



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 117625020 B

(45) 授权公告日 2024.08.20

(21) 申请号 202210983271.8

C08G 65/26 (2006.01)

(22) 申请日 2022.08.16

B05D 1/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 117625020 A

(56) 对比文件

CN 101679807 A, 2010.03.24

CN 103025519 A, 2013.04.03

(43) 申请公布日 2024.03.01

审查员 赵同音

(73) 专利权人 江苏菲沃泰纳米科技股份有限公司

地址 214000 江苏省无锡市惠山区经济开发区玉祁配套区东环路182号

(72) 发明人 宗坚 陈海力

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

专利代理师 叶子浓

(51) Int. Cl.

C09D 171/00 (2006.01)

权利要求书4页 说明书14页

(54) 发明名称

一种亲水涂层、制备方法及器件

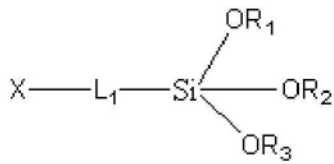
(57) 摘要

本发明的具体实施方式提供一种亲水涂层、制备方法及器件,所述亲水涂层的制备方法通过含有氨基、羟基或羧基的硅氧烷单体I和醚类单体II混合后气化引入等离子体反应器,等离子体放电,在基材的表面等离子体聚合形成所述亲水涂层,由该方法制备的亲水涂层具有优异的亲水防雾性能,并且受水分子影响小,与水分子接触反应后仍能保持较优的亲水性能。

1. 一种亲水涂层的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

提供基材,将基材置于等离子体反应器中;将单体 I 和单体 II 混合后气化引入等离子体反应器,等离子体放电,在所述基材的表面等离子体聚合形成所述亲水涂层;

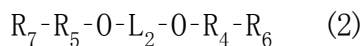
其中,所述单体 I 具有下式 (1) 所示的结构,



(1)

式 (1) 中,X为氨基、羟基或羧基, L_1 为 C_1-C_{30} 的亚烷基或 C_1-C_{30} 的取代亚烷基,所述取代亚烷基的取代基为羟基、氨基或羧基,所述 C_1-C_{30} 的亚烷基或 C_1-C_{30} 的取代亚烷基的碳碳连接键之间具有或者不具有-O-、-S-或者-NH-,所述 R_1 、 R_2 或 R_3 分别独自的为 C_1-C_5 的烷基;

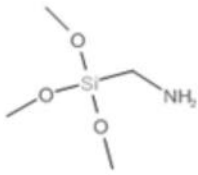
所述单体 II 具有下式 (2) 所示的结构,



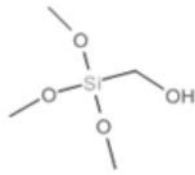
式 (2) 中, L_2 为 C_2-C_{10} 的亚烷基或 C_2-C_{10} 的取代亚烷基,所述取代亚烷基的取代基为羟基, R_4 和 R_5 分别独自的为连接键、 C_1-C_4 的亚烷基, R_6 和 R_7 分别独自的为甲基或环氧基。

2. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述 L_1 为 C_1-C_4 的亚烷基,所述 R_1 、 R_2 或 R_3 分别独自的为甲基、乙基或丙基。

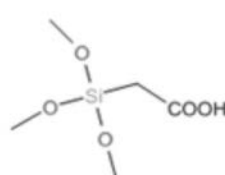
3. 根据权利要求2所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述单体 I 选自为以下结构式 (1-1) 至 (1-12) 的化合物:



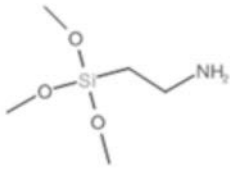
(1-1)



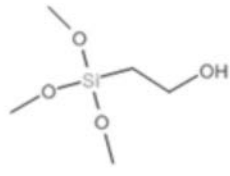
(1-2)



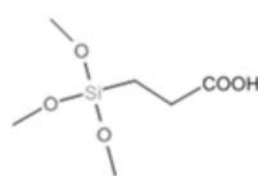
(1-3)



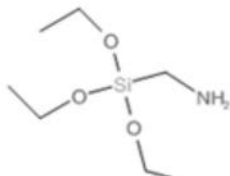
(1-4)



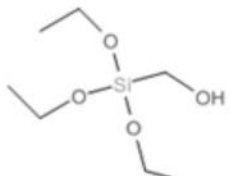
(1-5)



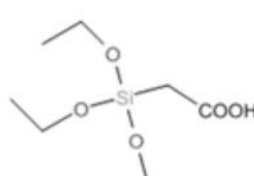
(1-6)



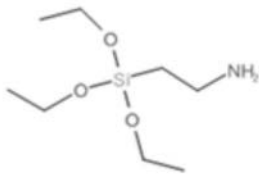
(1-7)



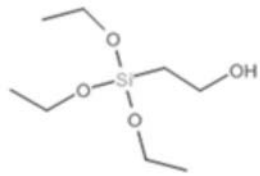
(1-8)



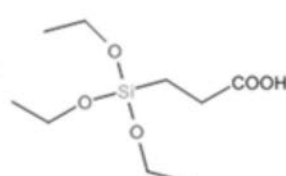
(1-9)



(1-10)

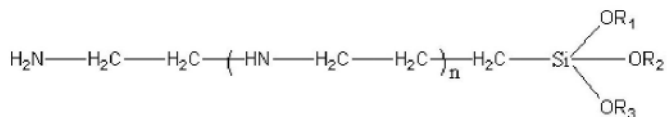


(1-11)



(1-12)。

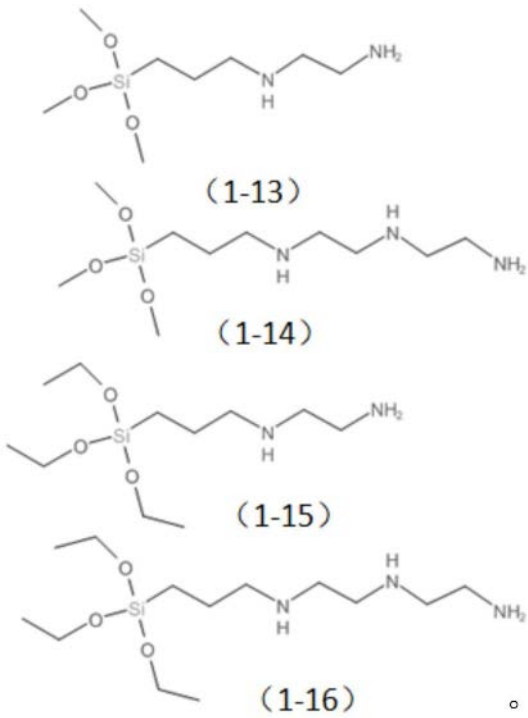
4. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,单体I具有下式(3)所示结构,



