



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109856705 A

(43)申请公布日 2019.06.07

(21)申请号 201910142698.3

C09D 7/63(2018.01)

(22)申请日 2019.02.26

(71)申请人 合肥酷飞新材料科技有限公司

地址 230088 安徽省合肥市高新区望江西路800号合肥创新产业园A3楼916室

(72)发明人 董晓磊 刘红梅 王海千

(74)专利代理机构 合肥天明专利事务所(普通合伙) 34115

代理人 汪贵艳

(51)Int.Cl.

G02B 1/04(2006.01)

G02B 1/18(2015.01)

G02B 1/00(2006.01)

C09D 129/04(2006.01)

C09D 133/02(2006.01)

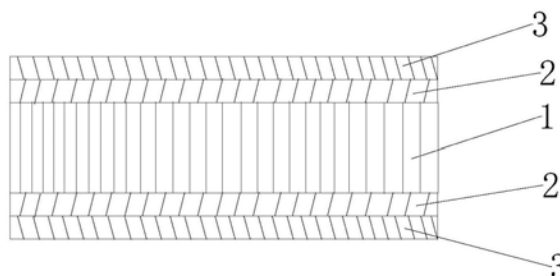
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种复合防雾镜片及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种复合防雾镜片,包括基材,所述基材的外表面依次复合有基层层、上层防雾层,所述基层层由氨基硅烷和有机硅烷基胺制备而成;所述上层防雾层主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷制备而成;本发明还提供了制备所述复合防雾镜片的方法,本发明所制备的复合防雾镜片,其防雾膜可以在基材表面形成一层牢固的防雾涂层;有机硅的加入极大的改善防雾膜的时效性和耐磨性;采用等离子体活化处理基材的表面,进一步增强了基材与膜层之间的结合;采用浸渍提拉的方法制备的薄膜均匀性更好,具有防雾效能高、生效迅速、耐久性好、成膜均匀牢固、透明度高、热稳定性好、不易受热分解的优点。



1. 一种复合防雾镜片,包括基材,所述基材的外表面依次复合有基层、上层防雾层,其特征在于,所述基层由氨基硅烷和有机硅烷基胺制备而成;所述上层防雾层主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷制备而成。

2. 根据权利要求1所述的一种复合防雾镜片,其特征在于,所述基材为玻璃镜片或树脂镜片。

3. 根据权利要求1所述的一种复合防雾镜片,其特征在于,所述的氨基硅烷的结构式为: $(R_1O)_3-Si-R_2-NH_2$, 其中 R_1 为 C_{1-2} 的烷基, R_2 为 C_{1-4} 的烷基;所述的有机硅烷基胺的结构式为: $(R_3O)_3-Si-R_4-NH-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(R_3O)_3$, 其中 R_3 为 C_{1-2} 的烷基, R_4 为 C_{1-4} 的烷基或者 H。

4. 根据权利要求1所述的一种复合防雾镜片,其特征在于,所述基层由氨基硅烷和有机硅烷基胺采用浸渍-提拉技术复合而成;所述上层防雾层主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷采用浸渍-提拉技术复合而成。

5. 制备如权利要求1-4任意一项所述的一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 基层固化打底液的配制:将氨基硅烷和有机硅烷基胺混合得混合液,然后将所述混合液滴入到溶剂中搅拌,获得澄清透明的打底液;

(2) 上层防雾液的配制:将乙烯醇聚合物倒入去离子水中搅拌,再加入丙烯酸聚合物,继续搅拌,得乙烯醇聚合物和丙烯酸聚合物的混合溶液;将有机硅烷滴入到乙烯醇聚合物和丙烯酸聚合物的混合溶液中,搅拌,获得透明的上层防雾液;

(3) 镀膜方法:

a) 将基材清洗、干燥后采用等离子体处理基材的表面;

b) 将等离子处理过的基材浸渍于步骤(1)的固化打底液中,提拉;然后浸泡清洗,提拉,干燥,制得基层;

c) 将浸渍过固化打底液的基材浸渍于步骤(2)的上层防雾液中,提拉,静置至表面无残留液;

d) 将表面无残留液的基材烘烤固化,制得上层防雾层。

6. 根据权利要求5所述的制备一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,步骤(1)中所述混合液中氨基硅烷和有机硅烷基胺的体积比 $10:1 \sim 2:1$;所述混合液在溶剂中的体积分数为 $0.5 \sim 2\%$ 。

