

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7170677号

(P7170677)

(45)発行日 令和4年11月14日(2022.11.14)

(24)登録日 令和4年11月4日(2022.11.4)

(51)国際特許分類

F I

B 0 5 D	7/24 (2006.01)	B 0 5 D	7/24	3 0 1 W
B 0 5 D	7/04 (2006.01)	B 0 5 D	7/04	
B 0 5 D	3/06 (2006.01)	B 0 5 D	3/06	Z
B 3 2 B	9/00 (2006.01)	B 3 2 B	9/00	A

請求項の数 4 (全14頁)

(21)出願番号 特願2019-572188(P2019-572188)
 (86)(22)出願日 平成30年6月27日(2018.6.27)
 (65)公表番号 特表2020-525271(P2020-525271 A)
 (43)公表日 令和2年8月27日(2020.8.27)
 (86)国際出願番号 PCT/IB2018/054772
 (87)国際公開番号 WO2019/003153
 (87)国際公開日 平成31年1月3日(2019.1.3)
 審査請求日 令和3年6月25日(2021.6.25)
 (31)優先権主張番号 62/526,720
 (32)優先日 平成29年6月29日(2017.6.29)
 (33)優先権主張国・地域又は機関 米国(US)

(73)特許権者 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3
 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト
 オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリー
 エム センター
 (74)代理人 100130339
 弁理士 藤井 憲
 (74)代理人 100110803
 弁理士 赤澤 太朗
 (74)代理人 100135909
 弁理士 野村 和歌子
 (74)代理人 100133042
 弁理士 佃 誠玄

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 物品及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

物品の製造方法であって、熱軟化性フィルム上に配置された粒子コーティングを電磁放射線の変調源に曝露することを含み、前記電磁放射線の変調源はフラッシュランプを備え、前記粒子コーティングは、前記電磁放射線の変調源から離れる方向に向いており、前記粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ前記熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない、緩く結合した個別の粒子を含み、前記粒子コーティングが、パウダーラブレコーティングを含む、製造方法。

【請求項2】

前記粒子コーティングが、グラファイト又は六方晶窒化ホウ素のうちの少なくとも1つを含む、請求項1に記載の製造方法。

【請求項3】

前記粒子コーティングが、グラファイトから本質的になる、請求項1に記載の製造方法。

【請求項4】

前記粒子コーティングが、所定のパターンに従って前記パルス電磁放射線に曝露される、請求項1に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、広範には、熱軟化性フィルム (thermally-softenable film) 上の粒子コー

ティングの耐久性を改善する方法、及びそれによって調製可能な物品に関する。

【背景技術】

【0002】

基材上の特定の粒子（例として、グラファイト）のコーティングは、例えば、熱可塑性フィルムなどの基材に対して粒子を含有する粉末を擦ることによって形成することができる。このような粉末コーティングは、本明細書では「パウダーラブドコーティング（powder-rubbed coatings）」と称される。パウダーラブドコーティング及びそれらを形成する方法の例としては、米国特許出願公開第6,511,701（B1）号（Divigalpitia et al.）に開示されているものが挙げられる。しかしながらこのようなフィルムは、典型的には、溶媒による摩耗及び／又はすすぎといった方法によって損傷を受けやすい。

10

【発明の概要】

【0003】

第1の態様では、本開示は、熱軟化性フィルム上に配置された粒子コーティングを電磁放射線の変調源（例えば、フラッシュランプ）に曝露すること含み、該粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない、緩く結合した個別の粒子を含む、方法を提供する。

【0004】

この技術により粉末コーティングの耐久性が改善される一方で、代替的な加熱方法は、熱軟化性フィルムを損傷させる（例えば、反らせる）傾向があった。

20

【0005】

したがって、第2の態様では、本開示は、本開示の第1の態様の方法に従って製造された物品を提供する。

【0006】

第3の態様では、本開示は、その上に配置された粒子コーティングを有する熱軟化性フィルムを備える物品であって、該粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない個別の粒子を含み、並びに所定のパターンに対応する該粒子コーティングの少なくとも一部は、該所定のパターン内に配置されていない該粒子コーティングの少なくとも一部よりも可視光に対する透過率が高い、物品を提供する。