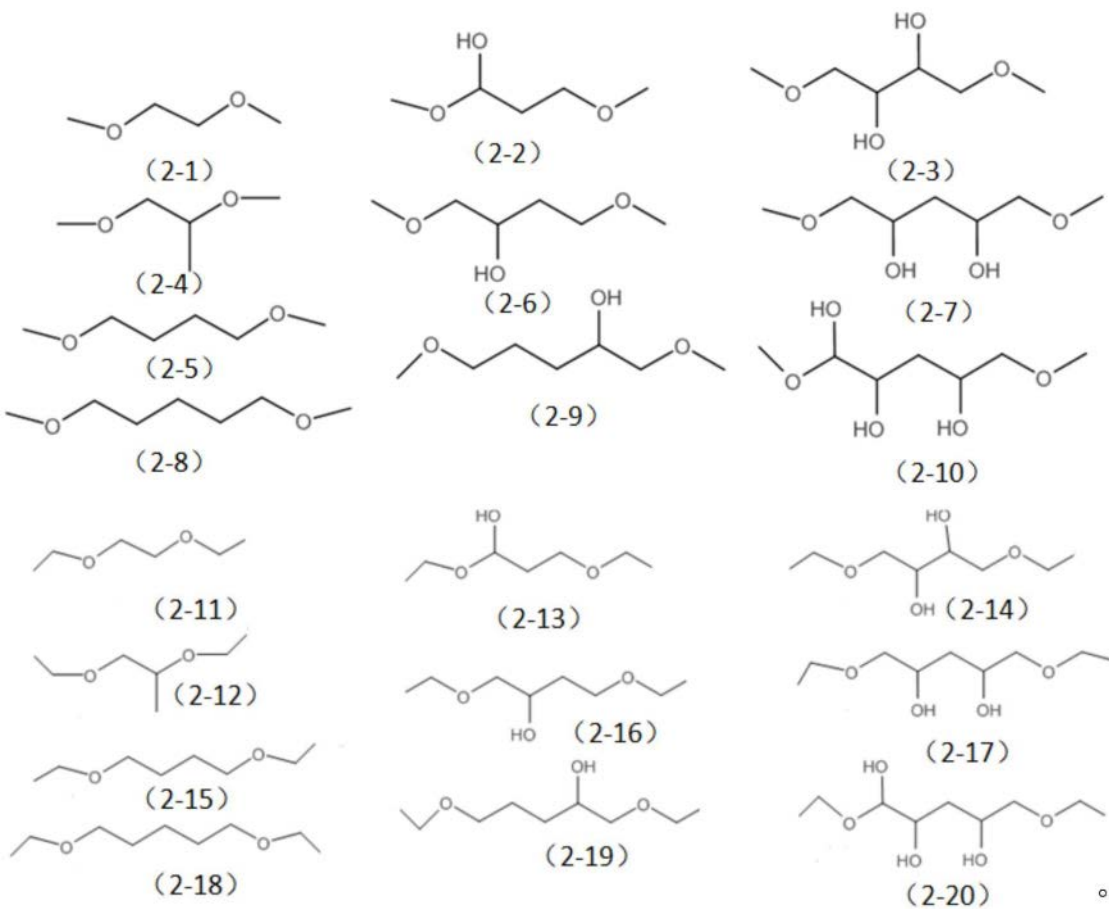
(3)

式(3)中,所述R₁、R₂或R₃分别独自的为甲基、乙基或丙基,n为0、1、2、3或4。

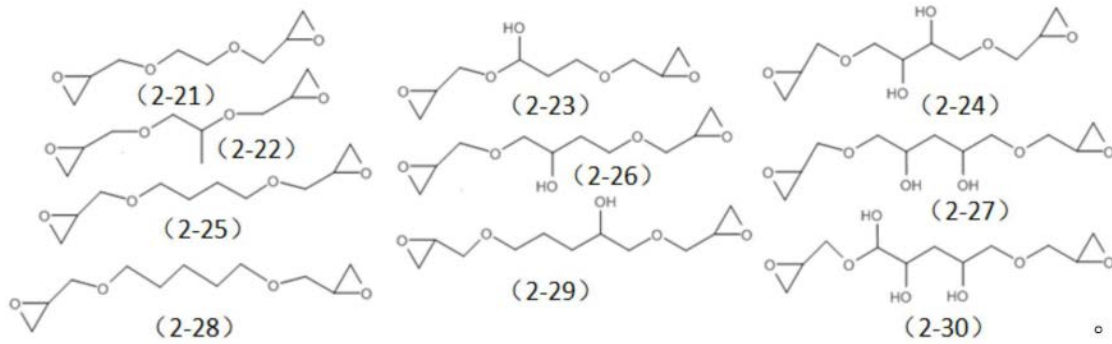
5. 根据权利要求4所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述单体I选自为以下结构式(1-13)至(1-16)的化合物:



6. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述单体 II 选自为以下结构式(2-1)至(2-20)的化合物:



7. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述单体 II 选自为以下结构式(2-21)至(2-30)的化合物:



8. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,单体I和单体II的摩尔比为3:1-1:3。

9. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,将单体I和单体II混合后气化引入等离子体反应器的同时通入氧气。

10. 根据权利要求9所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,单体I和单体II混合气体的流量为20~200 μ L/min,氧气的流量为20~200sccm。

11. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述等离子体为脉冲等离子体,所述脉冲等离子体通过施加脉冲电压放电产生,其中,放电功率为10W~300W,脉冲频率为20Hz-10kHz,脉冲占空比为40%~80%,等离子体放电时间为100s~36000s。

12. 根据权利要求1所述的亲水涂层的制备方法,其特征在于,所述基材为金属、陶瓷、塑料、玻璃、电子设备或光学仪器。

13. 一种亲水涂层,其特征在于,所述亲水涂层由权利要求1-12中任意一项所述亲水涂层的制备方法制备获得。

14. 一种器件,其特征在于,所述器件的至少部分表面具有权利要求13所述的亲水涂层。

一种亲水涂层、制备方法及器件

技术领域

[0001] 本发明属于等离子化学领域,具体涉及一种亲水涂层、制备方法及器件。

背景技术

[0002] 透明材料(如玻璃,塑料)在工农业生产和日常生活以及军事领域中有着广泛的用途,例如护目镜、激光防护镜、望远镜及各种摄像设备的镜头、各种机械的观察窗、运动潜水镜、浴室玻璃、化学或生物防护面具、车辆挡风玻璃及后视镜、排爆处理防护设备、头盔、太阳能电池板、测量仪器的观察窗、玻璃罩、温室的玻璃墙等。然而,在冬天哈气时眼镜会让我们“雾里看花”;在寒冷的冬天由于挡风玻璃表面结雾会大大影响我们的能见度,甚至造成事故。雾化问题给人们的工作和生活带来诸多不便,防雾技术与防雾材料的研究与开发倍受科学界和企业界的关注。

[0003] 在透明材料表面设置防雾涂层是一种常见防雾手段,防雾涂层通常有两种类型,一种是在透明材料表面形成亲水表面,水滴在亲水表面铺展成膜,另一种是在透明材料表面形成疏水表面,水滴在疏水表面成珠滚落。后者存在的缺点是在有大量水汽迅速冷凝时,仍会出现雾化现象。前者形成均匀的水膜,以消除光线的漫反射现象而到达防雾的目的。

