

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁶ F24J 2/48 H01L 31/0236	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2000년04월01일 10-0249980 1999년 12월29일
(21) 출원번호 (22) 출원일자 번역문제출일자 (86) 국제출원번호 (86) 국제출원일자 (81) 지정국	10-1993-0703967 1993년 12월21일 1993년 12월21일 PCT/US 92/04512 1992년05월27일 AP ARIPO특허 : 말라위 수단 EA EURASIAN특허 : 러시아 EP 유럽특허 : 오스트리아 스위스 리히텐슈타인 독일 덴마크 스페인 핀란드 영국 룩셈부르크 네덜란드 스웨덴 OA OAPI특허 : 부르키나파소 베냉 중앙아프리카 콩고 코트디부아르 카 메룬 가봉 기네 말리 모리타니 니제르 세네갈 차드 토고 국내특허 : 오스트레일리아 바베이도스 불가리아 브라질 캐나다 헝가리 일본 북한 대한민국 스리랑카 마다가스카르 노르웨이 루마니아 몽고 폴란드	(65) 공개번호 (43) 공개일자 (87) 국제공개번호 (87) 국제공개일자
(30) 우선권주장	7/720,188 1991년06월24일 미국(US)	
(73) 특허권자	미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩처링 캠퍼니 스프레이그 로버트 월터	
(72) 발명자	미합중국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오. 박스 33427 3층 센터 데브 마크 케이.	
(74) 대리인	미합중국 미네소타 55133-3427 세인트 폴 피.오.박스 33427 나영환, 이상섭	

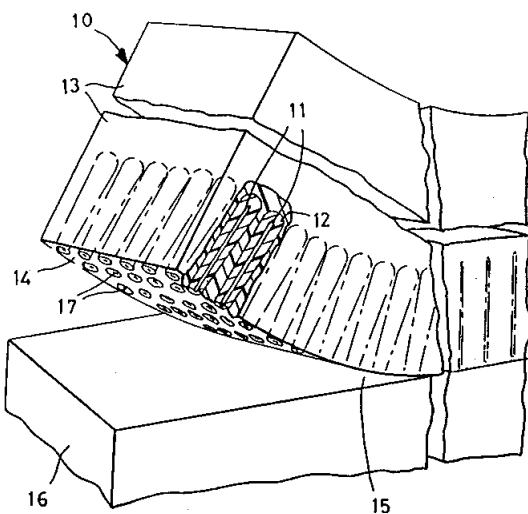
심사관 : 김상희

(54) 배향된 미세구조체를 포함한 복합 물질

요약

본 발명은 층(13) 내부에 불연속적인 미세구조체(11)가 일부 봉입된 복합물질(10)을 제공하기 위한 것이다. 본 발명의 물질은 예를 들면 선별적인 태양광선 흡광체, 평판 태양광선 집광판, 태양광선 흡광 패널 및 태양 전지와 같은 가시광선 흡광 장치에 유용하다.

대표도



명세서

[발명의 명칭]

배향된 미세구조체를 포함한 복합 물품

[발명의 상세한 설명]

[발명의 분야]

본 발명은 층내부에 부분적으로 봉입시킨 균일 또는 무작위 배향된 미세구조체(microstructure)를 포함하는 복합 물품에 관한 것이다. 다른 양태에 있어, 본 발명은 상기 복합 물품을 제조하는 방법에 관한 것이다.

[발명의 배경]

미세구조체층 또는 원주상-구조체층을 포함하거나 나타내는 복합 물품은 당해 기술 분야에 개시된 바 있다.

예를 들어, 미합중국 특허 제 4,410,565 호(kitamoto 등)에는 자기 녹음 매체로서 유용한 것으로 언급된 물품에 대해 기재되어 있는데, 이 때 이 물품은 표면상에 열가소성 초벌-피복층 즉, 그 상부로부터 초벌 피복층으로 적어도 일부 침투되고 그 사이에 통합된 원주상에 그라인을 가진 강자성(ferromagnetic)금속 층이 제공된 기판을 포함한다. 상기한 물품을 제조하는 방법도 또한 개시되어 있다. 그 외에도, 미합중국 특허 제 4,588,656호(kitamoto)는 자기 녹음 매체로서 유용한 것으로 언급된 물품을 제조하는 방법에 대해 교시하고 있는데, 이 방법은 기판상에, 떨어져 위치한 원주상 그라인 구조체를 가진 강자성 금속 박막을 증착시키고, 원주상 그라인 구조체 사이의 공간을 액형의 적어도 하나의 유기 단량체 또는 올리고머로 함침시키며, 적어도 원주상 그라인 구조체 사이의 공간에 단량체 또는 올리고머를 중합시켜 생성된 중합체가 강자성 금속 박막과 통합되도록 하는 것을 포함한다.

미합중국 특허 제 4,560,603호(Giacomei)에는 (a) 전자기장내에 특징으로서 바람직한 배향을 가진 위스커(whisker)를 제공하고, (b) 섬유를 그 사이에, 점성재를 가진 거의 오버랩핑된 관계로 위치시켜 복합 매체를 형성시키며, (c) 점성재내에 위스커를 배치하고, (d) 위스커를 바람직한 방향으로 선택적으로 배향하도록 하기에 효과적인 형태로 위스커 주위에 자기장을 적용시키며, (e) 복합 매체를 경화시켜 적층물을 형성하면서 동시에 위스커를 바람직한 방향으로 유지시키는 단계를 포함하여 고강도 적층 복합-구조재를 제조하는 방법이 교시되어 있다.

미합중국 특허 제 4,774,122 호(Adler)에는 마이크로덴드라이트(microdendrite)의 배열을 통해 결합되도록 금속층으로 피복가능한 수지성 표면을 가진 수지성 제품에 대해 기술되어 있다. 상기 제품을 제조하는 방법도 또한 개시되어 있다.

미합중국 특허 제 4,812,352호 및 제 5,039,561호(Debe) 및 유럽 특허 출원 제 0 258 752 호는 균일하게 배향된, 결정상의, 고품, 유기성 나노미터-크기 미세구조체를 포함한 미세층(미세구조층)을 보유한 기판을 포함하는 물품 및 그 제조 방법을 교시하고 있다. 또한, 미합중국 특허 제 4,812,352 호 및 제 5,039,561 호에는 미세층을 임의로 상사 피복(conformal coating)하고 이 상사-피복된 미세층을 봉입하는 것에 대해 교시되어 있다.

문헌 「Kam 등, "Summary Abstract : Dramatic Variation of the Physical Microstructure of a Vapor Deposited Organ Thin Film," J. Vac. Sci. Technol. A, 5, (4), 1987년 7월/8월, pp. 1914-16」에는 유기성 미세구조체(또는 위스커)를 제조하는 진공 증착 방법에 대해 교시되어 있다.

문헌 「Debe 등, "Vacuum Vapor Deposited Thin Films of a Perylene Dicarboxide Derivative : Microstructure Versus Deposition Parameters," J. Vac. Sci. Technol. A, 6, (3), 1988년 5월/6월, pp. 1907-11」은 유기 미세구조체를 산출하는 진공 증착 방법에 대해 교시하고 있다.

문헌 「Debe 등, "Effect of Gravity on Copper Phthalocyanine Thin Films III : Microstructure Comparisons of Copper Phthalocyanine Thin Films Grown in Microgravity and Unit Gravity," Thin Solid Films, 186, 1990년, pp.327-47」에는 마이크로중력중에 그리고 지표면상에 물리적 증기 이송에 의해 성장된 유기성 미세구조체 표면에 대해 기재되어 있다.

문헌 「Sadaoka 등, "Effects of Morphology on NO₂ Detection in Air at Room Temperature with Phthalocyanine Thin Films," J. Mat. Sci., 25, 1990년, pp.5278-68」은 공기중에서 니켈 프탈로시아닌 위스커막을 아닐링(annealing)함으로써 니켈 프탈로시아닌 위스커를 성장시키는 방법에 대해 교시하고 있다.

문헌 「Dirks 등, "Columnar Microstructure in Vapor-Deposited Thin Films", Thin Solid Films, 47, 1977, pp. 219-33」에는 원주상 미세구조체를 제조하기 위해 당해 기술 분야에 공지된 방법이 보고되어 있다.

미합중국 특허 제 3,969,545 호(Slocum)에는 유기성 또는 무기성 미세구조체를 제조하는 진공 증착 기술에 대해 기재되어 있다. 미세구조체 표면은 가시광선부에서 적외선부까지의 파장에 걸쳐 우수한 극성 특성을 가지는 것으로 언급된다.

문헌 「Ohnuma 등, "Amorphous Ultrafine Metallic Particles Prepared By Sputtering Method," Rapidly Quenched Metals (Proc. of the Fifth Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, Wurzburg, Germany, Sept. 3-7, 1984), S. Steeb등., eds., Elsevier Science Publishers B.B., New York (1985), pp. 1117-24」는 중합체 표면을 이온 에칭하고 rf 스퍼터 에칭하여 제조한 미세구조체 표면을 기술하고 있다.

미합중국 특허 제4,568,598호(Bilkadi 등)에는 0.1 내지 5.0 μ m 범위 크기의 니들 또는 표면 용기부 및 0.01 내지 1.0 μ m범위의 축의 갈라진 틈을 포함하여 0.01 내지 10 μ m 범위의 중형비를 가진 스위트-형 복합 물품에 대해 교시되어 있다.

미합중국 특허 제4,340,276호(Maffit 등)은 복합물 표면을 저속 스퍼터 에칭 및 차등 스퍼터 에칭시키는 물질의 불연속적인 피복층을 침착시켜 임의의 높이의 피라미드-형 마이크로페데스탈(micropedestal) 및 갈라진 틈의 위상을 생성하는 단계를 포함하여, 물품의 표면에 미세구조체를 만드는 방법을 기술하고 있다.

문헌 「Oehrlein 등, “Study of Sidewall Passivation and Microscopic Silicon Roughness Phenomena in Chlorine-Based Reactive Ion Etching of Silicon Trenches,” J. Vac. Sci. Technol. 8, 8, (6), 1990년 11월/ 12월, pp. 1199-1211」에는 사진석판술 및 반응성 이온 에칭법을 이용하여 패턴형성한 구조물에 대해 교시되어 있다.

