 수 있다.

[0075] 다음 단계 (506)에 있어서, 유리 용기 (900)가 적재된 상기 매거진 (604)은 카세트 적재 영역으로, 컨베이어 벨트 (606), 오버헤드 크레인 등과 같은, 기계적 컨베이어로 이송된다. 이후, 단계 (508)에 있어서, 상기 매거진 (604)은 카세트 (608)에 적재된다. 상기 카세트 (608)는 다수의 유리 용기가 동시에 처리될 수 있도록 복수의 매거진을 유지하도록 설계된다. 각 매거진 (604)은 카세트 로더 (610)을 활용하는 카세트 (608)에 위치된다. 상기 카세트 로더 (610)는, 한번에 하나 이상의 매거진을 그립핑할 수 있는, 캘리퍼 등과 같은, 기계적 그립핑 장치일 수 있다. 선택적으로, 상기 그립핑 장치는 상기 매거진 (604)을 그립핑하기 위해 진공 시스템을 활용할 수 있다. 상기 카세트 로더 (610)는 상기 카세트 (608) 및 상기 매거진 (604)에 대하여 상기 카세트 로더 (610)을 위치할 수 있는 로봇 팔 또는 다른, 유사한 장치에 연결될 수 있다.

[0076] 다음 단계 (510)에 있어서, 상기 매거진 (604) 및 유리 용기 (900)을 함유하는 상기 카세트 (608)는 이온 교환 장소로 이송시키고, 상기 유리 용기 (900)를 화학적인 강화를 촉진하기 위해 이온 교환 탱크 (614)로 적재시킨다. 상기 카세트 (608)는 카세트 이송 장치 (612)로 이온 교환 장소로 이송된다. 상기 카세트 이송 장치 (612)는, 상기 카세트 (608)을 그립핑할 수 있는, 캘리퍼 등과 같은, 기계적 그립 장치일 수 있다. 선택적으로, 상기 그립핑 장치는 상기 카세트 (608)를 그립핑하기 위해 진공 시스템을 활용할 수 있다. 상기 카세트 이송 장치 (612) 및 부착된 카세트 (608)는 상기 카세트 적재 영역으로부터 캔트리 크레인 (gantry crane) 등과 같은, 오버헤드 레일 시스템 (overhead rail system)을 갖는 이온 교환 장소로 자동으로 전달될 수

있다. 선택적으로, 상기 카세트 이송 장치 (612) 및 부착된 카세트 (608)는 상기 카세트 적재 영역에서 로봇 팔을 갖는 이온 교환 장소로 전달될 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 카세트 이송 장치 (612) 및 부착된 카세트 (608)는 상기 카세트 적재 영역으로부터 컨베이어를 갖는 상기 이온 교환 장소로 전달될 수 있고, 이후, 상기 컨베이어로부터 로봇 팔 또는 오버헤드 크레인을 갖는 이온 교환 탱크 (614)로 전달된다.

[0077] 상기 카세트 이송 장치 (612) 및 부착된 카세트가 상기 이온 교환 장소에 있는 경우, 그 내부에 함유된 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)는 상기 이온 교환 탱크 (614)에 유리 용기 (900) 및 카세트 (608)를 침적하기 전에 예열될 수 있다. 상기 카세트 (608)는 실온보다 더 높은 온도 및 상기 이온 교환 탱크에서 용융염 욕조의 온도 이하로 예열될 수 있다. 예를 들어, 상기 유리 용기는 약 300℃-500℃의 온도로 예열될 수 있다.

[0078] 상기 이온 교환 탱크 (614)는 KNO_3, $NaNO_3$ 및/또는 이의 조합과 같은, 용융된 알칼리염과 같은, 용융염 (616)의 욕조를 함유한다. 하나의 구현 예에 있어서, 용융염의 욕조는 약 350℃ 이상의 온도 및 약 500℃ 이하의 온도에서 유지되는 100% 용융 KNO_3이다. 그러나, 다양한 다른 조성물 및/또는 온도를 갖는 용융 알칼리염의 욕조가 상기 유리 용기의 이온 교환을 촉진하기 위해 사용될 수 있다는 것으로 이해될 것이다.

[0079] 단계(512)에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 상기 이온 교환 탱크 (614)에서 이온 교환 강화된다. 구체적으로, 상기 유리 용기는 상기 용융염에 침적되고, 상기 유리 용기 (900)에 원하는 압축 응력 및 층의 깊이를 달성하기에 충분한 시간 동안 그곳에서 유지된다. 예를 들어, 하나의 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 적어도 약 300 MPa 또는 약 350 MPa의 압축 응력을 갖는 약 100 ㎛의 층의 깊이를 달성하기에 충분한 시간 동안 상기 이온 교환 탱크 (614)에 유지될 수 있다. 상기 유지 기간은 30 시간 미만 또는 심지어 20 시간 미만일 수 있다. 그러나, 상기 유리 용기가 상기 탱크 (614)에 유지된 기간이 상기 유리 용기의 조성물, 용융된 염 (616) 욕조의 조성물, 용융된 염 (616)의 욕조의 온도, 및 원하는 층의 깊이 및 원하는 압축 응력에 의존하여 변화될 수 있는 것으로 이해될 것이다.

[0080] 상기 유리 용기 (900)가 이온 교환 강화된 후, 상기 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)는 로봇 팔 또는 오버헤드 크레인과 함께 상기 카세트 이송 장치 (612)를 사용하여 상기 이온 교환 탱크 (614)로부터 제거된다. 상기 이온 교환 탱크 (614)로부터 제거 동안, 상기 카세트 (608) 및 상기 유리 용기 (900)는 이온 교환 탱크 (614) 위에 매달리고, 상기 카세트 (608)는 상기 유리 용기 (900)에 남아있는 어떤 용융염을 상기 이온 교환 탱크 (614)로 돌려보내 비우도록 수평축에 대하여 회전된다. 이후, 상기 카세트 (608)는 이의 초기 위치로 다시 회전되고, 상기 유리 용기는 헹구기 전에 냉각된다.

[0081] 상기 카세트 (608) 및 유기 용기 (900)는 상기 카세트 이송 장치 (612)로 헹굼 장소로 이송된다. 이러한 이송은, 전술된 바와 같은, 로봇 팔 또는 오버헤드 크레인, 또는 선택적으로 컨베이어 벨트 등과 같은 자동 컨베이어로 수행될 수 있다. 다음 단계 (514)에 있어서, 상기 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)는 상기 유리 용기 (900)의 표면으로부터 어떤 과잉의 염을 제거하기 위해 수 욕조 (620)를 함유하는 헹굼 탱크 (618)로 내려진다. 상기 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)는 상기 카세트 이송 장치 (612)와 연결된 로봇 팔, 오버헤드 크레인, 또는 유사한 장치로 헹굼 탱크 (618)로 내려질 수 있다. 상기 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)는 그 다음 상기 헹굼 탱크 (618)로부터 회수되고, 상기 헹굼 탱크 (618) 위에 매달리며, 상기 카세트 (608)는 상기 유리 용기 (900)에 남아있는 어떤 헹굼 수가 상기 헹굼 탱크 (618)로 다시 보내 비우도록 수평축에 대하여 회전된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 헹굼 작동은 상기 카세트 (608) 및 유리 용기 (900)가 다음 공정 장소로 이동하기 전에 여러 번 수행될 수 있다.

[0082] 하나의 특정한 구현 예에 있어서, 상기 카세트 (608) 및 상기 유리 용기 (900)는 적어도 두 번 수 욕조에서 살짝 담근다. 예를 들어, 상기 카세트 (608)는 모든 나머지 알칼리염이 상기 유리 제품의 표면으로부터 제거되는 것을 보장하기 위하여, 제1 수 욕조 및, 뒤이어, 제2, 다른 수 욕조에 살짝 담글 수 있다. 상기 제1 수 욕조로부터 물은 폐수 처리로, 또는 증발기로 보내질 수 있다.

[0083] 다음 단계 (516)에 있어서, 상기 매거진 (604)은 상기 카세트 로더 (610)과 함께 상기 카세트 (608)로부터 제거된다. 이후, 단계 (518)에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 상기 매거진 로더 (602)와 함께 상기 매거진 (604)로부터 제거하고, 세척 장소로 이송된다. 단계 (520)에 있어서, 상기 유리 용기는 노즐 (622)로부터 내뿜은 탈-이온수의 젯트로 세척된다. 탈-이온수 (624)의 젯트는 압축 공기와 혼합될 수 있다.

[0084] 선택적으로, 단계 (521)에 있어서 (도 8에 도시되지 않음), 상기 유리 용기 (900)는 상기 유리 용기를 흠 (flaw), 파편 (debris), 변색 (discoloration) 등에 대한 검사하는 검사 장소로 이송된다.

[0085] 단계 (522)에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 상기 저-마찰 코팅이 상기 유리 용기 (900)에 적용되는 상기 매거진 로더 (602)와 함께 상기 코팅 장소로 이송된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅의 적용은, 전술된 바와 같이, 상기 유리 용기의 표면에 커플링제 및 상기 커플링제 상에 중합체 화학 조성물의 적용을 포함할 수 있다. 이들 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 상기 커플링제로 상기 유리 용기의 외부 표면을 코팅하기 위해 상기 커플링제 (628)을 함유하는 제1 딥 탱크 (626)에 부분적으로 침적된다. 선택적으로, 상기 커플링제는 분무 적용될 수 있다. 이후, 상기 유리 용기는 상기 제1 딥 탱크 (626)로부터 회수되고, 상기 커플링제는 건조된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제는, 전술된 바와 같이, 하나 이상의 실란 화학 조성물을 포함하는 구현 예와 같이, 상기 유리 용기 (900)는 상기 유리 용기 (900)가 15분 동안 약 120℃에서 건조되는 오븐으로 전달될 수 있다.

[0086] 도 8에 개략적으로 도시된 공정이 커플링제로 상기 유리 용기의 외부를 코팅하는 단계를 포함하는 반면, 이러한 단계는 커플링제가 필요한 이들 코팅 조성물에 대해서만 오직 사용되는 것으로 이해될 것이다. 커플링제가 요구되지 않는 저-마찰 코팅의 다른 구현 예에 있어서, 상기 커플링제를 적용하는 단계는 생략될 수 있다.

[0087] 이후, 상기 유리 용기 (900)는 상기 매거진 로더 (602)를 갖는 상기 코팅 딥 탱크 (630)에 전달된다. 상기 코팅 딥 탱크 (630)는 전술된 중합체 화학 조성물을 포함하는 상기 중합체 화학 조성물 코팅 용액 (632)으로 채워진다. 상기 유리 용기는 상기 유기 용기 (900)의 외부 표면 상에 직접 또는 상기 유리 용기 (900) 상에 이미 코팅된 상기 커플링제 위인, 상기 유리 용기 상으로 상기 중합체 화학 조성물을 코팅하기 위해 상기 중합체 화학 조성물 코팅 용액 (632)에 적어도 부분적으로 침적된다. 이후, 상기 중합체 화학 조성물 용액은 어떤 용매를 제거하기 위해 건조된다. 상기 중합체 화학 조성물 코팅 용액이 전술된 바와 같이 Novastrat®800을 함유하는 하나의 구현 예에 있어서, 상기 코팅 용액은 오븐으로 상기 유리 용기 (900)를 전달시키고, 20분 동안 150℃에서 상기 유리 용기를 가열시켜 건조될 수 있다. 상기 중합체 화학 조성물 코팅 용액이 건조 즉시, 상기 유리 용기 (900)는 중합체 화학 조성물의 하나 이상의 부가층을 적용하기 위해 상기 중합체 화학 조성물 코팅 딥 탱크 (630)에 (선택적으로) 다시-담글 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 중합체 화학 조성물 코팅은 상기 용기의 전체 외부 표면에 적용되는 반면, 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 상기 용기의 외부 표면의 일부에만 적용된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 및 중합체 화학 조성물이, 두 개의 분리된 단계에서 적용되는 것으로, 본 명세서에 기재되는 반면, 선택적인 구현 예에 있어서, 상기 커플링제 및 저-마찰 코팅은, 상기 커플링제 및 상기 중합체 화학 조성물이 혼합물에서 조합된 경우와 같이, 단일 단계에서 적용된다고 이해될 것이다.

[0088] 상기 중합체 화학 조성물 코팅 용액 (632)은 상기 유리 용기 (900)에 적용 즉시, 상기 중합체 화학 조성물은 상기 유리 용기 (900)상에서 경화된다. 상기 경화 공정은 상기 코팅 공정에 적용된 중합체 화학 조성물 코팅의 타입에 의존하고, 상기 코팅을 열적으로 경화, UV 광으로 상기 코팅을 경화, 및/또는 이의 조합을 포함할 수 있다. 상기 중합체 화학 조성물 코팅이 전술된 Novastrat®800 폴리아미산 코팅 용액에 의해 형성된 상기 폴리이미드와 같은 폴리이미드를 포함하는 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, 상기 유리 용기 (900)는 이들이 약 5 내지 30 분의 기간에 걸쳐 150℃ 내지 대략 350℃로 가열되는 오븐 (634)으로 전달된다. 상기 오븐 (634)으로부터 상기 유리 용기의 제거시, 상기 중합체 화학 조성물 코팅은 경화되고, 이에 의해 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기를 생산한다.

[0089] 상기 저-마찰 코팅이 상기 유리 용기에 적용된 후, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 단계 (524)에서 상기 용기가 채워지는 팩키징 공정 및/또는 부가적 검사 장소로 이송된다.

[0090] 상기 코팅된 유리 용기의 다양한 특성 (즉, 마찰 계수, 수평 압축 강도, 4-점 굽힘 강도)은 상기 코팅된 유리 용기가 세척, 동결 건조, 디피로제네이션, 가압멸균 등을 포함하지만, 이에 제한 없는, 약제 충진 라인 상에서 수행된 처리와 유사한 또는 동일한 것과 같은, 하나 이상의 공정 처리를 후, 또는 그대로-코팅 조건 (as-coated condition) (즉, 어떤 부가적 처리 없이 상기 코팅의 적용 후)에 있는 경우 측정될 수 있다.

[0091] 디피로제네이션 (Depyrogenation)은 발열원 (pyrogen)이 물질 (substance)로부터 제거되는 공정이다. 약제 팩키지과 같은, 유리 제품의 디피로제네이션은 샘플이 소정의 기간 동안 상승된 온도로 가열되는 샘플에 적용된 열 처리에 의해 수행될 수 있다. 예를 들어, 디피로제네이션은 20 분, 30 분, 40 분, 1 시간, 2 시간, 4 시간, 8 시간, 12 시간, 24 시간, 48 시간 및 72 시간을 포함하지만, 이에 제한하지 않는, 약 30 초 내지 약 72 시간 동안 약 250℃ 및 약 380℃ 사이의 온도에서 유리 용기를 가열하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 열 처리 후, 상기 유리 용기는 실온으로 냉각된다. 약제학 산업에서 보통 사용되는 하나의 종래 디피로제네이션 조건은 약

30 분 동안 약 250℃의 온도에서 열 처리된다. 그러나, 만약 더 높은 온도가 활용된다면 열 처리의 시간은 감소할 수 있는 것으로 고려된다. 본 명세서에 기재된 바와 같은, 상기 코팅된 유리 용기는 소정의 기간 동안 상승된 온도에 노출될 수 있다. 본 명세서에 기재된 상승된 온도 및 가열의 기간은 유리 용기를 디피로제네이트시키기 위해 충분할 수도 또는 충분하지 않을 수도 있다. 그러나, 본 명세서에 기재된 가열의 온도 및 시간의 일부는 본 명세서에 기재된 상기 코팅된 유리 용기와 같은, 코팅된 유리 용기를 디피로제네이트시키기 위해 충분한 것으로 이해될 것이다. 예를 들어, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 상기 코팅된 유리 용기는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출될 수 있다.

[0092] 본 명세서에 사용된 바와 같은, 동결 건조 조건 (즉, 냉동 건조)는 샘플이 단백질을 함유하는 액체로 채워지고, 그 다음 진공하에서 -15℃에서 20시간 동안 수 승화 (sublimation)를 수반하는, -100℃에서 냉동되는 공정을 의미한다.

[0093] 본 명세서에 사용된 바와 같은, 가압 멸균 조건은 20분 팽창기간을 수반하는, 100℃에서 10 분 동안 샘플을 퍼지하는 스팀을 의미하며, 여기서 상기 샘플은 121℃에서 30분의 열 처리를 수반하는, 121℃ 환경에 노출된다.

[0094] 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수 (μ)는 같은 유리 조성물로부터 형성된 비코팅된 유리 용기의 표면보다 더 낮은 마찰 계수를 가질 수 있다. 마찰 계수 (μ)는 두 표면 사이의 마찰의 정량적 측정이고, 온도 및 습도와 같은, 이에 제한하지 않는, 환경적 조건뿐만 아니라, 표면 조도를 포함하는, 상기 제1 및 제2 표면의 기계적 및 화학적 특성의 함수이다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 코팅된 유리 용기 (100)에 대한 마찰 계수 측정은 (약 16.00 mm 및 약 17.00 mm 사이의 외부 직경을 갖는) 제1 유리 용기의 외부 표면 및 상기 제1 유리 용기와 동일한 제2 유기 용기의 외부 표면 사이의 마찰 계수로서 보고되며, 여기서 상기 제1 및 제2 유리 용기는 같은 몸체 및 같은 코팅 조성물 (적용된 경우)을 갖고, 제작 전, 제작 동안, 및 제작 후 같은 환경에 노출된다. 특별한 언급이 없는 한, 상기 마찰 계수는, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 바이알-온-바이알 시험 지그 상에서 측정된 30 N의 수직 하중으로 측정된 최대 마찰 계수를 의미한다. 그러나, 특별히 적용 하중에서 최대 마찰계수를 나타내는 코팅된 유리 용기는 또한 더 적은 하중에서 같거나 또는 더 우수한 (즉, 더 낮은) 최대 마찰 계수를 나타낼 것으로 이해될 수 있다. 예를 들어, 만약 코팅된 유리 용기가 50 N의 적용 하중 하에서 더 낮거나 또는 0.5의 최대 마찰 계수를 나타낸다면, 상기 코팅된 유리 용기는 또한 25 N의 적용 하중 하에서 더 낮거나 또는 0.5의 최대 마찰 계수를 나타낼 것이다.

[0095] 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, (코팅된 및 비코팅된) 상기 유리 용기의 마찰 계수는 바이알-온-바이알 시험 지그로 측정된다. 상기 시험 지그 (200)는 도 9에서 개략적으로 도시된다. 같은 장치는 또한 상기 지그에서 위치된 두 개의 유리 용기 사이의 마찰력을 측정하기 위해 사용될 수 있다. 상기 바이알-온-바이알 시험 지그 (200)는 횡단 구조로 배열된 제1 클램프 (212) 및 제2 클램프 (222)를 포함한다. 상기 제1 클램프 (212)는 제1 베이스 (216)에 부착된 제1 잠금 암 (securing arm) (214)을 포함한다. 상기 제1 잠금 암 (214)은 상기 제1 유리 용기 (210)에 부착되고, 상기 제1 클램프 (212)에 대하여 움직이지 않게 상기 제1 유리 용기 (210)를 고정한다. 유사하게, 상기 제2 클램프 (222)는 제2 베이스 (226)에 부착된 제2 잠금 암 (224)을 포함한다. 상기 제2 잠금 암 (224)은 상기 제2 유리 용기 (220)에 부착되고, 상기 제2 클램프 (222)에 대하여 움직이지 않게 고정한다. 상기 제1 유리 용기 (210)의 장축 및 상기 제2 유리 용기 (220)의 장축이 x-y 축에 의해 정의된 수평면상에 및 서로에 대하여 약 90° 각에 위치되도록, 상기 제1 유리 용기 (210)는 상기 제1 클램프 (212) 상에 위치되고, 상기 제2 유리 용기 (220)는 상기 제2 클램프 (222)에 위치된다.

[0096] 제1 유리 용기 (210)는 접촉점 (230)에서 제2 유리 용기 (220)과 접촉하여 위치된다. 수직력 (normal force)은 상기 x-y 축에 의해 정의된 수평면에 직각 방향으로 적용된다. 상기 수직력은 정지상의 제1 클램프 (212) 위에 상기 제2 클램프 (222)에 적용된 정중량 (static weight) 또는 다른 힘에 의해 적용될 수 있다. 예를 들어, 중량은 상기 제2 베이스 (226) 상에 위치될 수 있고, 상기 제1 베이스 (216)는 안정한 표면상에 놓일 수 있으며, 따라서, 상기 접촉점 (230)에서 상기 제1 유리 용기 (210) 및 상기 제2 유리 용기 (220) 사이의 측정가능한 힘을 유도한다. 선택적으로, 상기 힘은 UMT (universalmechanical tester) 기계와 같은, 기계적 장치로 적용될 수 있다.

[0097] 상기 제1 클램프 (212) 또는 제2 클램프 (222)는 상기 제1 유리 용기 (210) 및 상기 제2 유리 용기 (220)의 장축과 함께 45° 각도의 방향으로 다른 것에 대하여 이동될 수 있다. 예를 들어, 상기 제1 클램프 (212)는 정지상을 고정할 수 있고, 상기 제2 클램프 (222)는 상기 제2 유리 용기 (220)가 상기 x-축의 방향에서 상기 제1 유리 용기 (210)을 가로질러 움직이도록 움직일 수 있다. 유사한 설정은 R. L. De Rosa et al., in "scratch

Resistant Polyimide Coatings for Alumino Silicate Glass surfaces"inThe Journal of Adhesion, 78: 113-127, 2002에 기재된다. 마찰 계수를 측정하기 위하여, 상기 제2 클램프 (222)를 움직이게 요구된 힘 및 상기 제1 및 제2 유리 용기 (210, 220)에 적용된 수직력은 로드 셀 (load cells)로 측정되고, 상기 마찰 계수는 마찰력 및 수직력의 지수 (quotient)로서 계산된다. 상기 지그는 25℃ 및 50% 상대 습도의 환경에서 작동된다.

[0098] 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기의 일부는 전술된 상기 바이알-온-바이알 지그로 결정된 바와 같이, 유사-코팅된 유리 용기에 대하여 약 0.7 이하의 마찰계수를 갖는다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 마찰 계수는 약 0.6 이하, 또는 심지어 약 0.5 이하일 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기는 약 0.4 이하 또는 약 0.3 이하의 마찰계수를 갖는다. 약 0.7 이하의 마찰계수를 갖는 코팅된 유리 용기는 마찰성 손상에 대한 개선된 내성을 나타내고, 그 결과, 개선된 기계적 특성을 갖는다. 예를 들어, (저-마찰 코팅 없는) 종래의 유리 용기는 0.7 초과의 마찰 계수를 가질 수 있다.

[0099] 본 명세서에 기재된 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 같은 유리 조성물로부터 형성된 비코팅된 유리 용기의 표면의 마찰 계수보다 적어도 20% 미만이다. 예를 들어, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 같은 유리 조성물로부터 형성된 비코팅된 유리 용기의 표면의 마찰 계수보다 적어도 20% 미만, 적어도 25% 미만, 적어도 30% 미만, 적어도 40% 미만, 또는 적어도 50% 미만일 수 있다.

[0100] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출된 이후에 약 0.7 이하의 마찰 계수를 가질 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출한 후, 약 0.7 이하 (즉, 약 0.6 이하, 약 0.5 이하, 약 0.4 이하, 또는 약 0.3 이하)의 마찰 계수를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 30분 동안 약 260℃의 온도에 노출한 후 약 30% 초과 만큼 증가하지 않을 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출 후, 약 30% (즉, 약 25%, 약 20%, 약 15%, 또는 약 10%)를 초과하는 만큼 증가하지 않을 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출된 후 약 0.5 초과 만큼 증가하지 않을 수 있다 (즉, 약 0.45, 약 .04, 약 0.35, 약 0.3, 약 0.25, 약 0.2, 약 0.15, 약 0.1, 또는 약 0.5). 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출된 후, 전혀 증가하지 않을 수 있다.

[0101] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 10분 동안 약 70℃ 온도에서 수 욕조에 침적한 후 약 0.7 이하의 마찰 계수를 가질 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 5 분, 10 분, 20 분, 30 분, 40 분, 50 분, 또는 1시간 동안 약 70℃의 온도로 수 욕조에서 침지한 후, 약 0.7 이하 (즉, 약 0.6 이하, 약 0.5 이하, 약 0.4 이하, 또는 약 0.3 이하)의 마찰 계수를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 10 분 동안 약 70℃ 온도의 수 욕조에서 침지한 후 약 30% 초과 만큼 증가하지 않을 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 5 분, 10 분, 20 분, 30 분, 40 분, 50 분, 또는 1시간 동안 약 70℃의 온도의 수 욕조에 침지된 후, 약 30% 미만 (즉, 약 25%, 약 20%, 약 15%, 또는 약 10%)으로 증가할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 5 분, 10 분, 20 분, 30 분, 40 분, 50 분, 또는 1 시간 동안 약 70℃의 온도의 수 욕조에서 침지한 후 전혀 증가하지 않을 수 있다.

[0102] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 동결 건조 조건에 노출된 후 약 0.7 이하의 마찰 계수를 가질 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 동결건조 조건에 노출된 후 약 0.7 이하 (즉, 약 0.6 이하, 약 0.5 이라, 약 0.4 이하 또는

약 0.3 이하)의 마찰 계수를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 동결 건조 조건에 노출된 후 약 30% 미만으로 증가할 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 동결 건조 조건에 노출된 후 약 30% 미만 (즉, 약 25%, 약 20%, 약 15%, 또는 약 10%)으로 증가할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 동결 건조 조건에 노출된 후 전혀 증가하지 않을 수 있다.

[0103] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 가압멸균 조건에 노출된 후 약 0.7 이하의 마찰 계수를 가질 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부는 가압멸균 조건에 노출된 후 약 0.7 이하 (즉, 약 0.6 이하, 약 0.5 이하, 약 0.4 이하 또는 약 0.3 이하)의 마찰 계수를 가질 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 가압 멸균 조건에 노출된 후 약 30% 미만으로 증가할 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 가압 멸균 조건에 노출된 후 약 30% 미만 (즉, 약 25%, 약 20%, 약 15%, 또는 약 10%)으로 증가할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅을 갖는 상기 코팅된 유리 용기의 일부의 마찰 계수는 가압 멸균 조건에 노출된 후 전혀 증가하지 않을 수 있다.

[0104] 본 명세서에 기재된 코팅된 유리 용기는 수평 압축 강도를 갖는다. 도 1을 참조하면, 본 명세서에 기재된 바와 같은, 상기 수평 압축 강도는 상기 유리 용기의 장축에 평행으로 배향된 두 개의 평행 압판 (platen) 사이에 수평적으로 코팅된 유리 용기 (100)을 위치시켜 측정된다. 기계적 하중은 상기 유리 용기의 장축에 수직 방향으로 상기 압판을 갖는 코팅된 유리 용기 (100)에 적용된다. 바이알 압축에 대한 하중 속도는 0.5 in/min이고, 상기 압판이 0.5 in/min의 속도로 서로의 방향으로 움직인다는 것을 의미한다. 상기 수평 압축 강도는 25℃ 및 50% 상대 습도에서 측정된다. 상기 수평 압축 강도의 측정은 선택된 수직 압축 하중에서 파손 확률로서 제공될 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같이, 파손은 상기 유기 용기가 샘플의 적어도 50%에서 수평 압축 하에서 파열된 경우 발생한다. 몇몇 구현 예에 있어서, 코팅된 유리 용기는 비코팅된 바이알보다 적어도 10%, 20%, 또는 30% 초과의 수평 압축 강도를 가질 수 있다.

[0105] 도 1 및 9를 참조하면, 상기 수평 압축 강도 측정은 또한 마모된 유리 용기 상에서 수행될 수 있다. 구체적으로, 상기 시험 지그 (200)의 작동은, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 강도를 약화시키는, 표면 스크래치 또는 마모와 같은, 상기 코팅된 유리 용기 외부 표면 (122) 상에 손상을 생성할 수 있다. 상기 유리 용기는 그 다음 전술된 수평 압축 절차에 적용되고, 여기서 상기 용기는 압판에 대해 외부로 평행인 스크래치 점을 갖는 두 개의 압판 사이에 놓인다. 상기 스크래치는 바이알-온-바이알 지그에 의해 적용된 선택된 정상 압력 및 스크래치 길이를 특징으로 할 수 있다. 특별한 언급이 없는 한, 상기 수평 압축 절차를 위한 마모된 유리 용기에 대한 스크래치는 30 N의 수직 하중에 의해 생성된 20 ㎜의 스크래치 길이를 특징으로 한다.