7. 根据权利要求6所述的制备一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,所述溶剂为乙醇、 C_5-C_{12} 的烷烃或甲苯中的一种。

8. 根据权利要求5所述的制备一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,所述步骤(2)的上层防雾液中乙烯醇聚合物的含量为 $1 \sim 10\text{mg/ml}$, 丙烯酸聚合物的含量为 $1 \sim 5\text{mg/ml}$ 、有机硅烷的含量为 $0.2 \sim 2\text{v/v}\%$ 。

9. 根据权利要求5所述的制备一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,步骤(3)中将基材首先置于中性清洗液中超声 $5 \sim 30\text{min}$, 用清水冲洗,然后再放置于蒸馏水中继续超声 $3 \sim 15\text{min}$, 取出基材,用易挥发的有机清洗剂冲洗基材表面后干燥,最后将干燥后的基材表面采用等离子体处理;其中所述等离子体电源的输出功率密度为 $1 \sim 50\text{W/cm}^2$, 处理时间为 $5 \sim 300\text{s}$;所述的有机清洗剂为丙酮、异丙醇中的一种。

10. 根据权利要求5所述的制备一种复合防雾镜片的方法,其特征在于,步骤(3)中所述

烘烤固化的温度为60~120℃,烘烤时间为10~60min。

一种复合防雾镜片及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及镜片制备技术领域,具体是一种复合防雾镜片及其制备方法。

背景技术

[0002] 材料表面结雾是一种自然现象,形成原理是气温降低造成水的饱和蒸气压低于空气中的水蒸气分压,使水蒸气凝结成小水滴。因此,当材料表面和外界环境之间存在显著温差时,表面就会出现水雾甚至是水滴。材料表面结雾后会影响材料的透明度,尤其对于戴眼镜的使用者来说其影响尤为显著。

[0003] 在寒冷的冬季或者每天早晨,戴眼镜时都会遇到眼镜起雾问题的困扰:从室外走到室内眼镜上会起雾、戴上口罩会起雾、吃饭的时候也会起雾、喝口热水也起雾。特别是天气寒冷时,镜片的起雾现象则更加严重。当镜片上的温度与周围的空气的温度有明显的差异的时候,空气中的水蒸汽就会在镜片的表面凝结起来,形成小水珠,即为镜片起雾的现象。该现象会严重干扰眼镜佩戴者的视线,给生活、工作均带来诸多不便。

[0004] 为避免镜片表面起雾的情况发生,目前市场上常用的方法是于镜片上喷涂防雾剂,然而,喷涂在镜片上的防雾剂其耐久性与耐摩擦性较差,其防雾效果通常仅能持续2-3天,甚至只能维持数个小时的效果。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种复合防雾镜片及其制备方法,在保持镜片原光学功能的基础上用表面浸渍的方式制备复合防雾膜层,增加防雾效果的持久性和耐摩性,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0007] 一种复合防雾镜片,包括基材,所述基材的外表面依次复合有基层、上层防雾层,所述基层由氨基硅烷和有机硅烷基胺制备而成;所述上层防雾层主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷制备而成;所述有机硅烷优选氨基硅烷。

[0008] 作为本发明进一步的方案,所述基材为玻璃镜片或树脂镜片。

[0009] 作为本发明进一步的方案,所述的氨基硅烷的结构式为: $(R_1O)_3-Si-R_2-NH_2$, 其中 R_1 为 C_{1-2} 的烷基, R_2 为 C_{1-4} 的烷基;所述的有机硅烷基胺的结构式为: $(R_3O)_3-Si-R_4-NH-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(R_3O)_3$, 其中 R_3 为 C_{1-2} 的烷基, R_4 为 C_{1-4} 的烷基或者 H。

[0010] 作为本发明进一步的方案,所述基层由氨基硅烷和有机硅烷基胺采用浸渍-提拉技术复合而成;所述上层防雾层主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷采用浸渍-提拉技术复合而成。

[0011] 作为本发明进一步的方案,本发明还提供了制备所述的一种复合防雾镜片的方法,包括如下步骤:

[0012] (1) 基层固化打底液的配制:将氨基硅烷和有机硅烷基胺混合得混合液,然后将所述混合液滴入到溶剂中搅拌,获得澄清透明的打底液;其中所述溶剂为乙醇、 C_5-C_{12} 的烷