[0004] 目前,亲水防雾涂层的技术改进主要集中于传统液相处理法,包括凝胶-溶胶法、层层自组装法、自由基溶液聚合法等。这些方法一般使用喷涂或旋涂的方法,将胶水涂布到基材表面,然后使用加热或UV辐照的方法固化。在液相处理方法中,存在一个缺点:溶剂、反应介质的存在,可能与基材发生反应,破坏基材结构,产生潜在的危害。

[0005] 等离子体增强化学气相沉积(PECVD)是一种化学气相沉积工艺,在低压下使用辉光放电产生的等离子体活化单体,产生高活性的单体自由基或离子片段,沉积到基材表面反应成膜,具有沉积速率快;成膜质量好,针孔较少,不易龟裂的优点,并且反应过程中不需要液相溶剂,不会对基材产生破坏,因此,采用PECVD技术为亲水防雾涂层的制备提供了更好的选择,采用亲水性单体通过PECVD可制备获得良好的亲水防雾涂层,但是通常的亲水单体制备的亲水性涂层可能由于容易与水分子结合的原因,与水分子接触后容易导致膜层亲水性能发生明显衰减。

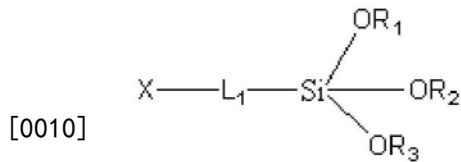
发明内容

[0006] 本发明的具体实施方式提供一种亲水性能受水分子影响较小的亲水涂层、制备方法及器件,具体方案如下:

[0007] 一种亲水涂层的制备方法,包括以下步骤:

[0008] 提供基材,将基材置于等离子体反应器中;将单体I和单体II混合后气化引入等离子体反应器,等离子体放电,在所述基材的表面等离子体聚合形成所述亲水涂层;

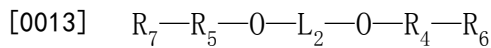
[0009] 其中,所述单体I具有下式(1)所示的结构,



(1)

[0011] 式(1)中,X为氨基、羟基或羧基,L₁为C₁-C₃₀的亚烷基或C₁-C₃₀的取代亚烷基,所述取代亚烷基的取代基为羟基、氨基或羧基,所述C₁-C₃₀的亚烷基或C₁-C₃₀的取代亚烷基的碳碳连接键之间具有或者不具有-O-、-S-或者-NH-,所述R₁、R₂或R₃分别独自的为C₁-C₅的烷基;

[0012] 所述单体II具有下式(2)所示的结构,

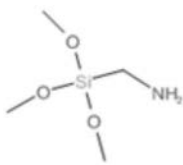


[0014] (2)

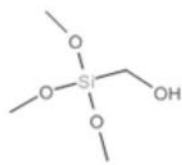
[0015] 式(2)中,L₂为C₂-C₁₀的亚烷基或C₂-C₁₀的取代亚烷基,所述取代亚烷基的取代基为羟基,R₄和R₅分别独自的为连接键、C₁-C₄的亚烷基,R₆和R₇分别独自的为甲基或环氧基。

[0016] 可选的,所述L₁为C₁-C₄的亚烷基,所述R₁、R₂或R₃分别独自的为甲基、乙基或丙基。

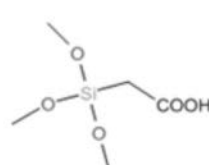
[0017] 可选的,所述单体I选自为以下结构式(1-1)至(1-12)的化合物:



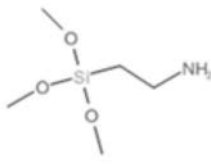
(1-1)



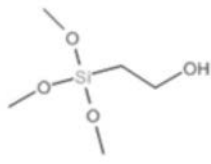
(1-2)



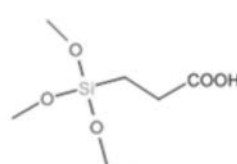
(1-3)



(1-4)

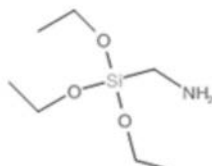


(1-5)

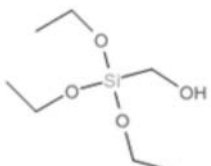


(1-6)

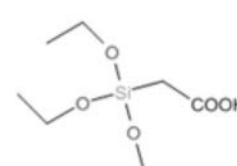
[0018]



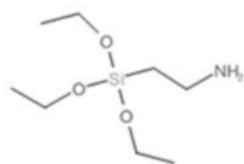
(1-7)



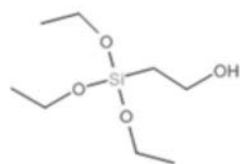
(1-8)



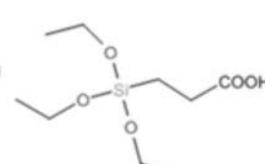
(1-9)



(1-10)

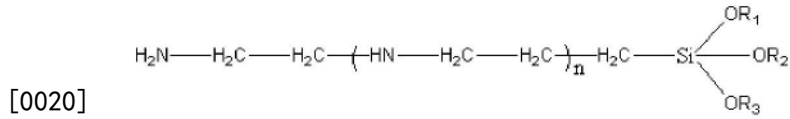


(1-11)



(1-12)。

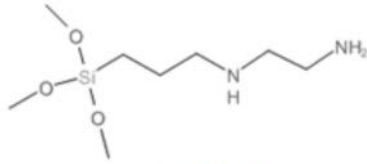
[0019] 可选的,单体I具有下式(3)所示结构,



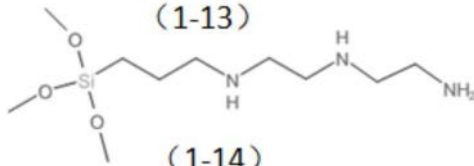
(3)

[0021] 式(3)中,所述R₁、R₂或R₃分别独自的为甲基、乙基或丙基,n为0、1、2、3或4。

[0022] 可选的,所述单体I选自为以下结构式(1-13)至(1-16)的化合物:

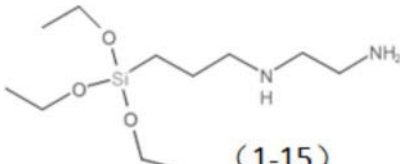


(1-13)

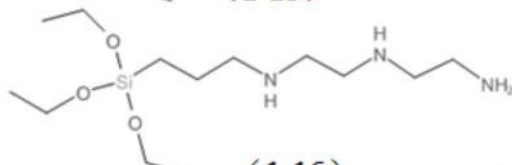


(1-14)

[0023]

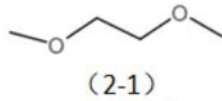


(1-15)

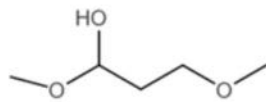


(1-16)

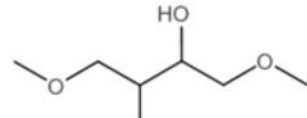
[0024] 可选的,所述单体II选自为以下结构式(2-1)至(2-20)的化合物:



(2-1)

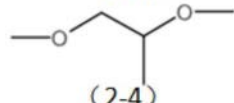


(2-2)

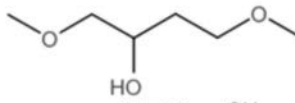


(2-3)

