



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 341 610**

51 Int. Cl.:

B32B 3/00 (2006.01)

B32B 3/06 (2006.01)

B32B 3/26 (2006.01)

C23C 16/00 (2006.01)

B05D 7/24 (2006.01)

C23C 14/12 (2006.01)

C23C 14/24 (2006.01)

C03C 17/00 (2006.01)

C23C 28/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02780524 .1**

96 Fecha de presentación : **24.10.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1448366**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **25.08.2004**

54 Título: **Formación de láminas delgadas usando un soporte poroso.**

30 Prioridad: **29.10.2001 US 350096 P**
25.02.2002 US 82712

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.06.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.06.2010

73 Titular/es:
INNOVATION CHEMICAL TECHNOLOGIES, Ltd.
5144 Pinckney Drive,
North Royalton, Ohio 44133, US

72 Inventor/es: **Arora, Pramod, K.**

74 Agente: **Díaz de Bustamante Terminel, Isidro**

ES 2 341 610 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 341 610 T3

DESCRIPCIÓN

Formación de láminas delgadas usando un soporte poroso.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere en general a un método para formar láminas delgadas. En particular, la presente invención se refiere a la formación de una lámina delgada de alta calidad en un sustrato usando un soporte poroso.

10 **Fondo de la invención**

Se usan moléculas polimerizables anfílicas y silanos alkílicos hidrolizables para formar láminas delgadas sobre diversas superficies. Láminas delgadas tienen aplicaciones útiles nombrables y diversos. Por ejemplo, se puede formar una lámina delgada en una lente para resistencia a arañazos o en un metal para protección de corrosión.

15 Es difícil de formar una lámina delgada directamente en una lente, por esto al principio una capa de dióxido de silicio es formada en un ambiente anhídrico en una primera cámara. La lente cubierta de sílice es transportada entonces a una segunda cámara para depositar la lámina de moléculas anfílicas. Durante el transporte la lente cubierta de sílice está expuesta a vapor de agua en el aire que hidroliza la superficie y permite una siguiente adhesión fuerte entre las moléculas anfílicas y la lente. Formar la lámina delgada anfílica en la misma cámara como la capa de sílice lleva a la corrosión del interior de la cámara, esta contaminación de la cámara impidiendo el uso repetitivo de la cámara para este proceso de dos pasos sin una limpieza minuciosa, y a una formación indeseable de una lámina sucia difícil de limpiar en el interior de la cámara. No obstante, el requisito de dos cámaras puede ser incómodo en unos casos.

25 Al formar una lámina delgada en un sustrato un material laminante es típicamente disuelto en un disolvente. La mezcla de disolvente/material laminante es entonces puesta en contacto con un sustrato. Un problema con la formación de una lámina por esta manera es que el disolvente típicamente es tóxico y puede ser peligroso por siendo inflamable. En otras palabras, el uso de disolventes que pueden disolver materiales laminantes puede causar indeseadamente serias preocupaciones por la salud y el ambiente. La eliminación de los disolventes es un serio problema ambiental, especialmente en el caso de disolventes a base de petróleo y organohalogenados.

30 De más, el uso de tales disolventes lleva a la producción de gas clorhídrico como subproducto que crea adicionalmente serios problemas de salud, menos que un absorbente neutralizante sea usado y apropiadamente eliminado según los reglamentos EPA y OSHA. Uso y eliminación apropiada es muy difícil en un ambiente de trabajo, especialmente porque un operador tiene que mantener registro de tal uso. Por ende, cada operador y laboratorio puede requerir monitores de gases tóxicos o emplear máscaras de vapor que son incómodas para el operador.

35 Un desarrollo recién en el campo de la formación de láminas delgadas es el el uso de una ampolla para entregar el material laminante a un sustrato. Usando un proceso de recubrimiento en fase de vapor se pone una ampolla conteniendo el material laminante en una cámara de vacío junto con el sustrato. Después de la formación de un vacío la ampolla se rompe y libera el material laminante que vaporiza y pasa a formar una lámina en el sustrato. La ampolla es un vehículo fácil de manejar y cómodo para cargar la cámara con un material laminante. Sin embargo, existen varios problemas con el uso de una ampolla en esta manera.

40 En primer lugar, cuando la ampolla se rompe y libera el material laminante el vidrio roto puede dañar el sustrato. A causa de diferencias en la presión entre el interior de la ampolla y la cámara de vacío la ampolla se rompe con una fuerza no deseada lanzando piezas de vidrio a lo largo de la cámara. Un problema pariente es que el material laminante indeseadamente forma entonces una lámina sobre las piezas de vidrio roto adicionalmente al sustrato, así reduciendo la cantidad de material laminante destinado para el sustrato.

45 En segundo lugar, cuando la ampolla se rompe con mucha fuerza el material laminante tiene la tendencia de chorrear lo que lleva a una lámina non- uniforme en el sustrato. La imposibilidad de controlar la liberación del material laminante crea la necesidad para inspeccionar y limpiar frecuentemente los sustratos laminados.

55 **Resumen de la invención**

La invención se refiere a un procedimiento de formar una lámina delgada en un sustrato que comprende:

60 proporcionar un sustrato en una cámara;

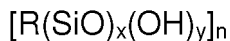
formar una lámina de óxido en el sustrato en la cámara;

65 insertar un material compuesto que comprende un soporte poroso y un material anfífilo de silsesquioxano poliédrico oligomérico en la cámara, en donde el soporte poroso comprende un metal y comprende poros de un tamaño de poros promedio alrededor de 1 micrómetro a alrededor de 1000 micrómetros;

ES 2 341 610 T3

ajustar en la cámara al menos una temperatura del material compuesto de alrededor de 50 a alrededor de 300°C y una presión de alrededor de 0.000001 a alrededor de 760 torr para inducir una vaporización del material anfifílico de silsesquioxano poliédrico oligomérico; y

5 recuperar el sustrato con la lámina delgada encima, en donde el silsesquioxano poliédrico oligomérico tiene la fórmula:



10

donde R es un alquilo, hidrocarburo aromático, fluoroalquilo, éter alquilo, éter fluoroalquilo, que contiene de 1 a 30 átomos de carbono; x es de 1 a 4; y es de 1 a 4, y n es de 1 a 500.

15

Ya que se usa el soporte poroso para entregar el material anfifílico a la cámara el daño a los sustratos es mitigado mientras la distribución uniforme del vapor de material anfifílico es facilitado. Además el soporte poroso mitiga el salpicar ya que el material anfifílico está vaporizado. Menos salpicar lleva a menos desecho.

20

Como resultado la lámina delgada formada en el sustrato usando el material compuesto de un soporte poroso impregnado con las moléculas anfifílicas es de naturaleza continua. Agujeritos y otros defectos laminares frecuentemente observados en láminas delgadas producidas convencionalmente están minimizados y/o eliminados.