烃或甲苯中的一种；

[0013] (2) 上层防雾液的配制：将乙烯醇聚合物倒入去离子水中搅拌，再加入丙烯酸聚合物，继续搅拌，得乙烯醇聚合物和丙烯酸聚合物的混合溶液；将有机硅烷滴入到乙烯醇聚合物和丙烯酸聚合物的混合溶液中，搅拌，获得透明的上层防雾液；

[0014] (3) 镀膜方法：

[0015] a) 将基材清洗、干燥后采用等离子体处理基材的表面；

[0016] b) 将等离子体处理过的基材浸渍于步骤(1)的固化打底液中，提拉；然后立刻置于所述固化打底液的溶剂中浸泡清洗，提拉，于20~60℃下干燥1~100min，制得基层；

[0017] c) 将浸渍过固化打底液的基材浸渍于步骤(2)的上层防雾液中，提拉，静置至表面无残留液；

[0018] d) 将表面无残留液的基材烘烤固化，制得上层防雾层。

[0019] 作为本发明进一步的方案，步骤(1)中所述混合液中氨基硅烷和有机硅烷基胺的体积比10:1~2:1；所述混合液在溶剂中的体积分数为0.5~2%。

[0020] 作为本发明进一步的方案，所述步骤(2)的上层防雾液中乙烯醇聚合物的含量为1~10mg/ml，丙烯酸聚合物的含量为1~5mg/ml、有机硅烷的含量为0.2~2v/v%。

[0021] 作为本发明进一步的方案，步骤(3)中将基材首先置于中性清洗液中超声5~30min，用清水冲洗，然后再放置于蒸馏水中继续超声3~15min，取出基材，用异丙醇、丙酮、氟化烷或者其他商售的有机清洗剂冲洗基材表面后干燥，最后将干燥后的基材表面采用等离子体处理；其中所述等离子体电源的输出功率密度为1~50W/cm²，处理时间为5~300s；其中所述的中性清洗液为市场上可直接购买的产品。

[0022] 作为本发明进一步的方案，步骤(3)中所述烘烤固化的温度为60~120℃，烘烤时间为10~60min。

[0023] 与现有技术相比，本发明所制备的复合防雾镜片，防雾膜可以在基材(玻璃镜片、树脂镜片等)表面形成一层牢固的防雾涂层，当水分子接触基材表面时，能迅速均匀地扩散形成水膜，避免结雾现象的发生，不会形成水雾，达到防雾效果；本发明在基材的上下表面固化一层自组装的有机硅烷和有机硅烷基胺的复合高分子，有机硅的加入极大的改善防雾膜的时效性和耐磨性，提供一个长效耐用的防雾方案。

[0024] 本发明将基材经中性清洗液超声清洗、清水冲洗、蒸馏水超声处理、易挥发的有机清洗剂冲洗后干燥，表面干净无油污；采用等离子体预处理基材的表面，使基材表面的分子活化，然后浸渍有机硅烷的乙醇溶液，在乙醇中部分水解的有机硅烷可以与基材表面的活化分子键合，形成一层牢固的高分子层，达到对基底表面初步改性目的；而该高分子层能很好的与表面的防雾液水解络合，从而赋予基材持久长效的防雾效果。

[0025] 本发明采用浸渍提拉的方法制备的薄膜均匀性更好，利用本发明方法制备的复合防雾膜无毒、环保对基材无腐蚀性，具有防雾效能高、生效迅速、耐久性好、成膜均匀牢固、透明度高、热稳定性好、不易受热分解的优点。

附图说明

[0026] 图1为本发明实施例所述的复合防雾镜片的剖面结构示意图；

[0027] 图2为本发明实施例所述的复合防雾镜样品在可见光波段的透过率曲线；

[0028] 图3为使用本发明实施例所述的防雾液镀膜前后镜片的防雾效果对比图。

[0029] 图中:1-基材、2-基层、3-上层防雾层。

具体实施方式

[0030] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0031] 实施例1

[0032] 参阅图1,一种复合防雾镜片,包括基材1,所述基材1为玻璃镜片或树脂镜片,所述基材1的外表面依次复合有基层2、上层防雾层3,所述基层2由氨基硅烷和有机硅烷基胺采用浸渍-提拉技术制备而成;所述上层防雾层3主要由乙烯醇聚合物、丙烯酸聚合物以及有机硅烷采用浸渍-提拉技术制备而成,所述有机硅烷优选为氨基硅烷;本发明在基材的上下表面固化一层自组装的有机硅烷和有机硅烷基胺的复合高分子,可以提高防雾膜的时效性和耐磨性,采用提拉浸渍的方法制备的薄膜均匀性更好。