문헌 「Floro 등, “Ion-Bombardment-Induced Whisker Formation On Graphite,” J. Vac. Sci. Technol. A, 1, (3), 1983년 7월 -9월 pp. 1398-1402」은 이온 충격 과정에 의해 생성된 그래파이트 위스커-형 구조물을 기술하고 있다.

미합중국 특허 제4,252,865호(Gilbert 등)에는 비교적 큰 종횡비의 외향 돌출된 구조체의 배열을 가지며 태양 에너지 스펙트럼내 파장 크기 정도이거나 그 범위내에 포함되는 효과적인 측면 공간을 가지는 것을 특징으로 하는 태양에너지 흡수 표면에 대해 교시되어 있다. 태양 에너지 흡수 표면을 만드는 상기 문헌에 기술된 방법은 스퍼터링된 무정형의 반도체 물질(예, Ge)을 에칭하는 것을 포함한다.

미합중국 특허 제 4,396,643호(Kuehn 등)에는 높이와 형상이 다양한 무작위 배치된 다수의 불연속 돌기를 특징으로 하는 미세구조체 표면을 가진 금속층이 기술되어 있다. 이 미세구조체 표면은 방사선 흡광체로서 유용한 것으로 언급된다.

문헌 「Lee 등, “Measurement and Modeling of the Reflectance-Reducing Properties of Gradient Index Microstructured Surfaces,” Photo. Sci. and Eng., 24, (4), 1980년 7월/8월, pp. 211-16」은 가시광선 파장에 필적할만한 구조체 치수를 가진 미세구조체 표면에 대해 기술하고 있다.

미합중국 특허 제4,148,294호(Scherber 등)에는 높은 비율로 입사하는 태양 에너지를 흡수하고 흡수된 에너지중 소부분만을 방사할 수 있는 것으로 언급되는 패널에 대해 기술되어 있으며, 이때 이 패널은 (a) 주로 알루미늄으로 구성된 연속적인 금속 기관, (b) 기관의 표면을 덮으며 이에 완전 결합되어있고, 주로 산화 알루미늄으로 구성되어 있으며, 기관으로부터 떨어지게 지향된 그리고 0.1 내지 1 μ m 떨어져 위치한 직경 0.1 내지 0.5 μ m의 다수의 공극이 형성된 표면을 가진 양극산화처리된 층 및 (c) 각각 공극내에 수용되어 있고 표면의 밖으로 수직 돌출된 다수의 장형 금속체를 포함한다.

미합중국 특허 제4,155,781호(Diepers)에는 (a) 위스커의 성장 및 발아를 유리하게 하는 기관을 제공하고, (b) 반도체 물질이 용해되는 제제로 다수의 편재된 영역을 침착시키며, (c) 그 영역에서 증기 액체 고체(VLS)법에 의해 반도체 물질의 위스커를 성장시키고, (d) p 또는 n 도핑 물질층 다른 것으로, 전하 캐리어 쌍의 확산 길이에 대략 해당하는 깊이까지 위스커의 표면부를 도핑하는 것을 포함하여, 기관 상에 성장하는 반도체 위스커를 포함하는 태양 전지를 제조하는 방법에 대해 교시하고 있다.

미합중국 특허 제4,209,008호(Lemkey 등)에는 적어도 두개의 상, 연속적인 금속 매체상 및 금속, 비금속 및 중간금속(intermetallic)으로 구성된 그룹중에서 선택된 불연속적인 제2상으로 이루어진 배향된 미세구조체를 가진 광자 흡수 표면에 대해 기재되어 있는데 이때 제2상은 0.001 내지 10 μ m 정도의 치수를 가지며 표면에 대해 거의 수직으로 배향되어 있고; 매질의 표면부는 제2상이 양각적으로 돌출되도록 제거되었다.

미합중국 특허 제4,002,541호(Streander)에는 양극산화처리된 물품 및 태양 에너지를 흡수하는 방법에 대해 개시되어 있다. 상기 양극산화처리된 물품은 알루미늄 옥사이드 매질을 통해 연장되고 이에 결합되어 있으며 이에 의해 지지된 합금으로부터 성장된 실리콘 디옥사이드의 결정체 및 알루미늄 옥사이드의 표면 매질층을 가진 18 중량% 이하의 실리콘 함유 알루미늄의 합금층을 포함한다.

[발명의 개요]

간략히 설명하면, 본 발명은 내부에 불연속 미세구조체의 조밀한 배열이 부분적으로 봉입된 층을 포함하는 복합 물품을 제공하며, 이때 적어도 미세구조체의 일부의 한쪽 원위 말단부는 노출되어 있고, 미세구조체의 노출된 원위 단부와 층 표면은 층의 공동면상에 배치된다. 미세구조체의 노출된 원위 단부와 층 표면은 공동 평면상에 있는 것이 바람직하다. 임의로, 본 발명의 복합 물품은 적어도 부분적으로 다수의 미세구조체를 둘러싸도록 미세구조체와 봉입체 사이에 배치된 적어도 하나의 상사 피복층을 추가로 포함하고 있다.

본 발명은 또한 각 미세구조체의 적어도 한쪽 원위 단부가 층 표면 바로 아래에 놓여지도록(즉, 미세구조체가 노출되지 않도록) 내부에 불연속의 배향된 미세구조체의 조밀한 배열이(환전히) 봉입되어 있는 층을 포함하는 복합 물품을 제공한다.

불연속 미세구조체의 조밀한 배열은 균일 또는 무작위로 배향될 수 있다. 그 공간적 분포는 무작위 또는 규칙적인 배열일 수도 있다.

미세구조체의 분포는 반드시 균일할 필요는 없다(즉, 미세구조체의 분포는 연속 또는 불연속적일 수도 있다). 예를 들어, 미세구조체의 분포는 패턴을 형성할 수도 있다. 그 패턴은 반복 또는 비-반복될 수 있다.

미세구조체는 단결정성 또는 다결정성 부위를 가지는 것이 바람직하다.

적합한 미세구조체 재료에는 대기중에서 안정하고 미세구조체로 형성될 수 있는 것들이 포함된다. 미세구조체는 무기성 물질 및 유기성 물질중 적어도 1종을 포함하는 것이 바람직하다.

유용한 무기성 물질에는 예를 들면 세라믹(예, 금속 또는 비-금속 옥사이드, 예컨대 알루미늄, 실리콘, 산화 철 및 산화 구리; 금속 또는 비금속 니트라이드, 예컨대 실리콘 니트라이드 및 티타늄 니트라이드;

및 금속 또는 비-금속 카아바이드, 예컨대 실리콘 카아바이드 ; 금속 또는 비-금속 보라이드, 예컨대 티타늄 보라이드) ; 금속 또는 비-금속 셀파이드, 예컨대 카드뮴 셀파이드 및 아연 셀파이드; 금속 실리사이드, 예컨대 마그네슘 실리사이드, 칼슘실리사이드 및 철 실리사이드; 금속(예, 귀금속, 예컨대 금, 은, 백금, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 팔라듐, 루테튬, 로듐 및 그 배합물; 전이 금속, 예컨대 그란뮴, 비스무트, 크로뮴, 망간, 코발트, 니켈, 구리, 지르코늄 및 그 배합물; 저융점 금속, 예컨대 비스무스, 납, 인듐, 안티몬, 주석, 아연 및 알루미늄; 내화성 금속, 예컨대 텅스텐, 레늄, 이리듐, 탄탈, 몰리브덴, 로듐 및 그 배합물); 및 반도체 물질(예, 다이아몬드, 게르마늄, 셀레늄, 비소, 실리콘, 텔루륨, 갈륨 아세나이드, 갈륨 안티모나이드, 갈륨 포스파이드, 알루미늄 안티모나이드, 인듐 안티모나이드, 인듐 주석 옥사이드, 아연 안티모나이드, 인듐 포스파이드, 알루미늄 갈륨 이세나이드, 아연 텔루라이드 및 그 배합물)이 있다.

유용한 유기성 물질의 예로는 중합체 및 그 예증합체, 예를 들면 열가소성 중합체, 예컨대 알키드, 아미노(예, 멜라민 및 우레아 포름알데히드), 디알릴 프탈레이트, 에폭사이드, 페놀, 폴리에스테르 및 실리콘; 열경화성 중합체, 예컨대 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌, 아세탈, 아크릴, 셀룰로스, 염소화 폴리에스테르, 에틸렌-비닐 아세테이트, 플루오로카본, 이오노머, 나일론, 파릴렌, 페녹시, 폴리알로머, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리아미드-이미드, 폴리이미드, 폴리카르보네이트, 폴리에스테르, 폴리페닐렌 옥사이드, 폴리스티렌, 폴리설폰 및 비닐; 및 유기금속(예, 비스(η^5 -시클로펜타디에닐)철(II), 철 펜타카르보닐, 루테튬 펜타카르보닐, 오스뮴 펜타카르보닐, 크롬 헥사카르보닐, 몰리브덴 헥사카르보닐, 텅스텐 헥사카르보닐 및 트리스(트리페닐포스핀) 로듐 클로라이드)가 있다.

미세구조체는 유기성 물질을 포함하는 것이 바람직하다. 바람직한 유기성 물질의 분자는 평면형으로 연쇄 또는 링, 바람직하게는 링을 포함하는 것이며, 그 위에는 π -전자 밀도(파이-전자 밀도)가 전체적으로 비편재되어 있는 것이다. 가장 바람직한 유기성 물질은 다핵성 방향족 탄화수소 및 헤테로시클릭 방향족 화합물로 넓게 분류될 수 있다.

본 발명의 복합 물품을 제조하기 위한 바람직한 방법은 불연속의 균일하게 또는 무작위로 배향된 미세구조체의 조밀한 배열을 포함하는 봉입된 미세구조체층을 보유한 기판을 포함하는 복합 물품을 제공하고; 기판으로부터 봉입된 미세구조체층을 층간박리시켜 본 발명의 복합 물품을 제공하는 단계를 포함한다. 더욱 바람직한 방법에 있어, 봉입된 비세구조체층을 보유한 기판을 포함하는 복합 물품은 다수의 미세구조체 각각을 적어도 부분적으로 둘러싸도록 하나 이상의 미세구조체와 봉입체 사이에 배치된 적어도 하나의 상사 피복층을 포함하고, 기판으로부터 봉입된 미세구조체층을 층간박리시켜 본 발명에 따른 복합 물품을 제공한다.