30

【0007】

第4の態様では、本開示は、その上に配置された粒子コーティングを有する熱軟化性フィルムを備える物品であって、該粒子コーティングは、互いに化学結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない個別の粒子を含み、並びにASTM D6279-15「高光沢被膜の耐擦摩耗性の標準試験法（Standard Test Method for Rub Abrasion Mar Resistance of High Gloss Coatings）」に従って、該粒子コーティングを、イソプロパノール中に3秒間浸漬した2インチ角のクロックメータクロス（Crockmeter cloth）を装着した25mmの摩擦要素で研磨した後の透過率における変化は、最大60パーセントである、物品を提供する。

【0008】

本明細書で使用する場合、

用語「可視光」とは、400～700ナノメートル（nm）の波長を有する電磁放射線を指す。

40

【0009】

用語「粉末」とは、微粒子の自由流動性収集（free-flowing collection）を指す。

【0010】

用語「パルス電磁放射線」とは、強度の増大した一連の分離スパイク（discrete spike）になるように変調される、電磁放射線を指す。スパイクは、無視できる若しくはゼロである電磁放射線のバックグラウンドレベルと比較してもよいが、又はこのバックグラウンドレベルは、粒子コーティング中における粒子のフィルムへの付着を増加させるのに実質

50

的に効果的でない、より高いレベルであってもよい。

【0011】

用語「熱軟化性」とは、加熱時に軟化可能 (softenable) であることを意味する。

【0012】

用語「粒子コーティング」とは、自由流動性であっても又は自由流動性でなくてもよい、微粒子のコーティングを指す。

【0013】

本開示の特徴及び利点は、詳細な説明及び添付の特許請求の範囲を考慮することにより更に理解されるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本開示に係る例示的な物品100の拡大概略側面図である。

【図2】実施例9 (EX-9) で使用されるマスクのデジタル写真である。

【図3】EX-9においてフラッシュランプ処理されたグラファイトコーティングフィルムのデジタル写真である。

【図4】溶媒浸漬したワイパーで研磨した後、EX-9においてフラッシュランプ処理されたグラファイトコーティングフィルムのデジタル写真である。

【0015】

多くの他の変更形態及び実施形態を当業者であれば考案することができ、それらは本開示の原理の趣旨及び範囲に入ることは理解されるべきである。

【発明を実施するための形態】

【0016】

有利には、本開示は、電磁放射線の変調源への曝露による瞬間的な加熱を使用して、熱軟化性フィルム上の粒子コーティングの耐久性 (例えば、溶媒研磨に対する) を向上させるための簡単な方法を提供する。

【0017】

ここで図1を参照すると、例示的な物品100は、その上に配置された粒子コーティング120を有する熱軟化性 (例えば、熱可塑性) フィルム110を備える。粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない個別の粒子を含む。

【0018】

熱軟化性フィルム上の粒子コーティングは、例えば、エアロゾル化パウダークラウド (aerosolized powder cloud) への曝露、粉体層との接触、溶媒系粉末分散コーティングによるコーティングとそれに続く溶媒の蒸発、及び／又はラビングプロセスを用いた粉末のトリボ接着 (triboadhesion) (乾燥粒子を基材に擦りつけてパウダーラッドコーティングを形成すること) を含む、様々な公知の方法で調製することができる。トリボ接着法の例は、米国特許出願公開第6,511,701 (B1) 号 (Divigalpitiya et al.)、同第6,025,014号 (Stango)、及び同第4,741,918号 (Nagybaczon et al.) に見出すことができる。残りの方法は当業者によく知られている。

【0019】

有用な粉末は、パルス電磁放射線の少なくとも1つの波長を吸収することができ、好ましくはパルス電磁放射線のエネルギーの大部分に相当する微小で緩く結合した粒子を含む。好適な粉末は、電磁放射線によって少なくとも実質的に影響を受けないが、その中程度から強程度の吸収剤であることが好ましい。これは、粉末粒子の化学的性質を変えずに、光 (電磁放射線) から熱への変換収率を最大化することが望ましい。

【0020】

好適な粉末としては、グラファイト、粘土、六方晶窒化ホウ素、顔料、無機酸化物 (例えば、アルミナ、カルシア、シリカ、セリア、酸化亜鉛、又はチタニア)、金属、有機ポリマー粒子 (例えば、ポリテトラフルオロエチレン、ポリフッ化ビニリデン)、カーバイ