[0106] 상기 코팅된 유리 용기는 열 처리 후 수평 압축 강도에 대해 평가될 수 있다. 상기 열 처리는 30분 동안, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 온도에 노출될 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기의 수평 압축 강도는, 전술된 바와 같은, 열 처리에 노출된 후, 그 다음 전술된 바와 같은, 마모된 후 약 20%, 30%, 또는 40% 이상만큼 감소되지 않는다. 하나의 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기의 수평 압축 강도는 30분 동안 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 열 처리에 노출된 후, 및 그 다음 마모된 후 약 20%를 초과하여 감소되지 않는다.

[0107] 본 명세서에 기재된 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도로 가열한 후 열적으로 안정할 수 있다. 본 명세서에 사용된 바와 같은, 문구 "열적으로 안정한"은, 상기 유리 제품에 적용된 저 마찰 코팅이, 상기 상승된 온도에 노출된 후, 상기 유리 제품의 표면상에 실질적으로 온전하게 남아, 노출 후에, 상기 코팅된 유리 제품의 기계적 특성, 구체적으로 상기 마찰 계수 및 수평 압축 강도가, 가능한 한, 오직 최소의 영향을 받는 것을 의미한다. 이것은 상기 저 마찰 코팅이 상승된 온도 노출 후 상기 유리의 표면상에 들러붙어 남고, 마모, 충격 등과 같은 기계적 손상으로부터 상기 유리 제품을 계속 보호하는 것을 나타낸다.

[0108] 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, 만약 상기 코팅된 유리 제품이 특정한 온도에서 가열하고, 특정한 시간 동안 그 온도에서 유지한 후, 표준 마찰 계수 및 표준 수평 압축 강도 모두를 충족시킨다면, 코팅된 유리 제품은 열적으로 안정한 것으로 고려된다. 만약 표준 마찰 계수가 충족되는지의 여부를 결정하기 위하여, 제1 코팅

된 유리 제품의 마찰 계수는 도 9에 도시된 시험 지그 및 30 N 적용 하중을 사용하여, 수용된 조건 (즉, 어떤 열 처리 전)에서 결정된다. 제2 코팅된 유리 제품 (즉, 상기 제1 코팅된 유리 제품과 같은 코팅 조성물 및 같은 유리 조성물을 갖는 유리 제품)은 전술된 조건 하에 열적으로 노출되고, 실온으로 냉각된다. 이후, 상기 제2 유리 제품의 마찰 계수는 대략 20 mm의 길이의 마모 (즉, "스크래치")를 결과하는 30N 적용 하중으로 상기 코팅된 유리 제품을 마모시키기 위해 도 9에 도시된 시험 지그를 사용하여 결정된다. 만약 제2 코팅된 유리 제품의 마찰 계수가 0.7 미만이고, 마모된 영역에서 제2 유리 코팅의 유리의 표면이 어떤 관찰가능한 손상이 없다면, 그 다음 상기 표준 마찰 계수는 상기 저 마찰 코팅의 열 안정성을 결정하기 위한 목적을 충족시킨다. 본 명세서에 사용된 바와 같은 용어 "관찰가능한 손상"은 LED 또는 할로겐 광원으로 100X의 배율로 차등 간섭 대비 (DIC) 분광학 현미경 (differential interference contrast (DIC) spectroscopy microscope) 또는 Nomarski로 관찰한 경우, 상기 유리 제품의 마모된 영역에서 상기 유리 표면이 상기 마모된 영역의 길이의 0.5 cm 당 여섯 개 미만의 유리 체크 (glass checks)를 함유하는 것을 의미한다. 유리 체크 (glass check) 또는 유리 체킹 (glass checking)의 표준 정의는 G. D. Quinn,"NIST Recommended Practice Guide: Fractography of Ceramics and Glasses," NIST special publication960-17 (2006)에 기재된다.

[0109] 만약 상기 표준 수평 압력 강도가 충족되는지의 여부를 결정하기 위하여, 제1 코팅된 유리 제품은 20 mm 스크래치를 형성하기 위해 30 N 하중하에서 도 9에 도시된 시험 지그에서 마모된다. 상기 제1 코팅된 유리 제품은 그 다음, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 수평 압력 시험에 적용되고, 상기 제1 코팅된 유리 제품의 잔류 강도 (retained strength)는 결정된다. 제2 코팅된 유리 제품 (즉, 제1 코팅된 유리 제품과 같은 유리 조성물 및 같은 코팅 조성물을 갖는 유리 제품)은 전술된 조건 하에서 열적으로 노출되고, 실온으로 냉각된다. 이후, 상기 제2 코팅된 유리 제품은 30 N 하중하에서 도 9에 도시된 시험 지그에서 마모된다. 제2 코팅된 유리 제품은, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 수평 압축 시험에 적용되고, 상기 제2 코팅된 유리 제품의 잔류 강도는 결정된다. 만약 상기 제2 코팅된 유리 제품의 잔류 강도가 상기 제1 코팅된 유리 제품에 대하여 약 20%을 초과하여 감소되지 않는다면, 그 다음 표준 수평 압축 강도는 저 마찰 코팅의 열 안정성을 결정하기 위한 목적을 충족시킨다.

[0110] 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, 만약 표준 마찰 계수 및 표준 수평 압축 강도가 약 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도에 상기 코팅된 유리 용기를 노출 한 후에 충족된다면 (즉, 상기 코팅된 유리 용기가 약 30분 동안 적어도 약 260℃의 온도에서 열적으로 안정한 경우), 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려된다. 상기 열 안정성은 또한 약 260℃로부터 약 400℃의 온도까지 평가될 수 있다. 예를 들어, 몇몇 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 270℃ 또는 약 280℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 290℃ 또는 약 300℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 310℃ 또는 약 320℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 330℃ 또는 약 340℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 또 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 350℃ 또는 약 360℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 370℃ 또는 약 380℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다. 여전히 다른 구현 예에 있어서, 만약 상기 표준이 약 30분 동안 적어도 약 390℃ 또는 약 400℃의 온도에서 충족된다면, 상기 코팅된 유리 용기는 열적으로 안정한 것으로 고려될 것이다.

[0111] 본 명세서에 기재된 코팅된 유리 용기는 또한 온도의 범위에 걸쳐 열적으로 안정할 수 있는데, 이는 상기 코팅된 유리 용기가 상기 범위 내의 각각 온도에서 표준 마찰 계수 및 표준 수평 압축 강도를 충족시켜 열적으로 안정하다는 것을 의미한다. 예를 들어, 본 명세서에 기재된 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 제품은 적어도 약 260℃ 내지 약 400 ℃ 이하의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 제품은 적어도 약 260℃ 내지 약 350℃ 온도의 범위에서 열적으로 안정할 수 있다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기는 적어도 약 280℃ 내지 약 350℃ 이하의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기는 적어도 약 290℃ 내지 약 340℃에서 열적으로 안정할 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기는 적어도 약 300℃ 내지 약 380℃의 온도 범위에서 열적으로 안정할 수 있다. 또 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기는 적어도 약 320℃ 내지 약 360℃ 이하의 온도에서 열적으로 안정할 수 있다.

[0112] 본 명세서에 기재된 코팅된 유리 용기는 4 점 굽힘 강도를 측정한다. 유리 용기의 4 점 굽힘 강도를 측정하기

위하여, 상기 코팅된 유리 용기 (100)에 대한 전구체인 유리관은 상기 측정을 위해 활용된다. 상기 유리관은 상기 유리 용기와 같은 직경을 갖지만, 유리 용기 베이스 또는 유리 용기 마우스 (mouth) (즉, 상기 관을 유리 용기로 형성하기 전)를 포함하지 않는다. 상기 유리관은 그 다음 기계적 파손을 유도하기 위해 4 점 굽힘 응력 시험에 적용된다. 상기 시험은 10 mm/min의 하중 속도에서 3" 만큼 이격된 내부 접촉 부재 및 9" 만큼 이격된 외부 접촉 부재로 50% 상대 습도에서 수행된다.

[0113] 상기 4 점 굽힘 응력 측정은 또한 코팅된 및 마모된 관에 대해 수행될 수 있다. 상기 시험 지그 (200)의 작동은 마모된 바이알의 수평 압축 강도의 측정에서 기재된 바와 같이, 상기 관의 강도를 약화하는 표면 스크래치와 같은 상기 관 표면 상에 마모를 생성할 수 있다. 상기 유리관은 그 다음 기계적 파손을 유도하기 위해 4 점 굽힘 응력 시험에 적용된다. 상기 시험은 10 mm/min의 하중 속도에서 3" 만큼 이격된 내부 접촉 부재 및 9" 만큼 이격된 외부 프로브를 사용하여 25℃ 및 50% 상대 습도에서 수행되는 동안, 상기 관은 상기 스크래치가 시험 동안 장력 하에 놓이도록 위치된다.

[0114] 몇몇 구현 예에 있어서, 마모 후 저-마찰 코팅으로 유리관의 4점 굽힘 강도는 같은 조건 하에서 마모된 비코팅된 유리관보다 적어도 10%, 20%, 또는 심지어 50% 더 높은 평균 기계적 강도를 나타낸다.

[0115] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기 (100)가 30 N 수직력으로 동일한 유리 용기에 의해 마모된 후, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 마모된 영역의 마찰 계수는 상기 같은 점 (spot)에서 30 N 수직력으로 동일한 유리 용기에 의해 또 다른 마모 후, 약 20%를 초과하여 증가하지 않거나, 전혀 증가하지 않는다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기 (100)가 30 N 수직력으로 동일한 유리 용기에 의해 마모된 후, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 마모된 영역의 마찰 계수는 상기 같은 점에서 30 N 수직력으로 동일한 유리 용기에 의해 또 다른 마모 후, 약 15% 이상 또는 심지어 10%를 초과하여 증가하지 않거나, 또는 전혀 증가하지 않는다. 그러나, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 모든 구현 예가 이러한 특징을 나타내는 것이 필수적인 것은 아니다.

[0116] 질량 손실은, 상기 코팅된 유리 용기가 선택된 시간 동안 선택된 상승된 온도에 노출된 경우, 상기 코팅된 유리 용기 (100)로부터 유리된 휘발성분의 양을 의미하는, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 측정가능한 특성을 말한다. 질량 손실은 일반적으로 열 노출에 기인한 상기 코팅의 기계적 분해를 나타낸다. 상기 코팅된 유리 용기의 유리 몸체가 보고된 온도에서 측정가능한 질량 손실을 나타내지 않기 때문에, 본 명세서에 상세하게 기재된 바와 같이, 상기 질량 손실 시험은 상기 유리 용기에 적용된 상기 저-마찰 코팅만을 위한 질량 손실 데이터를 산출한다. 다중 인자는 질량 손실에 영향을 미칠 수 있다. 예를 들어, 상기 코팅으로부터 제거될 수 있는 유기 물질의 양은 질량 손실에 영향을 미칠 수 있다. 중합체에서 탄소 백본 및 측쇄의 붕괴는 상기 코팅의 이론적 100% 제거를 결과할 것이다. 유기금속성 중합체 물질은 통상적으로 전체 유기 성분을 상실하지만, 무기 성분은 뒤에 남는다. 따라서, 질량 손실은 완벽한 이론적 산화시 유기 및 무기 (예를 들어, 코팅의 % 실리카)인 코팅이 얼마나 많으냐에 기초하여 표준화된다.

[0117] 상기 질량 손실을 결정하기 위해, 코팅된 유리 바이알과 같은, 코팅된 샘플은 초기에 150℃까지 가열하고, 상기 코팅으로부터 효과적으로 H_2O를 빼내고, 상기 코팅을 건조시키기 위해 30분 동안 상기 온도에서 유지된다. 상기 샘플은 그 다음, 공기와 같은, 산화 환경에서 10℃/minute의 램프 속도로 150℃에서 350℃까지 가열된다. 질량 손실 결정의 목적을 위하여, 오직 150℃ 내지 350℃까지 수집된 상기 데이터만이 고려된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도로 150℃에서 350℃까지 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도로 150℃에서 350℃까지 온도로 가열된 경우, 이의 질량의 약 3% 미만 또는 약 2% 미만의 질량 손실을 갖는다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도로 150℃에서 350℃까지 온도로 가열된 경우, 이의 질량의 약 1.5% 미만의 질량 손실을 갖는다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도로 150℃에서 350℃까지 온도로 가열된 경우, 이의 질량의 실질적인 질량 손실이 없다.

[0118] 질량 손실 결과는, 코팅된 유리 용기의 중량이, 본 명세서에 기재된 바와 같이, 150℃에서 350℃까지 10℃/minute의 램프 온도와 같이, 열 처리 전 및 후와 비교되는, 절차에 기초된다. 열 처리-전 및 열 처리-후 사이의 중량에 차이점은 상기 코팅의 중량 손실이고, 이것은 상기 코팅의 열 처리-전 중량 (상기 용기의 유리 몸체를 포함하지 않고 및 예비의 가열 단계 후 중량)이 전-처리 코팅된 유리 용기와 비코팅된 유리 용기 상에 중량을 비교하여 알 수 있도록 상기 코팅의 중량 손실 퍼센트로서 표준화될 수 있다. 선택적으로, 코팅의 총 질량은 총 유기 탄소 시험 또는 다른 유사한 방식에 의해 결정될 수 있다.

[0119] 탈가스 (Outgassing)는, 상기 코팅된 유리 용기가 선택된 시간 동안 선택된 상승된 온도에 노출된 경우, 상기

코팅된 유리 용기 (100)으로부터 유리된 휘발성분의 양을 의미한는, 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 측정가능한 특성을 말한다. 탈가스 측정은 소정의 시간 동안 상승된 온도에 노출되는 동안 상기 코팅을 갖는 상기 유리 용기의 표면적 당 유리된 휘발성분의 중량에 의한 양으로서 본 명세서에 보고된다. 상기 코팅된 유리 용기의 유리 몸체가 탈가스에 대해 보고된 온도에서 측정가능한 탈가스를 나타내지 않기 때문에, 상기에서 상세하게 기재된 바와 같이, 상기 탈가스 시험은 상기 유리 용기에 적용된 오직 상기 저-마찰 코팅에서만 실질적으로 탈가스 데이터를 산출한다. 탈가스 결과는, 코팅된 유리 용기 (100)가 도 10에 도시된 장치 (400)의 유리 샘플 챔버 (402)에 놓이는, 절차에 기초된다. 빈 샘플 챔버의 백그라운드 샘플은 각 샘플 운전 전에 수집된다. 상기 샘플 챔버는 가열로 (404)가 350℃로 가열되고, 챔버 백그라운드 샘플을 수집하기 위해 1시간 동안 상기 온도에서 유지되는 동안, 로토미터 (406)에 의해 측정되면서 일정한 100 ml/min 공기 퍼지 하에 유지된다. 이후, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 상기 샘플 챔버 (402)에 위치되고, 상기 샘플 챔버는 일정한 100 ml/min 공기 퍼지 하에 유지되며, 상승된 온도로 가열되며, 코팅된 유리 용기 (100)로부터 샘플을 수집하기 위해 소정의 시간 동안 온도에서 유지된다. 상기 유리 샘플 챔버 (402)는 Pyrex로 제조되고, 분석의 최대 온도를 600℃로 제한한다. Carbotrap 300 흡착성 트랩 (adsorbent trap) (408)은 휘발성 종들이 상기 샘플로부터 방출되고, 상기 휘발성 종이 흡착되는 공기 퍼지 가스 (410)에 의해 흡착성 수지로 급속히 퍼짐에 따라 최종 휘발성 종을 흡착하기 위해 샘플 챔버의 배기구 (exhaust port) 상에 조립된다. 상기 흡착성 수지는 그 다음 Hewlett Packard 5890 Series II gas chromatograph/Hewlett Packard 5989 MS engine에 직접적으로 연결된 Gerstel Thermal Desorption 유닛에 직접적으로 놓인다. 탈가스 종은 흡착성 수지로부터 350℃에서 열적으로 탈착되고 (desorbe), 극저온으로, 비-극성 가스 크로마토그래피 컬럼 (DB-5MS)의 헤드에 집중시킨다. 상기 가스크로마토그래피 내에 온도는 휘발성 및 반-휘발성 유기 종의 분리 및 정제를 제공하기 위하여, 325℃의 최종 온도에서 10℃/min의 속도로 증가된다. 분리의 메커니즘은, 필수적으로, 비등점 또는 증류 크로마토그램 (distillation chromatogram)을 결과하는 다른 유기 종의 휘발의 열에 기초하는 것으로 입증되었다. 분리 후, 정제된 종은 전통적인 전자 충격 이온화 질량 분광계의 프로토콜에 의해 분석된다. 표준 조건 하에서 작동하여, 상기 최종 질량 스펙트럼은 현존하는 질량 스펙트럼 라이브러리 (mass spectral libraries)와 비교될 수 있다.

[0120] 몇몇 구현 예에 있어서, 본 명세서에 기재된 상기 유리 코팅 용기는 약 15 분, 약 30 분, 약 45 분, 또는 약 1 시간 동안 약 250℃, 약 275℃, 약 300℃, 약 320℃, 약 360℃, 또는 약 400℃의 상승된 온도에 노출되는 동안 약 54.6 ng/㎠이하, 약 27.3 ng/㎠ 이하, 또는 약 5.5 ng/㎠ 이하의 탈가스를 나타낸다. 더군다나, 상기 코팅된 유리 용기는 특정한 범위의 온도에서 열적으로 안정할 수 있는데, 이는 상기 코팅된 용기가, 전술된 바와 같이, 특정한 범위 내의 모든 온도에서 특정한 탈가스를 나타내는 것을 의미한다. 탈가스 측정 전에, 상기 코팅된 유리 용기는 그대로-코팅된 조건 (즉, 저-마찰 코팅의 적용 후 즉시)에서, 또는 디피로제네이션, 동결 건조, 또는 가압 멸균 중 어떤 하나 이후에 있을 수 있다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용매 (100)는 탈가스가 실질적으로 없다.

[0121] 몇몇 구현 예에 있어서, 탈가스 데이터는 상기 저-마찰 코팅의 질량 손실을 결정하는데 사용될 수 있다. 가열 처리-전 코팅 질량은 상기 코팅의 두께 (SEM 사진 또는 다른 방식에 의해 결정된), 저-마찰 코팅의 밀도, 및 상기 코팅의 표면적에 의해 결정될 수 있다. 이후, 상기 코팅된 유리 용기는 상기 탈가스 절차에 적용될 수 있고, 질량 손실은 상기 가열 처리-전 질량에 대한 탈가스에서 추출된 질량의 비를 확인하여 결정될 수 있다.

[0122] 도 11을 참조하면, 상기 코팅된 용기의 투명도 및 색상은 분광광도계 (spectrophotometer)를 사용하여 400-700 nm 사이의 파장 범위 내에서 상기 용기의 광 투과도를 측정하여 평가될 수 있다. 상기 측정은, 상기 빔이 먼저 상기 용기에 유입되고, 그 다음 이것이 배출될 때, 두 번 상기 저-마찰 코팅을 통해 통과되도록, 광 빔이 상기 용기 벽에 대해 법선 방향이 되도록 수행된다. 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 용기를 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같이, 광 투과도는 본 명세서에 기재된 상기 열 처리와 같은, 열 처리 전 또는 후에 측정될 수 있다. 예를 들어, 약 400 nm 내지 약 700 nm의 각각 파장에 대하여, 상기 광 투과도는 비코팅된 용기를 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상일 수 있다. 다른 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기를 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 용기를 통과하는 광 투과도의 약 55%, 약 60%, 약 65%, 약 70%, 약 75%, 약 80%, 또는 약 90% 이상이다.

[0123] 본 명세서에 기재된 바와 같이, 광 투과도는 본 명세서에 기재된 열 처리와 같은, 환경적 처리 전, 또는 환경적 처리 후에 측정될 수 있다. 예를 들어, 30분 동안, 동결 건조 조건에 노출된 후, 또는 가압 멸균 조건에 노출된 후, 약 260℃, 약 270℃, 약 280℃, 약 290℃, 약 300℃, 약 310℃, 약 320℃, 약 330℃, 약 340℃, 약 350℃, 약 360℃, 약 370℃, 약 380℃, 약 390℃, 또는 약 400℃의 열 처리 후에, 상기 코팅된 유리 용기를 통과하

는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 용기를 통과하는 광 투과도의 약 55%, 약 60%, 약 65%, 약 70%, 약 75%, 약 80%, 또는 약 90% 이상이다.

[0124] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 어떤 각에서 보는 경우, 사람의 눈으로 무색 및 투명으로 인지될 수 있다. 몇몇 다른 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅 (120)은 상기 저-마찰 코팅 (120)이 Aldrich로부터 상업적으로 이용가능한 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산으로부터 형성된 폴리이미드를 포함하는 경우와 같이, 인지가능한 색조를 가질 수 있다.

[0125] 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 접착성 라벨을 수용할 수 있는 저-마찰 코팅 (120)을 가질 수 있다. 즉, 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 접착성 라벨이 단단히 부착되도록 상기 코팅된 표면상에 접착성 라벨을 수용할 수 있다. 그러나, 접착성 라벨의 부착 능력은 본 명세서에 기재된 상기 코팅된 유리 용기 (100)의 모든 구현 예에 대한 요구사항은 아니다.

[0126] 실시 예

[0127] 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기의 다양한 구현 예는 다음의 예에 의해 더욱 명백해 질 것이다. 실시 예를 통하여 본 발명을 좀더 구체적으로 설명하지만, 하기 예에 본 발명의 범주가 한정되는 것은 아니다.

[0128] 실시 예 1

[0129] 유리 바이알은 스콧 타입 1B 유리 및 Corning, Incorporated에서 출원한 발명의 명칭이 "Glass Compositions with Improved Chemical and Mechanical Durability"인, 2012 년 10월 25일자에 출원된 미국 특허출원 제13/660894호의 표 1의 "실시 예 E"로 확인된 유리 조성물 (이하 "대조 유리 조성물")로부터 형성된다. 상기 바이알은 탈이온수로 세척되고, 질소로 불어서 건조시키며, 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산)로 딥 코팅된다. 상기 APS 코팅은 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 건조된다. 상기 바이알은 그 다음 15/85 톨루엔/DMF 용액에 Novastrat®800 폴리아미산의 0.1% 용액에 또는 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP)에서 0.1% 내지 1% 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산 용액 (Kapton 전구체)에 담근다. 상기 코팅된 바이알은 150℃에서 가열되고, 상기 용매를 증발시키기 위해 20분 동안 유지된다. 이후, 상기 코팅은 30분 동안 300℃로 예열된 가열로에 상기 코팅된 바이알을 놓아 경화된다. 경화 후, 상기 바이알은 가시적 색상 없는 0.1% 용액의 Novastrat®800으로 코팅된다. 그러나, 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디아닐린)의 용액으로 코팅된 바이알은 색상에서 가시적인 노란색이다. 코팅 모두는 바이알-대-바이알 접촉 시험에서 낮은 마찰 계수를 나타낸다.

[0130] 실시 예 2

[0131] (취득된/비코팅된 것 같은) 스콧 타입 1B 유리 바이알로부터 형성된 유리 바이알 및 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 바이알은 마모에 기인한 기계적 강도의 손실을 평가하기 위해 비교된다. 상기 코팅된 바이알은 대조 유리 조성물로부터 생산된 제1 이온 교환 강화 유리 바이알에 의해 생산된다. 상기 이온 교환 강화는 8시간 동안 450℃로 100% KNO_3 욕조에서 수행된다. 이후, 상기 바이알은 탈이온수로 세척되고, 질소로 불어서 건조시키며, 0.1 % 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산)로 딥 코팅된다. 상기 APS 코팅은 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 건조된다. 상기 바이알은 그 다음 15/85 톨루엔/DMF 용액에서 0.1% 용액의 Novastrat®800 폴리아미산에 담근다. 상기 코팅된 바이알은 150℃로 가열되고, 상기 용매를 증발하기 위해 20분 동안 유지한다. 이후, 상기 코팅은 30분 동안 300℃로 예열된 가열로에 코팅된 바이알을 놓아 경화된다. 상기 코팅된 바이알은 그 다음 70℃ 탈-이온수에 1시간 동안 담그고, 실제 가공 조건을 자극하기 위하여 2시간 동안 320℃에서 공기로 가열된다.

[0132] 상기 스콧 타입 1B로부터 형성된 마모되지 않은 바이알 및 상기 이온-교환 강화 및 코팅된 대조 유리 조성물로부터 형성된 마모되지 않은 바이알은 수평 압력 시험에서 파손으로 시험된다 (즉, 하나의 플레이트는 상기 바이알의 상부 위에 놓고, 하나의 플레이트는 상기 바이알의 하부 하에 놓으며, 상기 플레이트들은 서로 가압되고, 파손시 적용 하중은 하중 셀로 결정된다). 도 12는 대조 유리 조성물로부터 형성된 바이알, 코팅 및 마모 조건에서 대조 유리 조성물로부터 형성된 바이알, 스콧 타입 1B 유리로부터 형성된 바이알, 및 마모 조건에서 스콧 타입 1B 유리로부터 형성된 바이알에 대한 수평 압축 시험에 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 그래프로 나타낸다. 상기 마모되지 않은 바이알의 파손 하중은 Weibull 플롯에서 그래프로 도시된다. 상기 스콧 타입 1B로부터 형성된 샘플 바이알 및 이온-교환 강화 및 코팅된 유리로부터 형성된 마모되지 않은 바이알은 그 다음 상기 바이알을 마모시키기 위해 도 9의 바이알-온-바이알 지그에 놓고, 이들이 0.3mm 직경을 갖는 접촉 영역에

걸쳐 서로 마찰됨에 따라, 상기 바이알 사이의 마찰 계수를 결정한다. 상기 시험 동안 바이알 상에 하중은 UMT 기계로 적용되고, 24 N 및 44 N 사이로 변화된다. 상기 적용 하중 및 상기 상응하는 최대 마찰계수는 도 13에서 함유된 표에 보고된다. 상기 비코팅된 바이알에 대하여, 상기 최대 마찰 계수는 0.54 내지 0.71로 변화하고 (도 13에서 바이알 샘플 "3&4" 및 "7&8"로 각각 나타낸다), 반면 코팅된 바이알에 대하여, 상기 최대 마찰 계수는 0.19 내지 0.41 (도 13에서 바이알 샘플 "15&16" 및 "12&14"로 각각 나타낸다)로 변화한다. 이후, 상기 스크래치된 바이알은 상기 마모되지 않은 바이알에 대하여 기계적 강도의 손실을 평가하기 위해 수평 압축 시험에서 시험된다. 상기 마모되지 않은 바이알에 적용된 상기 파손 하중은 도 12의 Weibull 플롯에 그래프로 나타낸다.

[0133] 도 12에 나타낸 바와 같이, 상기 비코팅된 바이알은 마모된 후 강도에서 상당한 감소가 있는 반면, 상기 코팅된 바이알은 마모 후 강도에서 상대적으로 최소 감소를 갖는다. 이러한 결과에 기초하여, 상기 바이알 사이의 마찰 계수는 바이알-온-바이알 마모 후 강도의 손실을 완화시키기 위하여 0.7 또는 0.5 미만 또는 심지어 0.45 미만일 수 있는 것으로 믿어진다.