하나이상의 상사 피복층이 각 미세구조체상에 존재할 수도 있다. 다층의 상사 피복층은 동일 또는 상이한 조성을 가질 수도 있다.

각 미세구조체상에, 단일의 상사 피복층은 연속 또는 불연속적일 수도 있다. 단일의 상사 피복층이 연속적인 경우가 바람직하다. 다층의 상사 피복층이 적용되는 경우, 각각의 개별적인 상사 피복층은 연속 또는 비연속적일 수 있다. 다층의 상사 피복층은 총체적으로 연속적인 것이 바람직하다.

미세구조체의 배열을 덮고 있는 상사 피복층은 패턴화될 수도 있는데, 이때 패턴은 반복되거나 비-반복될 수 있다.

봉입 재료는 미세구조체층 또는 상사-피복된, 미세구조체층상에 연속 또는 불연속적인 피복층을 형성할 수도 있다. 봉입 재료가 연속적인 층을 형성하는 경우가 바람직하다. 동일 또는 상이한 조성을 가진 추가의 봉입 재료는 미세구조체층 또는 봉입 재료의 불연속적인 피복층을 가진 상사-피복된, 미세구조체층의 노출된 표면에 연속 또는 불연속적인 피복층을 형성할 수도 있다. 다층의 봉입 재료는 아래에 배치된 봉입 재료의 전체 표면 및 노출된 미세구조체층 또는 상사-피복된, 미세구조체층상에 연속 또는 불연속적인 피복층을 형성할 수도 있다. 봉입체의 불연속적인 층은 패턴화될 수도 있는데, 이때 패턴은 반복되거나 비-반복될 수 있다.

미세구조체층 또는 내부에 부분적으로 봉입된, 상사-피복된 미세구조체층을 가진 본 발명에 따른 복합 물품은 추가로 오버코우트층, 예를 들면 열 전이를 돕기 위한 목적의, 복합 물품의 노출면의 반재 주표면(즉, 후면)상에 피복된 열전도성 물질; 기판에 물품을 결합시키기 위한 목적의, 복합 물품의 후면상에 피복된 접착제 물질; 봉입체 또는 미세구조체의 반사율을 저하시키거나 매치시키기 위한 목적의 복합 물품의 정면상에 피복된 반사 방지 물질; 복합 물품의 후면과 정면중 적어도 한쪽상에 피복된 패시베이션(passivation) 물질; 및 예를 들어 보호층으로서 제공하기 위한 목적의 복합 물품의 정면상에 피복된 중합체성 또는 무기성 물질을 포함할 수도 있다.

본 명세서에서, “미세구조체” 또는 “미세구조체 성분”은 예를 들면 위스커 막대, 콘, 피라미드, 원통, 라스등의 개별적인 반복 단위체를 지칭하며; “조밀한 배열”은 근접 위치한 규칙적 또는 무작위적 배열의 미세구조체를 의미하는데, 이때 평균 간격은 통상 약 1nm 내지 약 5000nm 범위 및 바람직하게는 약 10nm 내지 약 1000nm 범위로, 바람직한 평균 간격을 미세 구조체의 평균 직경과 대략 같으며;

“미세구조체층”은 모든 미세구조체가 서로 함께 형성한 층을 지칭하고;

“복합 미세구조체”는 상사-피복된 미세구조체를 지칭하며;

“상사-피복된”은 물질이 적어도 한 미세구조체 성분의 적어도 일부상에 침착되어 미세구조체 성분의 적어도 일부의 형상에 일치됨을 의미하며;

“균일 배향된”이란 가상의 선사이의 각도가 기판 표면과 직각을 이루고, 미세구조체의 적어도 90%의 주축이 전술한 각도의 평균치로부터 대략 $\pm 15^\circ$ 이내에서 변화되는 것을 의미하며;

“무작위 배향된”이란 가상의 선사이의 각도가 본 발명 복합 물품의 미세구조체의 표면과 직각을 이루고, 미세구조체의 적어도 90%의 주축이 전술한 각도의 평균치로부터 대략 15%이상 변화되는 것을 의미하

며;

“응고된”은 봉입제가 건조, 화학적 경화, 냉각, 동결, 겔화, 중합 등의 결과로서 발생하는 바와 같이, 통상 액체 또는 액형상으로부터 더욱 단단한 고체 또는 고형상으로 상태가 변화되는 것을 의미하고;

“연속적”은 중단 없이 표면이 덮여있는 것을 의미하며;

“연속적”은 주기적 또는 간헐적(즉, 비-주기적)으로 중단된 상태로 표면이 덮여있는 것을 의미하고(이러한 덮힘의 중단은 피복 또는 비피복된 부위를 가진 개개의 미세구조체 또는 하나 이상의 미세구조체가 피복되어 있고, 하나 이상의 인접한 및[구조체는 피복되어 있지 않은 하나 이상의 미세구조체를 포함할 수 있음);

크기와 관련하여 “균일”은 개별적인 미세구조체 단면의 주된 칫수가 주된 칫수의 평균치로부터 약 25% 이내에서 변화되고 개별적인 미세구조체 단면의 소 칫수가 소 칫수의 평균치로부터 약 25% 이내에서 변화되는 것을 의미하며;

“면 밀도”는 단위 면적당 미세 구조체의 수를 의미한다.

본 발명에 따른 복합 물품은 예를 들면 가시광선 흡광 장치를 비롯하여 방사선 흡광 장치에 유용하다. 특히, 유용한 방사선 흡광 장치로는 예를 들면 선별적 태양광선 흡광체, 평판 태양광선 집광판, 태양광선 흡광 패널 및 태양 전지가 포함된다.

[도면에 관한 설명]

제1도는 원래의 기판으로부터 일부 층간박리된 본 발명에 따른 복합 물품을 도시한 것이다.

제2(a)도 및 제2(b)도에 제시된 스캐닝 전자 현미경사진(SEM)은 각각 10,000 × 및 15,000 × 확대한 것으로, Fe-피복된 위스커를 접착제 즉, 톨루엔 또는 기파 용매중의 열가소성 수지 용액(미합중국, 일리노이주, 우드 데일에 소재하는 Devcon Corp. 에서 상표명 “DUCO CEMENT” 로 시판)로 부분 봉입시키고, 접착제를 경화시킨 후, 원래의 기판 표면으로부터 복합층을 층간박리시켜 형성한 복합층 모서리의 파쇄된 표면을 나타낸다. 이들 현미경사진은 제2(a)도에서는 경화된 접착제의 층간박리된 표면으로부터 표면에 대하여 약 45° 그리고 제2(b)도에서는 거의 0° 의 시각적 입사각에서 촬영한 것이다.

[바람직한 구체예의 상세한 설명]

미세구조체의 배향은 일반적으로 기판 표면에 대하여 균일하다. 미세구조체는 보통 원 기판 표면에 대해 직각으로 배향하며, 이 표면 직각 방향은 미세구조체의 베이스와 기판 표면의 접촉점에서 국부적인 기판 표면에 접하게 놓여진 가상면에 수직인 선의 방향으로 정의된다. 표면 직각 방향은 기판 표면의 윤곽을 따르는 것으로 보여진다. 미세구조체의 주축은 서로 평행한 것이 바람직하다.

미세구조체는 균일한 크기 및 형태이며 그 주축을 따라서 균일한 단면적을 가지는 것이 바람직하다. 각 미세구조체의 바람직한 길이는 약 50 μm 이하이다. 각 미세구조체의 더욱 바람직한 길이는 약 0.1 내지 5 μm 범위이다. 각 미세구조체의 바람직한 너비는 약 1 μm 이하이다. 각 미세구조체의 더욱 바람직한 너비는 0.01 내지 0.5 μm 범위이다.

바람직한 미세구조체는 μm^2 당 약 0.04 약 10^6 개의 미세구조체 범위의 수면 밀도를 가진다. 더욱 바람직한 미세구조체는 μm^2 당 약 1 내지 약 10^4 개의 미세구조체 범위의 면밀도를 가진다.

미세구조체는 다양한 형상(예, 위스커형, 막대형, 콘형, 피라미드형, 원통형, 라스형등)을 취할 수 있지만, 주어진 미세구조체 층내에서 각각의 미세구조체의 형상은 동일한 것이 바람직하다.

미세구조체는 높은 종횡비(즉, 약 3 : 1 내지 약 100 : 1 범위의 길이 대 직경 비율)를 가지는 것이 바람직하다.

-미세구조체층을 제조하기 위한 바람직한 방법

유기성 물질-기본의 미세구조체층을 제조하는 바람직한 방법은 미합중국 특허 제4,812,352호 및 제5,039,561호에 기재되어 있다. 사익 문헌에 기재된 미세구조체층을 제조하는 방법은

i) 기판상에 연속 또는 불연속적인 박층으로서 유기성 물질의 증기를 침착시켜 복합 구조물을 제공하는 단계; 및

ii) 침착된 유기층에서 물리적 변화를 유발시키기에 충분한 시간동안 충분한 온도로 진공하에서 침착된 유기층을 아닐링시켜 불연속 미세구조체의 조밀한 배열을 포함하는 미세구조체층을 형성하는 단계를 포함한다.

기판으로서 유용한 물질로는 증착 및 아닐링 단계중에 부가된 진공 및 온도에서 본체의 상태를 유지하는 것이 포함된다. 기판은 유연하거나 단단한 평면 또는 비-평면, 볼록체, 오목체, 구체 또는 그 조합일 수 있다.

바람직한 기판 재료에는 유기성 물질 및 무기성 물질(예를 들면, 세라믹재, 금속재 및 반도체 물질 포함)이 포함된다. 바람직한 기판 재료는 금속이다.

바람직한 유기성 기판의 예로는 폴리이미드 필름(미합중국, 델라웨어주, 윌밍톤에 소재하는 Du Pont Electronics에서 상표명 “KAPTON” 으로 시판)이다.

기판으로서 유용한 금속의 예로는 알루미늄, 코발트, 구리, 몰리브덴, 니켈, 백금, 탄탈 및 그 배합물이 있다. 기판재로 유용한 세라믹의 예로는 알루미나 및 실리카와 같은 금속 또는 비-금속 옥사이드가 있다.