25

Al usar el material poliédrico oligomérico silsesquioxano anfifílico no es necesario de exponer el sustrato a vapor de agua en el caso que se usa una laminación con sílice (u otro tipo de laminación con óxido de metal) para mejorar la adhesión. Como resultado la formación de sílice y de la lámina delgada anfifílica puede ser realizada en una sola cámara, así simplificando el proceso.

Breve resumen de los dibujos

30

Figura 1 es una ilustración de un material compuesto para formar láminas delgadas.

Figura 2 es una ilustración de un material compuesto para formar láminas delgadas.

35

Figura 3 es una ilustración de un material compuesto para formar láminas delgadas.

Figura 4 es una vista esquemática de un sistema para formar láminas delgadas.

Descripción detallada de la invención

40

Usando un material compuesto conteniendo un soporte poroso y un material anfifílico láminas delgadas uniformes y continuadas pueden ser formadas con eficiencia en sustratos sin dañar los sustratos. El soporte poroso, similar a una esponja metálica en unos casos, constituye un vehículo ventajoso para facilitar la deposición vapórica de una lámina delgada hecha de un material anfifílico.

45

Moléculas anfifílicas tienen la capacidad intrínseca de auto-ensamblaje y/o de auto-polimerización en una lámina delgada. Típicamente las moléculas anfifílicas tienen grupos cabeceros y caudales (los caudales son grupos no-reactivos no-polares y los cabeceros son grupos reactivos polares). Las moléculas anfifílicas contienen en general moléculas anfifílicas polimerizables, silanos alquilos hidrolizables, silanos perhaloalquilos hidrolizables, clorosilanos, silosiloxanos, silazanos alquilos, silazanos perfluoroalquilos, disilazanos y silsesquioxanos.

50

El grupo o grupo funcional del anfifílico puede ser un ácido carboxílico, alcohol, tiol, amina primaria, secundaria y terciaria, cianuro, derivado de silano, fosfonato, sulfonato y semejantes. El grupo o grupo funcional no-polar incluye sobre todo grupos alquilos, grupos perfluoroalquilos, grupos éter alquilos y grupos éter perfluoroalquilos. Estos grupos no-polares pueden incluir anillos aromáticos de diacetileno, vinilo insaturados o fusionados lineales o ramificados.

55

Las moléculas anfifílicas pueden consistir de un grupo de compuestos como representado por la Fórmula I:

60



65

donde cada R individualmente es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono, silano sustituido o siloxano; cada Z es individualmente uno de halógenos, hidroxilo, alcoxi y acetiloxi; y m es de alrededor 1 a alrededor 3, n es de alrededor 1 a alrededor 3, y m + n igualan a 4. En otra realización R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 6 a alrededor de 20 átomos de carbono. El grupo alquilo puede encerrar los anillos aromáticos de diacetileno, vinilo insaturados, o fusionados lineales o ramificados.

ES 2 341 610 T3

Otro grupo posible de moléculas anfifílicas puede ser representado por la Fórmula II:



5

donde R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono; S es azufre; H es hidrógeno; m es de alrededor 1 a alrededor 2, n es de 0 a 1. En otra realización R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 6 a alrededor de 20 átomos de carbono. El grupo alquilo puede encerrar grupos aromáticos de diacetileno, vinilo, aromáticos singulares, o fusionados lineales o ramificados.

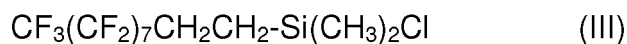
10

Los siguientes grupos de moléculas anfifílicas teniendo también calidades laminantes pueden ser representados por RY, donde R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono y Y es uno de los siguientes grupos funcionales: -COOH, -SO₃H, -PO₃, -OH y -NH₂. En otra realización R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 6 a alrededor de 20 átomos de carbono. La cadena alquilo puede encerrar grupos aromáticos de diacetileno, vinilo insaturados, aromáticos singulares, o fusionados lineales o ramificados.

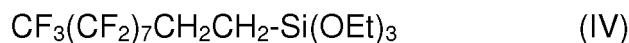
15

Moléculas anfifílicas adicionales pueden incluir una o más de las siguientes Fórmulas (III) y (IV):

20



25



30

Otro grupo de moléculas anfifílicas laminantes puede ser un disilazano representado por la Fórmula V:

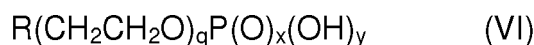


35

donde R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono. En otra realización R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 6 a alrededor de 20 átomos de carbono.

40

Un grupo adicional de moléculas anfifílicas puede ser representado por la Fórmula VI:



45

donde R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono, q es de alrededor 1 a alrededor 10, y x y y son independientes de alrededor de 1 a alrededor de 4.

50

Se pueden formar otras moléculas anfifílicas por polimerización de un compuesto conteniendo silicio, como ortosilicato tetraetílico (TEOS), tetrametoxisilano y/o tetraetoxisilano.

Moléculas anfifílicas (y en unos casos composiciones conteniendo moléculas anfifílicas) están descritos en los patentes US 6,238,781; 6,206,191; 6,183,872; 6,171,652; 6,166,855 (capa superpuesta); 5,897,918; 5,851,674; 5,822,170; 5,800,918; 5,776,603; 5,766,698; 5,759,618; 5,645,939; 5,552,476; y 5,081,192; Hoffman et al., y "Vapor Phase Self-Assembly of Fluorinated Monolayers on Silicon and German Oxide", Langmuir 13, 1877-1880, 1997. Por ejemplo, patente US 5,853,800 se refiere a un material para y un procedimiento de preparar capas hidrófugas en sustratos ópticos por recubrimiento por evaporización térmica con silanos perfluoroalquilos y siloxanos perfluoroalquilos en alto vacío. Por la presente se incorporan los documentos mencionados por referencia en cuanto a sus lecciones en materiales anfifílicos.