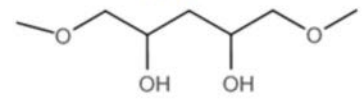
[0025]



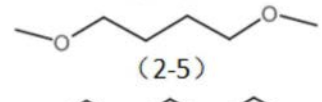
(2-4)



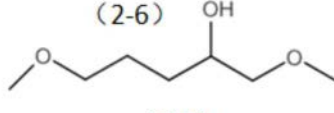
(2-6)



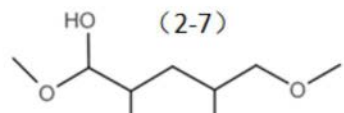
(2-7)



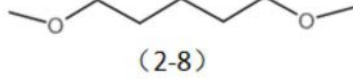
(2-5)



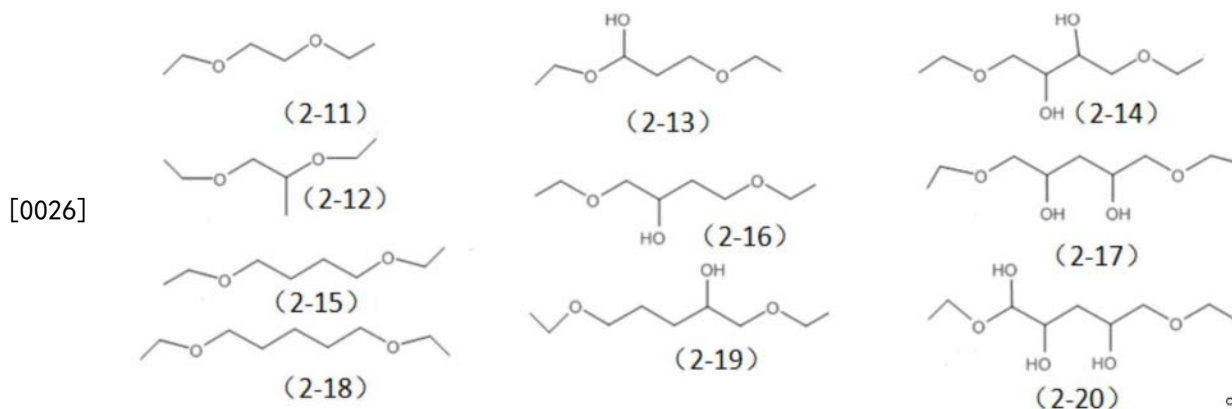
(2-9)



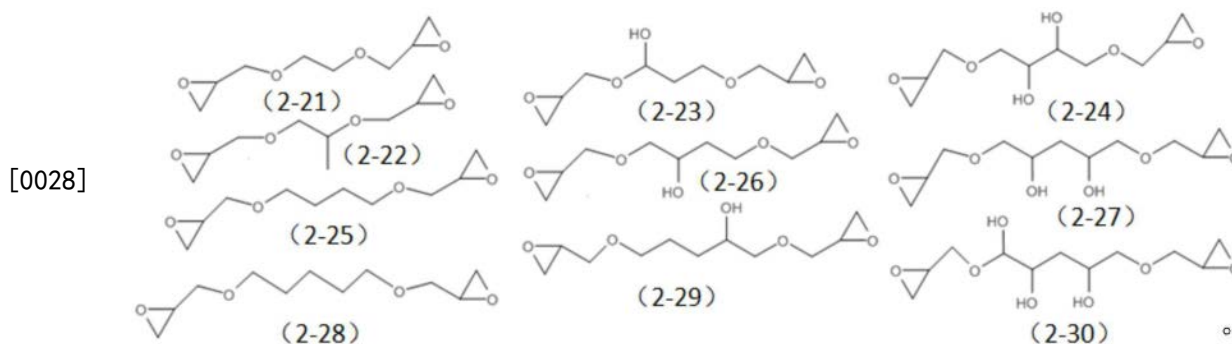
(2-10)



(2-8)



[0027] 可选的,所述单体 II 选自为以下结构式 (2-21) 至 (2-30) 的化合物:



[0029] 可选的,单体 I 和单体 II 的摩尔比为 3:1-1:3。

[0030] 可选的,将单体 I 和单体 II 混合后气化引入等离子体反应器的同时通入氧气。

[0031] 可选的,单体 I 和单体 II 混合气体的流量为 20 ~ 200 μ L/min,氧气的流量为 20 ~ 200sccm。

[0032] 可选的,所述等离子体为脉冲等离子体,所述脉冲等离子体通过施加脉冲电压放电产生,其中,放电功率为 10W ~ 300W,脉冲频率为 20Hz-10kHz,脉冲占空比为 40% ~ 80%,等离子体放电时间为 100s ~ 36000s。

[0033] 可选的,所述基材为金属、陶瓷、塑料、玻璃、电子设备或光学仪器。

[0034] 一种亲水涂层,所述亲水涂层由以上任意所述亲水涂层的制备方法制备获得。

[0035] 一种器件,所述器件的至少部分表面具有以上所述的亲水涂层。

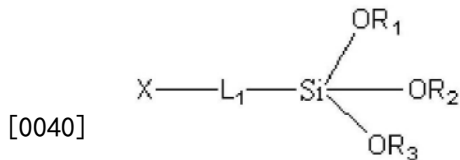
[0036] 本发明具体实施方式的亲水涂层的制备方法,通过式 (1) 所示结构的含有氨基、羟基或羧基的硅氧烷单体 I 和式 (2) 所示结构的醚类单体 II 混合后气化引入等离子体反应器,等离子体放电,在基材的表面等离子体聚合形成所述亲水涂层,由该方法制备的亲水涂层具有优异的亲水防雾性能,并且受水分子影响小,与水分子接触反应后仍能保持较优的亲水性能。

具体实施方式

[0037] 本发明的具体实施方式提供一种亲水涂层的制备方法,包括以下步骤:

[0038] 提供基材,将基材置于等离子体反应器中;将单体 I 和单体 II 混合后气化引入等离子体反应器,等离子体放电,在所述基材的表面等离子体聚合形成所述亲水涂层;

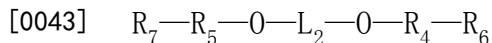
[0039] 其中,所述单体 I 具有下式 (1) 所示的结构,



(1)

[0041] 式(1)中,X为氨基、羟基或羧基, L_1 为 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基,所述取代亚烷基是指所述亚烷基上带有取代基,所述取代基为羟基、氨基或羧基,所述 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基的碳碳连接键之间具有或者不具有-O-、-S-或者-NH-,所述 R_1 、 R_2 或 R_3 分别各自的为 C_1 - C_5 的烷基;

[0042] 所述单体II具有下式(2)所示的结构,



[0044] (2)