금속 기판을 제작하는 바람직한 방법으로는 예를 들면 폴리이미드 슈이트 또는 웨브상에 금속층을 진공 증착 또는 이온 스퍼터 침착시키는 것이 포함된다. 바람직한 금속층의 두께는 약 100nm이다. 반드시 유해

한 것은 아니지만, 산화 분위기(예, 공기)에 금속 표면을 노출시키면 그위에 옥사이드층 형성이 야기될 수도 있다.

미세구조체를 형성하는 유기성 물질은 증기상 침착(예, 진공 증발, 스퍼터 피복 및 화학적 증착) 및 용액 피복 또는 분산액 피복(예, 침수 피복, 분무 피복, 스핀 피복, 블레이드 또는 나이프 피복, 바아 피복, 로울 피복 및 분출 피복(즉, 표면에 액체를 부어 액체가 표면위에 흐르도록 함)을 비롯하여, 기관상에 유기성 물질층을 적용시키기 위한 당해 기술 분야에 공지된 기술을 이용하여 기관상에 피복할 수 있다. 유기층은 물리적 진공 증착(즉, 적용된 진공하에 유기성 물질의 승화)에 의해 적용하는 것이 바람직하다.

유기성 물질-기본의 미세구조체층의 화학적 조성물은 출발 유기성 물질과 동일한 것이 바람직하다. 미세구조체층을 제조하는데 유용한 유기성 물질은 예를 들면 π -전자 밀도가 전체적으로 비편재된 연쇄 또는 링을 포함한 평면 분자를 포함한다. 이들 유기성 물질은 일반적으로 헤링본(herringbone) 배위로 결정화된다. 바람직한 유기성 물질은 다핵성 방향족 탄화수소 및 헤테로시클릭 방향족 화합물로서 넓게 분류될 수 있다.

다핵성 방향족 탄화수소는 문헌 "Morrison 및 Boyd, Organic Chemistry, 제3판, Allyn and Bacon, Inc. (Boston : 1974), 30장" 에 기술되어 있다. 헤테로시클릭 방향족 화합물을 문헌 "Morrison and Boyd, 상기 참조, 31장" 에 기술되어 있다.

시판중인 바람직한 다핵성-방향족 탄화수소의 예로는 나프탈렌, 펜안트렌, 페릴렌, 페닐, 안트라센, 코로넨 및 파이렌이 있다. 바람직한 다핵성 방향족 탄화수소는 본 명세서에서 "페릴렌 레드" 로 명시된 N,N'-디(3,5-크실릴)페릴렌-3,4,9,10-비스(디카르복시미드)(미합중국, 뉴저지주, 서머셋에 소재하는 American Hoechst Corp. 에서 상표명 "C.I. PIGMENT RED 149" 로 시판)이다.

시판중인 바람직한 헤테로시클릭 방향족 화합물의 예에는 프탈로시아닌, 포피린, 카르바졸, 푸린 및 프테린이다. 헤테로시클릭 방향족 화합물의 대표적인 예로는 금속-부재의 프탈로시아닌(예, 디히드로겐 프탈로시아닌) 및 그 금속 착물(예, 구리 프탈로시아닌)이 있다.

유기성 물질은 기관상에 침착시에 연속층을 형성할 수 있는 것이 바람직하다. 바람직한 상기 연속층의 두께는 1nm 내지 약 1000nm범위이다.

미세구조체의 배향은 침착된 유기성 물질, 침착중 기관 온도 및 침착 속도 및 입사각도에 의해 영향 받는다. 유기성 물질의 침착중 기관의 온도가 충분히 높으면, 침착된 유기성 물질은 침착시 또는 계속해서 아닐링될 때 무작위 배향된 미세구조체를 형성할 것이다. 침착중 기관의 온도가 비교적 낮은 경우(즉, 실온 근방), 침착된 유기성 물질은 아닐링시에 균일하게 배향된 미세구조체를 형성하는 경향이 있다. 예를 들어, 페릴렌 레드를 포함하는 균일하게 배향된 미세구조체가 목적하는 바일 경우, 페릴렌 레드 침착중 기관의 온도는 약 0 내지 약 30°C인 것이 바람직하다.

각 미세구조체의 주된 치수는 초기 침착된 유기층의 두께에 정비례한다. 미세구조체는 불연속적이고 그 너비 정도의 거리에 의해 분리되어 있으며 바람직하게는 균일한 단면적을 가지며 모든 원래의 유기성 필름 물질이 미세구조체로 전환되는 것으로 나타나므로, 질량 보존은 미세구조체의 길이가 초기 침착된 층의 두께에 비례함을 나타낸다. 미세구조체의 길이에 대한 원래 유기층 두께의 관계가 뚜렷하므로, 미세구조체의 길이와 중형비는 그 단면적 및 면밀도와 무관하게 변화될 수 있다. 예를들면, 두께가 약 0.05 μ m 내지 약 0.2 μ m 범위일 때 미세구조체의 길이는 증착된 유기층 두께의 대략 10 배가 됨이 밝혀졌다. 미세구조체의 소치수는 경계를 이루는 결정학적 측면의 표면자유 에너지 비율에 의해 결정되며 윌프(Wulff)의 원리에 의해 설명될 수 있다. 미세구조체층의 표면적(즉, 개별적인 미세구조체의 표면적의 합)은 기관에 초기 침착된 유기층의 표면적보다 훨씬 크다. 초기 침착된 층의 바람직한 두께는 약 0.05 내지 0.25 μ m 범위이다.

각각의 개별적인 미세구조체는 무정형이라기 보다는 단결정성 또는 다결정성이다. 미세구조체층은 미세구조체의 결정 특성과 균일한 배향에 의해 고도로 이방성의 특성을 가진다.

미세구조체의 불연속적 분포가 목적하는 바인 경우, 기관의 특정 영역 또는 부위를 선별적으로 피복하기 위해 유기층 침착 단계의 마스크를 사용할 수도 있다. 미세구조체의 불연속적 분포는 아닐링 단계의 앞서 유기층상에 금속층(예, Au, Ag 및 Pt)을 피복(예, 스퍼터 피복, 증기 피복 또는 화학적 증착)시켜 수득할 수도 있다. 표면에 금속 피복층을 가진 유기층의 영역은 일반적으로 아닐링 단계중에 미세구조체로 전환되지 않는다. 금속 피복층의 바람직한 두께는 약 0.1 nm 내지 약 10 nm 범위이다.

기관의 특정 영역 또는 부위상에 유기층을 선택적으로 침착시키기 위한 당해 개술 분야에 공지된 다른 기술도 또한 유용할 수 있다.

아닐링 단계에서, 표면에 유기층이 피복된 기관을 피복된 유기층에서 물리적 변화가 일어나도록 하기에 충분한 시간 동안 충분한 온도에서 진공하에 가열하는데, 이때, 유기층은 불연속의 배향된 단결정성 또는 다결정성 미세구조체의 조밀한 배열을 포함하는 미세구조체층을 형성하도록 성장한다. 미세구조체의 배향은 아닐링 과정의 고유 특성이다. 아닐링 단계 이전에 대기에 피복된 기관을 노출시키는 것은 계속되는 미세구조체 형성에 유해한 것으로 관찰되지 않는다.

예를 들어, 피복된 유기성 물질이 페릴렌 레드 또는 구리 프탈로시아닌인 경우, 아닐링은 약 160°C 내지 약 300°C 범위의 온도로 진공하에서(즉, 약 1×10^{-3} 토르 이하) 수행하는 것이 바람직하다. 원래의 유기층을 미세구조체층으로 전환시키는데 필요한 아닐링 시간은 아닐링 온도에 따라 좌우된다. 통상, 약 10분 내지 약 6시간 범위의 아닐링 시간이면 충분하다. 바람직한 아닐링 시간은 약 20분 내지 약 4시간 범위이다.

증착 단계와 아닐링 단계간의 시간 간격은 피복된 복합체가 오염(예, 먼지)을 최소화하도록 덮혀진 용기 내에서 거의 부작용없이 보관된다면 수분 내지 수개월로 달라질 수 있다. 미세구조체가 성장함에 따라, 적외선 밴드 강도가 변화되고, 레이저 거울 반사율이 강해지며, 예를 들면 적외선 분광법에 의해 동일 반응계내에서 전환을 조심스럽게 모니터할 수 있게 된다. 미세구조체가 목적하는 치수까지 성장된 후, 기관

및 미세구조체를 포함하는 생성된 적층 구조물은 대기압하에 취하기 전에 냉각시킨다.

미세구조체의 비-균일한 분포가 목적하는 바인 경우, 이 미세구조체는 예를 들면, 기계적 방법, 진공 공정 방법, 화학적 방법, 기체 압력 또는 유체 방법 및 그 병용에 의해 기판으로부터 선별적으로 제거될 수도 있다. 유용한 기계적 방법에는 예를 들면 첨예한 기구(예, 연도날)로 기판에서 미세구조체를 긁어내는 것이 포함된다. 유용한 화학적 방법에는 미세구조체층의 선택된 영역 또는 부위를 산 에칭하는 것이 포함된다. 유용한 진공 방법의 예로는 이온스퍼터링 및 반응성 이온 에칭이 있다. 유용한 대기 압력 방법에는 기류(예, 대기) 또는 유류로 기판에서 미세구조체를 날려 버리는 것이 포함된다.

- 미세구조체층을 제조하기 위한 기타 방법

미세구조체층을 제조하기 위한 다른 방법이 당해 기술 분야에 공지되어 있다. 예컨대, 유기성 미세구조체층을 제조하는 방법은 문헌 「J. Vac. Sci. Technol. A, 5, (4), 1978년 7월/8월, pp 1914-16; J. Vac. Sci. Technol. A, 6, (3), 1988년 5월/8월, pp. 1907-11; Thin Solid Films, 186, 1990, pp. 327-47; J. Mat. Sci., 25, 1990, pp. 5257-68; 미합중국 특허 제 3,969,545호(Slocum) : Rapidly Quenched Metals, Proc. of the Fifth Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, Wurzburg, Germany, Sept. 3-7 (1984), S. Steeb 등., eds., Elsevier Science Publishers B.B., New York, (1985), pp. 1117-24 : 및 미합중국 특허 제4,568,598 호(Bildadi 등) : Photo. Sci. and Eng., 24, (4), 1980년 7월/8월, pp. 211-16 : 및 미합중국 특허 제4,340,276호(Maffit 등)」에 기술되어 있다. 위스커의 무기성 물질-기반의 미세구조체층을 제조하는 방법은 예를 들면 문헌 「미합중국 특허 제3,969,545호(Slocum) : J. Vac. Sci. Tech. A, 1, (3), 1983년 7월/9월 pp. 1398-1402; 미합중국 특허 제 4,252,865호 (Gilbert 등.): 미합중국 특허 제 4,396,643호 (Kuehn 등.) : 미합중국 특허 제 4,148,294호 (Scherber 등): 미합중국 특허 제4,155,781 호 (Diepers): 및 미합중국 특허 제 4,209,008호 (Lenkey 등)」에 기술되어 있다.