[0033] 所述的氨基硅烷的结构式为: $(R_1O)_3-Si-R_2-NH_2$, 其中 R_1 为 C_{1-2} 的烷基, R_2 为 C_{1-4} 的烷基,本发明优选为3-氨丙基三乙氧基硅烷。

[0034] 所述的有机硅烷基胺的结构式为: $(R_3O)_3-Si-R_4-NH-CH_2-CH_2-CH_2-Si-(R_3O)_3$, 其中 R_3 为 C_{1-2} 的烷基, R_4 为 C_{1-4} 的烷基或者H,本发明优选为二(3-三甲氧基甲硅烷基丙基)胺。

[0035] 实施例2

[0036] 一种复合防雾镜片的制备方法,包括如下步骤:

[0037] (1) 基层固化打底液的配制:将3-氨丙基三乙氧基硅烷和二(3-三甲氧基甲硅烷基丙基)胺按照体积比10:1混合得混合液,然后将所述混合液滴入到乙醇中搅拌,获得澄清透明的打底液,其中,所述混合液在乙醇中的体积分数为0.5%;

[0038] (2) 上层防雾液的配制:将聚乙烯醇倒入去离子水中搅拌,再加入聚丙烯酸,继续搅拌,得聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液;将3-氨丙基三乙氧基硅烷滴入到聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液中,搅拌,获得透明的上层防雾液;其中在获得的所述上层防雾液中聚乙烯醇的含量为1mg/ml,聚丙烯酸的含量为1mg/ml,3-氨丙基三乙氧基硅烷的含量为0.2v/v%;

[0039] (3) 镀膜方法:

[0040] a) 将基材首先置于中性清洗液中超声5min,用清水冲洗,然后再放置于蒸馏水中继续超声3min,取出基材,用异丙醇冲洗基材表面后干燥,最后将干燥后的基材表面采用等离子体处理;其中所述等离子体电源的输出功率密度为 $20W/cm^2$,处理时间为30s;

[0041] b) 将等离子处理过的基材浸渍于步骤(1)的固化打底液中,浸渍时间为10min,以2mm/s的速度提拉;然后立刻置于乙醇中浸泡清洗1~10min,提拉,20℃干燥100min,制得基层;

[0042] c) 将浸渍过固化打底液的基材浸渍于步骤(2)的上层防雾液中,浸渍时间为10min,以2mm/s的速度提拉,静置至表面无残留液;

[0043] d) 将表面无残留液的基材放置于烘箱中,于60℃恒温烘烤固化10min,制得上层防

雾层。

[0044] 实施例3

[0045] 一种复合防雾镜片的制备方法,包括如下步骤:

[0046] (1) 基层固化打底液的配制:将3-氨丙基三乙氧基硅烷和二(3-三甲氧基甲硅烷基丙基)胺按照体积比2:1混合得混合液,然后将所述混合液滴入到乙醇中搅拌,获得澄清透明的打底液,其中,所述混合液在乙醇中的体积分数为2%;

[0047] (2) 上层防雾液的配制:将聚乙烯醇倒入去离子水中搅拌,再加入聚丙烯酸,继续搅拌,得聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液;将3-氨丙基三乙氧基硅烷滴入到聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液中,搅拌,获得透明的上层防雾液;其中在获得的所述上层防雾液中聚乙烯醇的含量为10mg/ml,聚丙烯酸的含量为5mg/ml,3-氨丙基三乙氧基硅烷的含量为2v/v%;

[0048] (3) 镀膜方法:

[0049] a) 将基材首先置于中性清洗液中超声30min,用清水冲洗,然后再放置于蒸馏水中继续超声15min,取出基材,用丙酮冲洗基材表面后干燥,最后将干燥后的基材表面采用等离子体处理;其中所述等离子体电源的输出功率密度为40W/cm²,处理时间为20s;

[0050] b) 将等离子处理过的基材浸渍于步骤(1)的固化打底液中,浸渍时间为30min,以10mm/s的速度提拉;然后立刻置于乙醇中浸泡清洗10min,提拉,40℃干燥40min,制得基层;

[0051] c) 将浸渍过固化打底液的基材浸渍于步骤(2)的上层防雾液中,浸渍时间为30min,以10mm/s的速度提拉,静置至表面无残留液;