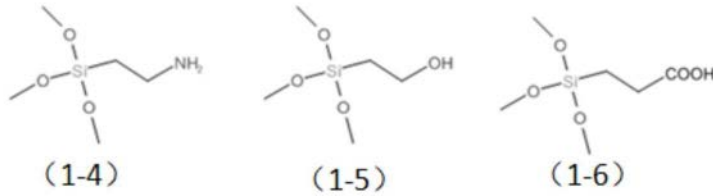
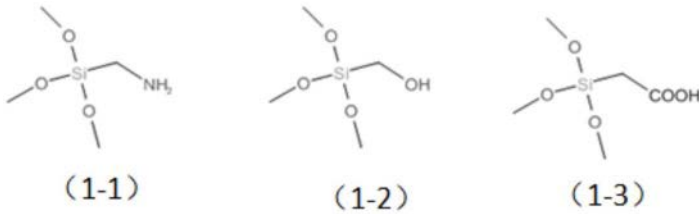
[0045] 式(2)中, L_2 为 C_2 - C_{10} 的亚烷基或 C_2 - C_{10} 的取代亚烷基,所述取代亚烷基是指所述亚烷基上带有取代基,所述取代基为羟基, R_4 和 R_5 分别各自的为连接键、 C_1 - C_4 的亚烷基, R_6 和 R_7 分别各自的为甲基或环氧基,考虑到所述亲水涂层与水分子接触反应后能保持更优的亲水性能,在一些具体实施方式中, R_6 和 R_7 为环氧基。

[0046] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述 L_1 为 C_1 - C_4 的亚烷基,具体的例如可以是亚甲基、亚乙基、亚丙基或亚丁基,所述 R_1 、 R_2 或 R_3 分别各自的为甲基、乙基或丙基。

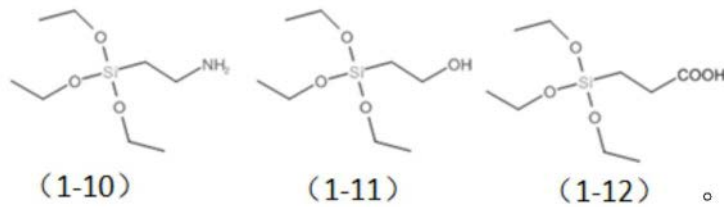
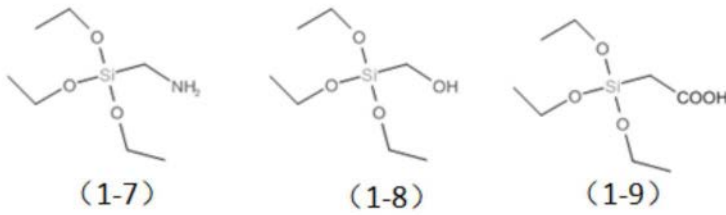
[0047] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述亚烷基为直链方式的亚烷基,在一些具体实施方式中,所述亚烷基为带有支链方式的亚烷基,例如具有甲基、乙基等支链的亚烷基。

[0048] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法, L_1 为 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基,所述 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基的碳碳连接键之间具有或者不具有-O-、-S-或者-NH-,是指在一些具体实施方式中, L_1 为 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基,在一些具体实施方式中,至少部分碳碳连接键之间具有-O-、-S-或者-NH-的 C_1 - C_{30} 的亚烷基或 C_1 - C_{30} 的取代亚烷基。

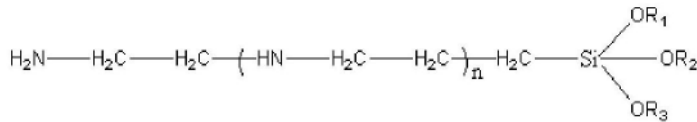
[0049] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述单体I选自为以下结构式(1-1)至(1-12)的化合物:



[0050]



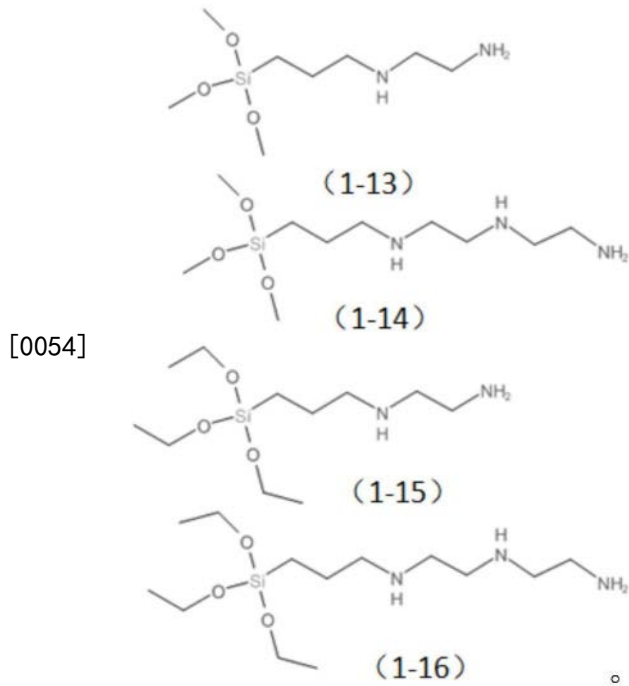
[0051] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,单体I具有下式(3)所示结构,



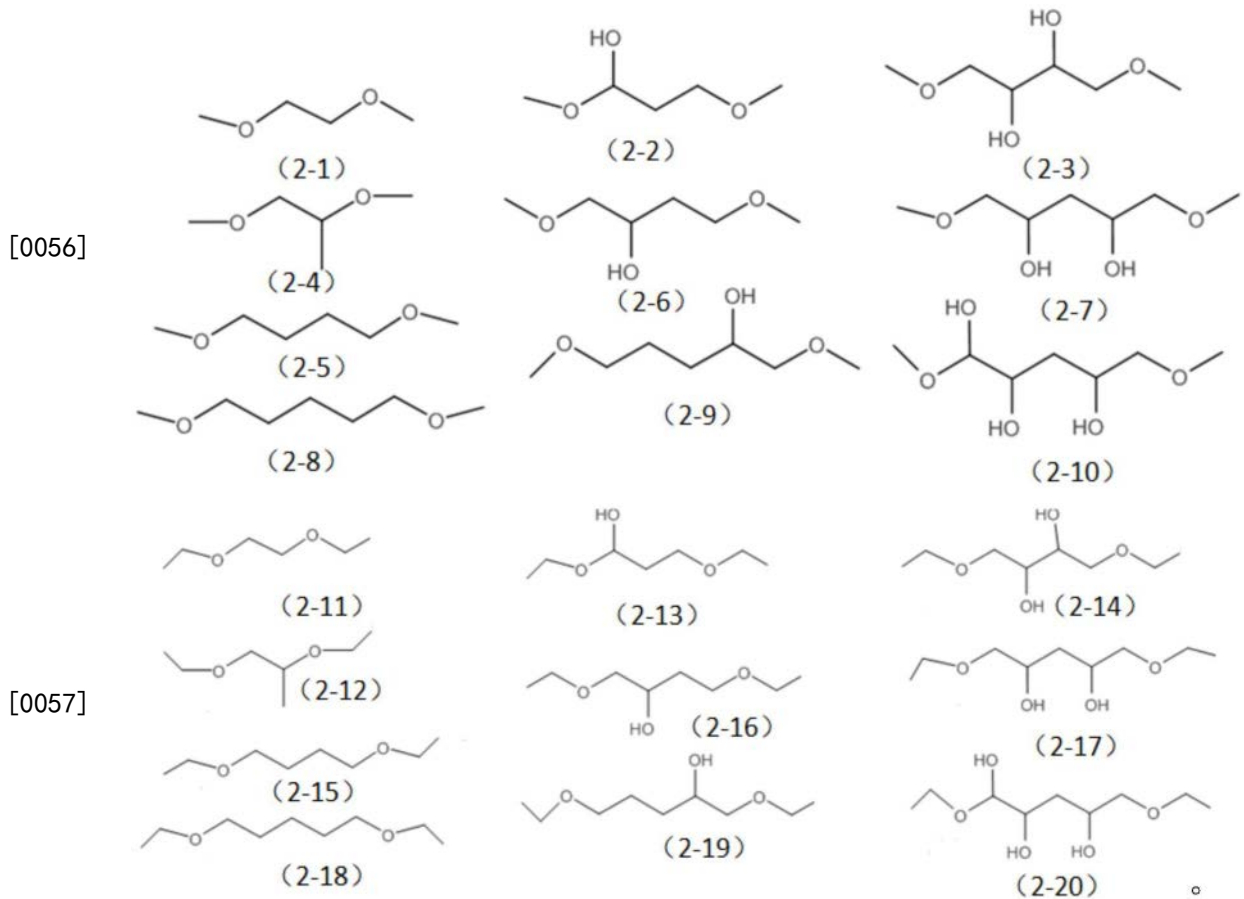
[0052]