60

Ejemplos específicos de moléculas anfifílicas y compuestos que pueden ser hidrolizados a materiales anfifílicos incluyen triclorosilano octadecílico, triclorosilano octílico, triclorosilano heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahidrodecílico adquirible de Shin Etsu bajo la denominación comercial KA-7803; trimetoxisilano hexadecílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan 9116; trietoxisilano tridecafluorooctílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan F 8261; trimetoxisilano metílico adquirible de Degussa bajo la denominación co-

65

ES 2 341 610 T3

mercial Dynasylan MTMS; trietoxisilano metílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan MTES; trimetoxisilano propílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan PTMO; trietoxisilano propílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan PTEO; trimetoxisilano butílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan IBTMO; trietoxisilano butílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan BTEO; trietoxisilano octílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan OCTEO; silano fluoroalquilo en etanol adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan 8262; silano fluoroalquilo formulación en alcohol isopropílico adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan F 8263; silano fluoroalquilo modificado adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan® F 8800; y un silano fluoroalquilo modificado a base de agua adquirible de Degussa bajo la denominación comercial Dynasylan F 8810. Ejemplos adicionales de moléculas anfífilas y compuestos que pueden ser hidrolizados a materiales anfífilos incluyen compuestos fluorocarbonos y sus hidrolisatos bajo la denominación comercial Optool DSX adquirible de Daikin Industries, Ltd.; silanos bajo las denominaciones KA-1003 (triclorosilano de vinilo), KBM-1003 (trimetoxisilano de vinilo), KBE-1003 (trietoxisilano de vinilo), KBM-703 (trimetoxisilano cloropropílico), X-12-817H, X-71-101, X-24-7890, KP801M, KA-12 (diclorosilano metílico), KA-13 (triclorosilano metílico), KA-22 (diclorosilano dimetílico), KA-31 (clorosilano trimetílico), KA-103 (triclorosilano fenílico), KA-202 (diclorosilano difenílico), KA-7103 (triclorosilano trifluoropropílico), KBM-13 (trimetoxisilano metílico), KBM-22 (dimetoxisilano dimetílico), KBM-103 (trimetoxisilano fenílico), KBM-202SS (dimetoxisilano difenílico), KBE-13 (trietoxisilano metílico), KBE-22 (dietoxisilano dimetílico), KBE-103 (trietoxisilano fenílico), KBE-202 (dietoxisilano difenílico), KBM-3063 (trimetoxisilano hexílico), KBE-3063 (trietoxisilano hexílico), KBM-3103 (trimetoxisilano decílico), KBM-7103 (trimetoxisilano trifluoropropílico), KBM-7803 (trietoxisilano heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahidrodecílico) y KBE-7803 (trietoxisilano heptadecafluoro-1,1,2,2-tetrahidrodecílico) adquirible de Shin Etsu.

Ejemplos específicos adicionales de materiales anfífilos incluyen $C_9F_{19}C_2H_4Si(OCH_3)_3$; $(CH_3O)_3SiC_2H_4C_6F_{12}C_2H_4Si(OCH_3)_3$; $C_9F_{19}C_2H_4Si(NCO)_3$; $(OCN)_3SiC_2H_4Si(NCO)_3$; $Si(NCO)_4$; $Si(OCH_3)_4$; $CH_3Si(OCH_3)_3$; $CH_3Si(NCO)_3$; $C_8H_{17}Si(NCO)_3$; $(CH_3)_2Si(NCO)_2$; $C_8F_{17}CH_2CH_2Si(NCO)_3$; $(OCN)_3SiC_2H_4C_6F_{12}C_2H_4Si(NCO)_3$; $(CH_3)_3SiO-[Si(CH_3)_2-O]_n-Si(CH_3)_3$ (viscosidad de 50 centistokes); $(CH_3O)_2(CH_3)SiC_2H_4C_6F_{12}C_2H_4Si(CH_3)(OCH_3)_2$; $C_8F_{17}CH_2CH_2Si(OCH_3)_3$; polisiloxano dimetílico con una viscosidad de 42 centistokes y con grupos hidroxílicos en los dos cabos (KF6001, producido por Shin Etsu); y polisiloxano dimetílico modificado con una viscosidad de 50 centistokes y con grupos carboxílicos (X-22-3710, producido por Shin Etsu).

En ejemplos adicionales el material anfílico puede encerrar una unidad repetitiva de un poliorganosiloxano introducido en un fluoropolímero. Se puede obtener el fluoropolímero con la unidad repetitiva de un poliorganosiloxano por una reacción de polimerización de un fluoromonómero y un poliorganosiloxano con un grupo reactivo como grupo terminal. El grupo reactivo se forma por enlace químico de un monómero etilénico insaturado (p. ej. ácido acrílico, un éster del mismo, ácido metacrílico, un éster del mismo, éter vinílico, estireno, un derivato del mismo) con el cabo de un poliorganosiloxano.

Se puede obtener el fluoropolímero por una reacción de polimerización de un monómero etilénico insaturado conteniendo un átomo de flúor (fluoromonómero). Ejemplos de fluoromonómero incluyen fluoroolefinas (p. ej. fluoroetileno, fluoruro de vinilideno, tetrafluoroetileno, hexafluoropropileno, perfluoro-2,2-dimetil-1,3-diol), ésteres fluoroalquilos de ácido acrílico o metacrílico y éteres fluorovinílicos. Se pueden usar dos o más fluoromonómeros para formar un copolímero.

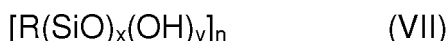
Se puede usar también un copolímero de un fluoromonómero y de otro monómero como material anfílico. Ejemplos por otros monómeros incluyen olefinas (p. ej. etileno, propileno, isopreno, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno), ésteres acrílicos (p. ej. acrilato metílico, acrilato etílico, acrilato 2-etilhexílico), ésteres metacrílicos (p. ej. metacrilato metílico, metacrilato etílico, metacrilato butílico, dimetacrilato etilenglicólico), estirenos (p. ej. estireno, tolueno vinílico, estireno alfa-metílico), éteres vinílicos (p. ej. éter vinílico metílico), ésteres vinílicos (acetato de vinilo, propionato de vinilo, cinamato de vinilo), acrilamidas (p. ej. acrilamida N-tert-butílica, acrilamida N-ciclohexílica), metacrilamidas y acrilonitrilos.

Moléculas anfífilas incluyen además los productos de hidrolización de unos de los compuestos descritos arriba. En particular, el tratamiento de uno de los compuestos descritos arriba con un ácido o una base rinde materiales anfífilos idealmente apropiados para formar una lámina delgada en sustratos.

Moléculas anfífilas incluyen específicamente silsesquioxano poliédrico oligomérico (POSS). Tales compuestos están descritos en los patentes US 6,340,734; 6,284,908; 6,057,042; 5,691,396; 5,589,562; 5,422,223; 5,412,053; J. Am. Chem. Soc. 1992, 114, 6701-6710; J. Am. Chem. Soc. 1990, 112, 1931-1936; Chem. Rev. 1995, 95, 1409-1430; y Langmuir, 1994, 10, 4367. Por ejemplo, el patente europeo EP 0 659 904 se refiere al uso del silsesquioxano de hidrógeno vaporizado para depositar una capa a través de introducir el vapor del silsesquioxano de hidrógeno en una cámara de deposición conteniendo el sustrato a recubrir y de inducir entonces la reacción del vapor para formar la capa. Por la presente se incorporan los documentos mencionados por referencia. Los oligómeros/polímeros POSS contienen grupos hidroxílicos reactivos. Además los oligómeros/polímeros POSS tienen una estructura de silicio-oxígeno relativamente rígida, térmicamente estable que tiene una relación de oxígeno a silicio de alrededor de 1.5. Estos compuestos pueden ser considerados como de carácter intermedio entre siloxanos y sílice. La estructura inorgánica en cambio está cubierta de una lámina exterior de hidrocarbano/fluorocarbano que permite la solubilización y derivatización de estos sistemas que otorga cualidades hidrofóbicas/oleofóbicas a la superficie del sustrato en una manera similar como los triclorosilanos alquilos.