[0134] 실시 예 3

[0135] 본 실시 예에 있어서, 유리관의 다중 세트는 이들 각각의 강도를 평가하기 위하여 4 점 굽힘에서 시험된다. 상기 대조 유리 조성물로부터 형성된 제1 세트의 관은 수용된 조건 (비-코팅, 비-이온 교환 강도)에서 4 점 굽힘으로 시험된다. 상기 대조 유리 조성물로부터 형성된 제2 세트의 관은 8시간 동안 450℃로 100% KNO_3 욕조에서 이온 교환 강화 후 4 점 굽힘으로 시험된다. 상기 대조 유리 조성물로부터 형성된 제3 세트의 관은 8 시간 동안 450℃로 100% KNO_3 욕조에서 이온 교환 강화 및 실시 예 2에 기재된 바와 같이, 0.1% APS/0.1% Novastrat® 800으로 코팅된 후에 4점 굽힘으로 시험된다. 상기 코팅된 관은 또한 1시간 동안 70℃ 탈-이온수에 함침되고, 실제 가공 조건을 시뮬레이션하기 위해 2시간 동안 320℃로 공기에서 가열된다. 이들 코팅된 관은 또한 굽힘 시험 전에 30 N 하중 하에서 도 9에 나타낸 바이알-온-바이알에서 마모된다. 상기 대조 유리 조성물로부터 형성된 제4 세트의 관들은 1시간 동안 450 ℃로 100% KNO_3 욕조에서 이온 교환 강화 후 4 점 굽힘으로 시험된다. 이들 비코팅된, 이온 교환 강화된 관은 또한 굽힘 시험 전에 30 N 하중 하에서 도 9에서 나타낸 바이알-온-바이알 지그에서 마모된다. 스콧 타입 1B로부터 형성된 제5 세트의 관은 수용된 자체 조건 (비코팅된, 비-이온 교환 강화)에서 4 점 굽힘에서 시험된다. 스콧 타입 1B로부터 형성된 제6 세트의 관은 1시간 동안 450 ℃로 100% KNO_3 욕조에서 이온 교환 강화 후 4점 굽힘으로 시험된다. 시험의 결과는 도 14에 나타낸 Weibull 플롯에 그래프로 도시된다.

[0136] 도 14를 참조하면, 마모되지 않고, 상기 대조 유리 조성물로부터 형성되며, 이온 교환 강화된 제2 세트의 관은 파괴 전에 가장 높은 응력을 견딘다. 마모 전에 0.1% APS/0.1% Novastrat®800으로 코팅된 제3 세트 관은 이들의 비코팅된, 마모되지 않은 등가물 (즉, 제2 세트의 관)에 대하여 강도에서 다소 감소를 나타낸다. 그러나, 강도에서 감소는 코팅 후 마모에 적용됨에도 불구하고 상대적으로 최소이다.

[0137] 실시 예 4

[0138] 2 세트의 바이알은 제조되고, 약제 충진 라인 (filling line)을 통해 운전된다. (FujiFilm으로부터 상업적으로 이용가능한) 감압 접착 테이프 (pressure sensitive tape)는 상기 바이알 사이 및 상기 바이알 및 장비 사이의 접촉/충격 힘을 측정하기 위해 상기 바이알 사이에 삽입된다. 제1 세트의 바이알은 상기 대조 유리 조성물로부터 형성되고, 코팅되지 않는다. 제2 세트의 바이알은 대조 유리 조성물로부터 형성되고, 전술된 바와 같이, 약 0.25의 마찰 계수를 갖는 저-마찰 폴리이미드계 코팅으로 코팅된다. 감압 접착 테이프는 상기 바이알이 약제 충진 라인을 통해 운전된 후에 분석되고, 제2 세트의 코팅된 바이알은 제1 세트의 비코팅된 바이알과 비교하여 응력에서 2-3 배 감소로 나타나는 것이 입증되었다.

[0139] 실시 예 5

[0140] 3 세트의 4 개의 바이알 각각은 제조된다. 모든 바이알은 대조 유리 조성물로부터 형성된다. 제1 세트의 바이알은 실시 예 2에 기재된 바와 같이, APS/Novastrat®800으로 코팅된다. 제2 세트의 바이알은 톨루엔에서 0.1% DC806A로 딥 코팅된다. 상기 용매는 50℃에서 증발되고, 상기 코팅은 30분 동안 300℃에서 경화된다. 각 세트의 바이알은 관에 놓고, 상기 실험실 환경에서 상기 바이알로 흡착된 미량의 오염물질을 제거하기 위해 공기 퍼지 하에서 2.5시간 동안 320℃로 가열된다. 각 세트의 샘플은 또 다른 30분 동안 가열되고, 상기 탈가스 휘발

성분은 활성 탄소 흡착제 트랩상에서 포획된다. 상기 트랩은 가스 크로마토그래피-질량 분광계로 주입된 어떤 포획된 물질을 탈착하기 위해 30분에 걸쳐 350℃로 가열된다. 도 15는 APS/Novastrat®800 코팅에 대한 가스 크로마토그래피-질량 분광계 출력 데이터를 나타낸다. 도 16은 DC806A 코팅에 대한 가스 크로마토그래피-질량 분광계 출력 데이터를 나타낸다. 탈가스는 0.1% APS/0.1% Novastrat®800 코팅 또는 DC806A 코팅으로부터 검출되지 않는다.

[0141] 4 세트의 바이알은 메탄올/물 혼합물에서 0.5%/0.5% GAPS/APhTMS 용액을 사용하여 타이-층 (tie-layer)으로 코팅된다. 각 바이알은 약 18.3 ㎠의 코팅된 표면적을 갖는다. 용매는 상기 코팅된 바이알로부터 15분 동안 120℃에서 증발하도록 허용된다. 그 다음 디메틸아세트아미드에서 0.5% Novastrat®800 용액은 상기 샘플 상에 적용된다. 상기 용매는 20분 동안 150℃에서 증발된다. 이들 경화되지 않은 바이알은 전술된 탈가스 (outgassing) 시험에 적용된다. 상기 바이알은 공기 스트림 (100 mL/min)에서 320℃로 가열되고, 320℃에 도달했을 때 상기 탈가스된 휘발성분은 15분 마다 활성 탄소 흡착제 트랩상에서 포획된다. 상기 트랩은 그 다음 가스 크로마토그래피-질량 분광계로 주입된 어떤 포획된 물질을 탈착하기 위해 30분에 걸쳐 350℃로 가열된다. 표 1은 상기 샘플이 320℃에 유지된 시간의 세그먼트에 걸쳐 포획된 물질의 양을 나타낸다. 시간 0은 상기 샘플이 먼저 320℃의 온도에 도달된 시간에 상응한다. 표 1에서 알 수 있는 바와 같이, 가열 30분 후, 휘발성분의 양은 100 ng의 기구 검출 한계 (instrument detection limit) 이하로 감소한다. 표 1은 코팅된 표면의 제곱 cm 당 휘발성분 손실을 보고한다.

표 1

[0142] 바이알 당 및 면적당 휘발성분

320℃에서 시간	양, ng/vial	양 ng/㎠
25℃ 내지 320℃ 램프 (t=0)	60404	3301
t = 0 내지 15 min	9371	512
t = 15 내지 30 min	321	18
t = 30 내지 45 min	< 100	< 5
t = 45 내지 60 min	< 100	< 5
t = 60 내지 90 min	< 100	< 5

[0143] 실시 예 6복수의 바이알은 커플링제와 함께 및 없이 폴리이미드 또는 실리콘 수지에 기초한 다양한 코팅으로 제조된다. 커플링제가 사용된 경우, 상기 커플링제는 APS 및 APS에 대한 전구체인, GAPS (3-아미노프로필트리알콕시실란)을 포함한다. 상기 외부 코팅층은 Novastrat®800, 전술된 폴리 (피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디아닐린), 또는 DC806A 및 DC255와 같은 실리콘 수지로부터 제조된다. 상기 APS/Kapton 코팅은 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP)에서 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산) 및 0.1% 용액, 0.5% 용액 또는 1.0% 용액의 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산 (Kapton 전구체)을 사용하여 제조된다. Kapton 코팅은 또한 NMP에서 1.0% 용액의 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디아닐린)을 사용하여 커플링제 없이 적용된다. 상기 APS/Novastrat®800 코팅은 15/85 톨루엔/DMF 용액에서 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산) 및 0.1% 용액의 Novastrat®800 폴리아미산을 사용하여 제조된다. 상기 DC255 코팅은 톨루엔에 1.0% 용액의 DC255를 사용하여 커플링제 없이 상기 유리에 직접적으로 적용된다. 상기 APS/DC806A 코팅은 물에서 0.1% 용액의 APS를 먼저 적용하고, 그 다음 톨루엔에서 0.1% 용액 또는 0.5% 용액의 DC806A로 제조된다. 상기 GAPS/DC806A 코팅은 커플링제로서 물에서 95wt.% 에탄올 내의 1.0% 용액의 GAPS 및 그 다음 톨루엔에서 1.0% 용액의 DC806A를 사용하여 적용된다. 상기 커플링제 및 코팅은 적용 후 열 처리될 상기 커플링제 및 적용 후 건조 및 경화될 상기 실리콘 수지 및 폴리이미드 코팅으로 본 명세서에 기재된 바와 같은 딥 코팅 방법을 사용하여 적용된다. 상기 코팅 두께는 사용된 용액의 농도에 기초하여 평가된다. 도 17에 함유된 표는 다양한 코팅 조성물, 평가된 코팅 두께 및 시험 조건을 열거한다.

[0144] 이후, 몇몇 바이알은 코팅 손상을 자극하기 위해 굴러 떨어뜨려지고, 다른 것은 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그에서 30 N 및 50 N 하중 하에서 마모시키기 위해 적용된다. 이후, 모든 바이알은 동결 건조 (냉동 건조 공정)에 적용되고, 여기서 상기 바이알은 0.5 mL의 염화나트륨 용액으로 채워지고, 그 다음 -100℃에서 냉동된다. 동결 건조는 진공하에서 -15℃에서 20시간 동안 수행된다. 상기 바이알은 광학 품질 보증 장비 및 현미

경 하에서 검사된다. 동결 건조에 기인하여 관찰된 상기 코팅에 대한 손상은 없다.

[0145] 실시 예 7

[0146] 3 세트의 6 개 바이알은 비코팅된 바이알 및 Dow Corning DC 255 실리콘 수지로 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수에 대한 증가하는 하중의 영향을 평가하기 위해 제조된다. 제1 세트의 바이알은 타입 1B 유리로부터 형성되고, 비코팅된 채 남는다. 제2 세트의 바이알은 대조 유리 조성물로부터 형성되고, 톨루엔 내의 1% 용액의 DC255로 코팅되고, 30분 동안 300℃에서 경화된다. 제3 세트의 바이알은 스콧 타입 1B 유리로부터 형성되고, 톨루엔에서 1% 용액의 DC255로 코팅된다. 각 세트의 바이알은 도 9에 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓이고, 유사하게 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수는 10 N, 30 N, 및 50 N의 정하중 (static load)하에서 마찰 동안 측정된다. 그 결과는 도 18에서 그래프로 보고된다. 도 18에서 나타낸 바와 같이, 코팅된 바이알은 상기 유리 조성물과 관계없이 같은 조건 하에서 마모된 경우 비코팅된 바이알과 비교하여 뚜렷하게 더 낮은 마찰 계수를 나타낸다.

[0147] 실시 예 8

[0148] 3 세트의 2개 유리 바이알은 APS/Kapton 코팅으로 제조된다. 첫째, 각각의 바이알은 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산)에서 딥 코팅된다. 상기 APS 코팅은 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 건조된다. 상기 바이알은 그 다음 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP) 내의 0.1% 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산 용액 (Kapton 전구체)에 담근다. 이후, 상기 코팅은 30분 동안 300℃에서 예열된 가열로에 상기 코팅된 바이알을 놓아 경화된다.

[0149] 2개의 바이알은 도 9에 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓고, 10 N 하중하에서 마모된다. 상기 마모 절차는 동일한 영역에 걸쳐 4회 반복하고, 마찰 계수는 각 마모에 대해 결정된다. 상기 바이알은 마모 사이에 잘 닦아주고, 각 마모의 출발은 이전에 마모되지 않은 영역 상에 위치된다. 그러나, 각 마모는 동일한 "트랙"에 따라 이동한다. 동일한 절차는 30 N 및 50 N의 하중에 대해 반복된다. 각 마모의 마찰 계수 (즉, A1-A5)는 각 하중에 대해 도 19에 그래프로 나타낸다. 도 19에서 나타낸 바와 같이, 상기 APS/Kapton 코팅된 바이알의 마찰 계수는 일반적으로 모든 하중에서 모든 마모에 대해 0.30 미만이다. 본 실시 예는 커플링제로 처리된 유리 표면에 대해 적용된 경우, 폴리이미드 코팅에 대한 개선된 내마모성을 입증한다.

[0150] 실시 예 9

[0151] 3 세트의 2개의 유리 바이알은 APS 코팅으로 제조된다. 각각의 바이알은 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산)에서 딥 코팅되고, 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 가열된다. 2개의 바이알은 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓이고, 10 N 하중 하에서 마모된다. 상기 마모 절차는 동일 영역에 걸쳐 4회 반복되고, 마찰 계수는 각 마모에 대해 결정된다. 상기 바이알은 마모 사이에 닦아내고, 각 마모의 출발점은 이전에 마모되지 않은 영역 상에 위치된다. 그러나, 각 마모는 동일한 "트랙"에 따라 이동한다. 동일한 절차는 30 N 및 50 N의 하중에 대해 반복된다. 각 마모의 마찰 계수 (즉, A1-A5)는 각 하중에 대해 도 20에 그래프로 나타낸다. 도 20에서 나타낸 바와 같이, 상기 APS로만 코팅된 바이알의 마찰 계수는 일반적으로 0.3보다 더 높고, 종종 0.6 이상으로 도달된다.

[0152] 실시 예 10

[0153] 3 세트의 2개 유리 바이알은 APS/Kapton 코팅으로 제조된다. 각각의 바이알은 0.1% 용액의 APS (아미노프로필실세스퀴옥산)에 딥 코팅된다. 상기 APS 코팅은 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 가열된다. 상기 바이알은 그 다음 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP)에 0.1% 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산 용액 (Kapton 전구체)에 담근다. 이후, 상기 코팅은 30분 동안 300℃에서 예열된 가열로에 상기 코팅된 바이알을 놓아 경화된다. 상기 코팅된 바이알은 그다음 12시간 동안 300℃에서 디피로제네이트 (가열)된다.

[0154] 2개의 바이알은 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓이고, 10 N 하중 하에서 마모된다. 상기 마모 절차는 동일한 영역에 걸쳐 4회 반복되고, 마찰 계수는 각 마모에 대해 결정된다. 상기 바이알은 마모 사이에 닦아내고, 각 마모의 출발점은 이전에 마모된 영역 상에 위치되고, 각 마모는 동일한 "트랙"에 걸쳐 수행된다. 동일한 절차는 30 N 및 50 N의 하중에 대해 반복된다. 각 마모의 마찰 계수 (즉, A1-A5)는 각 하중에 대해 도 21에 그래프로 나타낸다. 도 21에서 나타낸 바와 같이, 상기 APS/Kapton 코팅된 바이알의 마찰 계수는 일반적으로 10 N 및 30 N의 하중에서 도입된 마모에 대해 균일하고 대략 0.20 미만이다. 그러나, 상기 적용 하중이 50 N로 증가된 경우, 상기 마찰 계수는, 제5 마모가 0.40 약간 미만의 마찰 계수를 가져, 각 연속적 마모에 대

해 증가한다.

[0155] 실시 예 11

[0156] 3 세트의 2개의 유리 바이알은 APS (아미노프로필실세스퀴옥산) 코팅으로 제조된다. 각각의 바이알은 0.1% 용액의 APS에 딥 코팅되고, 15분 동안 대류 오븐에서 100℃로 가열된다. 상기 코팅된 바이알은 12시간 동안 300℃에서 디피로제네이트 (가열)된다. 2개의 바이알은 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓이고, 10 N 하중 하에서 마모된다. 상기 마모 절차는 동일한 영역에 걸쳐 4회 반복되고, 마찰 계수는 각 마모에 대해 결정된다. 상기 바이알은 마모 사이에 닦아내고, 각 마모의 출발점은 이전에 마모된 영역 상에 위치되며, 각 마모는 동일한 "트랙"에 대하여 이동된다. 동일한 절차는 30 N 및 50 N의 하중에 대해 반복된다. 각 마모의 마찰 계수 (즉, A1-A5)는 각 하중에 대해 도 22에 그래프로 나타낸다. 도 22에 나타낸 바와 같이, 12시간 동안 디피로제네이트된 상기 APS 코팅된 바이알의 마찰 계수는 도 20에 나타낸 상기 APS 코팅된 바이알보다 상당히 더 높고, 상기 바이알이 마모에 기인하여 기계적 강도의 상당한 손실을 경험할 수 있는 것을 보여주는, 비코팅된 유리 바이알에 의해 나타낸 마찰 계수와 유사하다.

[0157] 실시 예 12

[0158] 스콧 타입 1B 유리로부터 형성된 3 세트의 두 개의 유리 바이알은 Kapton 코팅으로 제조된다. 상기 바이알은 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP)에서 0.1% 폴리(피로멜리트 이무수물-코-4,4'-옥시디프탈린) 아미드산 용액 (Kapton 전구체)에 담근다. 이후, 상기 코팅은 20분 동안 150℃에서 건조되고, 그 다음 30분 동안 300℃에서 예열된 가열로에 상기 코팅된 바이알을 놓아 경화된다.

[0159] 2개의 바이알은 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그에 놓이고, 10 N 하중 하에서 마모된다. 상기 마모 절차는 동일한 영역에 걸쳐 4회 반복되고, 마찰 계수는 각 마모에 대해 결정된다. 상기 바이알은 마모 사이에 닦아내고, 각 마모의 출발점은 이전에 마모되지 않은 영역 상에 위치된다. 그러나, 각 마모는 동일한 "트랙"에 따라 이동한다. 동일한 절차는 30 N 및 50 N의 하중에 대해 반복된다. 각 마모의 마찰 계수 (즉, A1-A5)는 각 하중에 대해 도 23에 그래프로 나타낸다. 도 23에서 나타낸 바와 같이, 상기 Kapton 코팅된 바이알의 마찰 계수는 일반적으로 커플링제 없이 유리 상에 적용된 폴리이미드 코팅의 약한 내마모성을 입증하는 제1 마모 후 증가한다.

[0160] 실시 예 13

[0161] 실시 예 6의 APS/Novastrat®800 코팅된 바이알은 30 N 하중으로 도 9에 나타낸 바이알-온-바이알 지그를 사용하여 동결 건조 후 이들의 마찰 계수에 대해 시험된다. 동결 건조 후 검출된 마찰 계수에서의 증가는 없다. 도 24는 동결 건조 전 및 후 상기 APS/Novastrat®800 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 보여주는 표를 함유한다.

[0162] 실시 예 14

[0163] 상기 대조 유리 조성물 바이알은 실시 예 2에서 기재된 바와 같이 이온 교환되고 코팅된다. 상기 코팅된 바이알은 20분의 팽창 기간을 수반하는, 100℃로 10분 동안 스팀 퍼지, 여기서 상기 코팅된 유리 용기 (100)는 121℃에서 30분 처리를 수반하는, 121℃ 환경에 노출되는 프로토콜을 사용하여 가압멸균된다. 가압 멸균 및 가압 멸균되지 않은 바이알에 대한 마찰 계수는 30 N 하중으로 도 9에서 도시된 바이알-온-바이알 지그를 사용하여 측정된다. 도 26은 가압 멸균 전 및 후에, APS/Novastrat®800 코팅된 바이알에 대한 마찰 계수를 나타낸다. 마찰 계수에서 증가는 가압멸균 후 검출되지 않았다.

[0164] 실시 예 15

[0165] 3 세트의 바이알은 상기 바이알에 대한 손상을 완화시키는 코팅의 효율을 평가하기 위해 제조된다. 제1 세트의 바이알은 나중에 폴리이미드 외부 코팅을 갖는 중간 커플링제 층으로 코팅된다. 상기 외부 층은, 디메틸아세트아미드에서 폴리아미산 용액으로 적용되고, 300℃로 가열하여 이미드화되는, Novastrat®800 폴리이미드로 이루어진다. 상기 커플링제 층은 1:8 비로 APS 및 아미노페닐트리메톡시실란 (APhTMS)으로 이루어진다. 이들 바이알은 320℃에서 12시간 동안 디피로제네이트된다. 제1 세트의 바이알과 마찬가지로, 제2 세트의 바이알은 중간 커플링제를 갖는 폴리이미드 외부 코팅으로 코팅된다. 제2 세트의 바이알은 12시간 동안 320℃에서 디피로제네이트되고, 그 다음 1시간 동안 121℃에서 가압 멸균된다. 제3 세트의 바이알은 비코팅된 채 남는다. 각 세트의 바이알은 30 N 하중 하에 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 각 세트의 바이알에 대한 마찰 계수는

도 27에서 보고된다. 각 바이알에 의해 확인된 손상 (또는 손상의 결핍)을 나타내는 바이알 표면의 사진은 또한 도 27에 나타낸다. 도 27에서 나타낸 바와 같이, 상기 비코팅된 바이알은 일반적으로 약 0.7 초과의 마찰 계수를 갖는다. 상기 비코팅된 바이알은 또한 시험의 결과로서 가시적으로 인지가능한 손상을 초래한다. 그러나, 코팅된 바이알은 어떤 가시적으로 인지가능한 표면 손상 없이 0.45 미만의 마찰 계수를 갖는다.

[0166] 상기 코팅된 바이알은, 전술된 바와 같이, 디피로제네이션, 가압멸균 조건, 또는 모두에 적용된다. 도 25는 상기 바이알에 대한 수평 압축 시험에서 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 그래프로 나타낸다. 디피로제네이트된 바이알 및 디피로제네이트되고 가압 멸균된 바이알 사이의 통계적인 차이는 없다.

[0167] 실시 예 16

[0168] 도 28을 참조하면, 바이알은 적용된 코팅의 마찰 계수 상에 실란의 다른 비의 영향을 평가하기 위하여 세 개의 다른 코팅 조성물로 제조된다. 제1 코팅 조성물은 1:1 비의 GAPS 대 아미노페닐트리메틸옥시실란을 갖는 커플링제 층 및 1.0% Novastrat®800 폴리이미드로 이루어진 외부 코팅층을 포함한다. 제2 코팅 조성물은 1:0.5 비의 GAPS 대 아미노페닐트리메틸옥시실란을 갖는 커플링제 층 및 1.0% Novastrat®800 폴리이미드로 이루어진 외부 코팅층을 포함한다. 제3 코팅 조성물은 1:0.2 비의 GAPS 대 아미노페닐트리메틸옥시실란을 갖는 커플링제 층 및 1.0% Novastrat®800 폴리이미드로 이루어진 외부 코팅층을 포함한다. 모든 상기 바이알은 12시간 동안 320℃에서 디피로제네이트된다. 이후, 상기 바이알은 20 N 및 30 N의 하중 하에 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 각 바이알에 대한 평균 적용된 수직력, 마찰 계수, 및 최대 마찰력 (Fx)은 도 28에 보고된다. 도 28에서 나타낸 바와 같이, 방향족 실란의 양 (즉, 상기 아미노페닐트리메틸옥시실란)을 감소시키는 것은 상기 바이알이 겪는 마찰력뿐만 아니라 상기 바이알 사이의 마찰 계수를 증가시킨다.

[0169] 실시 예 17

[0170] 타입 1B 이온-교환된 유리로부터 형성된 바이알은 실란의 다양한 비를 갖는 저-마찰 코팅으로 제조된다.

[0171] 샘플은 1:8의 비를 갖는, 0.125% APS 및 1.0% 아미노페닐트리메틸옥시실란 (APhTMS)으로부터 형성된 커플링제 층 및 0.1% Novastrat®800 폴리이미드로부터 형성된 외부 코팅층을 포함하는 조성물로 제조된다. 상기 적용된 코팅의 열 안정성은 디피로제네이션 전 및 후, 바이알의 마찰 계수 및 마찰력을 결정하여 평가된다. 구체적으로, 코팅된 바이알은 30 N의 하중 하에 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 상기 마찰 계수 및 마찰력은 측정되고, 시간의 함수에 따라 도 29에 플롯된다. 제2 세트의 바이알은 12시간 동안 320℃에서 디피로제네이트되고, 30 N의 하중 하에 동일한 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 마찰 계수는 상기 코팅이 열적으로 안정한 것을 보여주는 디피로제네이션 전 및 후 모두 동일하게 유지된다. 상기 유리의 접촉 영역의 사진은 또한 나타낸다.

[0172] 샘플은, 1:8의 비를 갖는, 0.625% APS 및 0.5% 아미노페닐트리메틸옥시실란 (APhTMS)로부터 형성된 커플링제 층 및 0.05% Novastrat®800 폴리이미드로부터 형성된 외부 코팅층을 포함하는 조성물로 제조된다. 상기 적용된 코팅의 열 안정성은 디피로제네이션 전 및 후, 바이알의 마찰 계수 및 마찰력을 결정하여 평가된다. 구체적으로, 코팅된 바이알은 30 N의 하중 하에 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 상기 마찰 계수 및 마찰력은 측정되고, 시간의 함수에 따라 도 37에 플롯된다. 제2 세트의 바이알은 12시간 동안 320℃에서 디피로제네이트되고, 30 N의 하중 하에 동일한 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 마찰 계수는 상기 코팅이 열적으로 안정하다고 보여주는 디피로제네이션 전 및 후 모두 동일하게 유지된다. 상기 유리의 접촉 영역의 사진은 또한 나타낸다.

[0173] 도 38은, 1:8의 비를 갖는, 0.125% APS 및 1.0% 아미노페닐트리메틸옥시실란 (APhTMS)으로부터 형성되고, 0.1% Novastrat®800 폴리이미드로부터 형성된 외부 코팅층 (도 38에서 "260"으로 표시), 및 1:8의 비를 갖는, 0.0625% APS 및 0.5% 아미노페닐트리메틸옥시실란 (APhTMS)으로부터 형성되고, 0.05% Novastrat®800 폴리이미드로부터 형성된 외부 코팅층 (도 38에서 "280"으로 표시)을 포함하는 저-마찰 코팅을 갖는 상기 바이알에 대한 수평 압축에서 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 그래프로 나타낸다. 상기 유리의 접촉 영역의 사진은 또한 나타낸다. 상기 데이터는 상기 코팅에 의해 손상으로부터 유리 보호를 입증하는 코팅된, 디피로제네이트된, 및 스크래치된 샘플에 대하여 파손 하중이 비코팅되고 비스크래치된 샘플로부터 계속 변화하지 않는다는 것을 나타낸다.

[0174] 바이알은 실란의 변화하는 비를 갖는 저-마찰 코팅으로 제조된다. 샘플은, 1:1의 비를 갖는, 0.5% Dynasylan® Hydrosil 1151 및 0.5% 아미노페닐트리메틸옥시실란 (APhTMS)으로부터 형성된 커플링제 층 및 0.05% Novastrat®800 폴리이미드로부터 형성된 외부 코팅층을 포함하는 조성물로 제조된다. 상기 적용된 코팅의 열 안정성은 디피로제네이션 전 및 후, 바이알의 마찰 계수 및 마찰력을 결정하여 평가된다. 구체적으로, 코팅된 바이알은 30 N의 하중 하에 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 상기 마찰 계수 및 마찰력은 측정되고, 시간의 함수에 따라 도 39에 플롯된다. 제2 세트의 바이알은 12시간 동안 320℃에서 디피로제네이트되고, 30 N의 하중 하에 동일한 바이알-온-바이알 마찰 시험에 적용된다. 마찰 계수는 상기 코팅이 열적으로 안정하다고 보여주는 디피로제네이션 전 및 후 모두 동일하게 유지된다. 상기 유리의 접촉 영역의 사진은 또한 나타낸다. 이것은 아미노실세스퀴옥산과 같은, 아미노실란의 가수분해물이 코팅 제형으로 역시 유용하다는 것을 제시하는 것이다.

[0175] 상기 적용된 코팅의 열 안정성은 또한 일련의 디피로제네이션 조건에 대해 평가된다. 구체적으로, 타입 1B 이온-교환된 유리 바이알은 1:1 비의 GAPS (0.5%) 대 아미노페닐트리메틸옥시실란 (0.5%)을 갖는 커플링제 층 및 0.5% Novastrat®800 폴리이미드로 이루어진 외부 코팅층을 포함하는 조성물로 제조된다. 샘플 바이알은 320℃에서 12 시간; 320℃에서 24 시간; 360℃에서 12 시간; 또는 360℃에서 24 시간의 디피로제네이션 사이클 중 하나에 적용된다. 상기 마찰 계수 및 마찰력은 그 다음 바이알-온-바이알 마찰 시험을 사용하여 측정되고, 도 30에서 나타낸 바와 같이, 각 디피로제네이션 조건에 대한 시간의 함수에 따라 플롯된다. 도 30에 나타낸 바와 같이, 상기 바이알의 마찰 계수는 상기 코팅이 열적으로 안정하다는 것을 보여주는 상기 디피로제네이션 조건에 따라 변화하지 않는다. 도 40은 360℃ 및 320℃에서 열 처리 시간을 변화시킨 후 마찰 계수를 그래프로 도시한다.