(3)

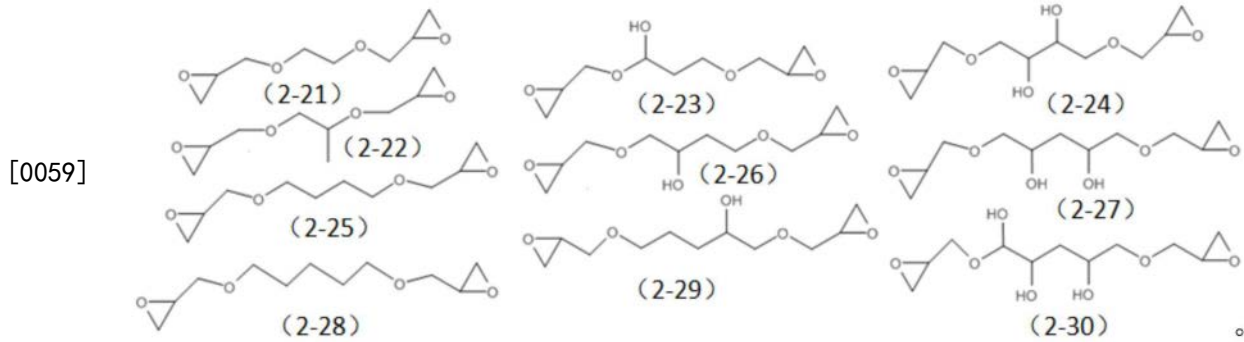
[0053] 式(3)中,所述R1、R2或R3分别独自的为甲基、乙基或丙基,n为0、1、2、3或4,具体的例如所述单体I可以选自为以下结构式(1-13)至(1-16)的化合物:



[0055] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述单体 II 选自为以下结构式 (2-1) 至 (2-20) 的化合物:



[0058] 在一些具体实施方式中,所述单体 II 选自为以下结构式 (2-21) 至 (2-30) 的化合物:



[0060] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述单体I和单体II的摩尔比为3:1-1:3。

[0061] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,将单体I和单体II混合后气化引入等离子体反应器的同时通入氦气、氩气、氮气、氧气和氢气中的一种或者几种,考虑到更优的亲水性,在一些具体实施方式中,将单体I和单体II混合后气化引入等离子体反应器的同时通入氧气,在一些具体实施方式中,单体I和单体II混合气体的流量为20~200 $\mu\text{L}/\text{min}$,具体的例如可以是20 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、30 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、40 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、50 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、60 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、70 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、80 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、80 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、90 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、100 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、110 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、120 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、130 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、140 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、150 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、160 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、170 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、180 $\mu\text{L}/\text{min}$ 、190 $\mu\text{L}/\text{min}$ 或200 $\mu\text{L}/\text{min}$ 等等,氧气的流量为20~200sccm,具体的例如可以是20sccm、30sccm、40sccm、50sccm、60sccm、70sccm、80sccm、90sccm、100sccm、110sccm、120sccm、130sccm、140sccm、150sccm、160sccm、170sccm、180sccm、190sccm或200sccm等等。

[0062] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述基材为金属、陶瓷、塑料、玻璃、电子设备或光学仪器等,在一些具体实施方式中,考虑到超亲水性,所述基材的材质为玻璃。在一些具体实施方式中,所述基材为透明材料,具体的例如可以是眼镜的镜片、护目镜、激光防护镜、望远镜及各种摄像设备的镜头、各种机械的观察窗、运动潜水镜、浴室玻璃、化学或生物防护面具、车辆挡风玻璃及后视镜、排爆处理防护设备、头盔、太阳能电池板、测量仪器的观察窗、玻璃罩、温室的玻璃墙等。

[0063] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,为进一步增强等离子体涂层与基材的结合力,在一些具体实施方式中,在涂层前对所述基材采用等离子体进行预处理,具体预处理方式例如,在惰性气体、氧气或氢气气氛下,采用等离子体放电功率为20~500W,放电方式为连续式,持续放电时间1~60min。考虑到更优的亲水性,在一些具体实施方式中,在氧气的气氛下,采用等离子体放电进行预处理。

[0064] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述涂层的厚度为1-1000nm,具体的例如1nm、5nm、10nm、20nm、30nm、40nm、50nm、100nm、150nm、200nm、250nm、300nm、350nm、400nm、450nm、500nm、600nm、700nm、800nm、900nm、1000nm等等。在一些具体实施方式中,作为超薄的透明纳米涂层,所述涂层的厚度为1-100nm。

[0065] 本发明具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,反应过程中,等离子体反应器腔体内的温度控制在20 $^{\circ}\text{C}$ -80 $^{\circ}\text{C}$,具体例如可以是20 $^{\circ}\text{C}$ 、30 $^{\circ}\text{C}$ 、40 $^{\circ}\text{C}$ 、50 $^{\circ}\text{C}$ 、60 $^{\circ}\text{C}$ 、70 $^{\circ}\text{C}$ 或80 $^{\circ}\text{C}$ 等等;腔体内的压力在1000毫托以下,进一步为500毫托以下,更进一步为100毫托以下;单体I和单体II混合后气化温度为50 $^{\circ}\text{C}$ -180 $^{\circ}\text{C}$,具体例如可以是50 $^{\circ}\text{C}$ 、60 $^{\circ}\text{C}$ 、