10

20

30

40

50

ド（例えば、炭化ケイ素）、難燃剤（例えば、アルミニウム三水和物、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、ヘキサメタリン酸ナトリウム、有機ホスホネート、並びにそれらのホスフェート及びエステル）、カーボネイト（例えば、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、炭酸ナトリウム）、乾燥生物粉末（dry biological powder）（例えば、胞子、バクテリア）、及びそれらの組み合わせを含む粉末が挙げられる。好ましくは、粉末粒子は、0.1～100マイクロメートル、より好ましくは1～50マイクロメートル、そしてより好ましくは1～25マイクロメートルの平均粒径を有するが、これは必須ではない。グラファイト及び六方晶窒化ホウ素は、多くの用途において特に好ましい。

【0021】

いくつかの実施形態では、粒子コーティングは、適用後、粉末粒子（例えば、グラファイト粒子）から本質的に（すなわち、少なくとも98重量%、好ましくは少なくとも99重量%）なるか、又は粉末粒子からなることさえあり得る。

【0022】

電磁放射線への曝露の前に、粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない緩く結合した個別の粒子を含む。

【0023】

熱軟化性フィルムは、1つ以上の熱軟化性（例えば、軽度架橋された及び／又は熱可塑性）ポリマーを含んでもよい。熱軟化性フィルムを含めるのに好適であり得る例示的な熱軟化性ポリマーとしては、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリウレタン、ポリエーテルケトン（PEK）、ポリエチルエーテルケトン（PEEK）、ポリフェニレンスルフィド、ポリアクリル（例えば、ポリメチルメタクリレート）、ポリオレフィン（例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、二軸配向ポリプロピレン）、及びこれらの樹脂の組み合わせが挙げられる。

【0024】

パルス電磁放射線は、熱軟化性フィルムを充分に加熱して粒子コーティングをそれにより強く結合させるのに充分なフルエンス及びパルス持続時間（pulse duration）を発生させることができる、あらゆる源から発し得る。少なくとも3種類の源である、フラッシュランプ、レーザー、及びシャッター付きランプは、この目的について有効であり得る。適切な源の選択は、典型的には、例えば、線速度（line speed）、線幅（line width）、スペクトル出力、及びコストといった所望のプロセス条件に影響される。

【0025】

好ましくは、パルス電磁放射線は、フラッシュランプを使用して生成される。これらのうち、キセノン及びクリプトンフラッシュランプが最も一般的である。両方とも波長帯200～1000ナノメートルにわたって広く連続出力をするが、しかしながらクリプトンフラッシュランプは、750～900 nmの波長帯でより高い相対的な出力強度を有するキセノンフラッシュランプと比較して、300～750 nmの波長範囲においてより高い相対出力強度を有する。一般に、キセノンフラッシュランプは、ほとんどの用途、特にグラファイト粉末を含む用途に好ましい。多くの好適なキセノン及びクリプトンフラッシュランプは、Excelitas Technologies Corp.（Waltham, Massachusetts）及びHeraeus（Hanau, Germany）などの販売業者から市販されている。

【0026】

別の実施形態では、パルス電磁放射線は、パルスレーザーを使用して生成することができる。好適なレーザーとしては、例えば、エキシマーレーザー（例えば、XeF（351 nm）、XeCl（308 nm）、及びKrF（248 nm））、固体レーザー（例えば、ルビー694 nm）、並びに窒素レーザー（337.1 nm）を挙げることができる。

【0027】

更に別の実施形態では、パルス電磁放射線は、連続する光源及びシャッター（好ましくは、シャッターの過熱を低減するための回転口径（rotating aperture）／シャッター）を使用して生成される。好適な光源としては、高圧水銀ランプ、キセノンランプ、及びメ

10

20

30

40

50

タルハライドランプが含まれ得る。

【0028】

効率を最大にするために、電磁放射スペクトルが粉末粒子によって強く吸収される波長で最も強力であることが好ましいが、これは必須ではない。同様に、反射性粉末 (reflective powder) の場合、電磁放射スペクトルは、粉末が少なくとも反射性であるスペクトル領域において最も強力であることが好ましいが、これは必須ではない。