[0176] 실시 예 18

[0177] 바이알은 APS/Novastrat 800 코팅으로 실시 예 2에서 기재된 바와 같이 코팅된다. 비코팅된 바이알 뿐만 아니라, 코팅된 바이알의 광 투과도는 분광계를 사용하여 400-700 nm 사이의 파장의 범위 내에서 측정된다. 상기 측정은 광 빔이 상기 용기 벽에 대해 법선 방향이 되도록 수행되어, 상기 빔은 먼저 상기 용기에 유입되고, 그 다음 이를 떠나는 경우에, 두 번 저-마찰 코팅을 통해 통과한다. 도 11은 코팅된 및 비코팅된 바이알에 대한 400-700 nm의 가시광 스펙트럼에서 측정된 광 투과도 데이터를 그래프로 나타낸다. 선 (440)은 비코팅된 유리 용기이고, 선 (442)는 코팅된 유리 용기이다.

[0178] 실시 예 19

[0179] 바이알은 0.25% GAPS / 0.25% APhTMS 커플링제 및 1.0% Novastrat®800 폴리이미드로 코팅되고, 320℃에서 12시간 동안 디피로제네이션 전 및 후의 광 투과도에 대해 시험된다. 비코팅된 바이알도 시험된다. 결과는 도 46에 나타내었다.

[0180] 실시 예 20

[0181] 폴리이미드 코팅 균일도를 증가시키기 위하여, Novastrat®800 폴리아미산은 폴리아미산 염으로 전환되고, 1L의 메탄올에 4 g의 트리에틸아민을 첨가하고, 그 다음 0.1% 용액을 형성하도록 Novastrat®800 폴리아미산을 첨가시켜, 디메틸아세트아미드와 비교하여 상당히 빠르게 증발하는 용매인, 메탄올에 용해된다.

[0182] 1B 이온-교환된 바이알 상에 코팅은 메탄올/물 혼합물에 1.0% GAPS/1.0% APhTMS 및 메탄올에 0.1% Novastrat® 800 폴리아미산 염으로부터 형성된다. 상기 코팅된 바이알은 12시간 동안 360℃에서 디피로제네이트되고, 디피로제네이트되지 않은 및 디피로제네이트된 샘플은 10, 20 및 30 N 수직 하중에서 바이알-온-바이알 지그에서 스크래치된다. 10 N, 20 N 및 30 N의 수직력에서 관찰된 유리 손상은 없다. 도 41은 360℃에서 12시간 동안 열 처리 후 상기 샘플에 대한 마찰 계수, 적용된 힘 및 마찰력을 나타낸다. 도 42는 상기 샘플에 대한 수평 압축 시험에서 적용 하중의 함수에 따른 파손 확률을 그래프로 도시한다. 통계적으로, 10 N, 20 N, 및 30 N에서 일련의 상기 샘플은 서로 구분할 수 없다. 상기 낮은 하중 파손 샘플은 상기 스크래치로부터 떨어져 위치한 기원으로부터 깨어진다.

[0183] 상기 코팅층의 두께는 각각 도 43-45에서 나타낸, 타원 편광 반사법 및 주사 전자 현미경 (SEM)을 사용하여 조사된다. 코팅 두께 측정에 대한 샘플은 실리콘 웨이퍼 (타원 편광 반사법) 및 유리 슬라이드 (SEM)을 사용하여 생산된다. 상기 방법은 실세스퀴옥산 타이-층에 대해 55 내지 180 nm 및 Novastrat®800 폴리아미드산 염에 대

해 35 nm의 두께를 나타낸다.

[0184] 실시 예 21

[0185] 플라즈마 세정된 Si 웨이퍼 조각은 75/25 메탄올/물 vol/vol 혼합물에서 0.5% GAPS, 0.5% APhTMS 용액을 사용하여 딥 코팅된다. 상기 코팅은 120℃에서 15분 동안 노출된다. 상기 코팅 두께는 타원 편광 반사법(ellipsometry)을 사용하여 결정된다. 세 개의 샘플은 제조되고, 30.6 nm의 표준 편차로, 각각 92.1 nm, 151.7 nm, 및 110.2 nm 두께를 갖는다.

[0186] 유리 슬라이드는 딥 코팅되고, 주사 전자 현미경으로 조사된다. 도 43은 150℃에서 15분 동안 경화 후 8 mm/s 풀 아웃 속도 (pull outrate)로 1.0% GAPS, 1.0% APhTMS, 및 0.3% NMP의 코팅 용액에 담근 유리 슬라이드의 SEM 사진을 나타낸다. 상기 코팅은 약 93 nm 두께로 나타난다. 도 44는 150℃에서 15분 동안 경화 후 4 mm/s 풀 아웃 속도로 1.0% GAPS, 1.0% APhTMS, 및 0.3% NMP의 코팅 용액에 담근 유리 슬라이드의 SEM 사진이다. 상기 코팅은 약 55 nm 두께로 나타난다. 도 45는 150℃에서 15분 동안 경화 및 320℃에서 30분 동안 열 처리 후 2 mm/s의 풀 업 속도 (pull up rate)로 0.5 Novastrat®800 용액의 코팅 용액에 담근 유리 슬라이드의 SEM 사진이다. 상기 코팅은 약 35 nm 두께로 나타난다.

[0187] 비교 예 A

[0188] 타입 1B 유리로부터 형성된 유리 바이알은 약 1-2%의 고체 함량을 갖는 Baysilone M의 Bayer Silicone 수성 에멀젼의 묽은 코팅으로 코팅된다. 상기 바이알은 표면으로부터 물을 빼내기 위해 2시간 동안 150℃에서 처리되어, 상기 유리의 외부 표면상에 폴리디메틸실록산 코팅을 남긴다. 상기 코팅의 정상 두께는 약 200 nm이다. 제1 세트의 바이알은 미처리된 조건 (즉, "그대로-코팅된 바이알")으로 유지된다. 제2 세트의 바이알은 280℃에서 30분 동안 처리된다 (즉, "처리된 바이알"). 각 세트의 몇몇 바이알은 먼저 0-48N으로 연속적으로 증가하는 하중 및 UMT-2 마찰계 (tribometer)를 사용하여 대략 20 mm의 길이로 스크래치를 적용하여 기계적으로 시험된다. 상기 스크래치는 상기 스크래치 절차가 유리를 손상하는지의 여부 또는 상기 코팅이 스크래치로 인한 손상으로부터 유리를 보호하는지의 여부를 결정하기 위해 마찰 계수 및 모폴로지에 대해 평가된다.

[0189] 도 33은 그대로-코팅된 바이알에 대해 적용된 스크래치 (x-축)의 길이의 함수에 따른 마찰계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰 력 (y-축)을 나타내는 그래프이다. 도 33에서 도시된 그래프와 같이, 상기 그대로-코팅된 바이알은 약 30 N의 하중까지 대략 0.03의 마찰 계수를 나타낸다. 상기 데이터는 대략 30 N 이하에서 상기 COF가 항상 0.1 이하인 것을 나타낸다. 그러나, 30 N을 초과하는 수직력에서, 상기 코팅은 스크래치 길이에 따라 유리 체킹 (glass checking)에 의해 나타낸 바와 같은, 파손이 시작된다. 유리 체킹은 유리 표면 손상 및 상기 손상의 결과로서 증가된 유리의 파손 경향을 나타낸다.

[0190] 도 34는 시험된 바이알에 대해 적용된 스크래치의 길이 (x-축)의 함수에 따른 마찰계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타내는 그래프이다. 상기 시험된 바이알에 대하여, 마찰 계수는 적용 하중이 대략 5N의 값에 도달될 때까지 낮게 유지된다. 상기 코팅이 파손을 시작한 시점에, 상기 유리 표면은 증가된 하중으로 발생된 유리 체킹의 증가된 양으로부터 명백한 바와 같이 심각히 손상된다. 상기 처리된 바이알의 마찰계수는 약 0.5로 증가한다. 그러나, 상기 코팅은 코팅이 열적으로 안정하지 않다는 것을 나타내는, 열 노출 후에 30 N의 하중에서 유리의 표면을 보호하는 것에 실패하였다.

[0191] 상기 바이알은 그 다음 20 mm 스크래치의 전체 길이를 가로질러 30 N 정하중 을 적용하여 시험된다. 그대로-코팅 바이알의 10 개 샘플 및 처리된 바이알의 10 개 샘플은 20 mm 스크래치의 전체 길이를 가로질러 30 N 정하중을 적용하여 수평 압축에서 시험된다. 10 개의 처리된 바이알 중 6개가 상기 스크래치에서 파손되는 반면, 상기 그대로-코팅 샘플은 파괴되지 않는다는 것은, 상기 처리된 바이알이 더 낮은 잔류 강도를 갖는다는 것을 나타낸다.

[0192] 비교 예 B

[0193] Wacker Silres MP50 (part #60078465 lot #EB21192)의 용액은 2%로 희석되고, 대조 유리 조성물로부터 형성된 바이알에 적용된다. 상기 바이알은 먼저 코팅 전에 10초 동안 플라즈마를 적용시켜 세척된다. 상기 바이알은 상기 코팅으로부터 물을 제거하기 위해 15분 동안 315℃에서 건조된다. 제1 세트의 바이알은 "그대로-코팅된" 조건에서 유지된다. 제2 세트의 바이알은 250℃에서 320 ℃까지의 온도 범위에서 30분 동안 처리된다 (즉, "처리된 바이알"). 각 세트로부터 몇몇 바이알은 먼저 0-48N으로 연속적으로 증가하는 하중 및 UMT-2 마찰계 (tribometer)를 사용하여 대략 20 mm의 길이로 스크래치를 적용하여 기계적으로 시험된다. 상기 스크래치는 상

기 스크래칭 절차가 유리를 손상하는지의 여부 또는 상기 코팅이 스크래치로 인한 손상으로부터 유리를 보호하는지의 여부를 결정하기 위해 마찰 계수 및 모폴로지에 대해 평가된다.

[0194] 도 35는 그대로-코팅 바이알에 대해 적용된 스크래치의 길이 (x-축)의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타내는 그래프이다. 상기 그대로-코팅된 바이알은 상기 코팅에 대해 손상을 나타내지만, 상기 유리에 대해 손상을 나타내지 않는다.

[0195] 도 35는 280℃에서 처리된 바이알에 대해 적용된 스크래치의 길이 (x-축)의 함수에 따른 마찰 계수, 스크래치 침투, 적용된 수직력, 및 마찰력 (y-축)을 나타내는 그래프이다. 상기 시험된 바이알은 약 20N를 초과하는 적용 하중에서 상당한 유리 표면 손상을 나타낸다. 또한, 유리 손상에 대한 임계 하중이 열 노출 온도의 증가에 따라 감소하여, 상기 코팅이 증가하는 온도에 따라 분해된다는 것을 확인하였다 (즉, 상기 코팅이 열적으로 안정하지 않다). 280℃보다 낮은 온도에서 처리된 샘플은 30N 이상의 하중에서 유리 손상을 나타낸다.

[0196] 비교 예 C

[0197] 대조 유리 조성물로부터 형성된 바이알은 물에서 2% 고체로 희석된 Evonik Silikophen P 40/W로 처리된다. 상기 샘플은 그 다음 150℃에서 15분 동안 건조되고, 뒤이어 315 ℃에서 15분 동안 경화된다. 제1 세트의 바이알은 "코팅된-데로의" 조건으로 유지된다. 제2 세트의 바이알은 30분 동안 260℃의 온도에서 처리된다 (즉, "260℃ 처리된 바이알"). 제3 세트의 바이알은 30분 동안 280℃의 온도에서 처리된다 (즉, "280℃ 처리된 바이알"). 상기 바이알은 도 9에서 도시된 시험 지그를 사용하여 30 N의 정하중 (static load)으로 스크래치된다. 상기 바이알은 그 다음 수평 압축에서 시험된다. 상기 코팅된-데로의 바이알의 16 개 중 2개가 상기 스트래치에서 파괴되는 반면, 상기 260℃ 처리된 바이알 및 상기 280℃ 처리된 바이알은 압축에서 파괴된다. 이것은 상기 코팅이 상승된 온도에 노출시 분해되고, 그 결과, 상기 코팅은 30 N 하중으로부터 표면을 적절하게 보호하지 못한다는 것을 나타낸다.

[0198] 전술된 바에 기초하여, 다양한 관점의 코팅된 유리 제품이 본 명세서에 개시된 것으로 이해될 것이다. 제1 관점에 따르면, 코팅된 유리 제품은: 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치되고, 중합체 화학 조성물을 포함하는, 저-마찰 코팅을 포함하고, 여기서: 상기 코팅된 유리 제품은 30분 동안 적어도 약 260℃ 또는 심지어 280℃의 온도에서 열적으로 안정하다. 용어 "열적으로 안정한"은 (1) 상기 저-마찰 코팅을 갖는 외부 표면의 일부의 마모된 영역의 마찰 계수가 30분 동안 특정한 상승된 온도 및 30 N 하중 하의 마모에 노출된 후에 0.7 미만이고, 관찰가능한 손상이 없으며, 및 (2) 수평 압축에서 상기 코팅된 유리 제품의 잔류 강도가 30 N 하중 하의 마모 및 280℃의 상승된 온도에서 30분 동안 노출된 후에 약 20%를 초과하여 감소하지 않는다는 것을 의미한다. 이러한 제1 관점의 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이다. 이러한 제1 관점의 몇몇 구현 예에 있어서, 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 가질 수 있다.

[0199] 제2 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함하며; 상기 저-마찰 코팅은: 중합체 화학 조성물; 및 방향족 실란 화학 조성물인 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머; 및 적어도 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함하는 커플링제를 포함하고, 여기서: 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물이고; 상기 코팅된 유리 제품이 적어도 260℃의 온도에서 30분 동안 열적으로 안정하며; 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이고; 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 갖는다.

[0200] 제3 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치된 저-마찰 코팅을 포함하며, 상기 저-마찰 코팅은: 하나 이상의 실란 화학 조성물의 올리고머를 포함하고, 여기서 상기 올리고머는 실세스퀴옥산 화학 조성물이며, 상기 실란 화학 조성물 중 적어도 하나는 적어도 하나의 방향족 모이어티 및 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는, 커플링제; 및 적어도 제1 디아민 단량체 화학 조성물, 제2 디아민 단량체 화학 조성물, 및 이무수물 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성되고, 여기서 상기 제1 디아민 단량체 화학 조성물은 상기 제2 디아민 단량체 화학 조성물과 다른, 폴리이미드 화학 조성물을 포함한다.

[0201] 제4 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부 상에 위치되고, 중합체 화학 조성물을 포함하는, 저-마찰 코팅를 포함하며, 여기서: 상기 코팅된 유리 제품은 적어도 약 300℃의 온도에서 30분 동안 열적으로 안정하고; 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이다.

[0202] 제5 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면 및 상기 제1 표면에 대립하는 제2 표면을 포함하는 유리 몸체, 여기서 상기 제1 표면은 유리 용기의 외부 표면이고; 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합되고, 중합체 화학 조성물을 포함하는, 저-마찰 코팅을 포함하며, 여기서: 상기 코팅된 유리 제품은 적어도 약 280℃의 온도에서 30분 동안 열적으로 안정하고; 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이다.

[0203] 제6 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은: 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 및 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합된 저-마찰 코팅을 포함하며, 상기 저-마찰 코팅은: 방향족 실란 화학 조성물인 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머; 및 적어도 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함하는 커플링제를 포함하는, 상기 유리 몸체의 제1 표면상에 위치된 커플링제 층; 및 상기 커플링제 위에 위치된 폴리이미드 화학 조성물을 포함하는 중합체 층을 포함하고; 여기서: 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물이고; 상기 코팅된 유리 제품이 적어도 280℃의 온도에서 30분 동안 열적으로 안정하며; 상기 코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도는 약 400 nm 내지 약 700 nm의 파장에 대해 비코팅된 유리 제품을 통과하는 광 투과도의 약 55% 이상이다.

[0204] 제7 관점에 있어서, 코팅된 유리 제품은 제1 표면을 포함하는 유리 몸체; 상기 유리 몸체의 제1 표면의 적어도 일부에 결합된 저-마찰 코팅을 포함하며, 상기 저-마찰 코팅은: 하나 이상의 실란 화학 조성물의 올리고머를 포함하고, 여기서 상기 올리고머는 실세스퀴옥산 화학 조성물이며, 상기 실란 화학 조성물 중 적어도 하나는 적어도 하나의 방향족 모이어티 및 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는 커플링제를 포함하는 커플링제 층; 적어도 제1 디아민 단량체 화학 조성물, 제2 디아민 단량체 화학 조성물, 및 이무수물 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성되고, 여기서 상기 제1 디아민 단량체 화학 조성물은 상기 제2 디아민 단량체 화학 조성물과 다른 폴리이미드 화학 조성물을 포함하는, 중합체 층; 및 상기 커플링제 층의 하나 이상의 화학 조성물과 결합된 상기 중합체 층의 하나 이상의 화학 조성물을 포함하는 계면층을 포함한다.

[0205] 제8 관점은 상기 관점 1 내지 4, 6 또는 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 유리 몸체는 상기 제1 표면에 대립하는 제2 표면을 포함하는 유리 용기이고; 및 상기 제1 표면은 상기 유리 용기의 외부 표면이다.

[0206] 제9 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 코팅된 유리 제품은 약제 팩키지가다.

[0207] 제10 관점은 상기 관점 9의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 약제 팩키지는 약제학적 조성물을 함유한다.

[0208] 제11 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 유리 몸체는 이온-교환된 유리를 포함한다.

[0209] 제12 관점은 상기 관점 1 내지 5 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅은: 상기 유리 몸체의 제1 표면상에 위치되고, 커플링제를 포함하는, 커플링제 층; 및 상기 커플링제 층 위에 위치되고, 중합체 화학 조성물을 포함하는 중합체 층을 포함한다.

[0210] 제13 관점은 상기 관점 6 또는 12의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 상기 저-마찰 코팅은 상기 커플링제 층 및 상기 중합체 층 사이에 위치된 계면층을 더욱 포함하고; 및 상기 계면층은 상기 커플링제 층의 하나 이상의 화학 조성물과 결합된 상기 중합체 층의 하나 이상의 화학 조성물을 포함한다.

[0211] 제14 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리의 일부의 마찰 계수는 동일한 유리 조성물로부터 형성된 비코팅된 유리 제품의 표면의 마찰 계수보다 적어도 20% 미만이다.

[0212] 제15 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리의 일부는 가압 멸균 조건에 노출된 후 약 0.7 이하의 마찰 계수를 갖는다.

[0213] 제16 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리 제품의 일부는 상기 코팅된 유리 제품이 1시간 동안 약 70℃의 온도의 수 욕조에서 침수된 후, 약 0.7 이하의 마찰 계수를 갖는다.

[0214] 제17 관점은 상기 관점 1 내지 7 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅을 갖는 코팅된 유리의 일부는 동결 건조 조건에 노출된 후 약 0.7 이하의 마찰 계수를 갖는다.

[0215] 제18 관점은 상기 관점 1, 4 또는 5의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅은 커플링제를 더욱 포함한다.

[0216] 제19 관점은 제18 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제는 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머; 및 적어도 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성되고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물이 다른 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함한다.

[0217] 제20 관점은 제19 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물이다.

[0218] 제21 관점은 제18 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제는 실세스퀴옥산 화학 조성물을 포함한다.

[0219] 제22 관점은 제21 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 실세스퀴옥산 화학 조성물은 방향족 모이어티를 포함한다.

[0220] 제23 관점은 제22 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 실세스퀴옥산 화학 조성물은 아민 모이어티를 더욱 포함한다.

[0221] 제24 관점은 제18 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제는 제1 실란 화학 조성물 및 제2 실란 화학 조성물의 혼합물; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함하며, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물은 다른 화학 조성물이다.

[0222] 제25 관점은 제24 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물이다.

[0223] 제26 관점은 제18 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물이다.

[0224] 제27 관점은 상기 관점 2, 6, 또는 26 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다.

[0225] 제28 관점은 상기 관점 2, 6, 또는 26 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 알콕시실란 화학 조성물, 방향족 아실옥시실란 화학 조성물, 방향족 할로겐 실란 화학 조성물, 또는 방향족 아미노실란 화학 조성물이다.

[0226] 제29 관점은 관점 2, 6 또는 26 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐, 3-(m-아미노페녹시) 프로필, N-페닐아미노프로필, 또는 (클로로메틸) 페닐 치환된 알콕시, 아실옥시, 할로겐, 또는 아미노 실란으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0227] 제30 관점은 관점 2, 6 또는 26 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐트리메톡시 실란이다.

[0228] 제31 관점은 관점 2, 6 또는 26 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제는: 상기 제1 실란 화학 조성물 및 지방족 실란 화학 조성물인 제2 실란 화학 조성물의 혼합물; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함한다.

[0229] 제32 관점은 제31 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 몰 비는 약 0.1:1 내지 약 10:1이다.

[0230] 제33 관점은 제31 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는 방향족 알콕시실란 화학 조성물이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하는 지방족 알콕시실란 화학 조성물이다.

[0231] 제34 관점은 제31 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐, 3-(m-아미노페녹시) 프로필, N-페닐아미노프로필, 또는 (클로로메틸) 페닐 치환된 알콕시, 아실옥시, 할로겐, 또는 아미노 실란, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머로 이루어진 군으로부터 선택되고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필, 비닐, 메틸, N-페닐아미노프로필, (N-페닐아미노)메틸, N-(2-비닐벤질아미노에틸)-3-아미노프로필 치환된 알콕시, 아실옥시, 할로겐, 또는 아미노 실란, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0232] 제35 관점은 제31 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함하고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다.

[0233] 제36 관점은 제31 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐트리메톡시 실란이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필트리메톡시 실란이다.

[0234] 제37 관점은 관점 3 또는 7의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 올리고머는 적어도 아미노페닐트리메톡시 실란으로부터 형성된다.

[0235] 제38 관점은 관점 3 또는 7의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 올리고머는 적어도 아미노페닐트리메톡시 실란 및 아미노프로필트리메톡시 실란으로부터 형성된다.

[0236] 제39 관점은 관점 3 또는 7의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 디아민 단량체 화학 조성물은 오르토-톨리딘 (ortho-Tolidine)이고, 상기 제2 디아민 단량체 화학 조성물은 4,4'-메틸렌-비스(2-메틸아닐린)이며, 상기 이무수물 단량체 화학 조성물은 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물이다.

[0237] 제40 관점은 관점 1, 2, 4 또는 5의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 중합체 화학 조성물은 폴리이미드 화학 조성물이다.

[0238] 제41 관점은 관점 1, 2, 4, 또는 5의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 중합체 화학 조성물은 적어도 두 개의 아민 모이어티를 포함하는 적어도 하나의 단량체 화학 조성물; 및 적어도 두 개의 무수물 모이어티를 포함하고, 벤조페논 구조를 갖는 적어도 하나의 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성된 폴리이미드 화학 조성물이다.

[0239] 제42 관점은 제41 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 적어도 두 개의 무수물 모이어티를 포함하는 단량체 화학 조성물은 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물이다.

[0240] 제43 관점은 관점 1, 2, 4, 또는 5의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 중합체 화학 조성물은 적어도 두 개의 아민 모이어티를 포함하는 제1 단량체 화학 조성물; 적어도 두 개의 아민 모이어티를 포함하는 제2 단량체 화학 조성물; 및 적어도 두 개의 무수물 모이어티를 포함하는 제3 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성된 폴리이미드 화학 조성물이고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 상기 제2 단량체 화학 조성물과 다르다.

[0241] 제44 관점은 제43 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제3 단량체 화학 조성물은 벤조페논 구조를 갖는다.

[0242] 제45 관점은 제44 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제3 단량체 조성물은 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물이다.

[0243] 제46 관점은 제43 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 두 개의 방향족 고리 모이어티를 포함한다.

[0244] 제47 관점은 제46 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물의 두 개의 방향족 고리 모이어티는 서로 직접적으로 결합된다.

[0245] 제48 관점은 제47 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제2 단량체 화학 조성물은 두 개의 방향족 모이어티를 포함하고, 상기 제2 단량체 화학 조성물의 두 개의 방향족 모이어티는 알킬 모이어티와 결합된다.

[0246] 제49 관점은 제48 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물 대 상기 제2 단량

체 화학 조성물의 몰 비는 약 0.01:0.49 내지 약 0.40:0.10 사이이다.

[0247] 제50 관점은 제46 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물의 두 개의 방향족 고리 모이어티는 알킬 모이어티와 결합된다.

[0248] 제51 관점은 제46 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 톨리딘 구조를 포함한다.

[0249] 제52 관점은 제51 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 오르토-톨리딘이다.

[0250] 제53 관점은 제51관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 4,4'-메틸렌-비스(2-메틸아닐린)이다.

[0251] 제54 관점은 제51 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 단량체 화학 조성물은 오르토-톨리딘이고, 상기 제2 단량체 화학 조성물은 4,4'-메틸렌-비스(2-메틸아닐린)이다.

[0252] 제55 관점은 제46 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제2 단량체 화학 조성물은 방향족 고리 모이어티를 포함한다.

[0253] 제56 관점은, 관점 1 내지 55 중 어느 하나의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 갖는다.

[0254] 제57 관점에 있어서, 기판용 저-마찰 코팅으로, 상기 저-마찰 코팅은: 폴리이미드 화학 조성물; 및 제1 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머, 및 제2 실란 화학 조성물, 이의 가수분해물, 또는 이의 올리고머의 혼합물, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 방향족 실란 화학 조성물이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 지방족 실란 화학 조성물이며; 및 적어도 상기 제1 실란 화학 조성물 및 상기 제2 실란 화학 조성물의 올리고머화로부터 형성된 화학 조성물 중 적어도 하나를 포함하는 커플링제를 포함하고; 여기서: 코팅된 유리 제품은 적어도 약 260℃의 온도에서 30분 동안 열적으로 안정하고; 상기 코팅을 통과하는 광 투과도는 약 55% 이상이며; 상기 저-마찰 코팅은 약 10℃/minute의 램프 속도에서 150℃로부터 350℃까지의 온도로 가열된 경우 이의 질량의 약 5% 미만의 질량 손실을 갖는다.

[0255] 제58 관점은 제57 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 유리 몸체는 이온 교환된 유리를 포함한다.

[0256] 제59 관점은 제57 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 폴리이미드 화학 조성물은 적어도 두 개의 아민 모이어티를 포함하는 적어도 하나의 단량체 화학 조성물; 및 적어도 두 개의 무수물 모이어티를 포함하고 벤조페논 구조를 갖는 적어도 하나의 단량체 화학 조성물의 중합화로부터 형성된다.

[0257] 제60 관점은 제57 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 폴리이미드 화학 조성물은 적어도 벤조페논-3,3',4,4'-테트라카르복실릭 이무수물, 오르토-톨리딘, 및 4,4'-메틸렌-비스(2-메틸아닐린)의 중합화로부터 형성된다.

[0258] 제61 관점은 제57 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 적어도 하나의 아민 모이어티를 포함한다.

[0259] 제62 관점은 제57 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 제1 실란 화학 조성물은 아미노페닐트리메톡시 실란이고, 상기 제2 실란 화학 조성물은 3-아미노프로필트리메톡시 실란이다.

[0260] 제63 관점에 있어서, 코팅된 유리 용기의 생산 공정은: 카세트로 복수의 유리 용기를 로딩시키는 단계; 용융 알칼리염의 욕조에 상기 복수의 유리 용기 및 카세트를 침적시키는 단계; 용융 알칼리염의 욕조로부터 상기 카세트 및 유리 용기를 제거하는 단계; 상기 유리 용기로부터 잔여 알칼리염을 제거하기 위해 수 욕조에서 복수의 유리 용기 및 카세트를 침적시키는 단계; 탈이온수로 상기 유리 용기를 세척하는 단계; 및 저-마찰 코팅을 갖는 상기 유리 용기를 코팅시키는 단계를 포함한다.

[0261] 제64 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 카세트 및 복수의 유리 용기는 용융 알칼리염의 욕조에 침적되기 전에 예열된다.

[0262] 제65 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 용융 알칼리염의 욕조는 약 350℃ 이상 및

약 500℃ 이하의 온도에서 100% KNO_3이다.