불연속 분포의 미세구조체를 제조하기 위해 미세구조체층을 제조하는 방법을 변형하는 것도 본 발명이 범주내에 속한다. 이들 방법을 변형하기 위한 방안의 예는 미세구조층을 제조하기 위한 바람직한 방법의 설명에 전술되어 있다.

상사 피복 물질은 적용시 열 특성, 광 특성, 기계적 특성(예, 미세구조층을 포함하는 미세구조체를 강화 시킴), 전기적 특성 및 화학적 특성(예, 보호층 제공)과 같은 바람직한 특성을 부여하는 작용층으로서 제공되는 것이 바람직하다.

상사 피복 물질은 중합체 물질 또는 무기성 물질을 비롯한 유기성 물질일 수 있다. 유용한 유기성 및 무기성 상사 피복 물질은 미세구조체의 설명에서 전술한 것을 포함한다. 유용한 유기성 물질의 예로는 전도성 중합체(예, 폴리아세틸렌), 폴리-p-크실릴렌으로 부터 유도된 중합체 및 계면활성제가 있다.

상사 피복층의 바람직한 두께는 통상 적용분야에 따라라 약 0.2nm 내지 약 50nm 범위이다.

상사 피복층은 예를 들면 미합중국 특허 제 4,812,352 호 및 제 5,039,561 호 (Debe)에 기술된 바를 비롯한 통상의 기술을 이용하여 미세구조체층상에 침착될 수도 있다. 상사 피복층은 예를 들면 증기상 침착(예, 진공 증발, 스퍼터 피복 및 화학적 증착) 및 용액 피복 또는 분산액 피복(예, 침수 피복, 분무 피복, 스핀 피복, 분출 피복(즉, 표면에 액체를 부어 액체가 미세구조체층위에 흐르도록 함) 및 피복(즉, 층들이 용액으로부터 분자 또는 분산액으로부터 콜로이드 또는 다른 입자를 흡착하기에 충분한 시간동안 용액중에 미세구조체층 침지시키는 것)을 비롯한 역학적 외력에 의해 미세구조체층의 장애를 막는 방법에 의해 침착된다. 더욱 바람직한 상사 피복층은 예를 들면 이온 스퍼터 침착, 증기 액화, 진공 승화, 물리적 증기 운반, 화학적 증기 운반 및 금속유기 화학적 증착과 같은 증기상 침착 방법에 의해 침착된다.

불연속적 상사 피복의 침착을 위해, 침착 기술은 불연속적인 피복층을 생성하기 위해 당해 기술 분야에 공지된 바와 같이 변형된다. 공지의 변형방법에는 예를 들면 마스크, 셔터, 지향된 이온 비임 및 침착 비임원을 사용하는 방법이 포함된다.

미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층에 피복된 봉입 재료는 액체 또는 유체 상태의 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층의 노출된 표면에 적용한 후 응고 또는 고정시킬 수 있는 것이다. 대안으로 봉입 재료는 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층의 노출된 표면에 적용시킬 수 있는 증기 상태의 것이다.

봉입 재료는 중합체 물질을 포함한 유기성 물질 또는 무기성 물질일 수 있다. 유용한 유기성 및 무기성 봉입 재료의 예로는 미세구조체의 설명 및 상사 피복층의 설명에서 전술된 것들이 있다. 특히 유용한 중합체에는 예를 들면 열가소제, 열경화제 및 광중합체가 포함된다.

피복된 봉입 재료의 바람직한 전체 두께는 통상적으로 적용 분야에 따라, 약 2 내지 약 100 μ m 범위이다.

봉입 재료는 봉입 재료의 종류에 따라 적합한 방법에 의해 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층에 적용할 수 있다. 예를 들어, 액상 또는 유체상태의 봉입 재료는 용액 피복 또는 분산액 피복(예, 스핀 피복, 침수 피복, 침지 피복, 분무 피복, 로울 피복, 분출 피복, 나이프 또는 블레이드 피복 및 비아 피복)에 의해 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층의 노출된 표면에 적용할 수도 있다. 봉입 재료는 예를 들면 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층상에 증기를 액화시키는 것을 포함하여 통상의 증착기술을 사용하여 증기 상태로 적용할 수도 있다.

봉입 재료는 고체-액체 침착에 의해 침착시킬 수 있는데, 이때 고체, 바람직하게는 분말은 고체 물질은 액체 또는 유체 물질로 전환(미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층에 나쁜 영향을 주지 않으면서)시키는데 충분한 양의 에너지(예, 열, 방사선 또는 전도에 의한)를 적용한 후, 액체 또는 유체 물질을 응고 또는 고정시켜 액화된 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층의 노출된 표면에 적용한다.

적용된 봉입 재료는 사용된 물질 종류에 적합한 방법에 의해 응고 또는 고정시킬 수 있다. 이러한 응고 또는 고정 방법으로는 예를 들면 당해 기술 분야에 공지된 경화 또는 중합 기술(예, 방사선, 자유 라디칼, 음이온, 양이온 축합, 단계식 성장 방법 또는 그 병용 방법)이 포함된다. 다른 응고 또는 고정

방법에는 동결 방법이 포함된다.

봉입 재료의 불연속적인 피복층의 적용은 봉입 재료를 적용시키는데 사용되는 기술을 변형시킴으로써 수행될 수 있다. 유용한 변형 방법에는 마스크의 사용, 직접 분무 및 사진식판술이 있다.

미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층 및 봉입 재료를 포함하는 수득된 복합층은 예를 들면 기판으로부터 복합층을 끌어당기는 방법, 복합층으로부터 기판을 끌어 당기는 방법 또는 그 병용 방법과 같은 역학적인 방법에 의해 원래의 기판 계면에 기판으로부터 층간박리할 수 있다. 몇몇 경우에서, 복합층은 봉입 재료의 응고층 자체-층간박리될 수도 있다. 유사하게, 복합층은 기판과 복합층 사이의 열 팽창 계수의 차이로 부터 생성된 외력이 복합층과 기판을 서로 층간박리시키도록 가열 또는 냉각에 의해 기판으로부터 층간박리될 수도 있다.

기판으로부터 복합층을 층간박리시키면 각 미세구조체의 한 쪽 단면 단부가 노출되며, 이때 봉입 재료의 표면과 미세구조체의 노출된 단면 단부는 공동면상에 배치된다. 복합층의 층간박리된 표면(즉, 층간박리된 계면으로부터의 표면)의 위상은 층간박리되는 기판 표면 위상의 반대이다. 기판의 표면이 완전히 매끄럽다면, 미세구조체의 노출된 단면 단부와 봉입 재료의 층간박리된 표면은 공동면상에 존재할 수도 있다.

임의로, 본 발명 복합 물품의 층간박리된 표면은 적어도 한 피복 물질로 오버코팅될 수도 있다. 각 오버코팅층은 연속적 또는 불연속적일 수 있다. 이러한 오버코팅층은 복합 물품의 조작 또는 내구성 특성을 개선하는데 유용하거나 특정 분야에 필요하다.

제1도에서, 복합 물품(10)은 상세히 나타내기 위해 부분 절단한 다수의 미세구조체(11), 임의의 상사 피복 물질(12) 및 봉입 재료를 포함한다. 또한 제1도는 기판(16)의 기판 표면(15)으로 부터 복합 물품 표면(14)을 층간박리시켜 미세구조체(17)의 원위 단부가 노출된 상태를 나타낸다.

오버코팅층(즉, 봉입체)의 두께는 통상, 적용 분야에 따라 약 1 μ m 내지 약 1mm 범위이다.

본 발명 복합 물품의 층간박리된 표면상에 오버코팅 물질을 침착하는 방법에는 기판상에 피복물질을 침착시키기 위한 당해 기술 분야에 공지된 기술이 포함된다. 이러한 방법에는 예를 들면 미세구조체·표면상에 상사 피복층을 침착시키기 위해 전술된 방법 및 미세구조체층 또는 상사-피복된 미세구조체층상에 봉입 재료를 침착시키기 위해 전술된 방법이 포함된다.

다층 미세구조체층을 가진 봉합 물품을 가지는 것을 본 발명의 범주내에 속한다. 예를 들어, 둘 이상의 복합 물품이 서로 적층될 수도 있다.

본 발명의 복합 물품은 가시광선 흡광 장치, 예를 들면 선별적 태양광선 흡광체, 평판 태양광선 집광판, 태양광선 흡광 패널(예, 미합중국 특허 제 4,148,294 호에 기술된 장치의 유형) 및 태양 전지(미합중국 특허 제 4,155,781 호에 기술된 장치의 유형)에 유용하다.

본 발명의 목적 및 장점은 이후 실시예에 의해 더욱 설명될 것이나, 이들 실시예에 인용될 물질 종류 및 그 양 뿐 아니라 기타 조건 및 세부 사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 추론되지 않아야 한다. 모든 부 및 %는 특기하지 않는다면 중량부 및 중량%이다.

[실시예 1]

미합중국 특허 제 4,812,352 호에 기재된 기술을 이용하여 제조한 N,N'-디(3,5-크실릴)페릴렌-3,4,9,10-비스(디카르복시미드)(즉, 페릴렌 레드)를 포함하는 불연속적인 수직 배향된 결정성 위스커의 미세구조체층 상에 라텍스 고무를 분무하여 샘플을 제조하였다. 구체적으로 약 100nm 두께의 구리층을 스퍼터링에 의해 유리 현미경 슬라이드상에 침착시켰다. American Hoechst Corp. (미합중국, 뉴저지주, 서머셋에 소재에서 상표명 "C. I. PIGMENT RED 149" 로 시판되는 유기성 안료인 N,N'-디(3,5-크실렌)페릴렌-3,4,9,410-비스(디카르복시미드)를 20 nm/분의 평균 침착 속도로 약 146nm의 두께가 되도록 구리-피복된 현미경 슬라이드상에 진공 증착(약 2×10^{-6} 토르의 "베이스" 압력)시켰다.