【0029】

好ましくは、パルス電磁放射線源は、高強度（単位面積当たりの高出力）を有する高フルエンス（エネルギー密度）を生成することができるが、これは必須ではない。これらの条件により、十分な熱が吸収されて、粉末粒子のフィルムへの接着が増大することは確実に
10
となる。しかしながら、強度とフルエンスとの組み合わせは、熱軟化性フィルムのアブレーション (ablation)、過剰な劣化 (excessive degradation)、又は揮発を引き起こすほど、極めて大きく／高くあるべきではない。適切な条件の選択は、当業者の能力の範囲内である。

【0030】

粉末粒子と相互作用することができない熱軟化性フィルムの内部部分の加熱を最小限に抑えるために、パルス持続時間は、は短いことが好ましく、例えば、10ミリ秒未満、1
20
ミリ秒未満、100マイクロ秒未満、10マイクロ秒未満、又は更には1マイクロ秒未満であるが、これは必須ではない。

【0031】

連続製造プロセスにおいて高線速度を達成するために、パルス電磁放射線が好ましくは強力であるべきであるだけでなく、曝露領域は好ましくは大きく、そしてパルス繰り返し率 (pulse repetition rate) は、好ましくは高速（例えば、100～500 Hz）である。

【0032】

有利には、変調された電磁放射線は、所定のパターンに従って透過領域及び非透過領域を有するマスク (mask) を通過することができる（例えば、図2を参照）。したがって、粒子コーティングの露出領域は、粒子コーティングの露出していない領域よりも可視光に対してより透明になり得る（図3参照）。随意的の現像ステップ（例えば、溶媒浸漬したワイパーによる軽度の摩耗）の後、粒子コーティングは、露出していない（すなわち、ブロッ
30
ックされた）領域内で実質的に又は完全に除去される一方で、所定のパターンに従って露出領域内に留まる（図4参照）。

【0033】

本開示の選択された実施形態

第1の実施形態では、本開示は、熱軟化性フィルム上に配置された粒子コーティングを電磁放射線の変調源に曝露することを含み、該粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない、緩く結合した個別の粒子を含む、方法を提供する。

【0034】

第2の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、グラファイト又は六方晶窒化ホウ素のうちの少なくとも1つを含む、第1の実施形態に記載の方法を提供する。
40

【0035】

第3の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、グラファイトから本質的になる、第1又は第2の実施形態に記載の方法を提供する。

【0036】

第4の実施形態では、本開示は、電磁放射線の変調源が、フラッシュランプを備える、第1～第3の実施形態のいずれか1つに記載の方法を提供する。

【0037】

第5の実施形態では、本開示は、電磁放射線の変調源が、パルスレーザーを備える、第1～第3の実施形態のいずれか1つに記載の方法を提供する。
50

【0038】

第6の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、パウダーラブレコーティングを含む、第1～第3の実施形態のいずれか1つに記載の方法を提供する。

【0039】

第7の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、所定のパターンに従ってパルス電磁放射線に曝露される、第1～第6の実施形態のいずれか1つに記載の方法を提供する。

【0040】

第8の実施形態では、本開示は、第1～第7の実施形態のいずれか1つに記載の方法に従って製造された、物品を提供する。

【0041】

第9の実施形態では、本開示は、その上に配置された粒子コーティングを有する熱軟化性フィルムを備える物品であって、該粒子コーティングは、互いに共有結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない個別の粒子を含み、並びに所定のパターンに対応する該粒子コーティングの少なくとも一部は、該所定のパターン内に配置されていない該粒子コーティングの少なくとも一部よりも可視光に対する透過率が高い、物品を提供する。

【0042】

第10の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、グラファイト又は六方晶窒化ホウ素のうちの少なくとも1つを含む、第9の実施形態に記載の物品を提供する。

【0043】

第11の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、グラファイトから本質的になる、第9又は第10の実施形態に記載の物品を提供する。

【0044】

第12の実施形態では、本開示は、熱軟化性フィルムが、ポリエチレンテレフタレートを含む、第9～第11の実施形態のいずれか1つに記載の物品を提供する。

【0045】

第12の実施形態では、本開示は、熱軟化性フィルムが、ポリエチレンテレフタレートを含む、第9～第11の実施形態のいずれか1つに記載の物品を提供する。

【0046】

第13の実施形態では、本開示は、所定のパターンが、回路トレースを含む、第9～第12の実施形態のいずれか1つによる物品を提供する。

【0047】

第14の実施形態では、本開示は、所定のパターン内に配置されていない粒子コーティングの少なくとも一部が、パウダーラブレコーティングを含む、第9～第13の実施形態のいずれか1つに記載の物品を提供する。