[0263] 제66 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 카세트 및 유리 용기는 상기 유리 용기의 표면에서 약 100 ㎛까지의 층의 깊이 및 300 MPa 이상의 압축 응력을 달성하기에 충분한 유지기간 동안 용융 알칼리염의 욕조에 유지된다.

[0264] 제67 관점은 제65 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 유지기간은 30 시간 미만이다.

[0265] 제68 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 카세트 및 유리 용기가 용융 알칼리염 욕조로부터 제거된 이후에, 상기 카세트는 상기 유리 용기로부터 용융염을 비우기 위해 수평 축에 대하여 회전된다.

[0266] 제69 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 카세트 및 유리 용기는 상기 카세트가 회전되면서 용융 알칼리염의 욕조 위에서 떠 있다.

[0267] 제70 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 카세트 및 유리 용기는 상기 수 욕조에서 침적되기 전에 냉각된다.

[0268] 제71 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 수 욕조는 제1 수 욕조가고, 상기 카세트 및 유리 용기는 상기 제1 수 욕조에 침적된 후에 제2 수 욕조에 침적된다.

[0269] 제72 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 탈이온수에서 상기 유리 용기를 세척하기 전에 상기 카세트로부터 상기 유리 용기를 언로딩시키는 단계를 더욱 포함한다.

[0270] 제73 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 저-마찰 코팅을 갖는 상기 유리 용기를 코팅하는 단계는 상기 유리 용기에 코팅 용액을 적용시키는 단계를 포함한다.

[0271] 제74 관점은 제63 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 저-마찰 코팅을 갖는 상기 유리 용기를 코팅하는 단계는 상기 유리 용기의 외부 표면에 커플링제를 적용하는 단계; 및 상기 커플링제 위에서 상기 유리 용기에 중합체 코팅을 적용하는 단계를 포함한다.

[0272] 제75 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및 중합체 코팅 용액은 상기 유리 용기 상으로 딥 코팅된다.

[0273] 제76 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및 중합체 코팅 용액은 상기 유리 용기 상으로 분무 코팅된다.

[0274] 제77 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및 중합체 코팅 용액은 상기 유리 용기 상으로 부옇게 되거나 또는 수증기가 서리게 된다.

[0275] 제78 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및 중합체 코팅 용액은 어떤 용액 전달 기술 (면봉 (swabbed), 브러쉬, 프린트, 롤 온, 등)에 의해 상기 유리 용기 상으로 전달된다.

[0276] 제79 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 적용된 커플링제를 갖는 유리 표면은 상기 중합체 코팅 용액을 적용하기 전에 열 처리된다.

[0277] 제80 관점은 제79 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 적용된 커플링제를 갖는 유리 표면은 오븐에서 상기 유리 용기를 가열시켜 열 처리된다.

[0278] 제81 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 상기 중합체 코팅 용액이 상기 유리 용기에 적용된 이후에 상기 중합체 코팅 용액을 경화시키는 단계를 더욱 포함한다.

[0279] 제82 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및/또는 중합체 코팅은 열적으로 경화된다.

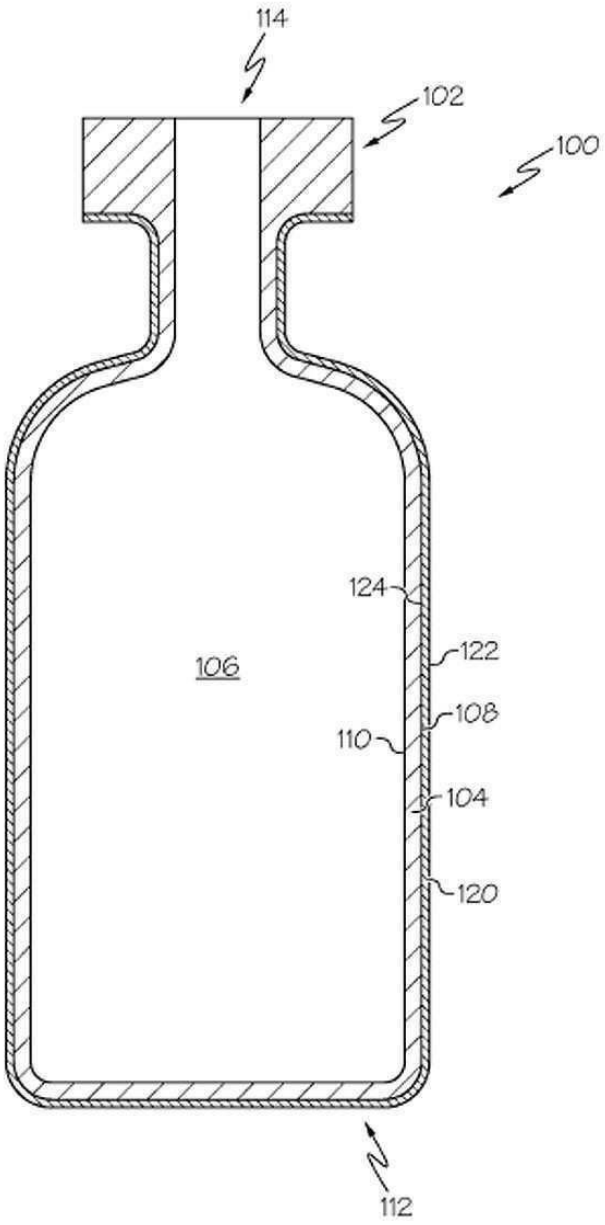
[0280] 제83 관점은 제74 관점의 코팅된 유리 제품을 포함하고, 여기서 상기 커플링제 및/또는 중합체 코팅은 UV 광으로 경화된다.

[0281] 본 명세서에 기재된 저-마찰 코팅을 갖는 유리 용기는 저 마찰 코팅의 적용의 결과로서 기계적 손상에 대한 개선된 내성을 나타내고, 이로써, 상기 유리 용기는 향상된 기계적 내구성을 갖는 것으로 이해될 것이다. 이러한 특성은 약제 팩키지 물질을 포함하지만, 이에 제한되지 않는, 다양한 적용에서 사용하기에 적절하다.

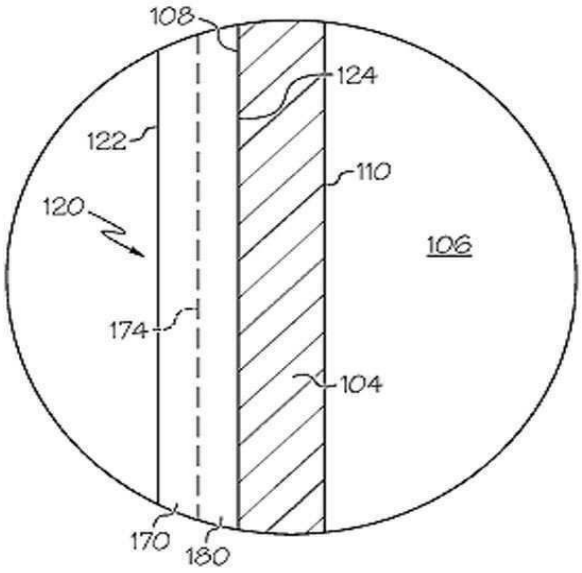
[0282] 당업자들은 청구된 주제의 사상 및 범주를 벗어나지 않고 여기에 기재된 구현 예에서 다양한 변형 및 변경을 만들 수 있음은 명백할 것이다. 따라서, 본 명세서는 여기에 기재된 다양한 구현 예의 변형 및 변경을 커버하고, 제공된 이러한 변형 및 변경은 첨부된 청구항의 범주 및 이들의 균등물 내의 속하는 것으로 의도된다.

도면

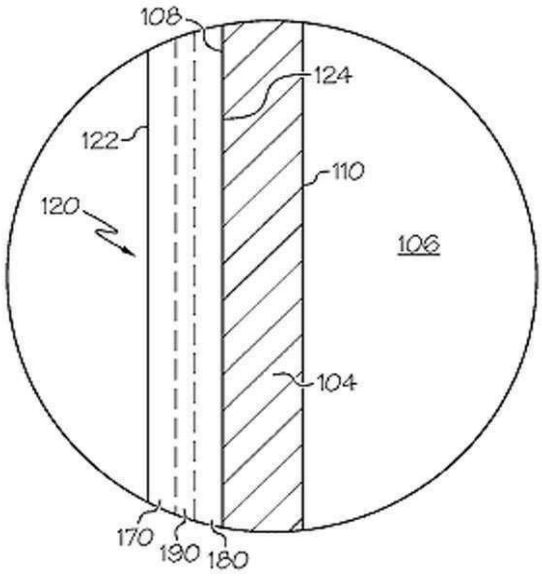
도면1



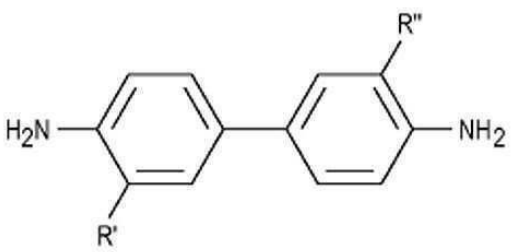
도면2


108
124
122
110
120
106
174
104
170
180

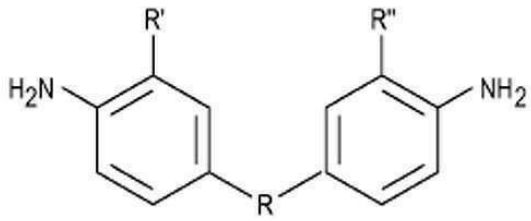
도면3


108
124
122
110
120
106
104
170
190
180

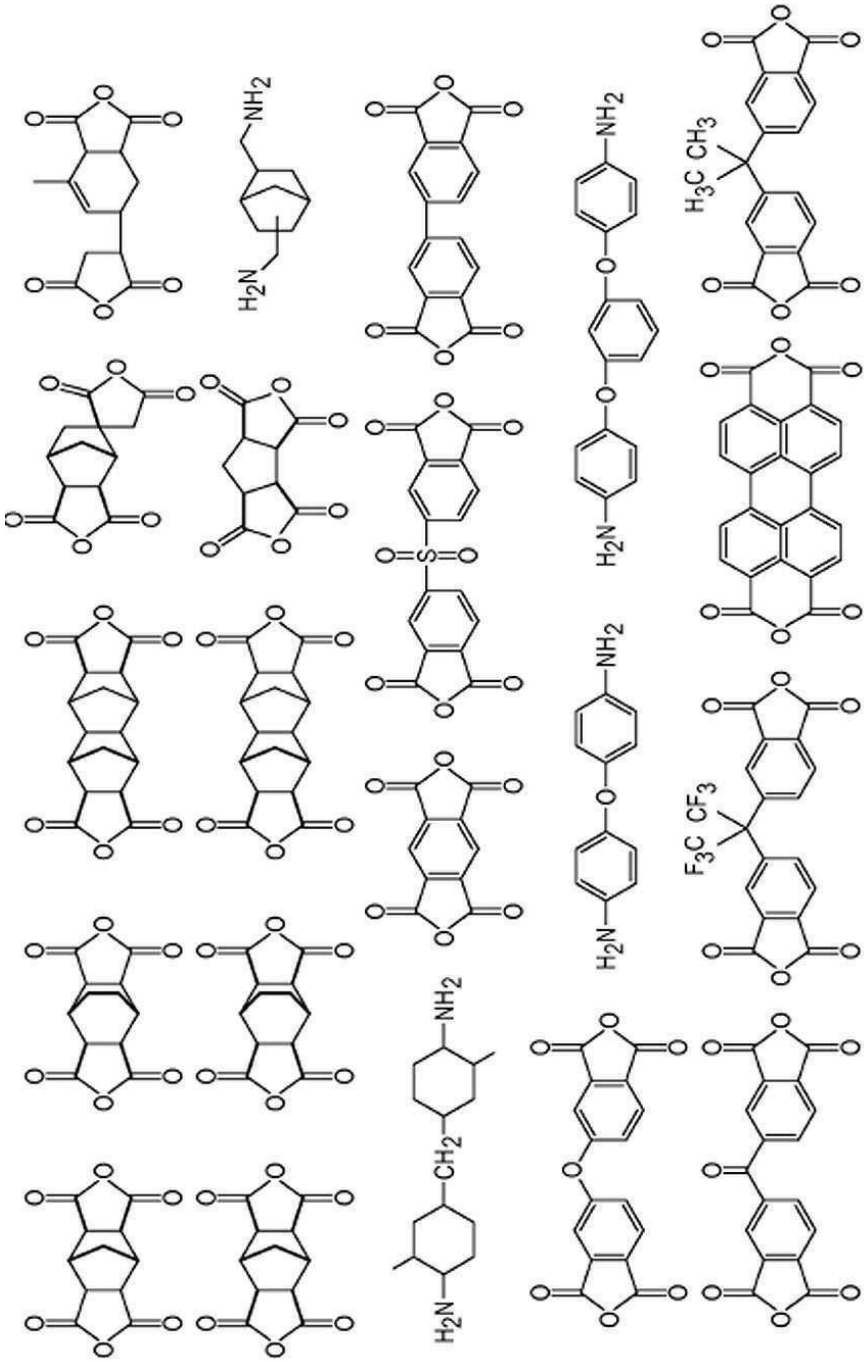
도면4


R"
H2N
NH2
R'

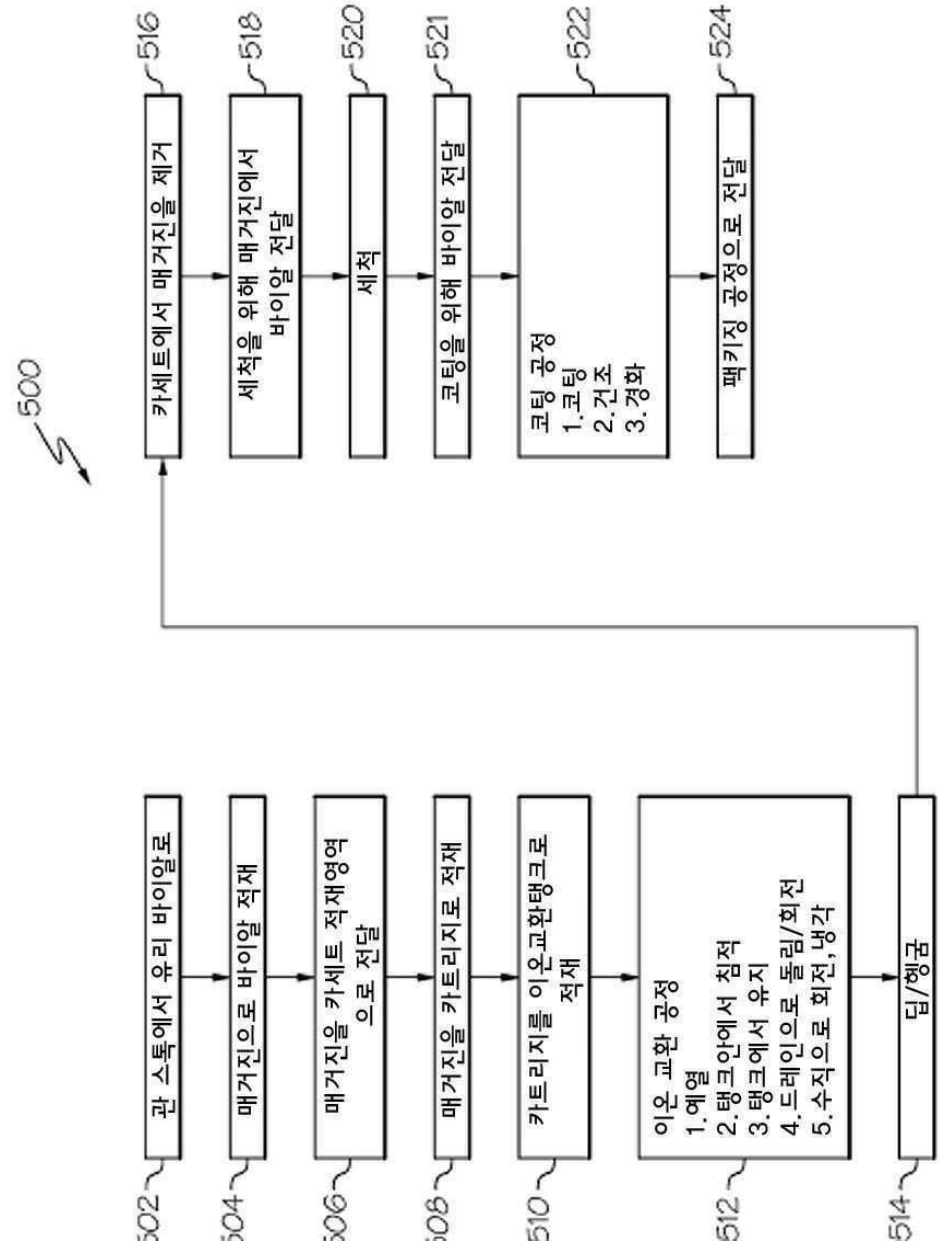
도면5



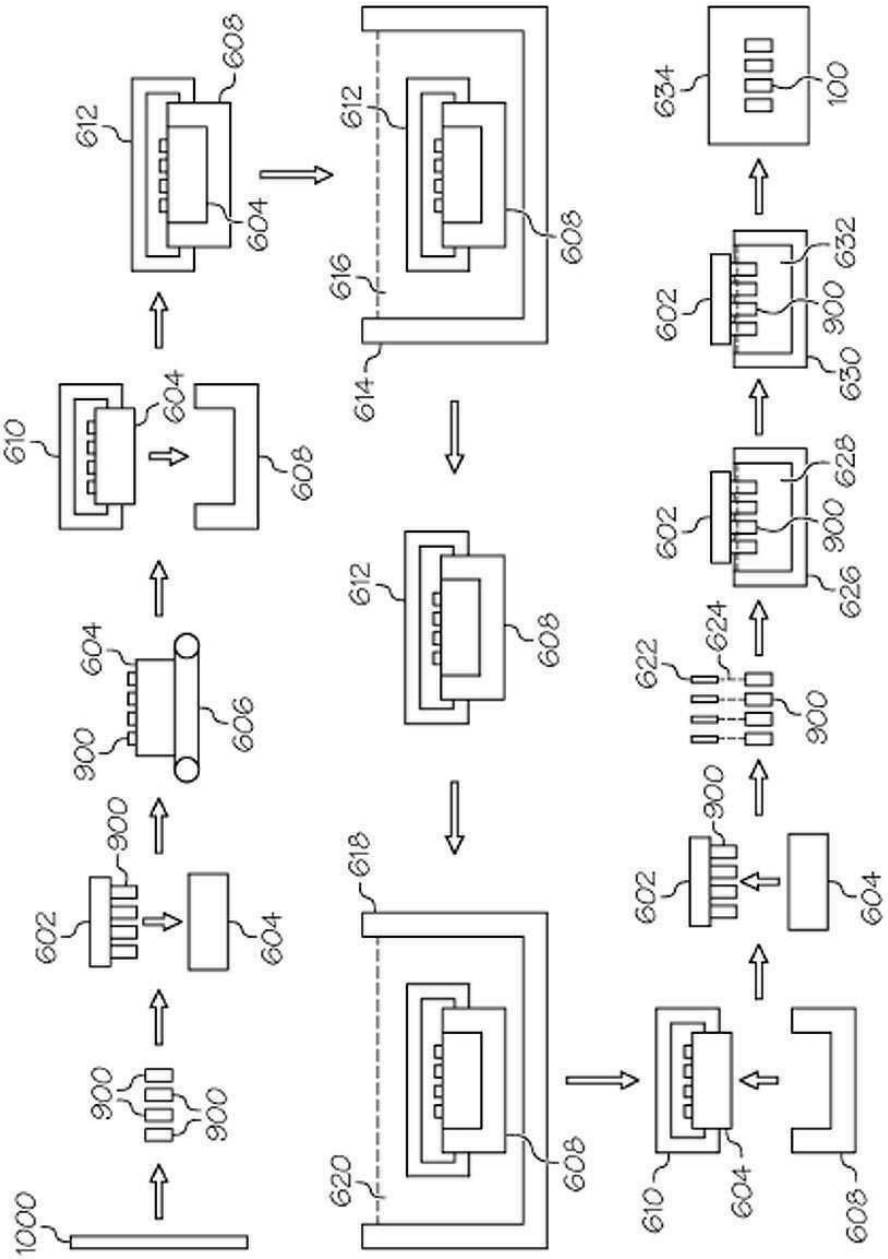
도면6



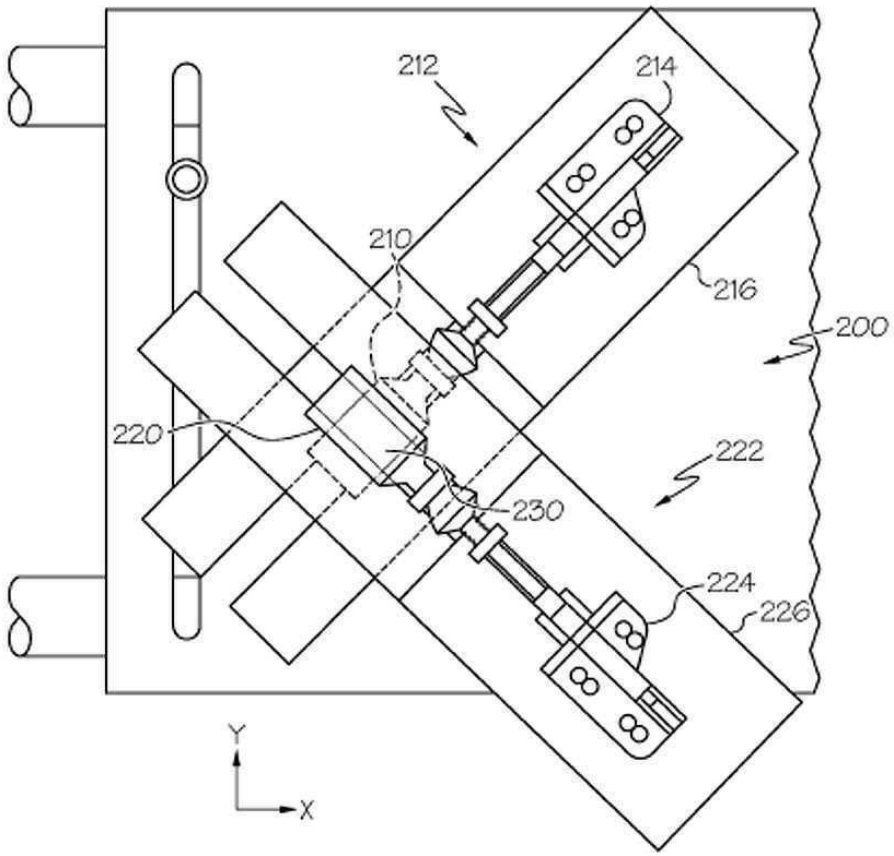
도면7


500
502
관 스톡에서 유리 바이알로
504
매거진으로 바이알 적재
506
매거진을 카세트 적재영역으로 전달
508
매거진을 카트리지로 적재
510
카트리지를 이온교환탱크로 적재
512
이온 교환 공정
1.예열
2.탱크안에서 침적
3.탱크에서 유지
4.드레인으로 돌림/회전
5.수직으로 회전,냉각
514
딥/헹굼
516
카세트에서 매거진을 제거
518
세척을 위해 매거진에서 바이알 전달
520
세척
521
코팅을 위해 바이알 전달
522
코팅 공정
1.코팅
2.건조
3.경화
524
팩키징 공정으로 전달

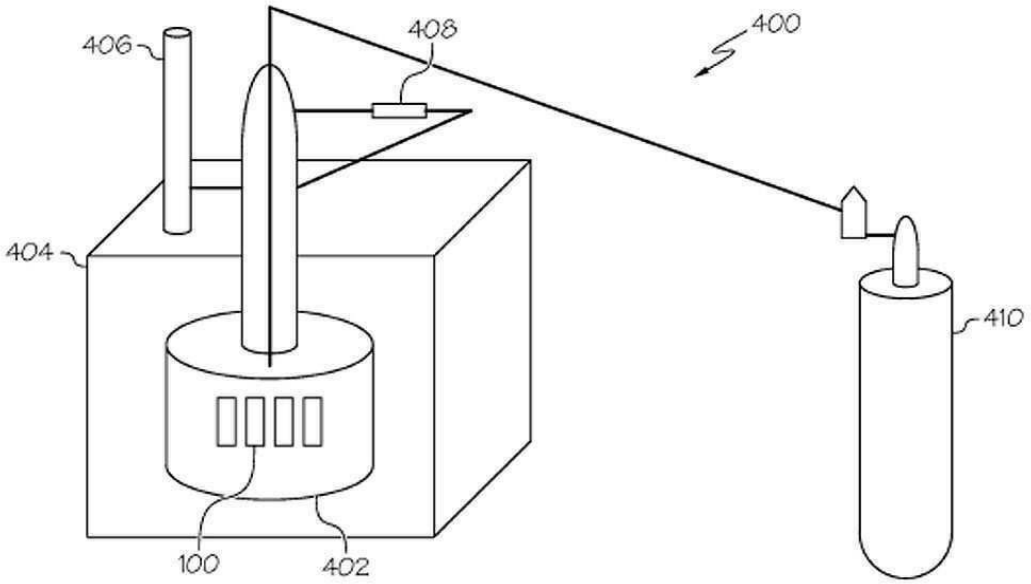
도면8


1000
900
900
900
602
604
900
604
606
610
604
608
612
604
608
612
608
616
614
608
612
608
618
620
608
610
604
608
602
900
604
622
624
900
602
900
628
626
602
900
632
630
634
100

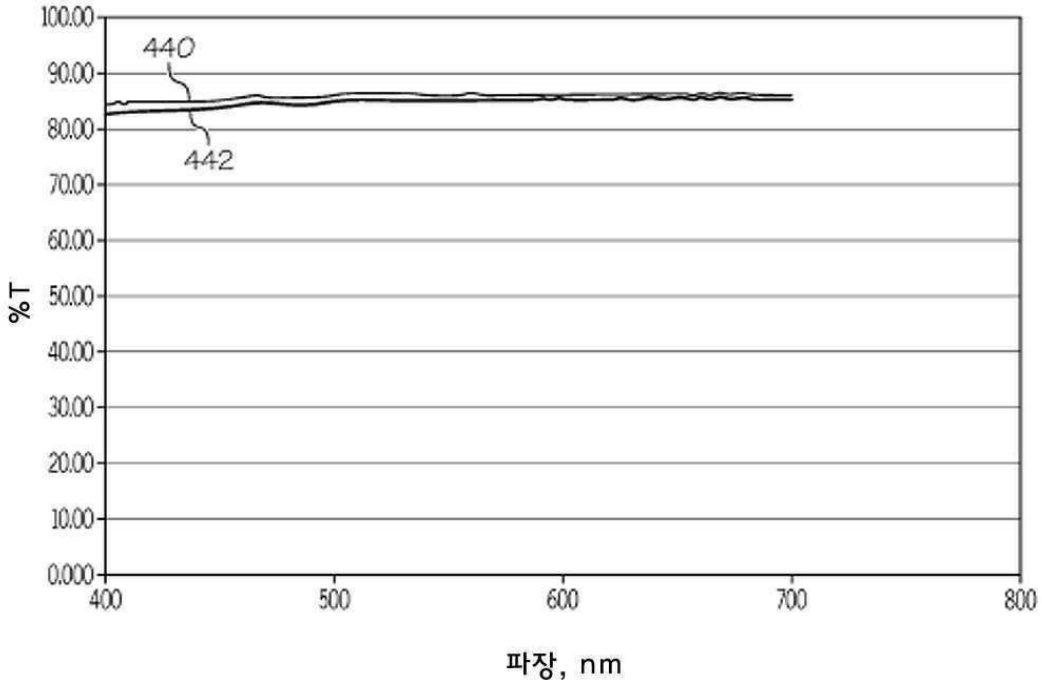
도면9


212
214
210
216
200
220
222
230
224
226
Y
X

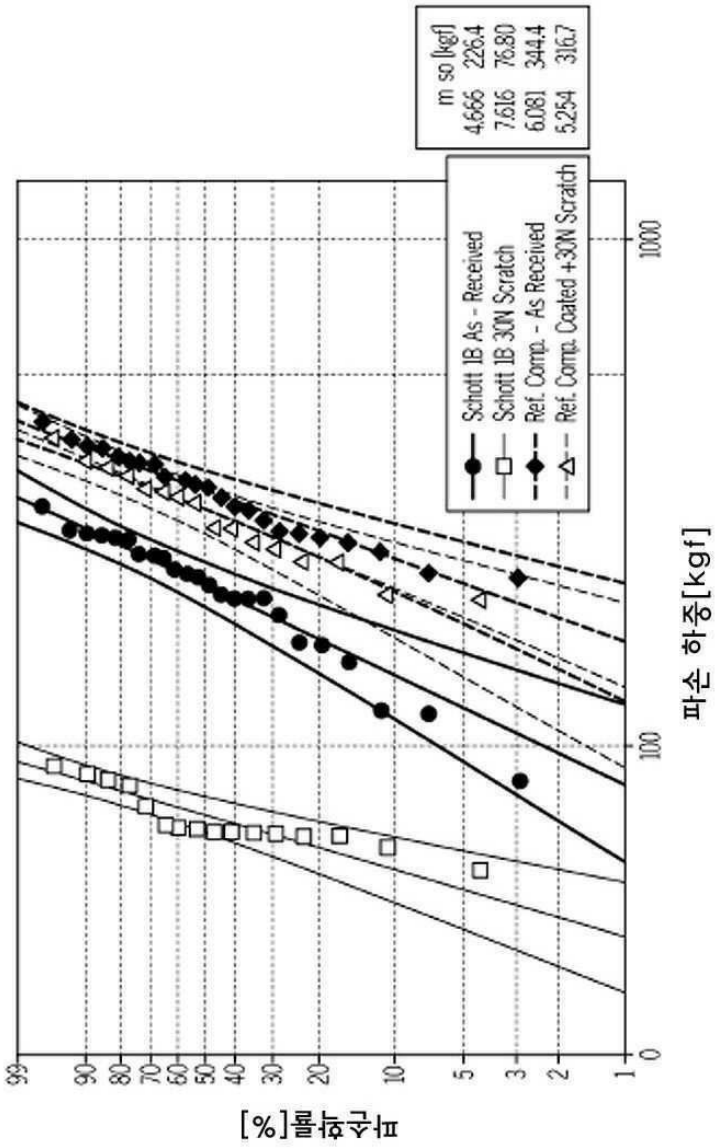
도면10


406
408
400
404
410
100
402

도면11


100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.000
%T
440
442
400
500
600
700
800
파장, nm