ES 2 341 610 T3

El polímero POSS usado en la presente invención encierra un compuesto representado por la Fórmula (VII):



5

donde R es un alquilo, fluoroalquilo, éter alquilo o éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 1 a alrededor de 30 átomos de carbono; x es de alrededor 1 a alrededor 4; y es de alrededor 1 a alrededor 4, y n es de 1 a alrededor 500. En otra realización R es un alquilo, hidrocarburo aromático, fluoroalquilo, éter alquilo, éter fluoroalquilo, conteniendo de alrededor de 6 a alrededor de 20 átomos de carbono; x es de alrededor 1 a alrededor 3; y y es de alrededor 1 a alrededor 3. Un tal compuesto se produce por manera de remover RSiX_3 , como por ejemplo un trihalosilano alquilo, en agua y permitir su hidrolización, usando un ácido o una base (como HCl o hidróxido de amonio, respectivamente) para hidrolizar más el primer producto de hidrolización.

15

Los polímeros POSS usados en la presente invención incluyen poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico) (PHBS); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano metoxibenzóico) (PHB/MBS); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano t-butilico) (PHB/BS); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano ciclohexílico) (PHB/CHS); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano fenílico) (PHB/PS); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano bicicloheptílico) (PHB/BHS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico) (PHPES); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico) (PHPE/HMBS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano metoxibenzóico) (PHPE/MBS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano t-butilico) (PHPE/BS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano ciclohexílico) (PHPE/CHS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano fenílico) (PHPE/PS); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano bicicloheptílico) (PHPE/BHS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico) (PHMBS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano p-hidroxibenzóico) (PHMB/HBS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano metoxibenzóico) (PHMB/MBS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano t-butilico) (PHMB/BS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano ciclohexílico) (PHMB/CHS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano fenílico) (PHMB/PS); poly(silsesquioxano p-hidroxí- α -metilbenzóico-co-silsesquioxano bicicloheptílico) (PHMB/BHS); y poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano p-hidroxifeniletílico) (PHB/HPES).

35

Las moléculas anfífilas están incorporadas en y/o adentro de un soporte poroso para formar un material compuesto que facilita el proceso laminante. Se puede almacenar el material compuesto en un contenedor hermético o protegido de otra manera. El soporte poroso puede actuar como o parecer a una esponja.

40

Para facilitar el cargo del soporte poroso con moléculas anfífilas las moléculas anfífilas pueden ser combinadas opcionalmente con un disolvente. O la mezcla de disolvente y moléculas anfífilas o las moléculas anfífilas (sin disolvente) entonces están puestas en contacto con el soporte poroso por un tiempo suficiente para permitir que la mezcla/las moléculas anfífilas infiltren los poros. En este contexto el soporte poroso puede ser sumergido en la mezcla/las moléculas anfífilas o la mezcla/las moléculas anfífilas pueden ser pulverizadas o derramadas sobre el soporte poroso. Como alternativa las moléculas anfífilas pueden ser derretidas y puestas en contacto con el soporte poroso, las moléculas anfífilas pueden ser combinadas con un disolvente y entonces puestas en contacto con el soporte poroso, o las moléculas anfífilas pueden ser inyectadas en el soporte poroso por medio de una jeringa. No obstante cuantas moléculas anfífilas sean incorporadas en el soporte poroso es deseable que las moléculas anfífilas están distribuidas sustancialmente uniforme a través del soporte poroso.

50

Disolventes con los cuales las moléculas anfífilas pueden ser combinadas son en general disolventes orgánicos no-polares. Tales disolventes típicamente incluyen alcoholes como p. ej. isopropanol, alcanes como p. ej. ciclohexano y ciclohexano metílico; hidrocarburos aromáticos como p. ej. tolueno, trifluorotulueno; halosilanos alquilo, ciclohexanos sustituidos de alquilo o fluoroalquilo; éteres; líquidos perfluorinados como p. ej. perfluorohexanos; y otros líquidos conteniendo hidrocarburos. Ejemplos por líquidos perfluorinados incluyen aquellos bajo la denominación comercial FluorinertTM y NovecTM adquirible de 3M. Al combinar las moléculas anfífilas con uno o más disolventes se puede aplicar opcionalmente calor para facilitar la formación de una mezcla uniforme.

60

Se puede combinar un catalizador laminante y/o un apagador con el material anfífilo o la mezcla de material anfífilo y disolvente para facilitar el proceso laminante. Catalizadores laminantes incluyen cloruros de metal como p. ej. cloruro de zinc y cloruro de aluminio, y ácidos minerales, mientras los apagadores incluyen polvo de zinc y aminas. Cada uno está presente en el material anfífilo o en la mezcla de material anfífilo y disolvente en una cantidad de alrededor de 0.01% a alrededor de 1% de peso.

65

El soporte poroso impregnado con la mezcla de material anfífilo y disolvente es tratado para remover el disolvente o sustancialmente todo el disolvente por cualquier medio conveniente. Por ejemplo, se puede usar evaporación o destilación en vacío. Después de remover el disolvente, o en el caso que el soporte poroso está impregnado con material anfífilo sin uso de disolvente se aplica calor hasta que un peso constante esté alcanzado. En este caso sirve calentar con una temperatura de alrededor de 40 a alrededor de 100°C. En la mayoría de los casos el material anfífilo solidifica, se vuelve semi-sólido, o se vuelve un líquido de baja viscosidad y está retenido en los poros del soporte poroso.

ES 2 341 610 T3

El soporte poroso puede estar hecho de cada material inerte para las moléculas anfífilas, como p. ej. metales, óxidos de metal y cerámicas. En una realización un metal está usado como material para el soporte poroso. Por esto se puede referir al soporte poroso como esponja de metal.