【0048】

第15の実施形態では、本開示は、その上に配置された粒子コーティングを有する熱軟化性フィルムを備える物品であって、該粒子コーティングは、互いに化学結合しておらず、かつ該熱軟化性フィルム以外のバインダー材料中には保持されない個別の粒子を含み、並びにASTM D6279-15「高光沢被膜の耐擦摩耗性の標準試験法」に従って、該粒子コーティングを、イソプロパノール中に3秒間浸漬した2インチ角のクロックメータクロスを着した25mmの摩擦要素で研磨した後の透過率における変化は、最大60パーセントである、物品を提供する。

【0049】

第16の実施形態では、本開示は、粒子コーティングが、パウダーラブレコーティングを含む、第15の実施形態に記載の物品を提供する。

【0050】

第17の実施形態では、本開示は、所定のパターンに対応する粒子コーティングの少なくとも一部が、所定のパターン内に配置されていない粒子コーティングの少なくとも一部よりも可視光に対する透過率が高い、第15又は第16の実施形態に記載の物品を提供

10

20

30

40

50

する。

【0051】

本開示の目的及び利点は以下の非限定的な実施例によって更に例証されるが、これらの実施例に引用される具体的な材料及びそれらの量、並びにその他の条件及び詳細は、本開示を過度に制限しないものと解釈されるべきである。

【実施例】

【0052】

特に記載のない限り、実施例及び本明細書のその他の箇所における全ての部、百分率、比などは、重量によるものである。実施例で使用された全ての試薬は、例えば、Sigma-Aldrich Company (Saint Louis, Missouri) などの一般的な化学薬品供給業者から入手された若しくは入手可能であり、又は従来の方法によって合成することができる。

【0053】

【表1】

実施例で使用した材料

名称	説明
メリネックスPET	ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルム、厚さ125マイクロメートル、ガラス転移温度(T_g) 76°C、DuPont Dejin Films (Chester Virginia) より MELINEX ST505 ポリエステルフィルムとして入手
Bare PET	PETフィルム、2mil、厚さ(51マイクロメートル)
MICRO 850	グラファイト粉末、粒径3~5マイクロメートル、表面積13m ² /g、抵抗率0.088オームcm、Ashbury Graphite Mills, Inc. (Kittanning, Pennsylvania) より MICRO 850 グラファイトとして入手
イソプロパノール(IPA)	溶媒、Aldrich Chemical Company (Milwaukee, Wisconsin) より入手

【0054】

基材上にグラファイトをコーティングするための一般的な方法

以下に記載の実施例及び比較例を作成するために、PETフィルム上に少量のMICRO 850を配置することによって、PETフィルム上にグラファイトコーティングを適用した。次いで、ウール研磨ボンネットを装備した10インチ(25.8cm)のWEN 10PMCランダム軌道ワクサー／ポリッシャー(WEN Product (Elgin, Illinois))を使用して、グラファイトをフィルムに擦りつけた。PETフィルム上に堆積されたグラファイトコーティングの相対量は、4点プローブ及び／又は光透過率を使用して表面抵抗率を測定することによって決定した。

【0055】

実施例EX-1~EX-12及び比較例CEX-A~CEX-Cについては、BYK Additives and Instruments (Wesel, Germany) のHAZE-GARD PLUSヘイズメーターを使用して、可視光透過率を測定した。

【0056】

実施例EX-6~EX-8に関して、EDTM, Inc (Toledo, Ohio) 製のRC2175 R-CHECK表面抵抗率測定器を使用して、表面抵抗率を測定した。

【0057】

比較例CEX-D~CEX-Lに関して、Ocean Optics (Dunedin, Florida) 製のFlame-T-XR1-ES分光器を使用して、光透過率を測定した。これらの透過率測定を、325~1000nmの波長の範囲にわたって記録し、平均化した。

