



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103756395 A

(43) 申请公布日 2014. 04. 30

(21) 申请号 201410028026. 7

(22) 申请日 2014. 01. 22

(71) 申请人 上海赛肯森材料科技有限公司
地址 200092 上海市杨浦区赤峰路65号4号楼271室

(72) 发明人 王冬霞

(74) 专利代理机构 上海东亚专利商标代理有限公司 31208

代理人 李颖薇

(51) Int. Cl.
C09D 7/00 (2006. 01)

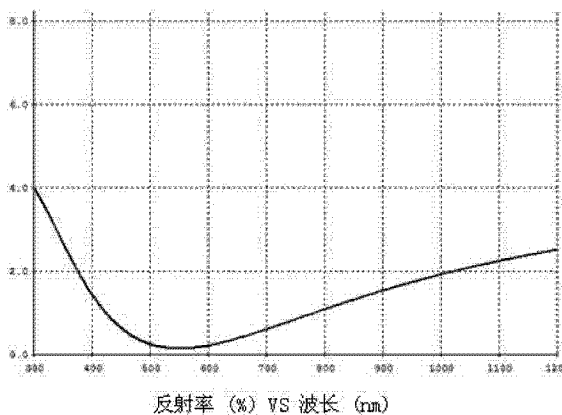
权利要求书1页 说明书6页 附图4页

(54) 发明名称

用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子及其制备方法和用途

(57) 摘要

本发明涉及用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子及其制法和用途,为由聚合物以及含硅无机材料复合形成的纳米粒子,所述的聚合物为带硅氧烷基团的聚合物,所述的无机材料为含硅氧烷基团的单体,该含硅氧烷基团的单体与聚合物中的硅氧烷基团以化合键结合形成有机-无机复合纳米杂化粒子。优点是:采用含有硅氧烷基团的单体与聚合物的硅氧烷基团发生水解反应形成化合键的方法制得有机-无机纳米杂化粒子,使得游离的二氧化硅得以较好控制,聚合物可以采用相对简单的多次逐步聚合工艺,便于工业生产,且由本发明的纳米杂化粒子制备的涂层具有良好的光学性质。



1. 一种用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,为由聚合物以及含硅无机材料复合形成的纳米粒子,其特征在于:所述的聚合物为带硅氧烷基团的聚合物,所述的无机材料为含硅氧烷基团的单体,该含硅氧烷基团的单体与聚合物中的硅氧烷基团以化合键结合形成有机-无机复合纳米杂化粒子。

2. 根据权利要求1所述的用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,其特征在于:所述的无机材料占纳米杂化粒子总质量的30~80%。

3. 根据权利要求1或2所述的用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,其特征在于:所述聚合物中的硅氧烷基团选自乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基甲基二乙氧基硅烷、异氰酸酯基丙基三乙氧基硅烷、乙烯基三(β -甲氧基乙氧基)硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷中的一种或多种。

4. 根据权利要求1或2所述的用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,其特征在于:所述的含硅氧烷基团的单体为四甲氧基硅烷、四乙氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷中的一种或多种的组合。

5. 根据权利要求1或2所述的用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,其特征在于:所述的聚合物除硅氧烷基团之外,部分或者全部为聚甲基丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸N,N-二甲氨基乙酯、聚丙烯酸丁酯、聚氨酯,聚氧化乙烯,聚氧化丙烯、聚丙烯酸钠、聚四亚甲基醚二醇、聚丙二醇、聚乙烯吡啶、聚乙二醇的均聚物,或两种及以上的嵌段共聚物。

6. 根据权利要求5所述的用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,其特征在于:所述的聚合物除硅氧烷基团之外,为双嵌段共聚物。

7. 一种利用权利要求1至6之一所述的纳米杂化粒子制备减反射涂料组合物的方法,包括下述步骤:

步骤1:制备包括硅氧烷基团的聚合物;

步骤2:加入含有硅氧烷基团的单体,充分反应,制得纳米杂化粒子;

步骤3:加入稀释剂,pH调节剂,制得减反射涂料组合物,

其中,加入的含有硅氧烷基团的单体与聚合物中硅氧烷基团的摩尔比为(20~60):1。

8. 根据权利要求7所述的制备减反射涂料组合物的方法,其特征在于:所述稀释剂的加入量为使纳米杂化粒子的固含量在2~4%。

9. 根据权利要求1至6之一所述的纳米杂化粒子在减反射涂料组合物中的用途,其特征在于:所述的减反射涂料组合物包括纳米杂化粒子,且纳米杂化粒子在涂层组合物中的固含量不大于8%,纳米杂化粒子的粒径为40~150 nm。

10. 根据权利要求9所述的纳米杂化粒子在减反射涂料组合物中的用途,其特征在于:所述的涂料组合物涂布在基材上并经固化处理后形成涂层,涂层的厚度不大于250 nm,二氧化硅的折光指数不高于1.4。

用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子及其制备方法和用途

技术领域

[0001] 本发明纳米技术领域,尤其是一种用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子及其制备方法和用途,用于在基材上形成减反射涂层。

背景技术

[0002] 减反射原理是以光的波动性与干涉现象为基础:相干光源的两个光波振幅相同,波长相同,如果两个光波的光程差为半个波长的偶数倍,则光波的振幅叠加,而如果两个光波的光程差为半个波长的奇数倍,则两个光波就相互抵消。因此减反射涂料以及形成的膜层可以用于显示器,光伏玻璃,LED 照明,相框,花房等领域,以达到降低反射光,最大程度利用光线的目的。传统的减反射通常通过多层镀膜技术实现,其镀膜物质多为实心折射率偏高的粒子,因此很难达到理想的减反射效果。