5 Ejemplos por materiales que pueden formar el soporte poroso incluyen uno o más de alúmina, silicato de aluminio, aluminio, latón, bronce, cromo, cobre, oro, hierro, magnesio, níquel, paladio, platino, carbido de silicio, plata, acero inoxidable, estaño, titanio, tungsteno, zinc, zirconio, Hastelloy®, Kovar®, Invar, Money®, Inconel® y varias otras aleaciones.

10 Tales materiales en forma de polvo, gránulos y/o fibra están comprimidos para generar el soporte poroso, o comprimidos y sinterizados. Cada forma que resulta puede ser usada. Formas del soporte poroso comprimido incluyen cilíndricas, esféricas, ovals, tableta, disco, taponés, pellets, cubos, rectángulas, cónicas, de cada tamaño consistente con una aplicación particular. En cuanto a las Figuras 1 a 3 varias formas/tamaños de un soporte poroso están ilustradas. En cada figura un material poroso 10 contiene poros 12 que contienen las moléculas anfífilas.

15 En una realización el soporte poroso contiene poros de un tamaño de poros promedio de alrededor 1 micrómetro a alrededor de 1000 micrómetros. En otra realización el soporte poroso contiene poros de un tamaño de poros promedio de alrededor 5 micrómetros a alrededor de 500 micrómetros. Por ejemplo, el soporte poroso contiene poros de un tamaño de poros promedio de alrededor 10 micrómetros a alrededor de 200 micrómetros. O el soporte poroso contiene
20 poros de un tamaño de poros promedio de alrededor 20 micrómetros a alrededor de 100 micrómetros. El tamaño de poros puede ser controlado a través de ajustar el tamaño de los partículas inicialmente comprimidos.

Ejemplos por un soporte poroso incluyen aquellos bajo la denominación comercial Mott Porous Metal, adquirible de Mott Corporation; aquellos bajo la denominación comercial Kellundite, adquirible de Filtros Ltd.; y aquellos
25 bajo las denominaciones comerciales Metal Foam, Porous Metal Media y Sinterflo® adquirible de Provoir Advanced Materials Inc.

Soportes porosos son descritos en los patentes siguientes. El patente europeo EP 0 842 711 se refiere a un material poroso conteniendo un material laminante usado para recubrir superficies de sustratos, y un procedimiento para formar
30 láminas como tal tratamiento de superficie. El material laminante consiste de organosilanos, organosiloxanos, silicios orgánicos o silanos perfluoroalquilos. Patente US 6,296,793 revela una composición para preparar capas hidrófugas en sustratos ópticos, comprendiendo un molde poroso y un compuesto de organosilicio orgánico. Los compuestos de organosilicio consisten de silanos polifluoroalquilos o siloxanos polifluoroalquilos. Por la presente se incorporan los documentos mencionados por referencia.

35 En una realización el soporte poroso tiene una porosidad tal que puede absorber de alrededor de 0.001 g a alrededor de 5 g de material anfílico por cm³ del soporte poroso. Por ejemplo, el soporte poroso tiene una porosidad tal que puede absorber de alrededor de 0.01 g a alrededor de 2 g de material anfílico por cm³ del soporte poroso. O el soporte poroso tiene una porosidad tal que puede absorber de alrededor de 0.05 g a alrededor de 1 g de material anfílico por
40 cm³ del soporte poroso. En una realización de la presente invención el soporte poroso tiene una porosidad tal que puede absorber de alrededor de 0.001 g a alrededor de 5 g de material anfílico de silsesquioxano poliédrico oligomérico por cm³ del soporte poroso. El material anfílico incluye las moléculas anfífilas y el disolvente. En otra realización el material anfílico incluye las moléculas anfífilas en estas cantidades de poros sin disolvente.

45 Los procedimientos de la presente invención son ventajosos para aplicar láminas delgadas en sustratos. Sustratos incluyen aquellos con superficies porosas y no-porosas como p. ej. vidrios, vidrio con un recubrimiento antirreflexivo como p. ej. el fluoruro de magnesio, sílice (otros óxidos de metales), óxido de germanio, cerámicas, porcelanas, fibra óptica, metales y materiales orgánicos incluyendo plásticos termoestables como p. ej. policarbonato termoplásticos. Ejemplos por materiales orgánicos adicionales incluyen polistireno y sus polímeros mixtos, poliolefinas, en particular
50 polietileno y polipropileno, compuestos poliacrílicos, compuestos polivinílicos, por ejemplo cloruro de polivinilo y acetato de polivinilo, poliésteres y goma, y también filamentos hechos de viscosa y éteres de celulosa, éteres de celulosa, poliamidas, poliuretanos, poliésteres, por ejemplo tereftalatos poliglicólicos, y poliacrilonitrilo.

Vidrios incluyen particularmente lentes, como p. ej. lentes de gafas, portaobjetos de microscopio, lentes binoculares, lentes de microscopio, lentes de telescopio, lentes de cámara, lentes de vídeo, pantallas de televisión, pantallas
55 de computadora, LCDs, espejos, prismas y semejantes. Los sustratos pueden tener una lámina primaria de un material deseado para mejorar la adhesión entre la superficie del sustrato y las moléculas anfífilas.

Al usar el soporte poroso de la presente invención las moléculas anfífilas son aplicadas como lámina delgada en la superficie del sustrato usando cualquiera técnica para formación de una lámina delgada. El soporte poroso contribuye
60 a la entrega eficiente de las moléculas anfífilas a la superficie del sustrato, al mismo tiempo minimizando o eliminado el daño al sustrato y minimizando el desperdicio de las moléculas anfífilas.

Técnicas laminantes envuelven la exposición del sustrato a las moléculas anfífilas incorporadas en el soporte poroso en una cámara o en un ambiente cerrado bajo al menos uno entre presión reducida, irradiación elevada de temperatura y corriente. De preferencia se usan presión reducida y/o temperaturas elevadas. La presión reducida, la temperatura elevada, irradiación y/o corriente impuesta induce la vaporización o sublimación de las moléculas anfífilas a la atmósfera de la cámara y el siguiente auto-ensamblaje y/o auto-polimerización en la superficie del sustrato de una manera uniforme y continuada, así formando la lámina delgada.

ES 2 341 610 T3

En una realización el sustrato está expuesto a las moléculas anfifílicas bajo una presión de alrededor de 0.00001 a alrededor de 760 torr. En otra realización el sustrato está expuesto a las moléculas anfifílicas bajo una presión de alrededor de 0.00001 a alrededor de 200 torr. Por ejemplo, el sustrato está expuesto a las moléculas anfifílicas bajo una presión de alrededor de 0.0001 a alrededor de 100 torr.