70℃、80℃、90℃、100℃、110℃、120℃、130℃、140℃、150℃、160℃、170℃、180℃等等,且是在真空条件下发生气化。所述等离子体为脉冲等离子体,在一些具体实施方式中,所述脉冲等离子体通过施加脉冲电压放电产生,其中,脉冲放电功率为10W~300W,具体例如可以是10W、20W、30W、40W、50W、70W、80W、100W、120W、140W、160W、180W、190W、200W、210W、220W、230W、240W、250W、260W、270W、280W、290W或300W等等,在一些具体实施方式中,考虑到更好的亲水性,所述脉冲放电功率为60W~100W;脉冲频率为20Hz-10kHz,具体的例如可以是20Hz、30Hz、40Hz、50Hz、60Hz、70Hz、80Hz、90Hz、100Hz、200Hz、300Hz、400Hz、500Hz、600Hz、700Hz、800Hz、900Hz、1KHz、5KHz或10KHz等等;脉冲占空比为0.1%~85%,具体例如可以是0.1%、0.5%、1%、5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、55%、60%、65%、70%、75%、80%或85%等等,在一些具体实施方式中,脉冲占空比为40%~80%,进一步所述脉冲占空比为45%~75%;等离子放电时间为100s-36000s,具体例如可以是100s、500s、1000s、1800s、2000s、1000s、2000s、3000s、4000s、5000s、6000s、7000s、7200s、10800s、14400s、18000s、21600s、25200s、28800s、32400s或36000s等等。

[0066] 本发明的具体实施方式亲水涂层的制备方法,在一些具体实施方式中,所述等离子放电方式可以现有的各种放电方式,具体例如,无电极放电(如射频电感耦合放电、微波放电)、单电极放电(如电晕放电、单极放电所形成的等离子体射流)、双电极放电(如介质阻挡放电、裸露电极射频辉光放电)以及多电极放电(如采用浮动电极作为第三个电极的放电)。

[0067] 本发明的具体实施方式还提供一种亲水涂层,所述亲水涂层由以上所述亲水涂层的制备方法制备获得。

[0068] 本发明具体实施方式的亲水涂层,具有优异的亲水性及泡水后亲水性能保持率,在一些具体实施方式中,所述亲水涂层泡水前,根据GB/T 30447-2013测得水接触角在20°以下,进一步在15°以下,进一步在10°以下,在一些具体实施方式种,所述亲水涂层在水中浸泡10分钟后,根据GB/T 30447-2013测得水接触角在30°以下,进一步在20°以下,与浸泡前比较所述水接触角变化率不超过400%,进一步不超过300%,进一步不超过200%,进一步不超过150%。

[0069] 本发明的具体实施方式还提供一种器件,所述器件的至少部分表面具有以上所述的亲水涂层,在一些具体实施方式中,所述器件的部分表面或全部表面沉积有上述的亲水涂层。

[0070] 以下通过具体实施例对本发明做进一步说明。

[0071] 实施例

[0072] 测试方法说明

[0073] 涂层厚度测试:使用美国Filmetrics F20-UV-薄膜厚度测量仪进行检测。

[0074] 涂层水接触角:根据GB/T 30447-2013标准进行测试。

[0075] 涂层透光率及色差:根据GB11186.3-1989标准进行计算,使用分光测色计检测,测试结果中 ΔE 表示色差, $\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2}$;T表示透光率;L、a、b表示Lab颜色模型中的三个颜色通道,L表示亮度,a表示红绿,b表示黄蓝。

[0076] 泡水测试:使用500ML容量的烧杯,在室温下装半杯水,将表面镀有超亲水纳米涂

层的透明玻璃片完全浸润进去,10分钟后取出,待样品表面水渍完全沥干,进行涂层水接触角测试。

[0077] 实施例1

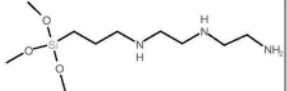
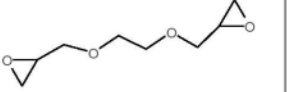
[0078] 将基材透明玻璃板(长:75mm,宽:26mm,厚1mm)放置于500L等离子体真空反应腔体内,对反应腔体连续抽真空使真空度达到80毫托,腔体内部温度为50℃,通入氧气,流量为160sccm;

[0079] 保持腔体气压为80毫托,保持氧气流量为160sccm,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为连续放电,放电时间600s,放电功率300w;

[0080] 然后,按照下表1中的所示结构的单体I和单体II按摩尔比2.6:1混合后通入反应腔体内,单体气化温度为110℃,保持腔体气压为80毫托,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为脉冲,放电功率、单体流量和氧气流量如下表1所示,脉冲频率50Hz,放电时间1800s,脉冲占空比为45%,在透明玻璃板形成亲水涂层;

[0081] 涂层制备结束后,通入空气,使反应腔体恢复至常压,打开腔体,取出透明玻璃板进行涂层厚度、水接触角测试,测试结果列入表1中。

[0082] 表1实施例1的单体、等离子涂层条件及相关测试结果

实施 例 1	单体	放电 功率 (W)	单体流量 ($\mu\text{L}/\text{min}$)	氧气流量 (sccm)	膜厚 (nm)	水滴角 ($^{\circ}$)	
[0083]	 单体I	80	100	40	27	5	
			100	70	29	5	
			100	100	32	8	
	 单体II		100	150	35	15	
			70	40	27	9	
			70	40	28	8	
			150	40	40	9	
			40	100	40	23	12
			120	100	40	35	10

[0084] 实施例2

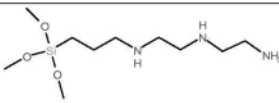

[0085] 将基材透明玻璃板(长:75mm,宽:26mm,厚1mm)放置于500L等离子体真空反应腔体内,对反应腔体连续抽真空使真空度达到80毫托,腔体内部温度为50℃,通入氧气,流量为160sccm;

[0086] 保持腔体气压为80毫托,保持氧气流量为160sccm,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为连续放电,放电时间600s,放电功率300w;

[0087] 然后,按照下表2中的所示结构的单体I和单体II按摩尔比2.6:1混合后通入反应腔体内,单体气化温度为110℃,保持腔体气压为80毫托,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为脉冲,放电功率、单体流量和氧气流量如下表2所示,脉冲频率50Hz,放电时间1800s,脉冲占空比为45%,在透明玻璃板形成亲水涂层;

[0088] 涂层制备结束后,通入空气,使反应腔体恢复至常压,打开腔体,取出透明玻璃板进行涂层厚度、水接触角测试,测试结果列入表2中。

[0089] 表2实施例2的单体、等离子涂层条件及相关测试结果

	单体	放电功率 (W)	单体流量 ($\mu\text{L}/\text{min}$)	氧气流量 (sccm)	膜厚 (nm)	水滴角 ($^\circ$)
[0090]	 单体I  单体II	80	100	40	20	6

[0091] 实施例3

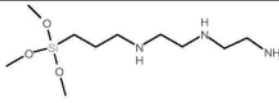
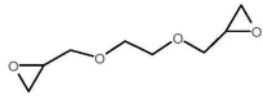
[0092] 将基材透明塑料PC板(长:120mm,宽:50mm,厚3mm)放置于500L等离子体真空反应腔体内,对反应腔体连续抽真空使真空度达到80毫托,腔体内部温度为 50°C ,通入氧气,流量为160sccm;

[0093] 保持腔体气压为80毫托,保持氧气流量为160sccm,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为连续放电,放电时间600s,放电功率300w;