[0052] d) 将表面无残留液的基材放置于烘箱中,于100℃恒温烘烤固化60min,制得上层防雾层。

[0053] 实施例4

[0054] 一种复合防雾镜片的制备方法,包括如下步骤:

[0055] (1) 基层固化打底液的配制:将3-氨丙基三乙氧基硅烷和二(3-三甲氧基甲硅烷基丙基)胺按照体积比5:1混合得混合液,然后将所述混合液滴入到乙醇中搅拌,获得澄清透明的打底液,其中,所述混合液在乙醇中的体积分数为1.5%;

[0056] (2) 上层防雾液的配制:将聚乙烯醇倒入去离子水中搅拌,再加入聚丙烯酸,继续搅拌,得聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液;将3-氨丙基三乙氧基硅烷滴入到聚乙烯醇和聚丙烯酸的混合溶液中,搅拌,获得透明的上层防雾液;其中在获得的所述上层防雾液中聚乙烯醇的含量为6mg/ml,聚丙烯酸的含量为3mg/ml,3-氨丙基三乙氧基硅烷的含量为1.2v/v%;

[0057] (3) 镀膜方法:

[0058] a) 将基材首先置于中性清洗液中超声20min,用清水冲洗,然后再放置于蒸馏水中继续超声10min,取出基材,用异丙醇冲洗基材表面后干燥,最后将干燥后的基材表面采用等离子体处理;其中所述等离子体电源的输出功率密度为30W/cm²,处理时间为20s;

[0059] b) 将等离子处理过的基材浸渍于步骤(1)的固化打底液中,浸渍时间为20min,以6mm/s的速度提拉;然后立刻置于乙醇中浸泡清洗7min,提拉,60℃干燥20min,制得基层;

[0060] c) 将浸渍过固化打底液的基材浸渍于步骤(2)的上层防雾液中,浸渍时间为

20min,以6mm/s的速度提拉,静置至表面无残留液;

[0061] d)将表面无残留液的基材放置于烘箱中,于80℃恒温烘烤固化40min,制得上层防雾层。

[0062] 本发明所制得的复合防雾镜片具有防雾效能高、生效迅速、耐久性好、成膜均匀牢固、透明度高、热稳定性好、不易受热分解的优点。

[0063] 实施例5

[0064] (1)将本发明实施例2-4所制备的复合防雾镜片的透明度进行测试,测试方法为:

[0065] 分别以目前市场上未喷涂防雾液的树脂片为初始样品,以浸渍镀膜后的树脂镜片为镀膜样品,将所述初始样品和镀膜样品置于紫外可见分光光度计中,测试其在可见光波段400-800nm的透过率,结果见图2,由图2可知:镀膜后的镜片对可见光波长的透过率不低于初始透过率的90%。

[0066] (2)将本发明实施例2-4所制备的复合防雾镜片进行耐刮性和耐摩擦性能测试,测试方法为:

[0067] 耐刮性能采用“铅笔硬度检测方法”:将镀膜固化后的样品置于水平工作台上,将安装好的铅笔硬度计轻轻的放在样品的表面,然后以5-10cm/s的速度向前推进,观察不同硬度下表面是否有划伤,并检测其防雾效果。

[0068] 旋转布摩擦测试:将样品置于水平工作台上,使用耐摩擦色牢度摩擦测试仪,采用特定的摩擦白布,在一定的压力下,以1圈/s的速度旋转擦拭不同次数后,检测样品的防雾效果。

[0069] 测试结果为:不同硬度下表面没有划伤,而且经旋转布摩擦后防雾效果依然很显著,镜片表面防雾,其防雾效果可以持续6-12个月,显然,所制备的防雾镜片具有良好的耐刮性能和耐摩擦性能。

[0070] (3)分别以目前市场上未喷涂防雾液的树脂镜片为未镀膜镜片,以浸渍镀膜后的树脂镜片为镀膜镜片,将两者置于37℃的雾化水汽中,观察可见度的变化,结果见图3,由图3可知,镀膜后的镜片表面不起雾,防雾效果好。