Se puede calentar el material compuesto/soporte poroso a una temperatura de alrededor de 20 a alrededor de 400°C, o se puede calentar el material compuesto/soporte poroso a una temperatura de alrededor de 40 a alrededor de 350°C. En una realización se puede calentar el material compuesto/soporte poroso a una temperatura de alrededor de 50 a alrededor de 300°C. Solamente el material compuesto/soporte poroso necesita estar con la temperatura descrita arriba para inducir la formación de una lámina. El sustrato está con la misma o con una diferente temperatura que el material compuesto/soporte poroso en la cámara. El material compuesto/soporte poroso está con la misma o con una diferente temperatura que la atmósfera de la cámara. El sustrato está con la misma o con una diferente temperatura que la atmósfera de la cámara. Por ejemplo, cada uno de sustrato, material compuesto y atmósfera están a una temperatura de alrededor de 20 a alrededor de 400°C.

De ejemplo, la cantidad de material anfifílico usada está de alrededor de 1×10^{-3} mmol/pies³ a alrededor de 10 mmol/pies³ de volumen de cámara o la cantidad de material anfifílico usada está de alrededor de 1×10^{-2} mmol/pies³ a alrededor de 1 mmol/pies³ de volumen de cámara.

El sustrato y el material anfifílico pueden quedar en contacto de alrededor de 10 segundos a alrededor de 24 horas (bajo temperatura y presión especificadas) o el sustrato y el material anfifílico pueden quedar en contacto de alrededor de 30 segundos a alrededor de 1 hora. Como alternativa, limitaciones temporales pueden ser ignoradas mientras la espesura de la lámina está monitorizada de manera que se puede terminar el proceso después de que la espesura deseada esté alcanzada.

La velocidad de la formación de la lámina depende en primer lugar de las identidades del material anfifílico, de la identidad del soporte poroso y de las condiciones para la formación de la lámina (temperatura, presión y semejantes). En una realización la velocidad de la formación de la lámina está entre alrededor de 0.001 nm/sec o más y 1 nm/sec o menos (nm en espesura de lámina). En otros ejemplos la velocidad de la formación de la lámina puede estar entre alrededor de 0.05 nm/sec o más y 0.5 nm/sec o menos.

Ejemplos generales de técnicas de formación de lámina incluyen deposición de vacío; recubrimiento al vacío; revestimiento al vacío en una cabina, pulverización catódica, deposición de vapor o deposición química de vapor (CVD) como p. ej. deposición química de vapor a baja presión (LPCVD), deposición química de vapor de reforzamiento plásmico (PECVD), deposición química de vapor a alta temperatura (HTCVD); y pulverización catódica. Tales técnicas están conocidas en el arte y no descritas por brevedad.

Técnicas de deposición de vapor/deposición química de vapor y procesos han sido revelados ampliamente en la literatura, por ejemplo: Thin Solid Films, 1994, 252, 32-37; Vacuum technology by Ruth A. 3rd edition, Elsevier Publication, 1990, 311-319; Appl. Phys. Lett. 1992, 60, 1866-1868; Polymer Preprints, 1993, 34, 427-428; patentes US 6,265,026; 6,171,652; 6,051,321; 5,372,851 y 5,084,302. Por ejemplo, la aplicación de patente europeo EP 1 255 129 revela un procedimiento de deposición a vapor de una lámina delgada hidrófuga en un miembro óptico de plástico. La deposición de la lámina delgada se efectúa calentando un material poroso impregnado con un compuesto orgánico de silicio fluorífero y evaporizando el compuesto orgánico de silicio fluorífero que consiste de poliorganosilanos perfluoroalquilos o polisilanos perfluoroalquilos. IBM Technical Disclosure Bulletin, IBM CORP., Vol. 37, No. 11, p. 5-6 describe un procedimiento para depositar láminas delgadas líquidas en un sustrato por evaporización llevada de temperatura de un líquido en vacío seguido de una condensación en la superficie de un sustrato. El líquido consiste de poliéter polifluórico y está incluido en el material poroso. Por la presente se incorporan los documentos mencionados por referencia por sus lecciones en la formación de láminas o en la deposición de compuestos orgánicos en sustratos.

En cuanto a figura 4, un procedimiento de la presente invención y un sistema para formar láminas delgadas están descritos. En términos generales, una cámara 20 como p. ej. una cámara al vacío es utilizada en la presente invención. La cámara puede ser una caja rectangular de metal aislada con una portilla que está sellada por un anillo de cierre al cerrar y que permite la inserción y la toma de asuntos. La caja puede tener una cámara interior que opcionalmente está ligada a una bomba de alto vacío 22 capaz de crear un vacío de 0.0001 torr, por ejemplo. Ejemplos por cámaras incluyen bajo la designación comercial Satis p. ej. MC LAB 260, MC LAB 360, 900 DLS, 1200 TLS y 150, adquiribles de Satis Vacuum AG; aquellos bajo la designación comercial Univex, como p. ej. 300, 350 y 400, adquiribles de Leybold Vacuum; aquellos bajo la designación comercial Integrity[®] 36, 39, 44 y 50, adquiribles de Denton Vacuum, y aquellos bajo la designación comercial Balinit[®], adquiribles de Balzers.

La cámara puede ser equipada con diferentes dispositivos de calentación para al menos uno entre calentando la cámara 24, calentando/evaporizando el material anfifílico y calentando los sustratos 28. Se pueden usar varios dispositivos diferentes, como p. ej. electrodos resistivos, un calentador resistivo, un carrete, o un rayo electrónico o láser puede ser utilizado para calentar rápidamente los materiales anfifílicos a una temperatura alta para evaporización. Se puede usar un bloque de calentamiento eléctrico para este fin. El calentador puede calentar un crisol 30 en que el material compuesto 32 está colocado.

ES 2 341 610 T3

Los sustratos 34 a recubrir con una lámina delgada hidrofóbica de acuerdo con la invención son colocados adentro de la cámara, en cualquiera posición conveniente. El material compuesto 32 de un soporte poroso y el material anfifílico son colocados también en contacto con un dispositivo de calentamiento 26 adentro de la cámara 20 y la portilla se cierra. Aunque se muestra un arreglo conforme el material compuesto 32 de un soporte poroso y el material anfifílico y los sustratos 34 pueden ser colocados de cualquier manera. Un vacío fuerte de alrededor de $2 \times 10^{+2}$ a alrededor de 5×10^{-4} torr es aplicado a la cámara 20. Una válvula 36 que conecta la bomba 22 con la cámara 20 es cerrada para mantener la cámara 20 en alto vacío constante. El material anfifílico es calentado rápidamente para evaporizar el material. Las moléculas anfifílicas en fase de gas se desparraman de manera uniforme y muy rápida a lo largo de la cámara 20. Ya que las moléculas anfifílicas evaporizan el vacío adentro de la cámara puede aumentar levemente pero permanece en el margen de alrededor de $2 \times 10^{+2}$ a alrededor de 5×10^{-4} torr. La cámara 20 es mantenida en esta condición por un tiempo de alrededor de 10 segundos a alrededor de 60 minutos a la espesura es monitorizada por un cristal de cuarzo que puede estar montado en la cámara (para obtener la espesura deseada). Durante este tiempo las moléculas anfifílicas se autoensamblan y se adhieren a la superficie del sustrato 34 y forman una lámina delgada continuada uniforme. El sustrato 34 puede ser girado para favorecer una aplicación uniforme del material anfifílico a través de los sustratos 34.