[0094] 然后,按照下表3中的所示结构的单体I和单体II按摩尔比2.6:1混合后通入反应腔体内,单体气化温度为 110°C ,保持腔体气压为80毫托,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为脉冲,放电功率、单体流量和氧气流量如下表3所示,脉冲频率50Hz,放电时间1800s,脉冲占空比为45%,在透明玻璃板形成亲水涂层;

[0095] 涂层制备结束后,通入空气,使反应腔体恢复至常压,打开腔体,取出透明塑料PC板进行涂层厚度、水接触角测试,测试结果列入表3中。

[0096] 表3实施例3的单体、等离子涂层条件及相关测试结果

实施例	单体	放电功率 (W)	单体流量 ($\mu\text{L}/\text{min}$)	氧气流量 (sccm)	膜厚 (nm)	水滴角 ($^\circ$)
3						
[0097]	 单体I	80	40	40	27	17
3-2			70		29	23
3-3			100		30	28
3-4	 单体II		150		40	35

[0098] 由实施例1和实施例3的结果可知,相比于透明塑料PC板,单体I和单体II在透明玻璃板上形成的等离子涂层具有超亲水性,相比塑料PC板,表明作为超亲水的涂层,所述单体I和单体II的等离子涂层更适用于玻璃基材。

[0099] 对比例1~2

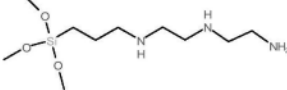

[0100] 将基材透明玻璃板(长:75mm,宽:26mm,厚1mm)放置于500L等离子体真空反应腔体内,对反应腔体连续抽真空使真空度达到80毫托,腔体内部温度为50℃,通入氧气,流量为160sccm;

[0101] 保持腔体气压为80毫托,保持氧气流量为160sccm,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为连续放电,放电时间600s,放电功率300w;

[0102] 然后,按照下表4中的所示结构的单体通入反应腔体内,单体气化温度为110℃,保持腔体气压为80毫托,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为脉冲,放电功率、单体流量和氧气流量如下表4所示,脉冲频率50Hz,放电时间1800s,脉冲占空比为45%,在透明玻璃板形成亲水涂层;

[0103] 涂层制备结束后,通入空气,使反应腔体恢复至常压,打开腔体,取出透明玻璃板进行涂层厚度、水接触角测试,测试结果列入表4中。

[0104] 表4对比例1-2的单体、等离子涂层条件及相关测试结果

对比例	单体	放电功率 (W)	单体流量 (μL/min)	氧气流量 (sccm)	膜厚 (nm)	水滴角 (°)
[0105] 对比例 1		80	70	40	32	5
对比例 2			50		45	7

[0106] 对比例3

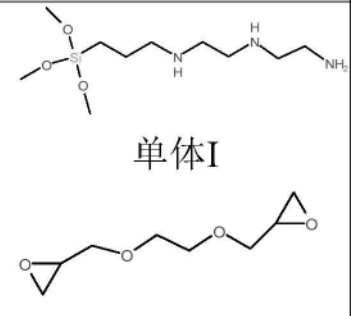
[0107] 将基材透明玻璃板(长:75mm,宽:26mm,厚1mm)放置于500L等离子体真空反应腔体内,对反应腔体连续抽真空使真空度达到80毫托,腔体内部温度为50℃,通入氧气,流量为160sccm;

[0108] 保持腔体气压为80毫托,保持氧气流量为160sccm,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为连续放电,放电时间600s,放电功率300w;

[0109] 然后,按照下表5中的所示结构的单体I和单体II分别按80μL/min和20μL/min的流量混喷的方式通入反应腔体内,单体气化温度为110℃,保持腔体气压为80毫托,开启射频等离子体放电,射频的能量输出方式为脉冲,放电功率和氧气流量如下表5所示,脉冲频率50Hz,放电时间1800s,脉冲占空比为45%,在透明玻璃板形成亲水涂层;

[0110] 涂层制备结束后,通入空气,使反应腔体恢复至常压,打开腔体,取出透明玻璃板进行涂层厚度、水接触角测试,测试结果列入表5中。

[0111] 表5对比例3的单体、等离子涂层条件及相关测试结果

[0112]	对比例 3	单体	放电功率 (W)	氧气流量 (sccm)	膜厚 (nm)	水滴角 (°)
		 单体I 单体II	50	40	35	7

[0113] 选取未涂层玻璃片、实施例1中的1-1、1-3、1-5、1-7、1-8、1-9, 实施例2、对比例1-3的涂层进行泡水测试, 泡水前的涂层色差和透过率测试, 其结果列入下表6中。

[0114] 表6泡水测试, 色差和透过率测试结果

编号	水滴角 (°)		ΔE	L	a	b	ΔL	Δa	Δb	T (%)	
	泡水前	泡水后									
玻璃片	54	-	-	96.22	-0.3	0.43	-	-	-	90.55	
[0115] 实施例 1	1-1	5	13	0.46	96.73	-0.39	0.23	0.51	-0.09	-0.2	91.23
	1-3	8	19	0.42	96.68	-0.38	0.25	0.46	-0.08	-0.18	91.27
	1-5	9	21	0.33	96.63	-0.34	0.19	0.41	-0.04	-0.24	91.17
	1-7	9	17	0.28	96.57	-0.37	0.23	0.35	-0.07	-0.2	91.22
	1-8	12	25	0.35	96.61	-0.35	0.26	0.39	-0.05	-0.17	91.14
	1-9	10	27	0.22	96.48	-0.36	0.31	0.26	-0.06	-0.12	91.19
实施例 2	6	20	0.56	96.69	-0.38	0.23	0.47	-0.08	-0.2	91.28	
对比例 1	5	35	0.33	96.59	-0.37	0.24	0.37	-0.07	-0.16	91.71	
对比例 2	7	61	0.32	96.62	-0.41	0.21	0.4	-0.11	-0.22	91.32	
对比例 3	7	54	0.55	96.68	-0.36	0.13	0.46	-0.06	-0.30	91.59	

[0116] 由上表6的结果可知, 相比于对比例1和2的所述单个单体, 实施例1和2的所述单体I和单体II组合制备的等离子涂层泡水后具有更小水滴角变化率, 表明其单体组合制备的等离子涂层受水分子影响小, 与水分子接触反应后仍能保持较优的亲水性能; 相比于对比例3中单体I和单体II通过不同的进腔口进入反应腔体进行等离子涂层, 实施例1中单体I和单体II进行预先充分均匀混合后进入反应腔体进行等离子涂层, 可能由于单体I与单体II之间反应更加充分, 涂层时发生的交联反应更完全, 一致性更好, 使得涂层具备更强的附着能力和泡水后的亲水性, 提高了亲水膜层的持久性能。根据实施例1和实施例2的结果可知,

单体 II 包括环氧基端基时,可能由于混合时与单体 I 具有更好的反应性,使得涂层具有相对更好的泡水后的亲水性。

[0117] 虽然本发明披露如上,但本发明并非限定于此。任何本领域技术人员,在不脱离本发明的精神和范围内,均可作各种更动与修改,因此本发明的保护范围应当以权利要求所限定的范围为准。