그후, 수득된 복합물을 진공하에서 최대 200°C의 온도로 아닐링하여 유기층을 불연속의 수직-배향된 결정성 위스커의 미세구조체층으로 전환시켰다.

미세구조체층의 약 1/3을 구리로 스퍼터 피복하여 평면 두께가 약 100nm에 해당하는 상사 구리 피복층을 제공하였다. 위스커 표면상의 구리 피복층의 효과적인 두께는 평면 표면에 비해 위스커의 표면적이 훨씬 크기 때문에 100nm 훨씬 이하이었다.

미세구조체층의 약 1/2을 백금으로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 100nm에 해당하는 상사 백금 피복층을 제공하였다.

미세구조체층의 나머지 1/6은 미피복 상태로 남겨두었다.

통상의 대기 가압된 분무 페인터를 사용하여 전체 미세구조체층상에 봉입제 전구체층(미합중국, 미네소타주, 세이트 폴에 소재하는 3M Company 에서 상표명 "STRIPPABLE MASKANT YR-43" 으로 시판)으로 분무함으로써 약 0.157 내지 약 0.165mm의 습윤 두께를 제공하였다. 봉입층을 통상의 오븐에서 약 66°C(150°F)로 약 20분 동안 건조시켰다.

구리 피복된 유리 슬라이드상에서 수득된 복합 물품(즉, 표면상에 봉입 재료가 피복된 상사-피복된 미세구조체층)을 면도날을 사용하여 약 0.6cm(0.25인치)폭의 스트립으로 절단하였다. 상사-피복된 및 미피복된(즉, 미세구조체층의 일부는 구리 또는 백금 상사 피복층을 가지지 않음) 미세구조체층 및 봉입 재료를 포함하는 각 스트립의 복합층을 구리-피복된 유리 슬라이드의 표면으로부터 층간박리시켰다. 구리-피복된 유리 슬라이드에 대한 구리 상사 피복층, 백금 상사 피복층 및 비 상사 피복층(즉, 위스커 자체)을 가진 복합물 영역의 상대적인 접착력은 상이한 것으로 관측되었다. 구리-피복된 유리 표면에 대한 상사 피복층으로서 백금을 가진 스트립의 접착력은 구리-피복된 표면에 대한 상사 구리 피복층을 가진 스트립의 접착력에 이어 최대이었다. 관측된 것중 가장 미약한 접착력은 구리-피복된 표면에 대한 위스커 자체만을 가

진 스트립의 경우였다.

구리-피복된 유리 표면으로부터 상사 백금 피복층, 상사 구리 피복층 및 위스커 자체만을 가진 복합층의 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 관측되었다.

복합층의 층간박리된 표면을 약 2000× 배로 SEM 관찰한 결과, 위스커는 라텍스 봉입제로부터 약간 돌출되어 있는 것으로 나타났다.

[실시예 2]

두께가 약 0.025nm (0.001 인치)인 통상의 알루미늄 호일을 각각 직경이 약 10cm인 두개의 스테인레스 강 사이에서 신장시켰다. 알루미늄 호일과 링 양자의 한 표면을 증기 디그리싱(degreasing)하고 산소 플라즈마 에칭하여 세정하였다.

구리-피복된 유리 표면에 미세구조체층을 형성하기 위해 실시예 1에 기재된 방법을 이용하여 페릴렌 레드를 포함하는 위스커의 미세구조체층을 “세정된” 알루미늄 표면과 스테인레스 스틸 링위에 침착시켰다.

호일과 링상의 미세구조체층을 CoCr로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 125nm에 해당하는 상사 CoCr 피복층을 제공하였다. 통상의 rf(13.7 MHz) 글로우 방전 유니트를 이용하여 스퍼터 피복을 수행하였는데, 이때 20cm(8인치)-직경 표적과 기판 사이의 거리는 약 10cm였다. 스퍼터링 압력은 약 24mTorr의 Ar였고, 전방 전원은 약 500 와트였으며, 표적 바이어스는 약 1200 볼트였다. 기판 지지체를 CoCr의 스퍼터링중에 수냉각시켰다.

여러개의 접착제 즉, 톨루엔 또는 기타 용매중의 열가소성 수지 용액(미합중국, 일리노이주, 우드 데일에 소재하는 Devcon Corp. 에서 상표명 “DUCO CEMENT” 로 시판)소적을 접착제-상사 피복된 미세구조체를 계면에서 약 90° 접촉각이 되도록 스테인레스 스틸 링중 하나의 가장자리에 위치시켰다. 소적을 작은 조각(약 1cm × 1cm)의 152μm(6mil) 두께의 폴리에스테르 필름 여러개로 덮어 직경 약 6 내지 9mm 영역위에 각 시멘트 소적을 약간 살포하였다. 접착제를 대기중에서 약 10분간 부분 건조시킨 후, 약 50°C에서 약 2시간 동안 가열하였다. 상사-피복된 위스커가 결합된 건조된 접착제의 패치를 각 패치 아래에 면도날을 미끄러지게 하여 스테인레스 스틸 링으로부터 용이하게 층간박리시킴으로써 두께가 약 0.1 내지 약 0.125mm 인 자체-지지 페탈(petal)을 형성하였다.

CoCr 상사 피복층을 가진 층간박리된 복합물중 하나의 동결 파쇄된 모서리를 약 10,000× 로 SEM 관찰한 결과, 위스커는 스테인레스 스틸 기판과의 최초 계면의 위치에 배치된 한 단부와 함께 배향되어 있는 것으로 나타났다. 또한, 층간박리된 표면의 윤곽은 “음각” 표면 구조의 스테인레스 스틸 링의 표면인 것으로 나타났다.

층간박리된 복합층(물품)은 그 물리적 특성이 저하되지 않으면서도 취금, 마찰, 만고 및 신장시 완전히 본체를 유지했다.

복합층은 휴대용 소형 자석에 유인되는 것을 관측되었다.

[실시예 3]

통상의 알루미늄 호일(약 25μm 두께)조각을 8.9cm 직경의 스테인레스스틸 링상에서 신장시켰다. 알루미늄 호일의 표면을 실시예 2에 기술된 바와 같이 세정하였다. 실시예 1에 기술된 방법에 의해 페릴렌 레드의 미세구조체층을 “깨끗한” 알루미늄 표면상에 침착하였다.

미세구조체층을 Fe로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 280nm인 상사 Fe피복층을 제공하였다. 그후, 피복된 알루미늄 호일의 중앙부에 여러개의 접착제 소적을 적용시킨 후 약 500rpm에서 약 5 내지 10초 동안 피복한 알루미늄 호일을 스펀하여 접착제층(“puco CEMENT”)으로 상사-피복된 미세구조체층을 오버코팅하였다. 접착제 사용량은 약 0.064mm 의 경화 두께를 제공하기에 충분한 것이다. 상사-피복된 미세구조체층과 접착제로 구성된 수득된 복합층은 알루미늄 호일 표면으로부터 용이하게 층간박리되었다. 그러나 층간박리에는 실시예 1과 2보다 더욱 큰 외력이 필요하였다. 층간박리는 100% 이루어진 것으로 나타났다.

제2(a)도는 정상적인 표면에 대해 약 45° 의 관찰 각도에서 복합층의 층간박리된 표면을 10,000× 로 관찰한 SEM 결과는 나타낸 것이다. 제2(b)도는 복합층의 층간박리된 표면의 모서리 관찰부를 15,000× 로 관찰한 SEM결과를 나타낸 것이다.

[실시예 4]

실시예 3에 기술된 바와 같이 페릴렌 레드의 미세구조체층을 알루미늄 호일위에 침착시켰다. 미세구조체층을 구리로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 100nm에 해당하는 구리의 상사 피복층을 제공하였다.

폴리에스테르 수지(GA, 아틀란타에 소재하는 Goodyear Tire and Rubber Co. 에서 상표명 “VITEL 200A” 로 시판)를 동량의 메틸 에틸 케토오가 톨루엔을 포함하는 용매와 배합하여 약 45% 고체 함량을 가진 봉입 수지를 제공하였다. 수지의 소적을 층에 적용시키고 약 1cm 직경의 구역에 흐르게 하여 봉입 수지를 상사-피복된 미세구조체층상에 오버코팅하였다. 그후, 봉입 재료를 대기 건조시켰다. 건조된 봉입 수지의 두께는 약 0.25mm였다. 복합층으로부터 알루미늄 호일을 박리시켜 알루미늄 호일 표면으로부터 상사-피복된 미세구조체층과 봉입 재료를 포함하는 수득된 복합층을 층간박리시켰다. 층간박리는 100% 이루어진 것으로 나타났다.

[실시예 5]

봉입 재료가 고무 접착제 수지(3M Company에서 상표명 “ADHESIVE 847” 로 시판)이고 접착제가 실온에서 대기 건조에 의해 경화되는 것을 제외하고는 실시예 4에 기재된 바와 같이 실시예 5의 (층간박리된) 복합층을 제조하였다.

복합층의 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났으나, 층간박리는 실시예 2,3,4,7,8,9,10,11 및 14에

기술된 더욱 단단한 복합층의 경우보다 약간 더 어려웠다.

[실시예 6]

두께가 0.05mm(2 mils)인 폴리이미드 필름(일본국, 도쿄에 소재하는 Mitsubishi Chemical Industries Ltd. 에서 상표명 "NOVAL" 로 시판)을 스테인레스 스틸 링에서 신장시켜 8.9mm 직경의 디스크를 생성시키고 세정하며(실시예 2에 기술된 바 참조), 약 100nm 구리층으로 스퍼터-피복하였다(실시예 4에 기술된 바 참조). 실시예 1에 기술된 바와 같이 페릴렌 레드와 미세구조체층을 구리-피복된 표면에 형성시켰다. 그 후 미세구조체층을 Fe로 스퍼터 피복하여 평면 두께가 약 210nm에 해당하는 Fe의 상사 피복층을 제공하였다.

3ml의 접착제("DUCO CEMENT")을 약 560rpm에서 약 3초간 스핀 피복하여 8.9 직경의 디스크에 균일하게 적용시켰다. 접착제를 실온에서 대기건조시켰다. 구리-피복된 폴리이미드 필름은 상사-피복된 미세구조체층과 접착제를 포함하는 수득된 복합층으로부터 용이하게 박리되었다.