Después del tiempo elegido la válvula 36 de la bomba de vacío es abierta para evacuar el material anfifílico excesivo en fase de gas de la cámara 20. Opcionalmente se puede usar una trampa de enfriamiento o un condensador entre la cámara y la bomba para condensar y atrapar el vapor excesivo de material anfifílico para que no escape a la atmósfera. Se deja aire puro a la cámara 20 a través de otra válvula 38, de esta manera elevándola a presión atmosférica, y la cámara 20 es abierta para remover los sustratos laminados 34.

La composición laminante puede ser caracterizada por FTIR y/o NMR usando los métodos conocidos en el arte. Se pueden determinar otras calidades químicas como el porcentaje de grupos hidroxílicos por métodos conocidos en el arte como p. ej. patente US 4,745,169. Se pueden usar todavía más calidades físicas y métodos de caracterización espectroscópica y están conocidos en el arte.

El material anfifílico y/o la lámina formada de ello tiene grupos hidroxílicos reactivos que están involucrados en enlaces químicos (de tipo hidrógeno y/o covalente) con el sustrato. Ya que la superficie del sustrato reacciona con humedad (moléculas transportadas por el aire) se forman enlaces covalentes con la superficie, similar al auto-ensamblaje de capas, de esta manera proveyendo una lámina delgada permanente transparente uniforme que es resistente a muchas condiciones drásticas. Esto es, retener sus excelentes calidades hidrofóbicas/oleofóbicas.

La lámina ofrece varias ventajas en estas superficies, incluyendo resistencia a rasguñas, protección de recubrimientos anti-reflexivos en lentes de gafas, protege superficies de la corrosión, barrera de humedad, reducción de fricción, antiestático, resistencia a manchas, resistencia a huellas dactilares y semejantes. Típicamente la lámina es de naturaleza hidrofóbica.

La lámina delgada formada en el sustrato usando el material compuesto de un soporte poroso impregnado con moléculas anfifílicas tiene una espesura uniforme a lo largo del sustrato. En una realización la espesura de la lámina delgada resultante es de alrededor de 1 nm a alrededor de 250 nm. Otros ejemplos pueden incluir una espesura de la lámina delgada resultante de alrededor de 2 nm a alrededor de 200 nm, o una espesura de la lámina delgada resultante de alrededor de 5 nm a alrededor de 100 nm, o una espesura de la lámina delgada resultante es de alrededor de 8 nm a alrededor de 20 nm. Se puede controlar la espesura de la lámina delgada ajustando los parámetros de deposición, por ejemplo, la duración en que el sustrato y el material compuesto permanecen en la cámara bajo uno de presión reducida, temperatura elevada, irradiación y/o corriente.

Por ejemplo, la lámina delgada es relativamente uniforme en que -cuando se asume que el sustrato tiene una superficie planar- la espesura de la lámina delgada no varía más de alrededor de 25 nm en la superficie de la parte planar del sustrato o alrededor de 15 nm en la superficie de la parte planar del sustrato.

La lámina delgada formada en el sustrato usando el material compuesto de un soporte poroso impregnado con moléculas anfifílicas es de naturaleza continua. En otras palabras, agujeritos y otros defectos laminares frecuentemente observados en láminas delgadas producidas convencionalmente están minimizados y/o eliminados.

En una realización, cuando se usa un polímero POSS como material anfifílico y un vidrio como sustrato, la formación de una capa de sílice (u otro óxido de metal) y de lámina delgada de material anfifílico puede ser efectuada en una sola cámara. Esto es porque no hace menester de exponer la capa de sílice a vapor de agua al formar la capa de material anfifílico polimérico POSS encima. Además la formación de cualquiera capa de material anfifílico polimérico POSS no es dañino y no impide el uso siguiente y repetido de la cámara para el susodicho proceso de dos pasos.

Los siguientes ejemplos ilustran la presente invención. Si no está indicado de otra manera en los siguientes ejemplos y en otra parte de la especificación y las reivindicaciones todas partes y porcentajes son de peso, todas las temperaturas están en centígrados y la presión está a o está cerca de la presión atmosférica.

ES 2 341 610 T3

Ejemplo 1

Tres litros de agua destilada son colocados en un vaso de precipitados de 5 l. Entonces se enfría el vaso de precipitados a alrededor de 5°C y se mantiene la temperatura por circulación a través de un enfriador. Sin embargo, se puede usar cualquier método conocido en el arte para mantener la temperatura, como p. ej. la adición de hielo. Se añade trichlorosilano octadecílico (300 g) a gotas mientras se revuelve y se mantiene la temperatura. La solución es entonces hidrolizada para generar un material fino cristalino. Se sigue revolviendo la mezcla de reacción para aproximadamente 30 minutos mientras se continua mantener la temperatura. Entonces se permite a la mezcla de reacción de volver a la temperatura ambiente mientras se revuelve. Después del retorno a la temperatura ambiente se revuelve la mezcla de reacción para aproximadamente 10 horas. Entonces la mezcla de reacción se filtra y se lava con agua para remover todo ácido, y después se seca. Mientras que la mezcla se seca al aire y entonces en un horno a 95°C para dos horas otros métodos de secar conocidos en el arte se pueden utilizar de alternativa. Después de secar la mezcla un polvo blanco con un punto de fusión de 70 - 72°C está generado.

Ejemplo 2

El procedimiento de Ejemplo 1 se repite, con excepción de que se usa trichlorosilano heptadecafluoro-1,1,2,3-tetrahidrodecílico en vez de trichlorosilano octadecílico. Después de secar la mezcla un polvo blanco con un punto de fusión de 67°C está generado.

Ejemplo 3

El procedimiento de Ejemplo 1 se repite, con excepción de que se usa trichlorosilano octílico en vez de trichlorosilano octadecílico. Después de secar la mezcla un aceite claro muy grueso está generado.