【0058】

より厚いコーティングが望まれる場合、より多くのグラファイトが適用され、コーティングステップが繰り返された。

【0059】

耐久性を測定するための一般的な方法

以下に記載の実施例及び比較例に従って調製した試料を、耐久性（コーティングの弾力性）について試験した。

【0060】

Taber Industries (North Tonawanda, New York) 製のモデル 5750 リニア摩耗試験機を使用して、グラファイトコーティングフィルム標本の耐久性を評価した。CEX-A、CEX-B、EX-1～EX-9、及び CEX-D～CEX-L については、リニア摩耗試験機上の 25mm の平坦なヘッドを、Kimberly-Clark 製の L40 WYPALL 汎用ワイパーで被覆し、イソプロパノールで飽和した。次いで、フィルムを、5750 リニア摩耗機を使用して摩耗を 60 サイクル／分で合計で 1 分間に供して、ヘッド上に 350 g の合計質量荷重 (mass loading) を得た。CEX-C 及び EX10～EX12 を、イソプロパノール中に 3 秒間浸漬した 2 インチ (5.1 cm) 角のクロックメータクロスを着装した 25mm の摩擦要素で、ASTM インターナショナル (West Conshohocken, Pennsylvania) 製の ASTM D6279-15 「高光沢被膜の耐擦摩耗性の標準試験法」に従って耐久性について評価した。クロックメータクロスは、Testfabrics, Inc. (West Pittston, Pennsylvania) から入手可能である。クロックメータクロスは、ASTM D3690-02 (2009) 「Standard Performance Specification for Vinyl-Coated and Urethane-Coated Upholstery Fabrics-Indoor」の仕様に準拠する。耐久性試験前及び後に、グラファイトコーティングフィルム標本の透過率を測定した。全ての透過率測定は、少なくとも 3 回の測定値の平均を表す。

【0061】

透過率の報告された全てのパーセント変化は、以下の等式から計算した。

【数 1】

$$\Delta T(\%) = \frac{T_C - T_{\text{研磨後}}}{T_C - T_{\text{フィルム}}} \times 100$$

【0062】

式中、 $T_{\text{フィルム}}$ とは、下地ポリマーフィルム (underlying polymer film) の透過率であり、 T_C とは、コーティング及び処理が適用された後の同一フィルムの透過率であり、そして $T_{\text{研磨後}}$ とは、所望の回数の研磨サイクルに供された後のコーティングの透過率である。フィルムの透過率値は、使用される基材の品質に応じておよそ $92 \pm 5\%$ が典型的である。透過率におけるより小さい変化 ($\Delta T(\%)$) は、元のフィルム上の炭素の総画分のより高い保持率を示す。

【0063】

実施例 EX-1～EX-12 及び比較例 CEX-A～CEX-C

上記のように調製したグラファイトコート PET 基材フィルムに、Intense Pulsed Light (IPL) 照射をすることによって、CEX-A～CEX-C 及び EX-1～EX-12 を調製した。IPL の全ての場合において、使用した源は、Xenon Corporation (Wilmington, Massachusetts) 製のタイプ C バルブを備えた SINTERON S-2100 Xe フラッシュランプであった。

【0064】

CEX-A 及び EX-1 に関して、基材は Bare PET であった。EX-1 をフラッシュランプの下に置き、グラファイトコート表面を上向きにし、パルス速度 1 Hz 及びエネルギー密度 0.4 J/cm^2 で 10 回処理した。

【0065】

CEX-B は、基材がメリネックス PET であったことを除いて、CEX-A と同様に調製した。

【0066】

EX-2は、基材がメリネックスPETであり、パルス速度1Hz及びエネルギー密度 0.3 J/cm^2 で5回処理したことを除いて、EX-1と同様に調製した。

【0067】

EX-3及びEX-4は、フィルムをパルス速度1Hz及びエネルギー密度 0.5 J/cm^2 (EX-3) 及び 1.0 J/cm^2 (EX-4) で1回処理したことを除いて、EX-2と同様に調製した。

【0068】

EX-5は、グラファイトコート表面がフラッシュランプバルブから離れる方向に向いているようにフィルムを裏返したことを除いて、EX-4と同様に調製した。

【0069】

以下の表1は、Bare PET及びメリネックスPETに対するIPL効果を報告する。

【0070】

【表2】

表1

実施例	IPLパルス	1パルス当たりの エネルギー密度 (J/cm^2)	ΔT (%)
CEX-A	0	0	100.0
EX-1	10	0.4	13.3
CEX-B	0	0	98.3
EX-2	5	0.3	29.9
EX-3	1	0.5	20.9
EX-4	1	1.0	10.5
EX-5	1	1.0	5.4