[실시예 7-11]

실시예 7-11은 봉입제로서 방사선 경화성 물질을 사용하는 것에 대해 예시하고 있다.

[실시예 7]

여러개의 UN 경화성 광 접착제(미합중국, 뉴저지주, 뉴 브론스윅크에 소재하는 Norland Products, Inc. 에서 상표명 "NOR 68" 로 시판) 소적을 실시예 2에 기술된 바와 같이 제조한 페릴렌 레드와 CoCr-피복된 미세구조체층에 적용시켰다. 각 접착제 소적을 그 자체-결정된 두께로 습윤시켰다. 접착제를 UV 램프(미합중국, 펜실베이니아주, 웨스트 포인트에 소재하는 Merck, Sharp & Dohme Orthopedics, Co. 에서 상표명 "LIGHTCAST II" 로 시판)하에 질소 대기 흐름중에서 약 1시간 동안 경화시켰다. 접착제와 CoCr-피복된 미세구조체층을 포함하는 수득된 복합물을 알루미늄 호일로부터 층간박리하였다. 층간박리는 약 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

복합층의 두께는 약 0.125mm 내지 약 0.875mm 범위였다.

복합층의 동결 파쇄 제조된 샘플을 45° 각도에서 약 15,000×로 SEM 관찰한 결과, 미세구조체층이 초기 기관(즉, 알루미늄 호일) 계면에 거의 수직으로 복합층 표면에 삽입되어 있는 것으로 나타났다.

[실시예 8]

실시예 2에 기술된 바와 같이 페릴렌 레드와 CoCr-피복된 미세구조체층을 제조하였다. 2몰의 펜타에리트 리톨 트리아크릴레이트 및 1 몰의 2-히드록시 에틸메타크릴레이트, 광중합체 대신에 1몰의 펜타에리트 리톨 트리아크릴레이트 및 2몰의 2-하이드록시에틸 메타크릴레이트를 사용한다는 점만 제외하고는 미합중국 특허 제 4,785,064 호의 실시예 11에 기술된 바와 같이 제조한 주조 조성물 1 부에 시클로헥실 메타크릴레이트 1부를 포함하는 약 0.5ml의 미경화된 광중합체(미합중국, 펜실베이니아주, 웨스트체스터에 소재하는 Sartomer Co., Inc에서 상표명 "SARTOMER 208 MONOMER" 로 시판)를 CoCr-피복된 미세구조체층의 삼각형 조각(2.5cm 길이면)상에 약 950rpm 으로 스핀-피복하였다. 광중합체를 실시예 7에 기재된 바와 같이 약 30분 동안 경화시켰다. 복합층-기관을 액체 질소중에 침지시킨 후 복합물을 박리시켜 알루미늄 호일로부터 경화된 광중합체와 CoCr-피복된 미세구조체층을 포함한 수득된 복합층을 분리시켰다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

복합층의 층간박리된 표면은 금속-그린이었다. 복합층의 반대면(즉, 경화된 광중합체)는 빛이면 검은색이었다.

[실시예 9]

실시예 6에 기술된 바와 같이 구리-피복된 폴리이미드 필름상에 페릴렌레드의 미세구조체층을 형성시켰다. 미세구조체층을 실시예 2에 기술된 바와 같이 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 125nm에 해당하는 상사 CoCr 피복층을 제거하였다. 미경화된 광중합체(상기 실시예 8에 기술된 바 참조)를 미세구조체층상에 피복하고 경화시킨 후, 실시예 8에 기술된 바와 같이 수득된 복합층을 층간박리시켰다. 재차, 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 10]

Fe의 상사 피복층을 가진 페릴렌 레드와 미세구조체층을 실시예 3에 기술된 바와 같이 제조하였다. 약 6ml의 광중합체(미합중국 특허 제 4,510,593 호의 실시예 6에 기술된 바와 같이 제조)를 상사-피복된 미세구조체층 상에 붓고 조심스럽게 흔들어서 광중합체가 샘플상에서 균일하게 분포되도록 했다. 광중합체를 실시예 7에 기술된 바와 같이, 약 30분 동안 경화시켰다.

알루미늄 호일은 상사-피복된 미세구조체층과 경화된 광중합체를 포함하는 수득된 복합층으로부터 용이하게 박리되었다. 알루미늄 호일로부터의 미세구조체층의 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 11]

CoCr의 상사 피복층(250nm의 평면 두께에 해당)을 가진 페릴렌 레드와 미세구조체층을 실시예 9에 기술된 바와 같이 제조하였다. 광중합체(미합중국 특허 제 4,262,072호의 실시예 1 및 2에 기술된 바와 같이 제조)를 상사-피복된 미세구조체층에 적용시키고 실시예 10에 기술된 바와 같이 경화시켰다.

상사-피복된 미세구조체층과 경화된 광중합체를 포함하는 복합층을 다음과 같이 구리-피복된 폴리이미드 필름으로부터 층간박리하였다. 10% 아크릴산에서 90% 이소옥틸 아크릴레이트를 포함하는 산-주성분의 UV 경화성 접착제(미합중국 특허 제 4,181,752호에 실시예 1-17에서 조성물 1에 대해 기술된 바와 같이 제조) 약 5ml를 약 0.27 중량%의 1,6-헥사디올 디아크릴레이트(5ml의 산-주성분의 UV경화성 접착제의 중량 기준) 및 약 0.2 중량%의 2,2-디메톡시-2-페닐아세토페논(미합중국, 뉴저지주, 서미트에 소재하는 Ciba-Geigy Corp. 에서 상표명 "IRGACURE" 로 시판)과 배합하고 샘플의 중앙부와 가장자리사이 원형 스

트립 중간정도에 경화된 광중합체의 노출 표면에 적용시켰다. 두께가 0.1mm인 표면 초벌처리된 폴리에스테르의 15cm 직경 조각을 초벌처리된 면을 아래로하여 복합물의 접착제-피복된 면상에 위치시켰다. 폴리에스테르 필름을 평평하게 하여 접착제를 복합층의 노출 표면상에 균일하게 분포시켰다. 접착제를 실시예 7에 기술된 바와 같이 55분 동안 UV 경화시켰다. 상사-피복된 미세구조체층, 경화된 광중합체 및 경화된 산-주성분의 광경화성 예중합체 접착제 및 표면-초벌처리된 폴리에스테르를 포함하는 수득된 복합물을 구리-피복된 폴리이미드 필름으로부터 층간박리시켰다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 12]

구리-피복된 유리상에 미세구조체층을 침착시키는 것에 대해 실시예 1에 기술된 방법을 이용하여 8.9cm 직경의 니켈 전기도금시킨 광택성 스틸 디스크상에 페릴렌 레드와 미세구조체층을 침착시켰다. 실시예 2에 기술된 바와 같이 CoCr로 미세구조체층을 스퍼터-피복하여 평면 두께가 200nm에 해당하는 CoCr의 상사 피복층을 제공하였다.

약 1.5ml의 광중합체를 약 3000rpm에서 약 1 분간 스핀 피복하여 상사-피복된 표면에 박층의 중합체(미합 중국 특허 제 4,986,496호의 실시예 4에 기술된 바와 같이 제조)를 적용시켰다. 실시예 7에 기술된 UV 경화시켰다. 실시예 11에 기술된 층간박리 기술을 이용하여 니켈-도금된 디스크로부터 상사-피복된 미세구조체층과 경화된 광중합체를 포함하는 복합층을 층간박리시켰다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 13]

페릴렌 레드와 복합층을 포함하는 유기층을 약 0.25 nm/초의 속도로 약 200°C에서 유지시킨 알루미늄 호일상에 피복시키며, 알루미늄 호일상에 피복시킨 후 유기층을 아닐링시키지 않는다는 점만 제외하고는 실시예 2에 기술된 바와 같이 알루미늄 호일상에 페릴렌 레드와 미세구조체층을 침착시켰다. 수득된 미세구조체층은 실시예 2의 미세구조체층을 포함하는 위스커보다 크기가 더 큰 무작위 배향된 위스커를 포함하였다.

미세구조체층을 실시예 2에 기술된 바와 같이 CoCr로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 125nm에 해당하는 CoCr의 상사 피복층을 제공하였다.

실시예 11에 기술된 UV 경화성 접착제 약 3 소적을 상사-피복된 미세구조체층 2.5cm × 2.5cm 영역에서 적용시켰다. 실시예 11에 기술된 바와 같이 한 조각의 폴리에스테르를 이용하여 미세구조체층상에 UV 경화성 접착제를 분포시켰다. 실시예 7에 기술된 바와 같이 UV램프를 사용하여 UV 경화성 접착제를 질소 기체 흐름중에서 약 20분 동안 경화시켰다.

복합층으로부터 폴리에스테르를 박리시킴으로써 폴리에스테르 기판으로부터 상사-피복된 미세구조체층과 경화된 UV 접착제를 포함하는 수득된 복합층을 층간박리하였다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 14]

실시예 2에 기술된 바와 같이, 상사-피복된 미세구조체층을 제조하였다. 실시예 2에 기술된 시스템을 이용하여 페릴렌 레드와 미세구조체층을 구리로 스퍼터-피복함으로써 평면 두께가 약 60nm에 해당하는 구리의 상사 피복층을 제공하였다.

상사-피복된 미세구조체층을 2부의 에폭시(Devcon Corp 에서 상표명 "5-MINUTE EPOXY" 로 시판) 2 소적으로 피복하였다. 에폭시를 손으로 미세구조체 표면에 살포하였다.

에폭시를 실온에서 밤새 대기중에 경화시켰다. 복합층으로부터 알루미늄 호일을 박리시킴으로써 상사-피복된 미세구조체층과 경화된 에폭시를 포함하는 수득된 복합층을 알루미늄 호일로부터 층간박리시켰다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 15]

실시예 12에 기술된 바와 같이, 9.5cm 직경의 니켈-도금된 디스크상에 페릴렌 레드와 미세구조체층을 침착시켰다. 미세구조체층을 실시예 2에 기술된 바와 같이 CoCr로 스퍼터-피복하여 평면 두께가 약 70nm에 해당하는 CoCr의 상사 피복층을 제공하였다.