도면12

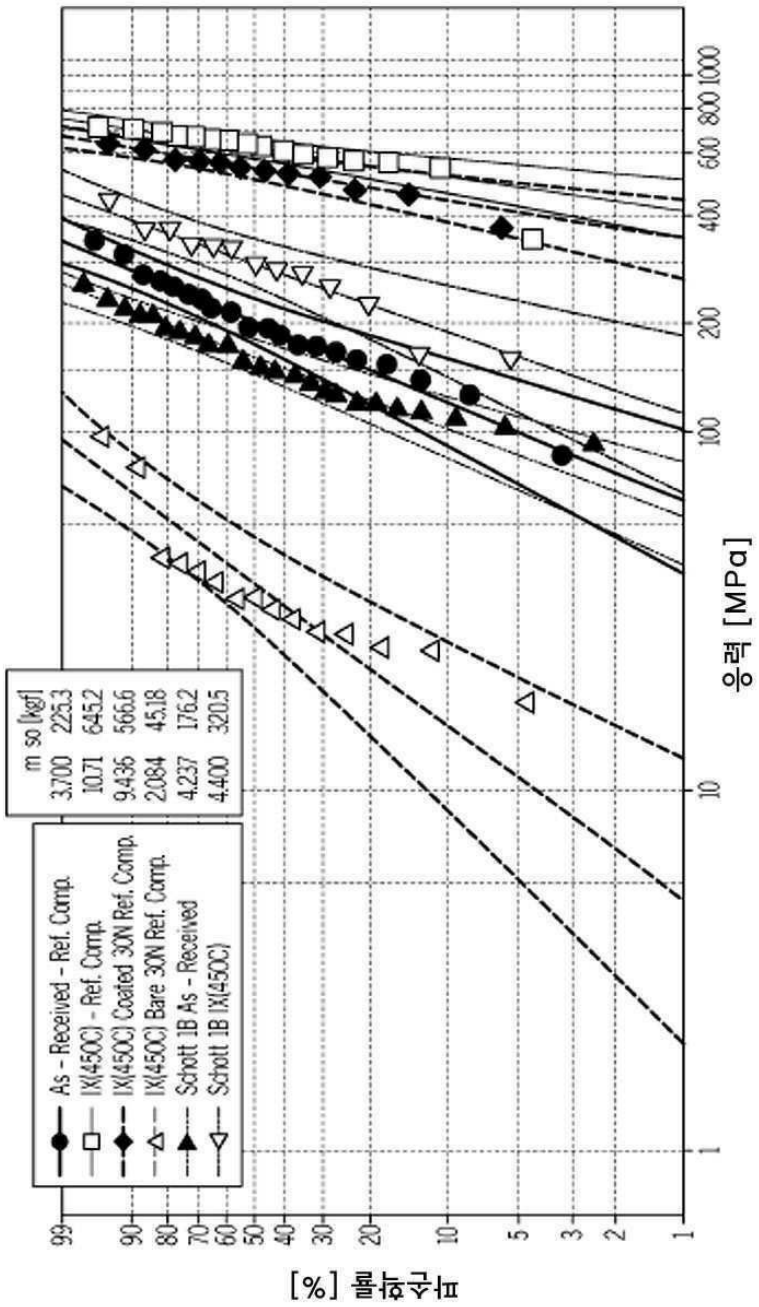

m so [kgf]
4.666 226.4
7.616 76.80
6.081 344.4
5.254 316.7
Schott 1B As - Received
Schott 1B 30N Scratch
Ref. Comp. - As Received
Ref. Comp. Coated +30N Scratch
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
0
100
1000
파손확률[%]
파손 하중[kgf]

도면13

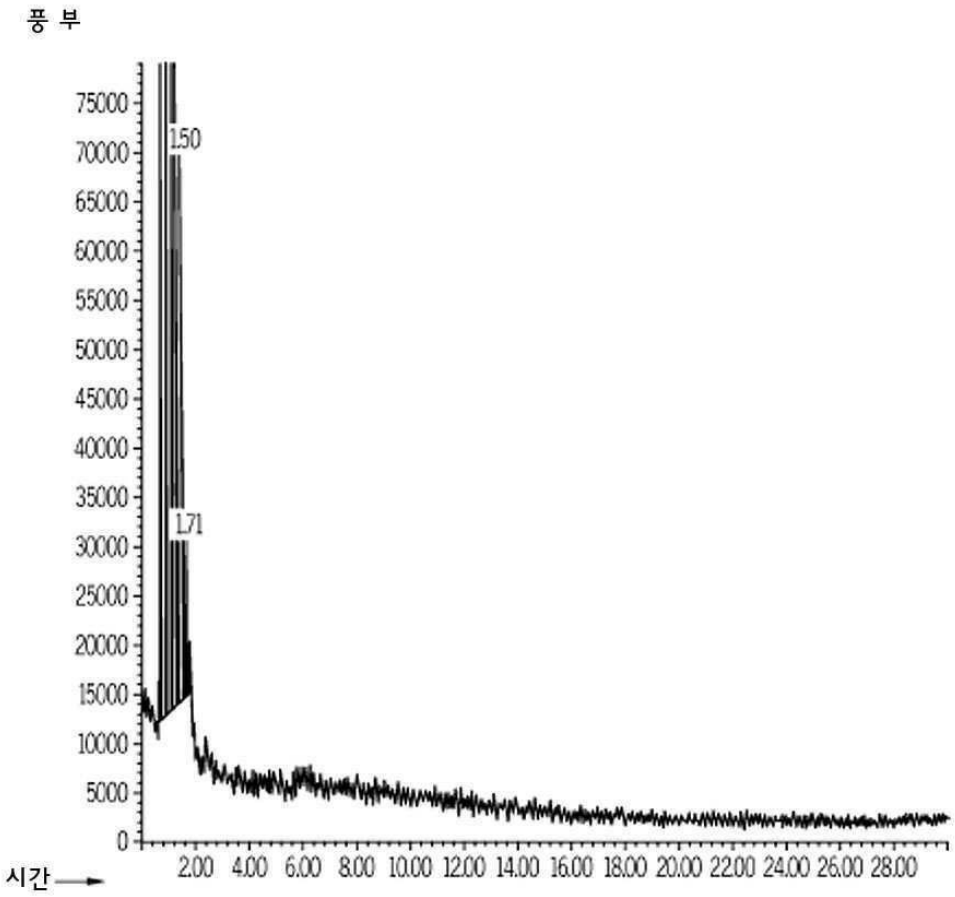
두개의 바이알 타입 상에 3ON 스크래치

	VIAL #'S	수직하중(N) AVG	MIN	MAX	COF AVG	ST. DEV.	MAX
	1&2	31	28	34	0.42	0.18	0.66
	3&4	31	29	36	0.45	0.18	0.7
	5&6	30	28	34	0.45	0.11	0.64
	7&8	29	26	32	0.33	0.14	0.54
	9&10	30	28	33	0.16	0.15	0.59
	11&12	28	25	33	0.16	0.09	0.6
	12&14	30	29	33	0.22	0.16	0.61
	15&16	31	28	35	0.53	0.11	0.71
	평균	30	28	34	0.38	0.14	0.63
REF. COMP. IX@450 COATED 0.1/0.1 APS/NOV.800	1&2	30	28	31	0.12	0.04	0.34
	3&4	28	24	31	0.16	0.08	0.34
	5&6	40	30	44	0.08	0.02	0.19
	7&8	30	27	31	0.08	0.05	0.38
	9&10	30	28	30	0.08	0.03	0.22
	11&12	31	30	33	0.12	0.04	0.23
	12&14	30	29	32	0.15	0.07	0.41
	15&16	30	28	32	0.09	0.02	0.19
	평균	31	28	33	0.11	0.04	0.29

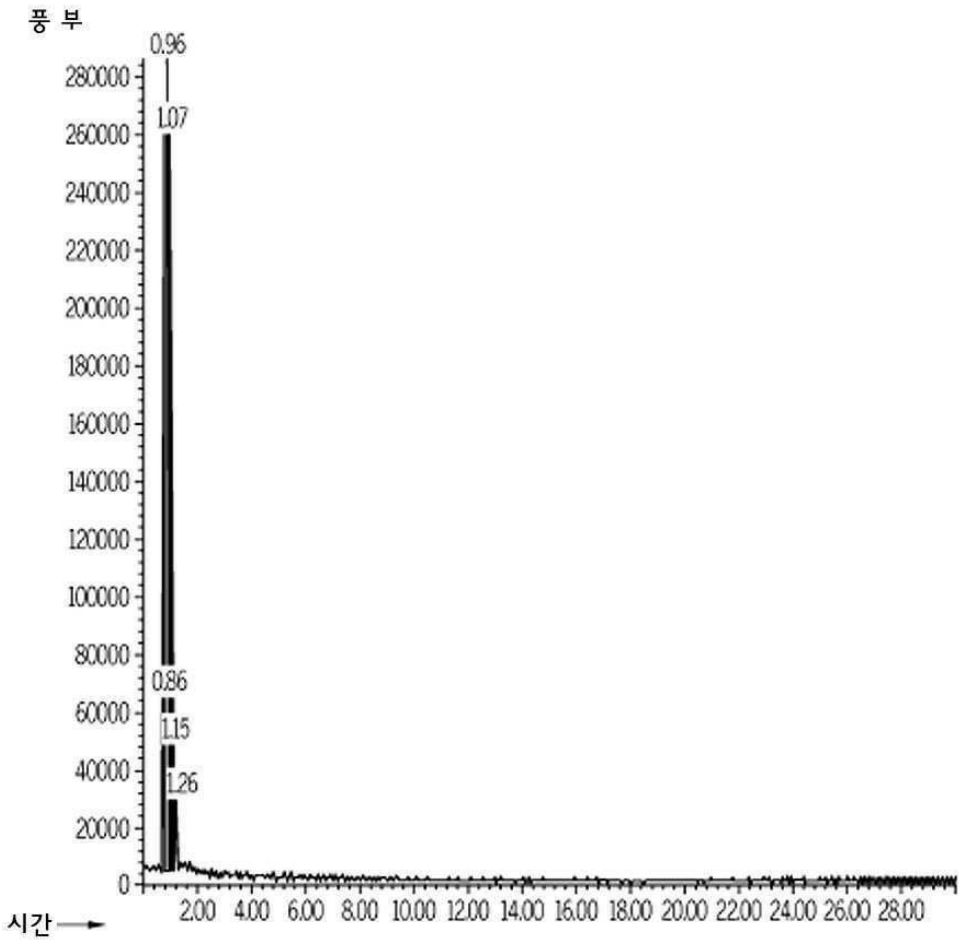
도면14


파손확률 [%]
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
1
10
100
200
400
600
800
1000
응력 [MPa]
As - Received - Ref. Comp.
IX(450C) - Ref. Comp.
IX(450C) Coated 30N Ref. Comp.
IX(450C) Bare 30N Ref. Comp.
Schott 1B As - Received
Schott 1B IX(450C)
m so [kgf]
3.700 225.3
10.71 645.2
9.436 566.6
2.084 45.18
4.237 176.2
4.400 320.5

도면15


풍 부
75000
70000
65000
60000
55000
50000
45000
40000
35000
30000
25000
20000
15000
10000
5000
0
1.50
1.71
시간
2.00 4.00 6.00 8.00 10.00 12.00 14.00 16.00 18.00 20.00 22.00 24.00 26.00 28.00

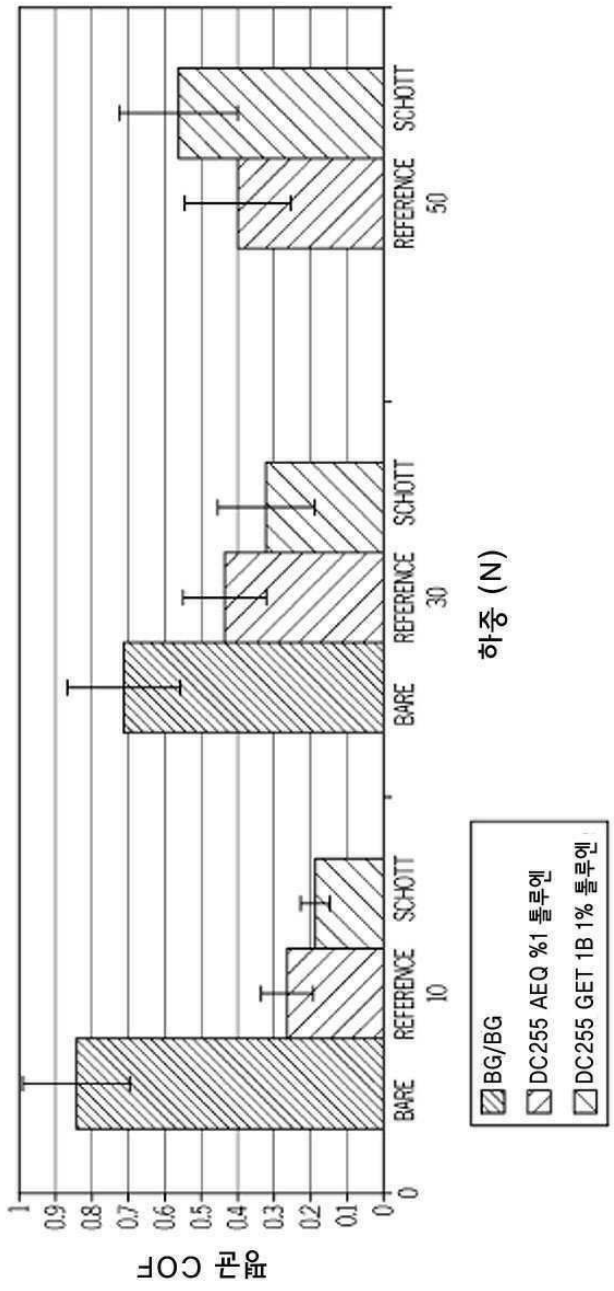
도면16


풍 부
0.96
1.07
0.86
1.15
1.26
280000
260000
240000
220000
200000
180000
160000
140000
120000
100000
80000
60000
40000
20000
0
2.00 4.00 6.00 8.00 10.00 12.00 14.00 16.00 18.00 20.00 22.00 24.00 26.00 28.00
시간

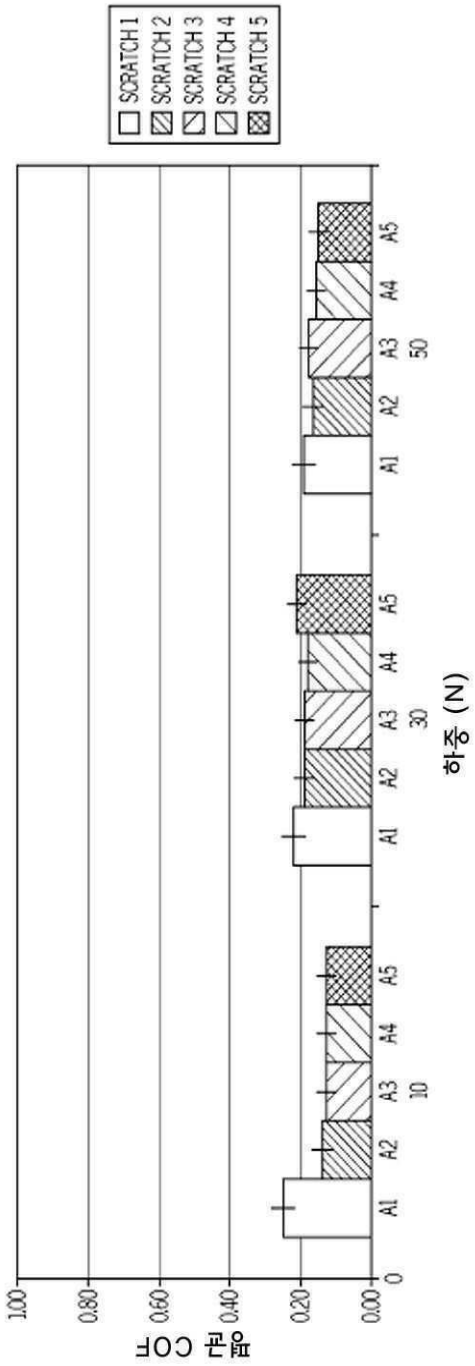
도면17

제 형	상대 두께	조 건
0.1% APS/1.0% KAPTON	10	현상태
0.1% APS/0.1% KAPTON	1	현상태
0.1 APS 0.5 DC806A	5	1 H TUMBLE
0.1 APS 0.1 DC806A	1	1 H TUMBLE
0.1 APS 0.1 KAPTON	1	1 H TUMBLE
0.1 APS 0.5 KAPTON	5	1 H TUMBLE
1.0% DC255	10	0.5 H TUMBLE
1.0% DC255	10	1 H TUMBLE
1.0% DC255	10	2 H TUMBLE
1.0% DC255	10	현상태
1.0% KAPTON	10	FILING LINE
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	6 MIN TUMBLE
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	15 MIN TUMBLE
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	6 MIN TUMBLE
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	15 MIN TUMBLE
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	현상태
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	현상태
TYPE 1B BARE	0	30N (3), 50N (1)
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	30N SCRATCH 3
1.0 GAPS/1.0 DC806A	10	50N_SCRATCH 1
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	30N SCRATCH 3
0.1 APS 0.1 NOVA800	1	50N_SCRATCH 1

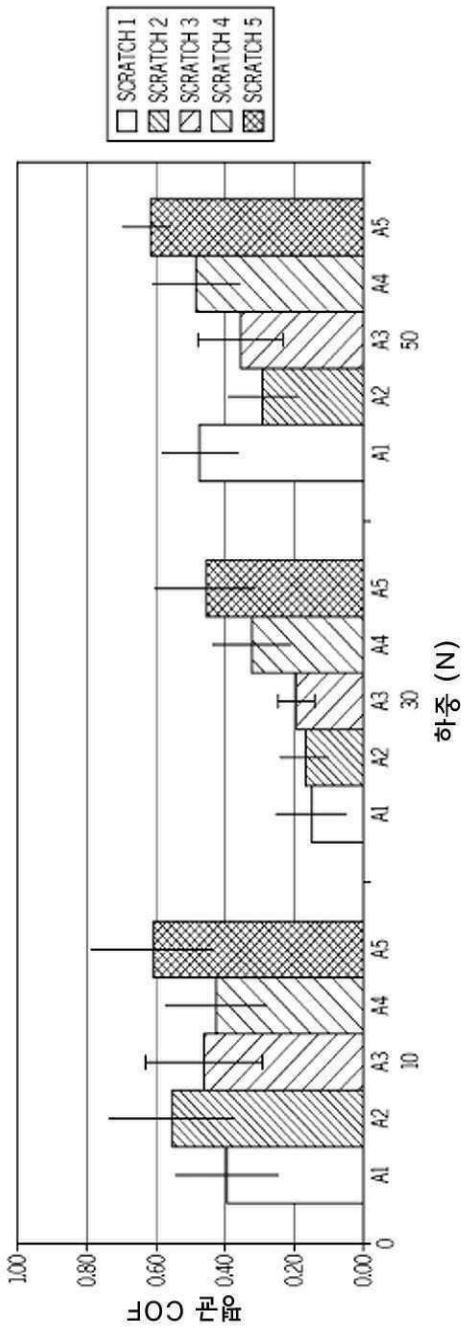
도면18


평균 COF
1
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
BARE
REFERENCE
SCHOTT
10
BARE
REFERENCE
SCHOTT
30
BARE
REFERENCE
SCHOTT
50
하중 (N)
BG/BG
DC255 AEQ %1 톨루엔
DC255 GET 1B 1% 톨루엔

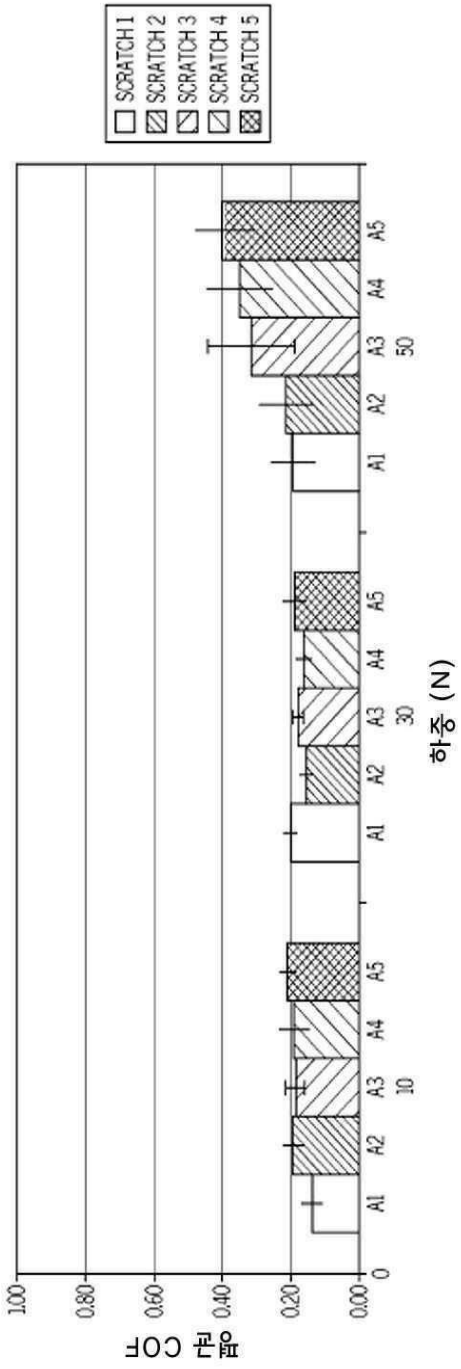
도면19


SCRATCH 1
SCRATCH 2
SCRATCH 3
SCRATCH 4
SCRATCH 5
평균 COF
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
하중 (N)
0
10
30
50
A1
A2
A3
A4
A5

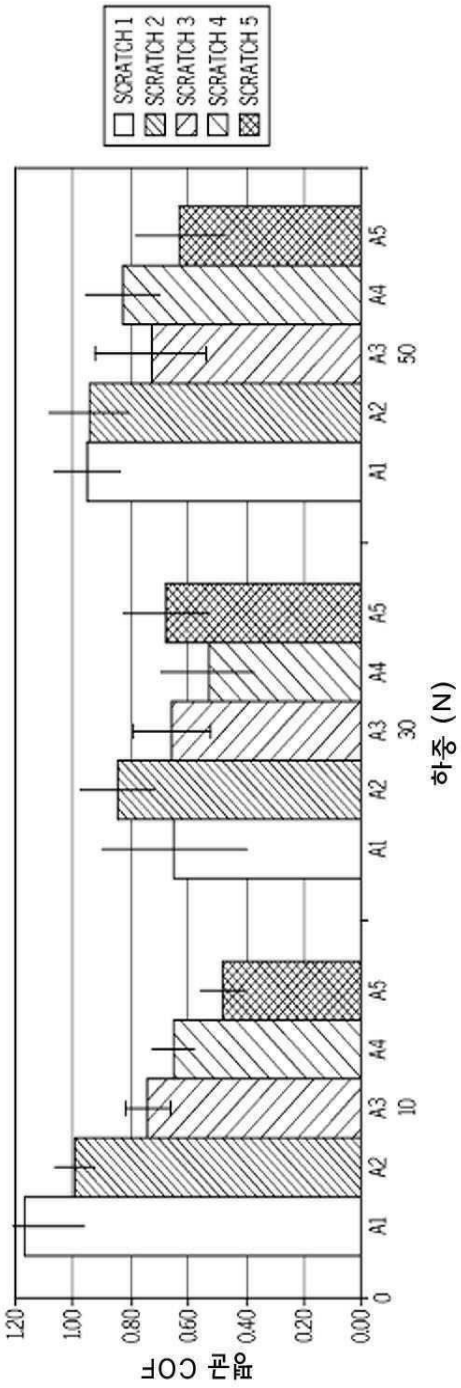
도면20


SCRATCH 1
SCRATCH 2
SCRATCH 3
SCRATCH 4
SCRATCH 5
평균 COF
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
0
10
30
50
하중 (N)
A1
A2
A3
A4
A5

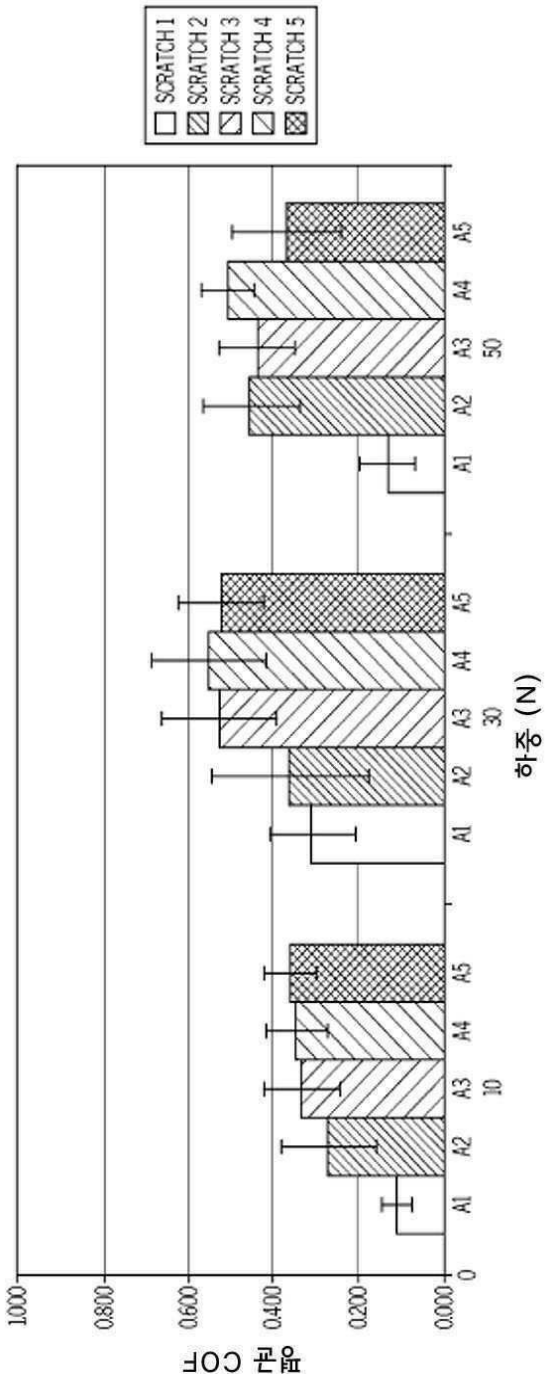
도면21


SCRATCH 1
SCRATCH 2
SCRATCH 3
SCRATCH 4
SCRATCH 5
평균 COF
1.00
0.80
0.60
0.40
0.20
0.00
0
10
30
50
하중 (N)
A1
A2
A3
A4
A5

도면22


SCRATCH 1
SCRATCH 2
SCRATCH 3
SCRATCH 4
SCRATCH 5
평균 COF
0.00
0.20
0.40
0.60
0.80
1.00
1.20
0
10
30
50
하중 (N)
A1
A2
A3
A4
A5