【0071】

EX-6～EX-8は、各実施例の異なる表面抵抗率値を達成するために、異なる量のグラファイトで3枚の別個のBare PETシートをコーティングすることによって調製した。EX-6～EX-8は、をフラッシュランプの下に置き、グラファイトコート表面を上向きにし、パルス速度1Hz及びエネルギー密度 0.4 J/cm^2 で10回処理した。以下の表2は、%における透過率 ΔT の変化を報告する。

【0072】

【表3】

表2

実施例	初期表面抵抗率(Ω /平方)	ΔT (%)
EX-6	250	14.5
EX-7	564	22.3
EX-8	975	23.4

【0073】

EX-9について、グラファイトでコーティングされた基材はBare PETであった。IPLに曝露する前に、クロム／ガラスパターン化フォトマスク (図2に示す) をフラッシュランプとグラファイトとの間に配置した。マスクに直接隣接する領域はマスクされていない領域として示され、マスクの下領域はIPLから遮蔽され、かつマスクされた領域として示される。加えて、フォトマスクは、およそ250マイクロメートルの幅を有するか又は約500マイクロメートルの幅を有するクロム層内に、直線形状の開口を含

んだ。これは、これらのコーティングがパターン化される能力を示し、マスクの開口部は、粒子保持の改善のための所望のパターンを表す。表3は、マスクされた及びマスクされていない（パターン化された）グラファイトコートPETの粒子保持に対するIPLの効果を報告する。

【0074】

図3は、開口部及びマスクされた部分の下にある部分を伴う、得られたパターンを示す。図4は、上述のように摩耗に供した後に得られたパターンを示し、開口の下部分は炭素でコーティングされたままであり、マスクされた部分は摩耗に起因して炭素を欠いている。

【0075】

【表4】

表3

EX-9	ΔT (%)
マスクされた部分	99.3
マスクされていない部分	15.0

【0076】

CEX-C及びEX-10に関して、基材はBare PETであった。EX-10をフラッシュランプの下に置き、グラファイトコート表面を上向きにし、パルス速度1Hz及びエネルギー密度 0.4 J/cm^2 で10回処理した。

【0077】

EX-11は、EX-10よりも高い表面抵抗率値を達成するために、異なる量のグラファイトでフィルムをコーティングしたことを除いて、EX-10と同様に調製した。

【0078】

EX-12は、基材がメリネックスPETであり、パルス速度1Hz及びエネルギー密度 0.3 J/cm^2 で5回処理したことを除いて、EX-10と同様に調製した。

【0079】

以下の表4は、%における透過率 ΔT の変化を報告する。

【0080】

【表5】

表4

実施例	IPLパルス	1パルス当たりの エネルギー密度 (J/cm^2)	ΔT (%)
CEX-C	0	0	79.4
EX-10	10	0.4	5.9
EX-11	10	0.4	11.1
EX-12	5	0.3	8.2

【0081】

比較例CEX-D～CEX-L

CEX-D～CEX-Lについては、いくつかのBare PETシートを上述のようにグラファイトでコーティングし、粒子保持を誘導するためにいくつかの異なる方法に供した。

【0082】

CEX-D～CEX-Fについては、グラファイトコートBare PETフィルムを、温度制御されたヒートガン(Steinel Electronic Heat Gun、モデルHL2010 E、タイプ3482、Steinel America Inc. (Bloomington, Minnesota) 製)からの熱を吹きかけた。ヒートガ

10

20

30

40

50

ンがレベルⅠⅠに設定されている状態で、ノズルの端部は、フィルム表面の２インチ（約５ｃｍ）すぐ上に位置し、それはテープでベンチトップに固定され、そして所与の時間フィルムに熱を加えた。