표면상에 상사-피복된 미세구조체층을 가진 니켈-도금된 디스크를 154cm 직경의 유리 디쉬에서 미세구조체층을 상향 위치시켜 덮었다. 덮힌 디쉬를 통해 질소 기체 흐름을 통과시켜 고열판상에서 약 158°C로 덮힌 디쉬를 가열하였다.

디스크의 온도가 약 158°C에 도달하였을 때, 폴리에스테르 물질의 약 50 큐빅 펠릿(한 면당 3 내지 4 mm)(Ga, 아틀란타에 소재하는 Goodyear Tire and Rubber Co. 에서 상표명 "VITEL PE200 POLYESTER" 로 시판)을 상사-피복된 미세구조체층 상에 위치시켰다. 폴리에스테르 펠릿을 직경 약 3.5cm인 푸울로 용융시켰다. 디스크를 대기중에서 냉각시키는데, 이 때 액화된 폴리에스테르는 응고되었다. 상사-피복된 미세구조체층과 응고된 폴리에스테르 오버코트층을 포함하는 수득된 복합층을 디스크-미세구조체층 계면에 면도날을 삽입함으로써 니켈-도금된 기판으로부터 용이하게 층간박리되었다. 복합층의 층간박리된 표면은 거울상의 금속성-브론즈 광택을 가진다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 16]

비스페놀 A 폴리카르보네이트의 면당 2 내지 4mm의 약 18개의 작은 펠릿의 폴리에스테르 펠릿 대신에 사용하고 디스크를 약 200°C로 가열하여 펠릿을 액화시킨다는 점만 제외하고는 실시예 15에 기술된 바와 같이 복합 디스크를 제조하였다. 액화된 비스페놀 A 폴리카르보네이트를 냉각시켜 응고시켰다. 층간박리 100% 이루어지는 것으로 나타났다. 수득된 복합층은 상사-피복된 미세구조체층과 응고된 비스페놀 A 폴리카르보네이트를 포함하는 구조물을 제공한다.

[실시예 17]

폴리에스테르 펠릿 대신에 폴리카르보네이트의 약 4 또는 5 큐빅 페릿(미합중국, 오하이오주, 클리브랜드에 소재하는 General Electric 에서 상표명 “LEXAN 123-112 POLYCARBONATE” 로 시판)을 사용하고, 디스크를 약 200°C로 가열하여 펠릿을 액화시킨다는 점만 제외하고는 실시예 15에 기술된 바와 같이 복합 디스크를 제조하였다. 액화된 폴리카르보네이트를 냉각시켜 응고시켰다. 수득된 복합층의 층간박리 결과, 상사-피복된 미세구조체층과 응고된 폴리카르보네이트를 포함하는 구조물이 제공되었다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 18]

폴리에스테르 펠릿 대신에 폴리(메틸메타크릴레이트)의 약 4 또는 5 큐빅 펠릿을 사용하고 디스크를 약 200°C로 가열하여 펠릿을 액화시킨다는 점만 제외하고는 실시예 15에 기술된 바와 같이 복합 디스크를 제조하였다. 액화된 폴리(메틸메타크릴레이트)를 냉각시켜 응고시켰다. 수득된 복합층의 층간박리 결과, 상사-피복된 미세구조체층과 응고된 폴리(메틸메타크릴레이트)를 포함하는 구조물이 제공되었다. 층간박리는 100% 이루어지는 것으로 나타났다.

[실시예 19]

본 실시예는 본 발명에 따른 복합 물품의 방사선 흡광 능력을 입증하는 것이다.

페릴렌 레드와 미세구조체층을 실시예 6에 기술된 바와 같이 구리 피복된 폴리이미드 필름상에 침착시켰다. 미세구조체층을 금으로 진공 증기-피복시켜 평면 두께가 약 2500nm에 해당되는 금의 상사 피복층을 제공하였다.

접착제(“Duco CEMENT”)를 실시예 6에 기술된 바와 같이, 상사-피복된 미세구조체층에 피복하여 약 0.06 mm 두께의 경화된 복합물을 제공하였다.

구리-피복된 폴리이미드 필름은 상-피복된 미세구조체층과 접착제를 포함하는 수득된 복합층으로부터 용이하게 박리되었다.

200 내지 800nm 파장 범위상에서 통상의 UV-가시광선 분광계를 사용하여 층간박리된 복합층의 절대 반사율과 투과 스펙트럼 측정하였다. 반사율 측정은 정상 입사각에서 약 5° 벗어나는 검경 방식(즉, 반사각과 입사각이 동등)으로 수행하였다. 투과율 측정은 복합층의 층간박리된 표면에 대해 정상으로부터 약 60°의 검출기에 대한 각도를 포함하도록 통합 구체에 근접하게한 복합 물품에 의해 수행되었다. 측정된 반사율은 200 내지 800nm 파장 범위에서 약 1.6% 이하였다. 측정된 투과율은 200 내지 800nm 파장 범위에서 약 0.3% 이하였다. 결과는, 복합층이 약 200 내지 약 800nm 범위의 파장을 가진 입사 방사선의 98% 이상을 흡수한다는 것을 나타낸다.

본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어나지 않고서도 당해 기술 분야의 전문가라면 본 발명의 다양한 변형 및 변경을 실현할 것이며, 본 발명을 본 명세서에 설명된 예시적인 구체예로 부당하게 제한해서는 안된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

봉입체에 의해 내부에 부분적으로 봉입된 불연속적인 미세구조체의 조밀한 배열을 가진 층을 포함하는 복합 물품으로서, 상기 미세구조체의 한쪽 원위 단부는 노출되어 있고, 상기 미세구조체의 상기 노출된 원위 단부와 상기층의 표면은 상기 층의 공동면상에 배치되어 있으며, 상기 미세구조체는 표면 형태를 가진 기판의 표면상에 형성되어 있고, 상기 기판으로부터 층간박리된 상기 미세구조체의 상기 노출된 원위 단부는 상기 기판의 상기 표면 형태와 반대되는 표면 형태를 형성하며, 상기 미세구조체는 유기 미세구조체, 무기 반도체 미세구조체, 세라믹 미세구조체 및 금속 미세구조체로 구성되는 군으로부터 선택되며, 상기 미세구조체의 평균 직경은 1 내지 5000nm이고, 상기 미세구조체의 종횡비는 3 : 1 내지 100 : 1인 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 미세구조체의 크기와 형태가 본질적으로 균일한 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 미세구조체의 평균 직경이 10 내지 1000nm인 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 미세구조체의 상기 노출된 원위 단부와 상기 층의 상기 표면이 공동면상에 배치되어 있는 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 미세구조체와 상기 봉입체 사이에 배치된 상사 피복층을 추가로 포함하는 복합 물품.

청구항 6

상기 미세구조체가 유기 미세구조체이고, π -전자 밀도가 전체적으로 비편재된 링 또는 연쇄 및 평면 분자를 포함하는 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 7

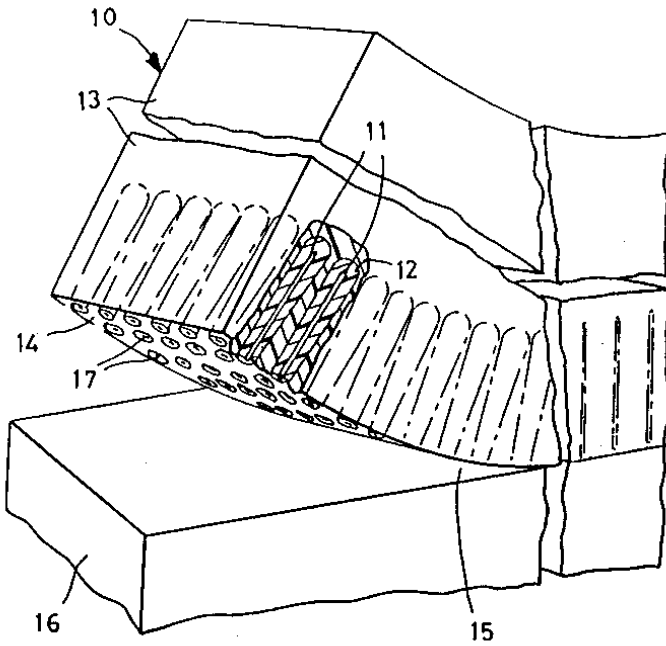
제1항에 있어서, 상기 미세구조체의 면적당 수밀도가 1 내지 10^4 개의 미세구조체/ μm^2 범위인 것을 특징으로 하는 복합 물품.

청구항 8

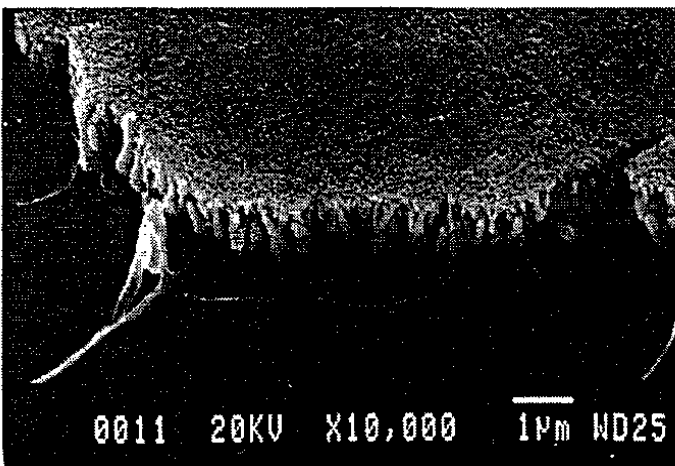
(a) 봉입된 미세구조체층을 보유한 기판을 제공하는 단계로서, 상기 기판은 표면을 보유하고, 상기 미세구조체층은 상기 기판의 상기 표면상에 직접 불연속적인 미세구조체의 조밀한 배열을 포함하며, 상기 미세구조체는 유기 미세구조체, 무기 반도체 미세구조체, 세라믹 미세구조체 및 금속 미세구조체로 구성되는 군으로부터 선택되며, 상기 미세구조체의 평균 직경은 1 내지 500nm이고, 상기 미세구조체의 종횡비는 3 : 1 내지 100 : 1인 단계; (b) 상기 기판으로부터 상기 봉입된 미세구조체층을 층간박리시켜 복합 물품을 제공하는 단계를 포함하는, 복합 물품의 제조 방법.

도면

도면1



도면2a



도면2b