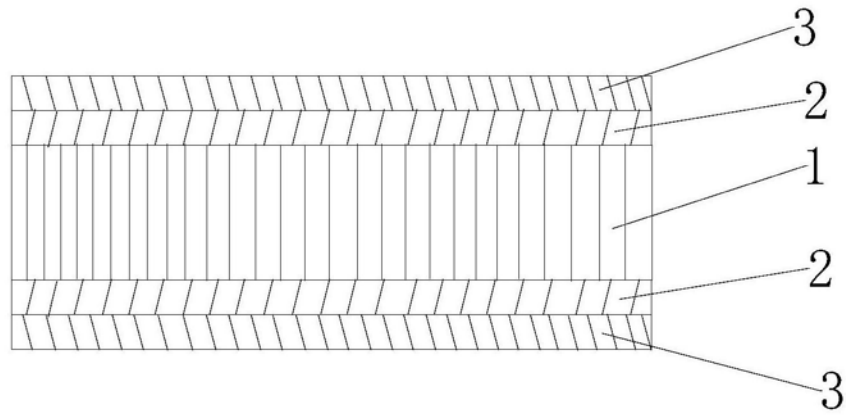


图1

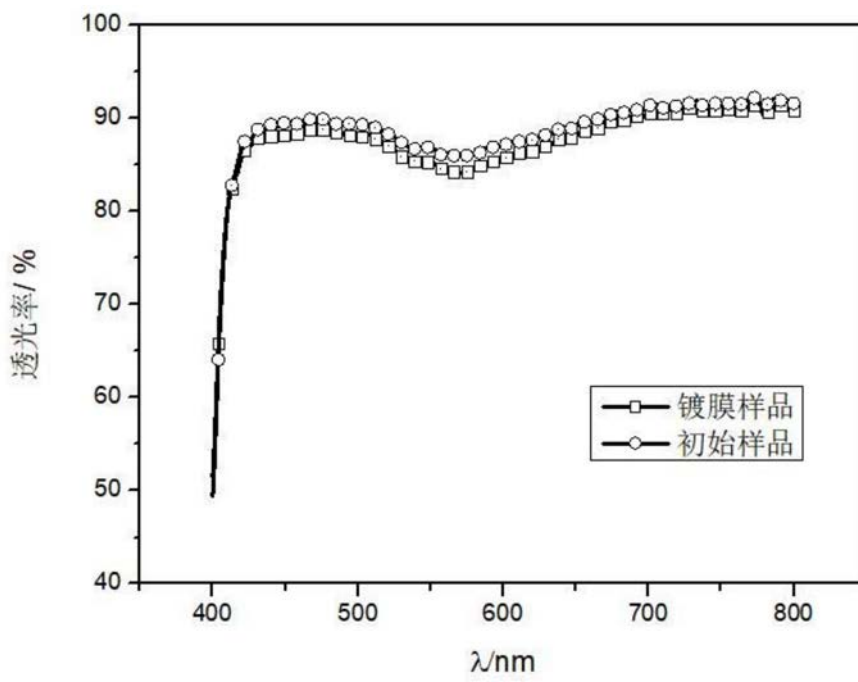


图2

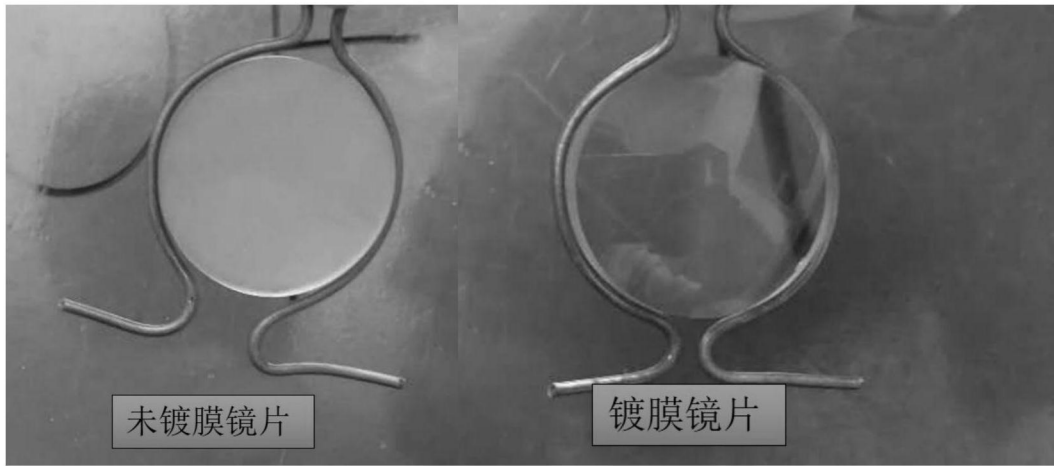


图3