【００８３】

ＣＥＸ－Ｇ～ＣＥＸ－Ｊについては、グラファイトコートＢare ＰＥＴフィルムを電子ビーム照射に供し、電子ビームシステム（モデルＣＢ－３００ ＥＬＥＣＴＲＯＮ ＢＥＡＭ ＳＹＳＴＥＭ、Energy Sciences, Inc. (Wilmington, Massachusetts) 製）を用いて実施した。コーティングされたＰＥＴ標本を、移動するＰＥＴウェブにテープで貼り付け、１１０ｋｅＶ．の電圧で電子ビームプロセスを通して運んだ。カソードに印加されるウェブ速度及び電子ビーム電流を変化させて、標的線量の送達を確実にした。

10

【００８４】

ＣＥＸ－Ｋ～ＣＥＸ－Ｌについては、グラファイトコートＢare ＰＥＴフィルムを、実験室の延伸機（Bruckner Maschinenbau、モデルKaro IV Biaxial Stretcher、Bruckner Maschinenbau GmbH & Co. KG (Siegsdorf, Germany) 製）を使用して二軸歪みに供した。機械のオープンを１５０℃に設定し、試料をオープン内に５分間置いた後、１秒当たり１％の一定速度で二軸延伸した。

【００８５】

表５～７は、ヒートガン（表５）、電子ビーム（表６）、及び二軸延伸（表７）曝露が、粒子保持率（ ΔT （％）、透過率の平均正規化変化）を有していたことをまとめる。ヒートガンの場合、２３２℃を超える出力及び／又は１０分より長い出力もまた適用されたが、ポリマーの過度な熱劣化又は製造のための非現実的な加工条件の両方をもたらすことが見出された。二軸延伸の場合、５％より大きい延伸もまた適用されたが、フィルム破壊をもたらすポリマーの過剰な張力をもたらすことが見出された。

20

【００８６】

【表６】

表５

実施例	温度 (°C)	継続時間 (分)	ΔT (%)
CEX-D	232	1	90.4
CEX-E	232	5	89.1
CEX-F	232	10	81.3

30

【００８７】

【表７】

表６

実施例	線量 (MRad)	ΔT (%)
CEX-G	2.5	90.0
CEX-H	5	88.9
CEX-I	10	91.3
CEX-J	20	90.4

40

【００８８】

50

【表 8】

表 7

実施例	温度 (°C)	伸張 (%)	Δ T (%)
CEX-K	150	0	92
CEX-L	150	5	93.8

10

20

30

40

50

【図面】
【図 1】

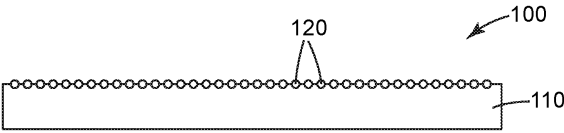


Fig. 1

【図 2】

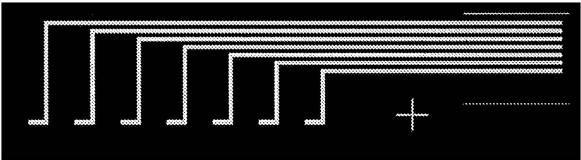


Fig. 2

【図 3】

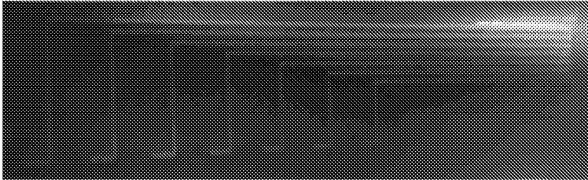


Fig. 3

【図 4】

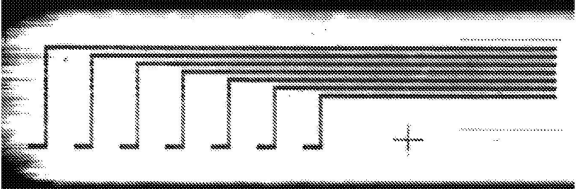


Fig. 4

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (74)代理人 100171701
弁理士 浅村 敬一
- (72)発明者 クレイトン, メーガン エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ブリオロ, モーガン エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ゲッチェル, ジョエル エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 コーベ, テイラー ジェイ.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ヨルデム, オヌル シナン
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 クーンズ, ベンジャミン アール.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- (72)発明者 ヴァンドレ, エリック エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
33427, スリーエム センター
- 審査官 市村 脩平
- (56)参考文献 特開2009-124029 (JP, A)
特表2003-532528 (JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
B05D1/00-7/26
B32B1/00-43/00