도면23


SCRATCH 1
SCRATCH 2
SCRATCH 3
SCRATCH 4
SCRATCH 5
평균 COF
1.000
0.800
0.600
0.400
0.200
0.000
0
10
30
50
하중 (N)
A1
A2
A3
A4
A5

도면24

전

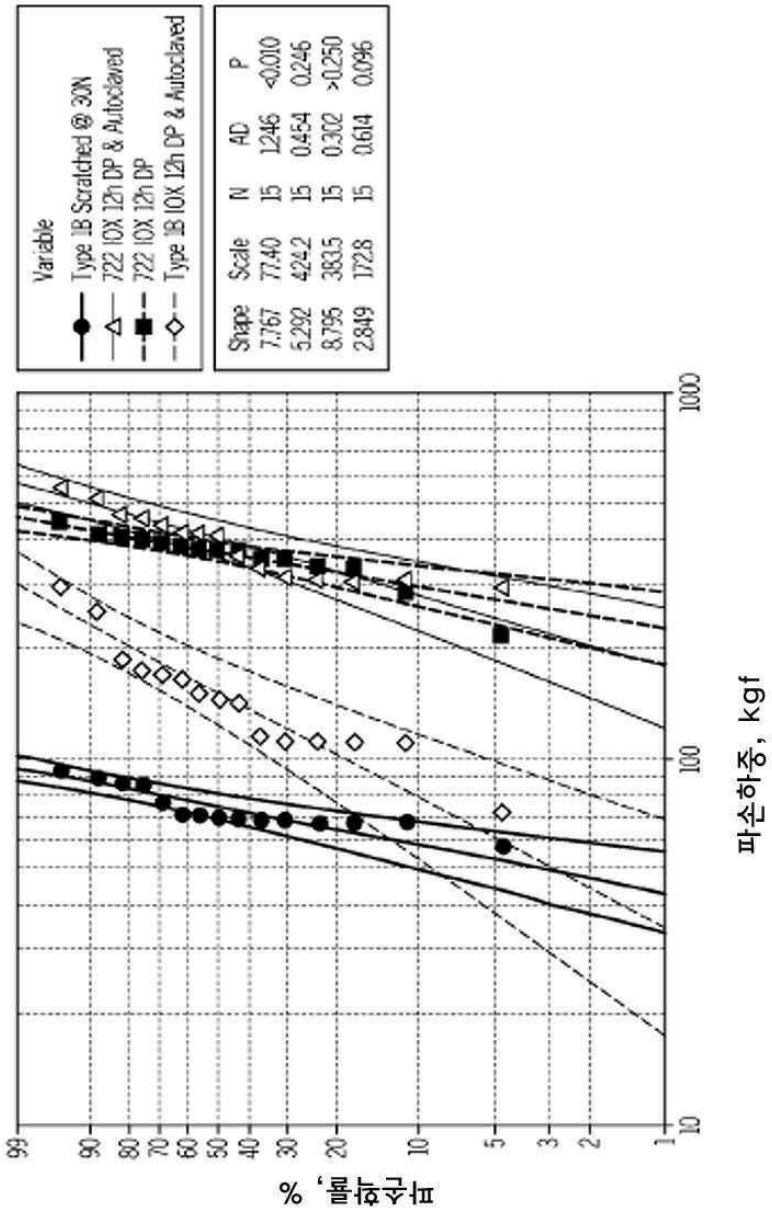
바이알	Z-하중		COF			FX MAX
	평균	최대	AVG	ST.DEV.	MAX	
1&2	34	36	0.11	0.03	0.23	8
3&4	30	32	0.14	0.02	0.18	5
5&6	34	36	0.09	0.02	0.19	6
7&8	31	33	0.07	0.01	0.02	4
9&10	31	33	0.08	0.01	0.14	4

후

3) APS/NOVA LYOPHILLIZED

바이알	Z-하중		AVG	COF		FX MAX
	평균	최대		ST.DEV.	MAX	
1&2	37	39	0.06	0.01	0.09	3
3&4	40	43	0.06	0.01	0.14	6
5&6	30	31	0.05	0.01	0.09	3
7&8	30	31	0.05	0.01	0.07	2
9&10	30	32	0.05	0.01	0.16	5

도면25


Variable
Type 1B Scratched @ 30N
722 IOX 12h DP & Autoclaved
722 IOX 12h DP
Type 1B IOX 12h DP & Autoclaved
Shape Scale N AD P
7.767 77.40 15 1246 <0.010
5.292 424.2 15 0.454 0.246
8.795 383.5 15 0.302 >0.250
2.849 172.8 15 0.614 0.096
파손확률, %
99 90 80 70 60 50 40 30 20 10 5 3 2 1
10 100 1000
파손하중, kgf

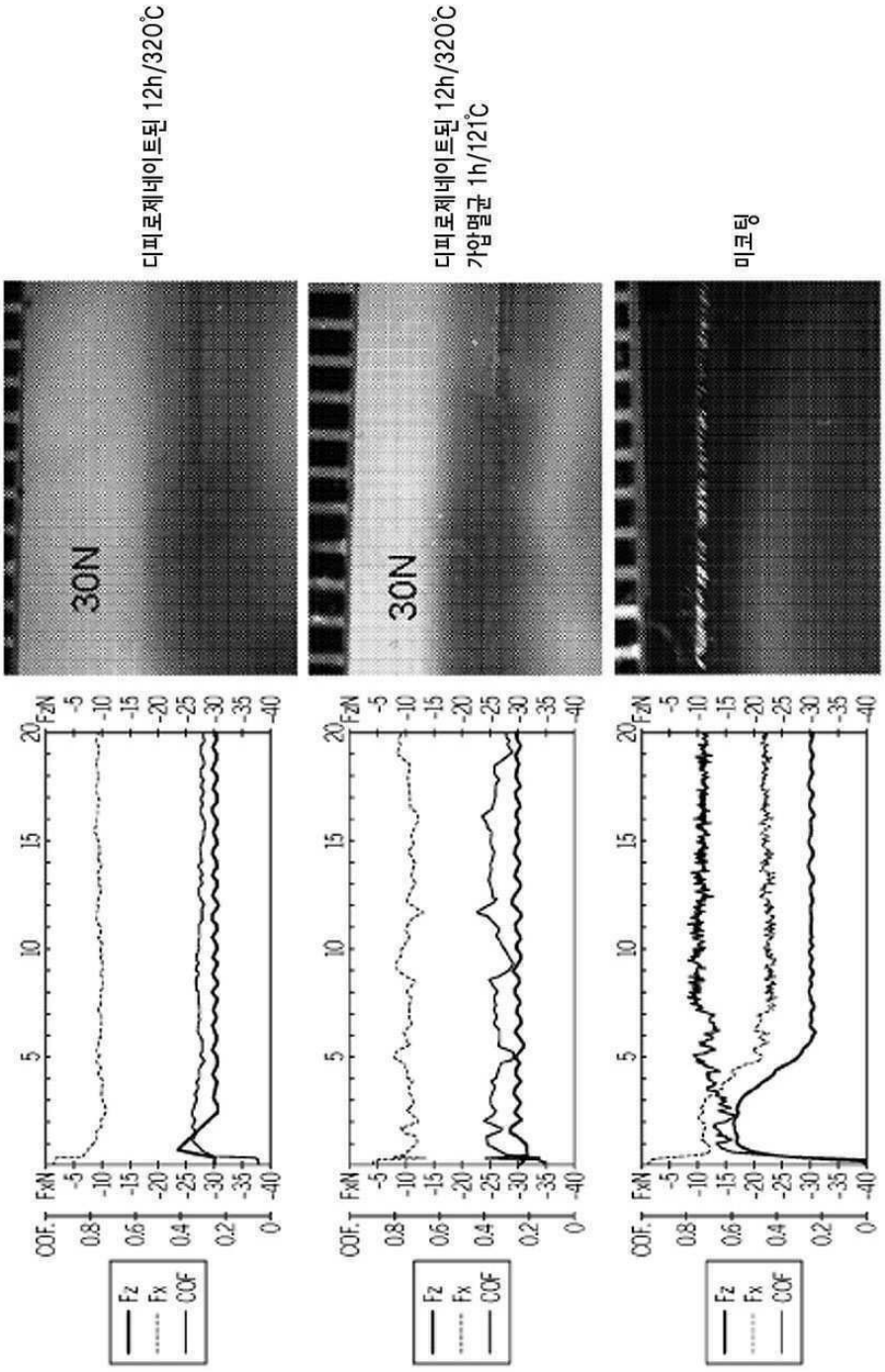
도면26

바이알	Z-하중		COF			FX MAX
	평균	최대	AVG	ST.DEV.	MAX	
1&2	34	36	0.11	0.03	0.23	8
3&4	30	32	0.14	0.02	0.18	5
5&6	34	36	0.09	0.02	0.19	6
7&8	31	33	0.07	0.01	0.02	4
9&10	31	33	0.08	0.01	0.14	4

2) APS/NOVA 가압 멸균

바이알	Z-하중		COF			FX MAX
	평균	최대	AVG	ST.DEV.	MAX	
1&2	36	39	0.08	0.02	0.18	6
3&4	37	40	0.09	0.01	0.16	5
5&6	30	31	0.06	0.01	0.1	3
7&8	30	31	0.07	0.01	0.1	3
9&10	30	31	0.07	0.01	0.14	4

도면27

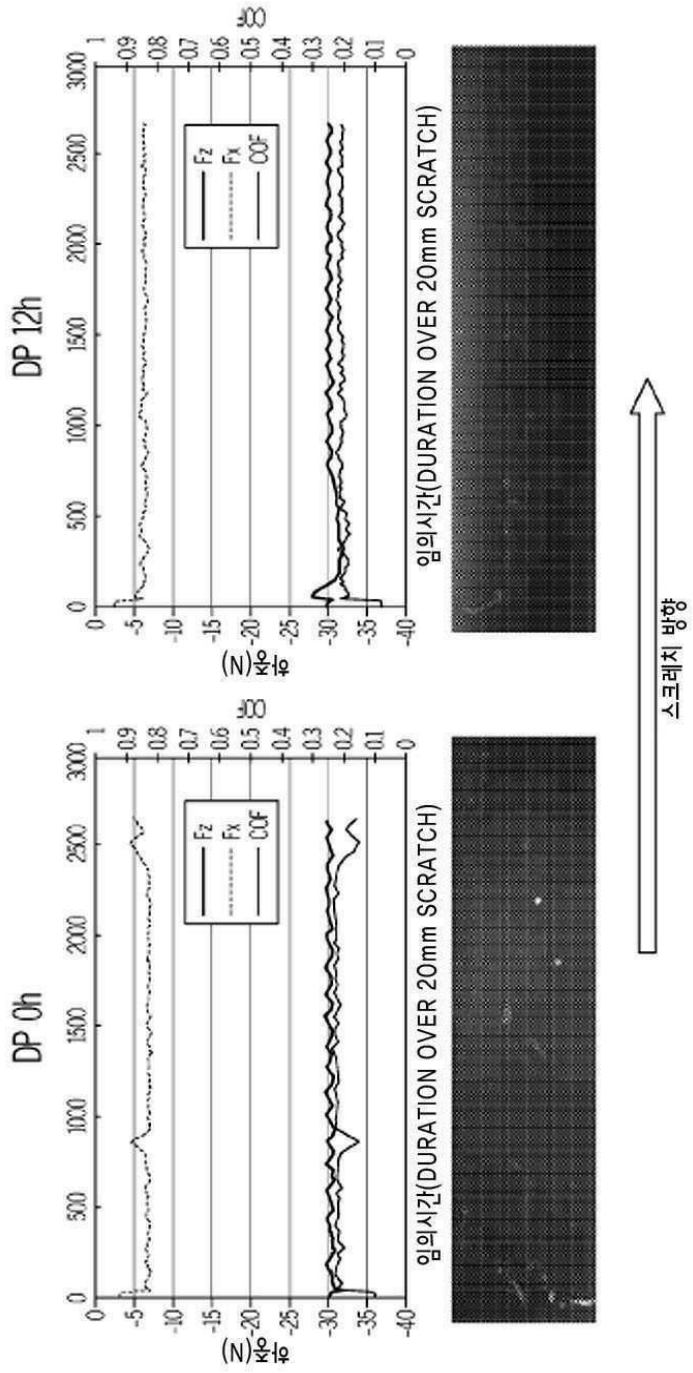

디피로제네이트된 12h/320℃
30N
디피로제네이트된 12h/320℃
가압멸균 1h/121℃
30N
미코팅
COF
FxN
FzN
Fz
Fx
COF

도면28

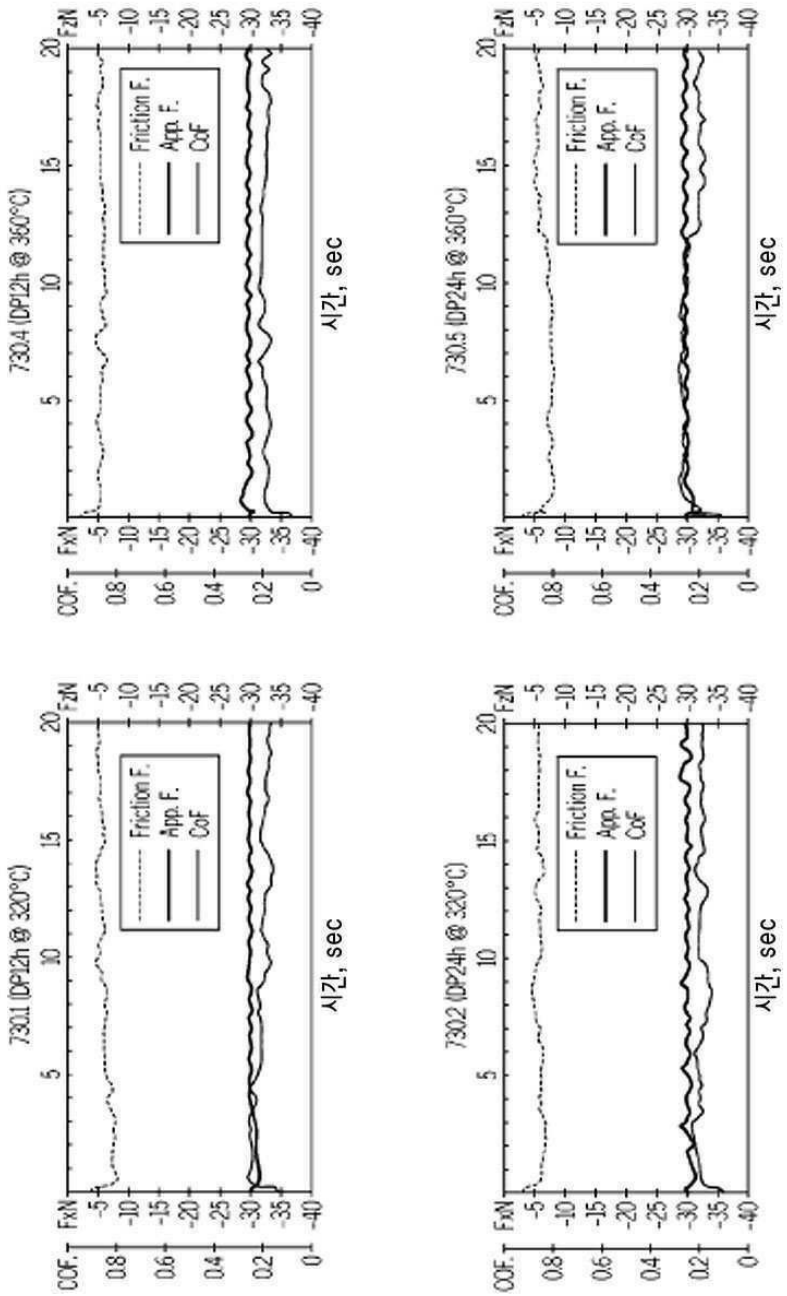
12h DP 샘플	실란비	코팅 조성물
540 #1	1:1	0.5 GAP/0.5 Aminophenyltrimethoxysilane + 1.0% Nova
540 #2	1:0.5	0.5 GAP/0.25 Aminophenyltrimethoxysilane + 1.0% Nova
540 #3	1:0.2	0.5 GAP/0.1 Aminophenyltrimethoxysilane + 1.0% Nova

540 목표 하중	Vial Set	Fz (N) Avg	Fz (N) Max	COF Avg	COF Std. Dev.	COF Max	Fx (N) Max
30	1	30	32	0.21	0.02	0.26	8
	2	30	32	0.21	0.04	0.41	13
	3	30	33	0.32	0.1	0.68	19
20	1	20	22	0.21	0.02	0.24	5
	2	20	21	0.22	0.02	0.31	6
	3	21	23	0.29	0.1	0.61	13

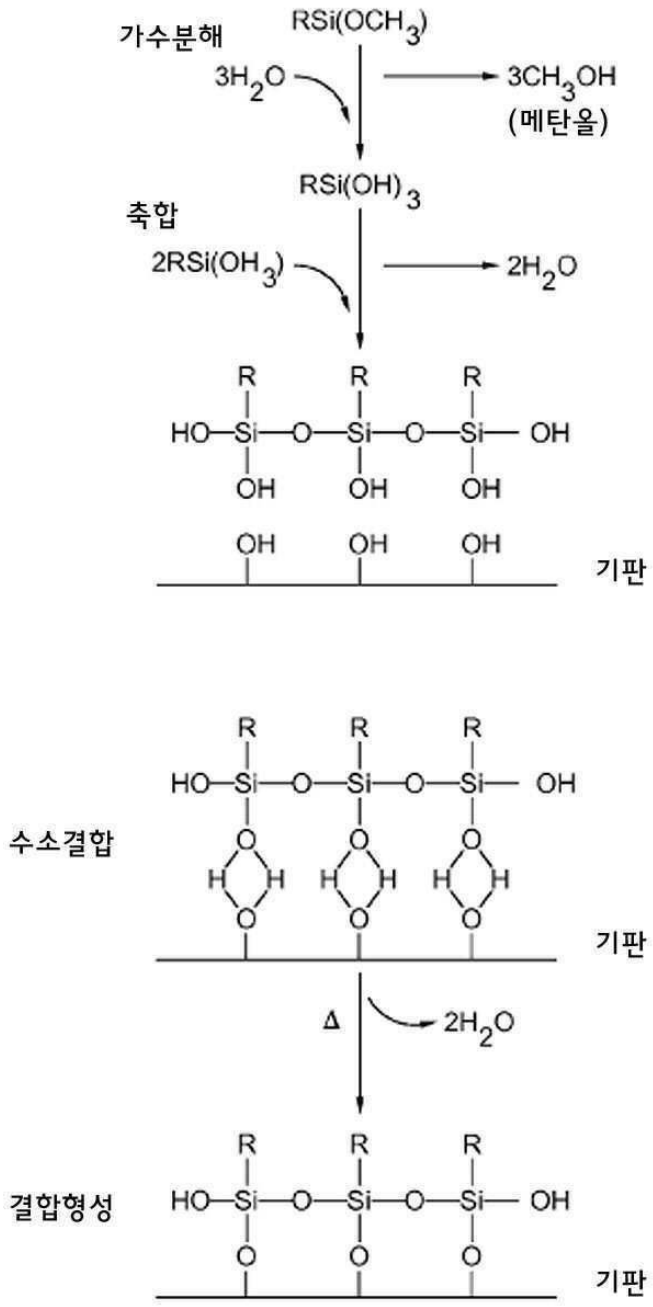
도면29


DP 0h
DP 12h
하중(N)
COF
Fz
Fx
COF
임의시간(DURATION OVER 20mm SCRATCH)
스크레치 방향

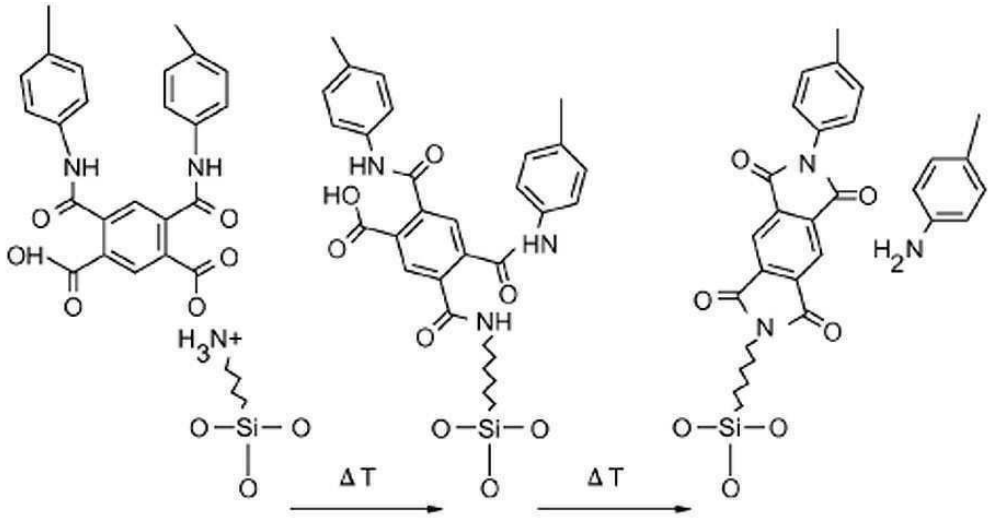
도면30


730.4 (DP12h @ 360°C)
730.5 (DP24h @ 360°C)
730.1 (DP12h @ 320°C)
730.2 (DP24h @ 320°C)
Friction F.
App. F.
CoF
COF.
FxN
FzN
시간, sec

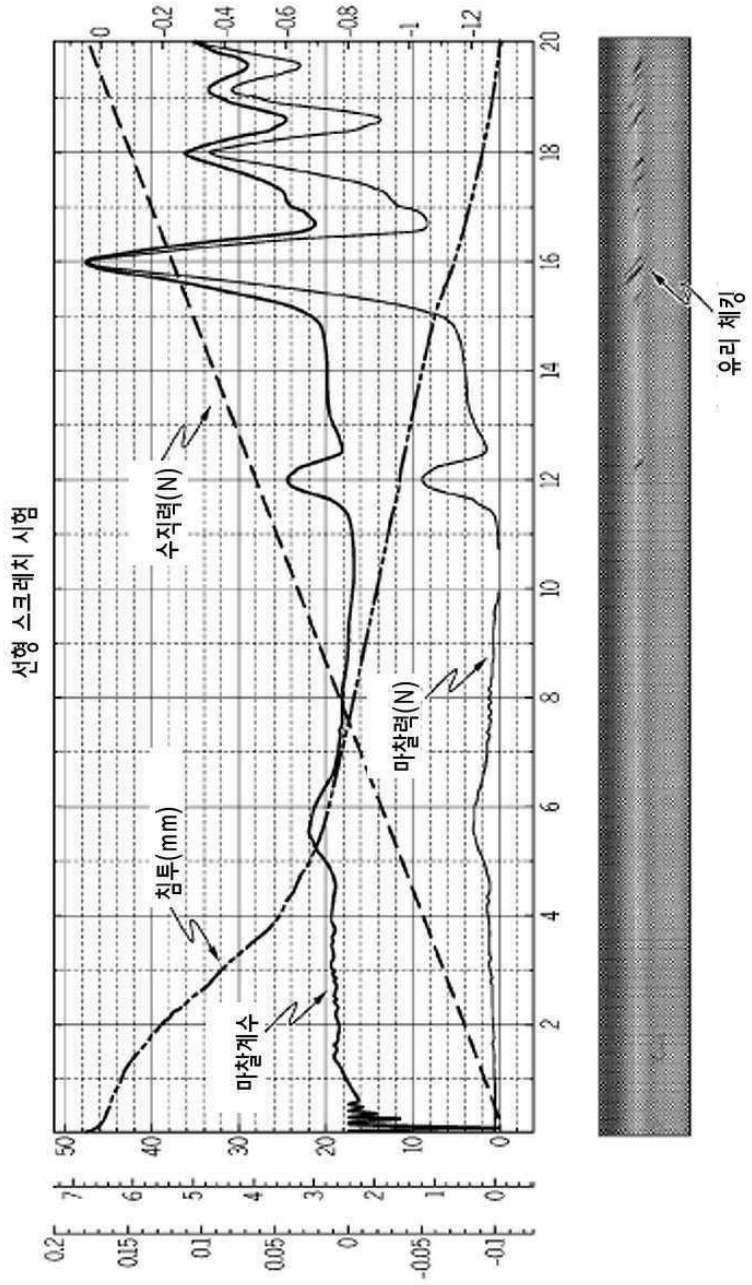
도면31


가수분해
RSi(OCH3)
3H2O
3CH3OH
(메탄올)
RSi(OH)3
축합
2RSi(OH3)
2H2O
R
HO—Si—O—Si—O—Si— OH
OH
기판
수소결합
Δ
2H2O
결합형성