Ejemplo 4

Trimetoxisilano hexadecílico (25 g), 15 ml de agua destilada, 40 l de 2- propanol y 2 ml de HCl concentrado son revueltos en un frasco de 250 ml. En pocos minutos la mezcla se vuelve en un grueso precipitado blanco y se pone difícil de revolver. Se añade 100 ml adicionales de una mezcla agua/2-propanol 50:50, se revuelve la reacción a temperatura ambiente para 10 horas y después se calienta a 70°C para 2 horas para hidrolizar completamente y generar un polvo fino. La Aislamiento y filtración se realizan como en Ejemplo 1. La mezcla de reacción se seca entonces en un horno a 98°C para 2 horas. La mezcla se vuelve oleaginoso y solidifica al permanecer a temperatura ambiente. Se genera un sólido blanco ceroso con un punto de fusión de 65°C.

Ejemplo 5

El procedimiento de Ejemplo 4 se repite, con excepción de que se usa trietoxisilano tridecafluorooctílico y trimetoxisilano hexadecílico en una relación molar 1:1 en vez de trimetoxisilano hexadecílico. Se genera un semisólido.

Ejemplo 6

Se mezclan trietoxisilano tridecafluorooctílico y trimetoxisilano hexadecílico con relaciones de peso variadas. Además se añade tetraetoxisilano para que forme de alrededor de 5% a alrededor de 10% del peso total de la mezcla. La mezcla se hidroliza entonces bajo las condiciones experimentales de los Ejemplos 4 y 5. Sin embargo, se añade 2-etiloato de zinc (octoato de zinc) como catalizador de sustancia reticular al tetraetoxisilano hidrolizado para aumentar el número de sitios reactivos. Alcohol y agua son removidos por uso de un evaporador rotatorio a presión reducida. La mezcla generó unas pasta blanca semisólida.

Mientras que la invención ha sido explicada en relación a ciertas realizaciones es entendido que al leer la especificación varias modificaciones de ella serán evidentes a personas calificadas. Por ende es entendido que la invención revelada aquí está entendida de cubrir tales modificaciones que caben en el alcance de las reivindicaciones fijadas.

ES 2 341 610 T3

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para formar una lámina delgada en un sustrato que comprende:

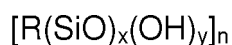
proporcionar un sustrato en una cámara;

formar una lámina de óxido en el sustrato en la cámara;

insertar un material compuesto que comprende un soporte poroso y un material anfífilo de silsesquioxano poliédrico oligomérico en la cámara, en donde el soporte poroso comprende un metal y comprende poros de un tamaño de poros promedio alrededor de 1 micrómetro a alrededor de 1000 micrómetros;

ajustar en la cámara al menos una temperatura del material compuesto de alrededor de 50 a alrededor de 300°C y una presión de alrededor de 0.000001 a alrededor de 760 torr para inducir una vaporización del material anfífilo de silsesquioxano poliédrico oligomérico; y

recuperar el sustrato con la lámina delgada encima, en donde el silsesquioxano poliédrico oligomérico tiene la fórmula:



donde R es un alquilo, hidrocarburo aromático, fluoroalquilo, éter alquilo, éter fluoroalquilo, que contiene de 1 a 30 átomos de carbono; x es de 1 a 4; y es de 1 a 4, y n es de 1 a 500.

2. El procedimiento de reivindicación 1, donde el material anfífilo de silsesquioxano poliédrico oligomérico comprende al menos uno elegido entre el grupo que consiste de poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano metoxibenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano t-butílico); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano ciclohexílico); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano fenílico); poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano bicicloheptílico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano metoxibenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano t-butílico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano ciclohexílico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano fenílico); poly(silsesquioxano p-hidroxifeniletílico-co-silsesquioxano bicicloheptílico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico-co-silsesquioxano metoxibenzóico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico-co-silsesquioxano t-butílico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico-co-silsesquioxano ciclohexílico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico-co-silsesquioxano fenílico); poly(silsesquioxano p-hidroxialfa-metilbenzóico-co-silsesquioxano bicicloheptílico); y poly(silsesquioxano p-hidroxibenzóico-co-silsesquioxano p-hidroxifeniletílico).

3. El procedimiento de reivindicación 1 o 2, donde la lámina delgada es formada con una velocidad de alrededor de 0.001 nm/sec o más y alrededor de 1 nm/sec o menos.

4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, donde el metal comprende al menos uno elegido entre el grupo que consiste de aluminio, latón, bronce, cromo, cobre, oro, hierro, níquel, paladio, platino, plata, acero inoxidable, estaño, titanio, tungsteno, zinc y zirconio.

5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-4, donde el material compuesto comprende además al menos uno de un disolvente orgánico no-polar, un catalizador laminante y un apagador.

6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-5, donde el sustrato comprende al menos uno de vidrio, vidrio con un recubrimiento antirreflexivo encima, sílice, óxido de germanio, cerámica, porcelana, fibra óptica, metal, plástico termoestable y termoplástico.

7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, donde el soporte poroso comprende poros de un tamaño de poros promedio de alrededor de 5 micrómetros a alrededor de 500 micrómetros.

8. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, donde el soporte poroso tiene una porosidad tal que absorbe de alrededor de 0.001 g a alrededor de 5 g del material anfífilo de silsesquioxano poliédrico oligomérico por cm³ del soporte poroso.

9. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-8, donde la presión está ajustada de alrededor de 0.00001 a alrededor de 200 torr.

10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-9, donde la lámina delgada tiene una espesura de alrededor de 1 nm a alrededor de 250 nm.

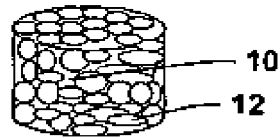


FIG. 1



FIG. 2



FIG. 3

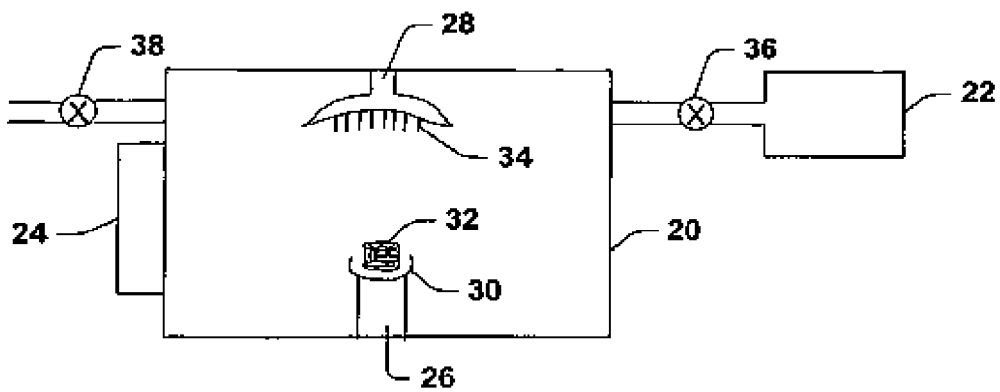


FIG. 4