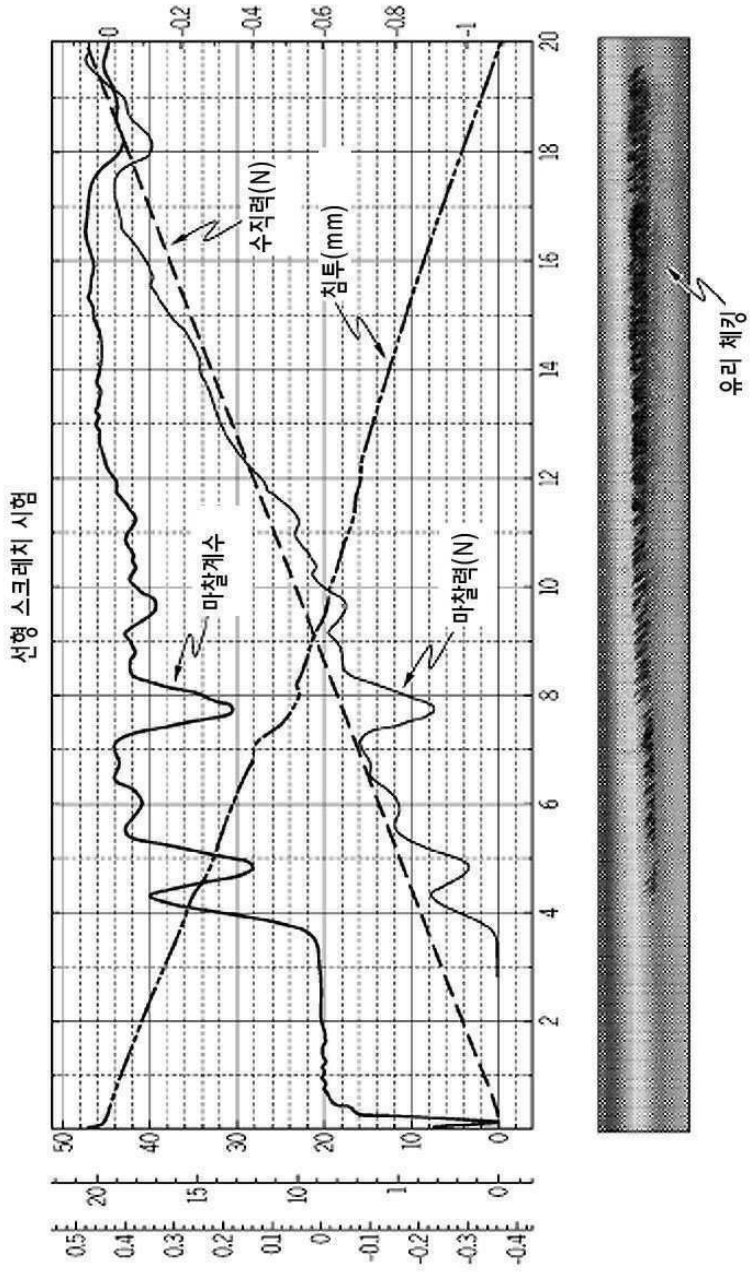
도면32


NH
NH
O
O
OH
O
O
O
O
H3N+
O–Si–O
O
ΔT
HN
O
HO
O
HN
O
NH
O–Si–O
O
ΔT
N
O
O
O
N
O
H2N
O–Si–O
O

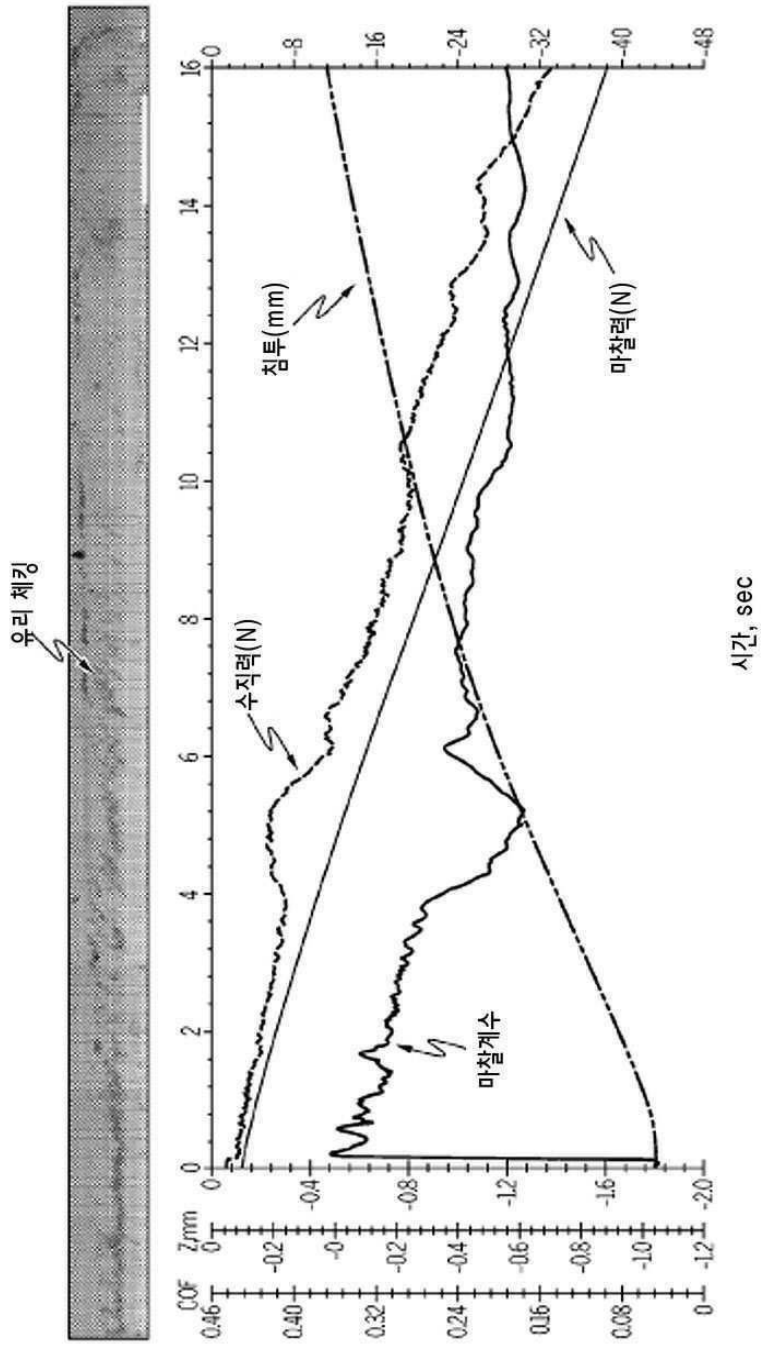
도면33



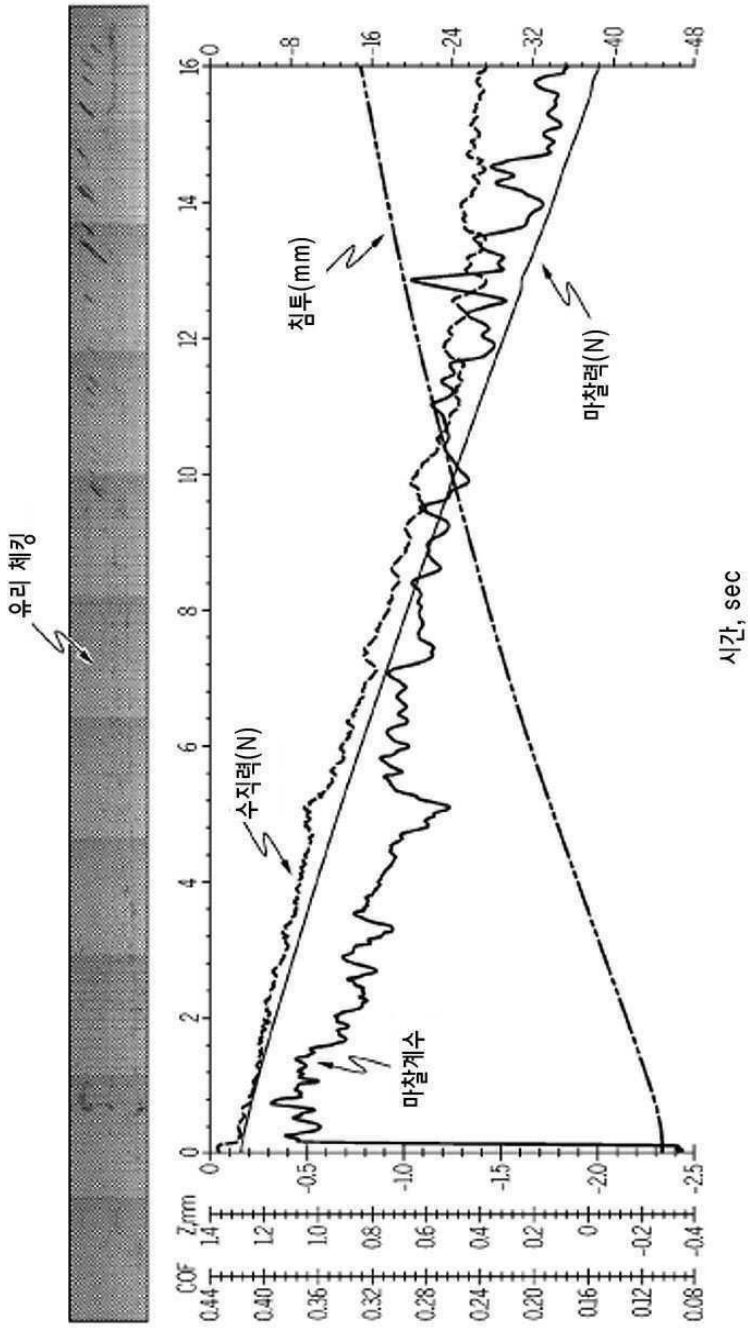
도면34



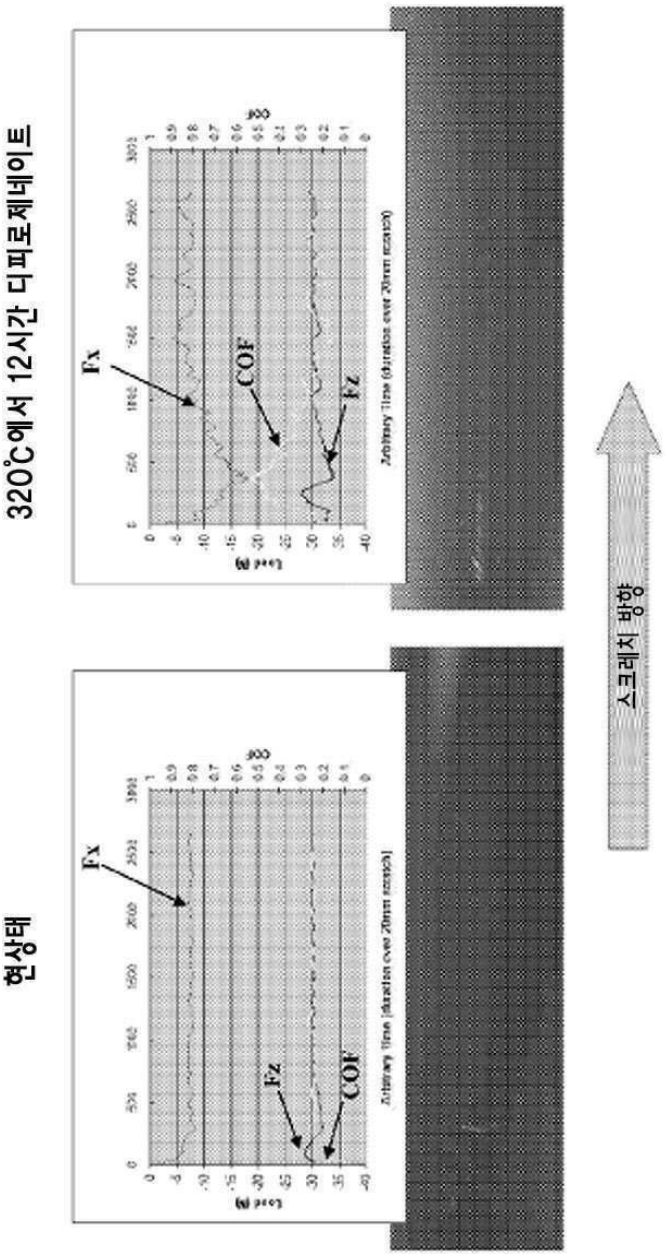
도면35



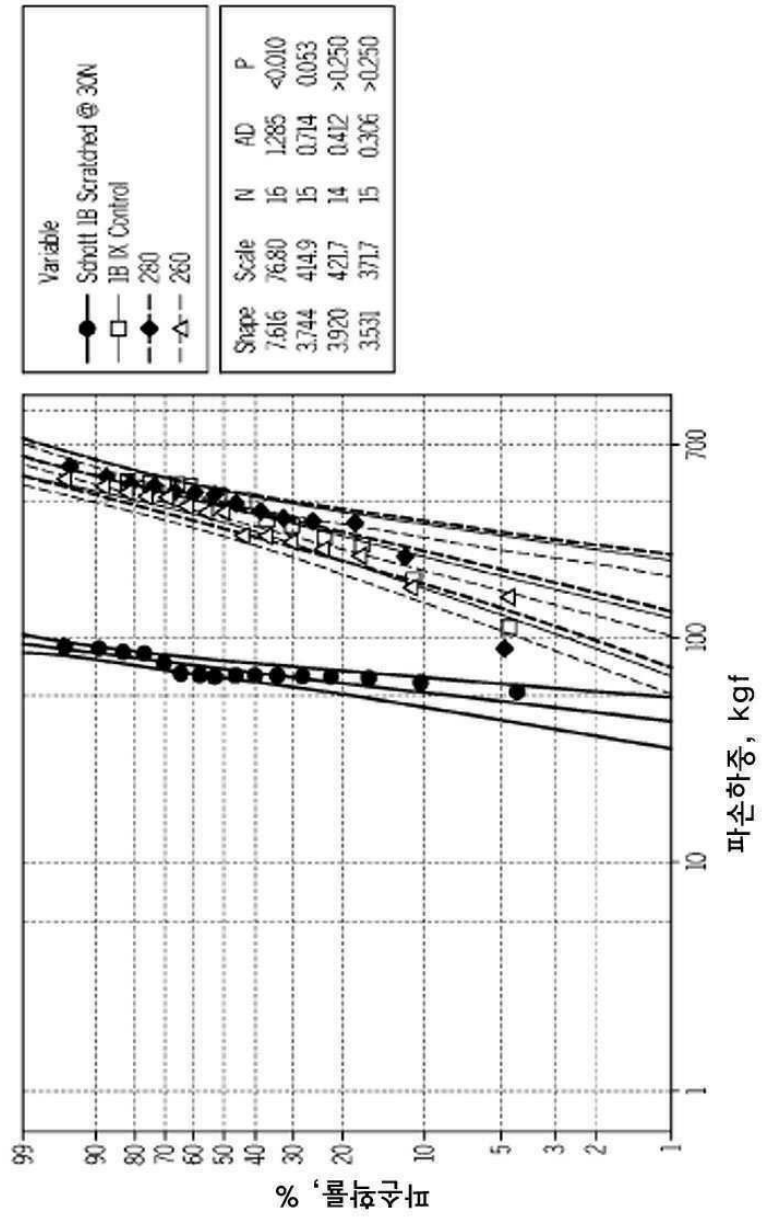
도면36



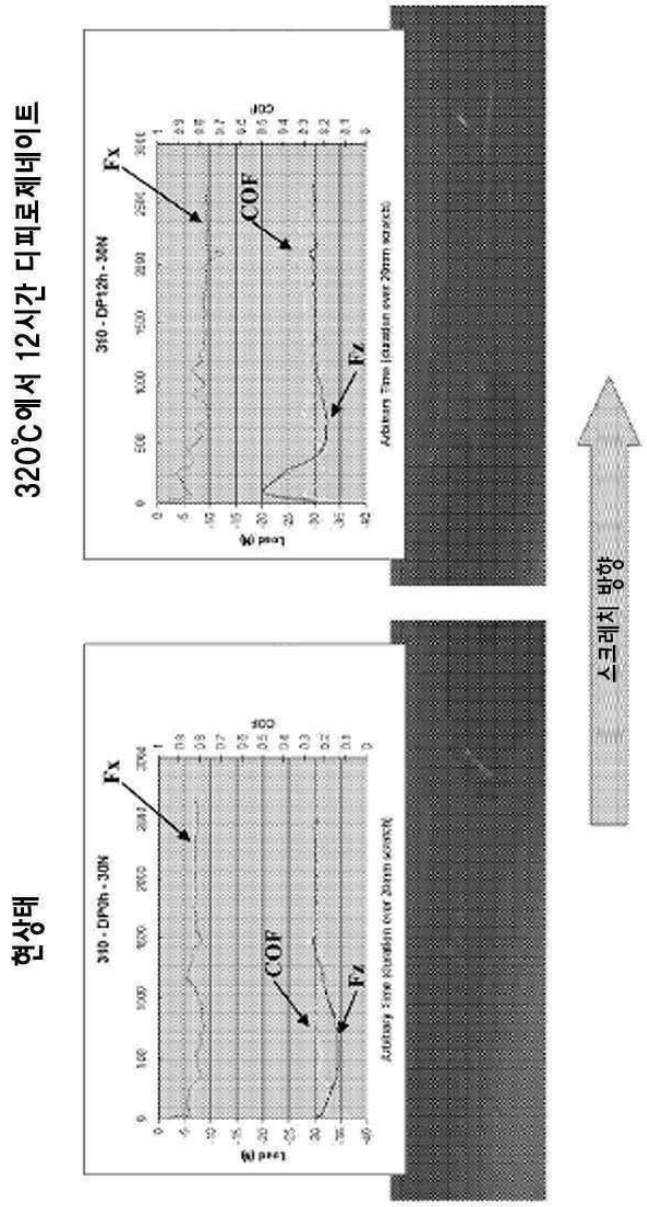
도면37



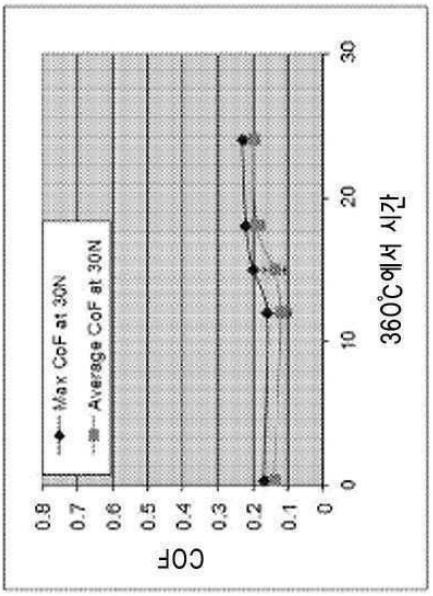
도면38

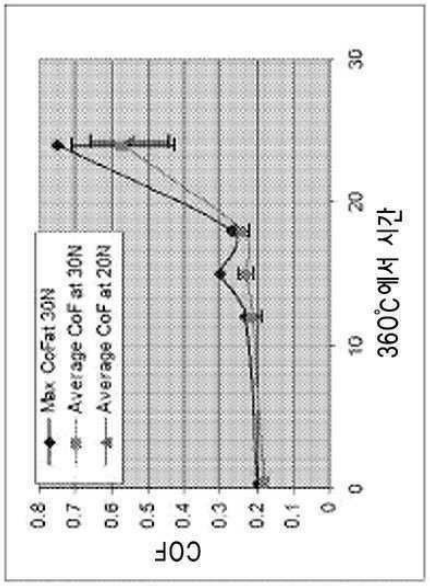

Variable
Schott 1B Scratched @ 30N
1B IX Control
280
260
Shape Scale N AD P
7.616 76.80 16 1.285 <0.010
3.744 414.9 15 0.714 0.053
3.920 421.7 14 0.412 >0.250
3.531 371.7 15 0.306 >0.250
파손확률, %
99 90 80 70 60 50 40 30 20 10 5 3 2 1
1 10 100 700
파손하중, kgf

도면39

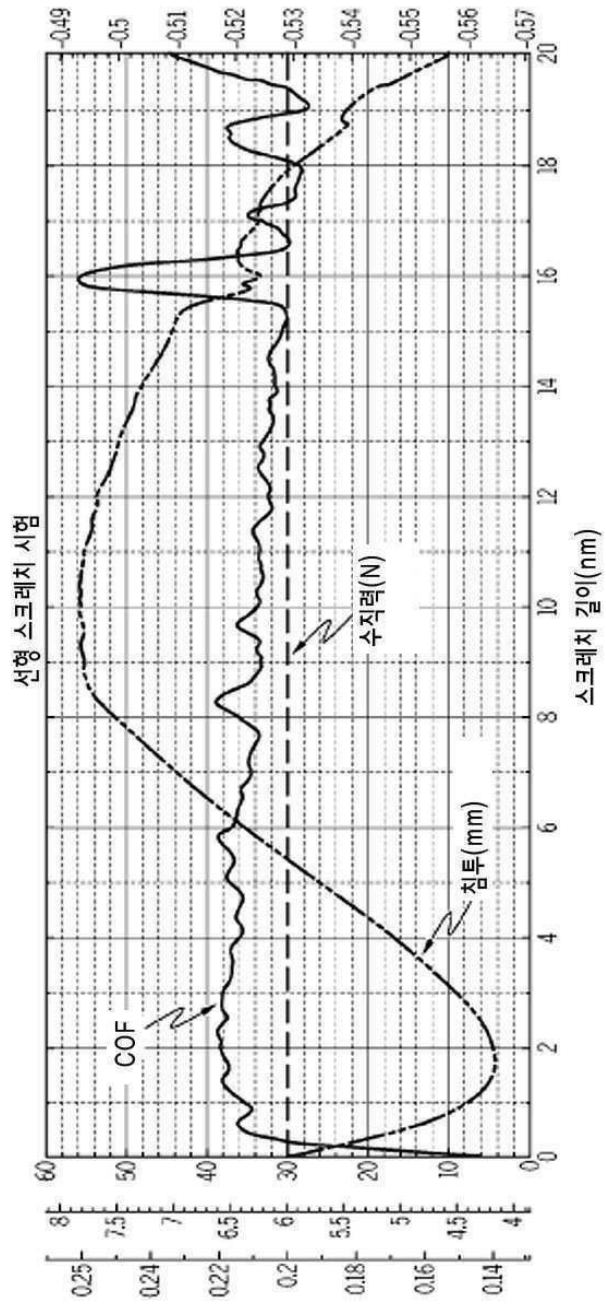


도면40

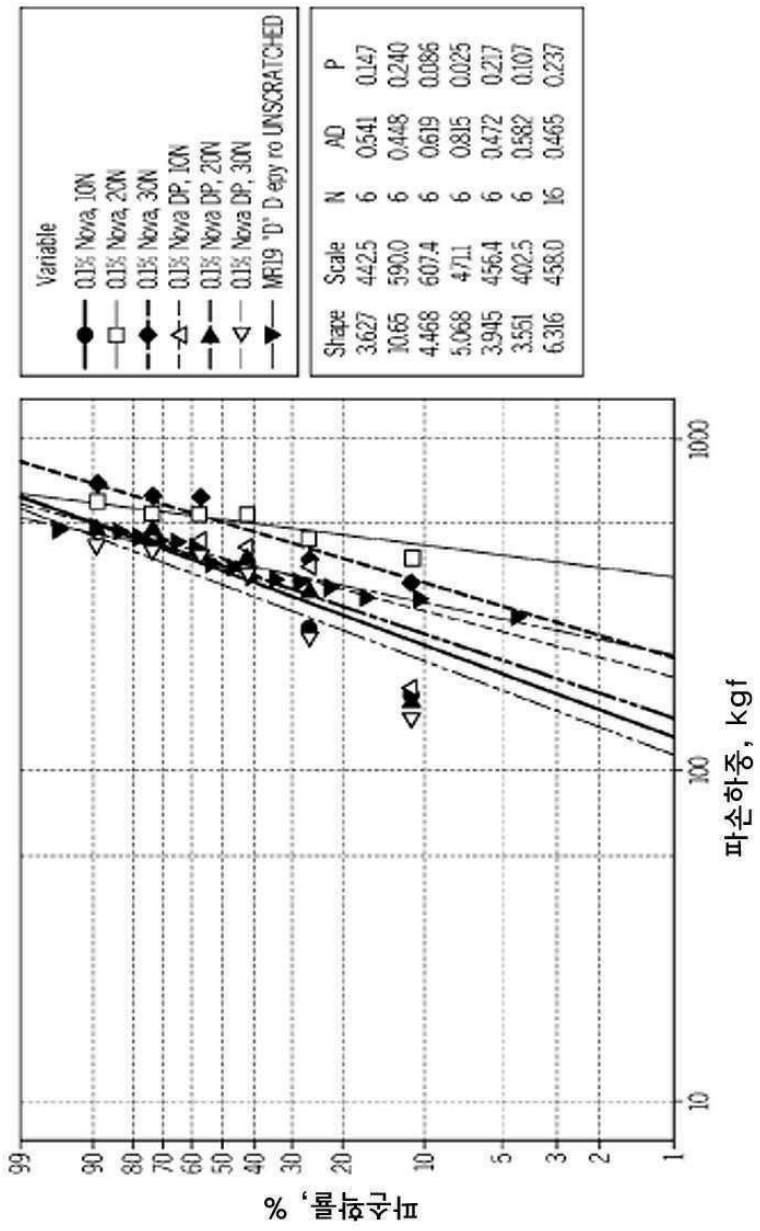

Max CoF at 30N
Average CoF at 30N
COF
360℃에서 시간


Max CoFat 30N
Average CoF at 30N
Average CoF at 20N
COF
360℃에서 시간

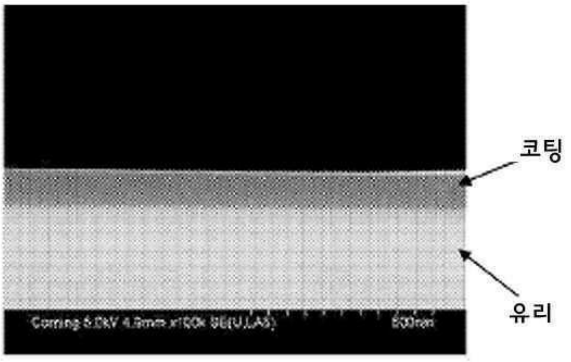
도면41



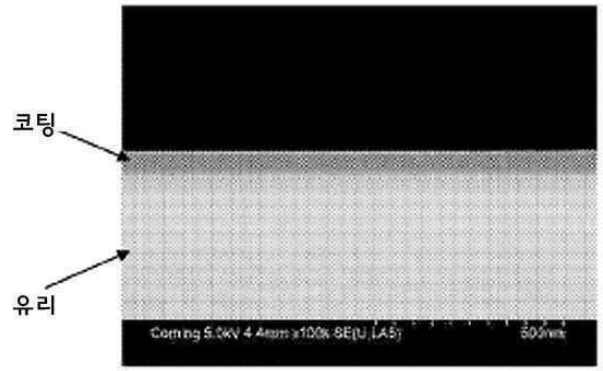
도면42


Variable
0.1% Nova, 10N
0.1% Nova, 20N
0.1% Nova, 30N
0.1% Nova DP, 10N
0.1% Nova DP, 20N
0.1% Nova DP, 30N
MR19 "D" D epy ro UNSCRATCHED
Shape Scale N AD P
3.627 442.5 6 0.541 0.147
10.65 590.0 6 0.448 0.240
4.468 607.4 6 0.619 0.086
5.068 471.1 6 0.815 0.025
3.945 456.4 6 0.472 0.217
3.551 402.5 6 0.582 0.107
6.316 458.0 16 0.465 0.237
99
90
80
70
60
50
40
30
20
10
5
3
2
1
10
100
1000
파손확률, %
파손하중, kgf

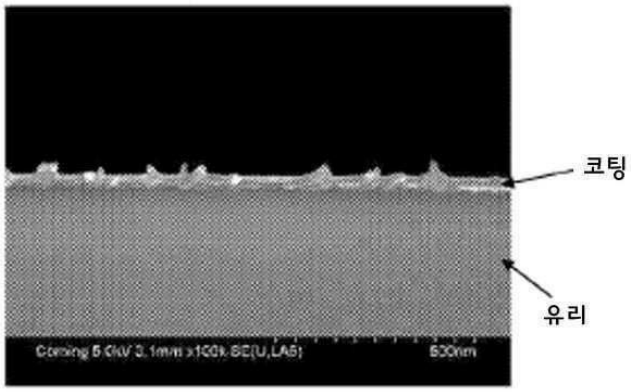
도면43


코팅
유리

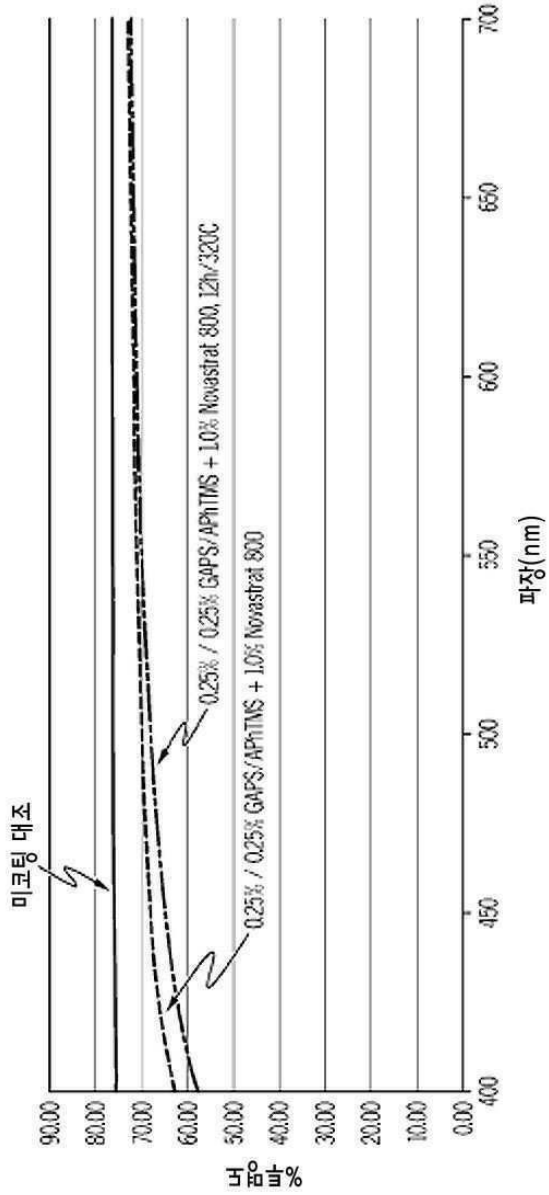
도면44



도면45



도면46


미코팅 대조
0.25% / 0.25% GAPS/APhTMS + 1.0% Novastrat 800, 12h/320C
0.25% / 0.25% GAPS/APhTMS + 1.0% Novastrat 800
%투과율
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00
400
450
500
550
600
650
700
파장(nm)