[0003] CN102533040A 中报道了使用纯聚合物制备的减反射涂料,由于聚合物的耐候性不是特别理想,因此很难在光伏、花房等行业进行大规模实施。

[0004] 目前已有多种方法制备无机减反射涂层,其中最具代表性的为中空粒子的方法,绝大多数是通过模板法制备中空粒子,在模板表面沉积金属氧化物形成壳层。在 CN1931718A 中,通过模板法制备使得二氧化硅沉积在聚电解质表面,然后通过反复离心洗涤,制备出空心的二氧化硅,此法,工艺比较繁琐,且产品产出率低,并且需要大量溶剂使之较难工业化。

[0005] 比较理想的是 CN101512387A 中描述的将二氧化硅、硅石(或者其它金属氧化物)的前驱体沉积到聚合物上,从而制备出以聚合物为核,二氧化硅/硅石为壳的核壳结构纳米粒子。但是,由于无法完全控制二氧化硅/硅石前驱体使其沉积到指定的聚合物上,在最终组合物中必然存在没有沉积的二氧化硅、硅石前驱体,并且对没有沉积的二氧化硅/硅石前驱体的量难以把握,使得生产重复性较差,给工业化生产造成不便。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题之一在于提供一种用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,采用化合键结合的形式将有机聚合物-无机材料结合。

[0007] 本发明所要解决的另一技术问题在于提供利用上述纳米杂化粒子制备减反射涂料组合物的方法。

[0008] 本发明所要解决的再一技术问题在于提供上述纳米杂化粒子的用途。

[0009] 本发明解决上述技术问题所采取的技术方案是提供一种用于减反射涂料组合物的纳米杂化粒子,为由聚合物以及含硅无机材料复合形成的纳米粒子,其中,所述的聚合物为带硅氧烷基团的聚合物,所述的无机材料为含硅氧烷基团的单体,该含硅氧烷基团的单体与聚合物中的硅氧烷基团以化合键结合形成有机-无机复合纳米杂化粒子。

[0010] 在上述方案的基础上,所述的无机材料占纳米杂化粒子总质量的 30 ~ 80%。

[0011] 在上述方案的基础上,所述聚合物中的硅氧烷基团选自乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基甲基二甲氧基硅烷、甲基丙烯酰氧基丙基甲基二乙氧基硅烷、3-异氰酸酯基丙基三乙氧基硅烷、乙烯基三(β -甲氧基乙氧基)硅烷、3-氨丙基三乙氧基硅烷中的一种或多种。

[0012] 所述聚合物中的硅氧烷基团较佳选自乙烯基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、3-异氰酸酯丙基二乙氧基硅烷、乙烯基三(β -甲氧基乙氧基)硅烷、氨丙基三乙氧基硅烷中的一种。

[0013] 在上述方案的基础上,所述的含硅氧烷基团的单体为四甲氧基硅烷(或称正硅酸甲酯 TMOS)、四乙氧基硅烷(或称正硅酸乙酯 TEOS)、甲基三乙氧基硅烷中的一种或多种的组合。

[0014] 含硅氧烷基团的单体优选四乙氧基硅烷(TEOS)和/或四甲氧基硅烷(TMOS)。

[0015] 在上述方案的基础上,所述的聚合物除硅氧烷基团之外,部分或者全部为聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)、聚甲基丙烯酸 N,N-二甲氨基乙酯(PDMAEMA)、聚丙烯酸丁酯(PBA)、聚氨酯(PU),聚氧化乙烯(PEO),聚氧化丙烯(PPOX)、聚丙烯酸钠(PAS)、聚四亚甲基醚二醇(PTMEG)、聚丙二醇(PPG)、聚乙烯吡啶、聚乙二醇(PEG)的均聚物,或两种及以上的嵌段共聚物。

[0016] 对于本发明而言,含有硅氧烷基团的聚合物可以直接经商业渠道购得,也可以采用已进行商业化生产的方法进行制备,当然也不排除采用其他任何方法进行制备,只需获得含有硅氧烷基团的聚合物即可。对于这些聚合物的分子量及分子量分布,以市售商品的衡量标准都是可以接受的,并无特殊要求。且硅氧烷基团在聚合物中的比例也没有特殊要求。

[0017] 在上述方案的基础上,所述的聚合物除硅氧烷基团之外,为双嵌段共聚物。

[0018] 优选的,所述的双嵌段共聚物可以为聚甲基丙烯酸甲酯(也可以是聚丙烯酸丁酯或其他聚丙烯酸酯类)与聚甲基丙烯酸 N,N-二甲氨基乙酯的嵌段共聚物,也可以为聚氧化乙烯与聚氧化丙烯的嵌段共聚物。

[0019] 本发明解决上述技术问题所采取的另一技术方案是提供利用上述纳米杂化粒子制备减反射涂料组合物方法,包括下述步骤:

步骤 1:制备包括硅氧烷基团的聚合物;

步骤 2:加入含有硅氧烷基团的单体,充分反应,制得纳米杂化粒子;

步骤 3:加入稀释剂,pH 调节剂,制得减反射涂料组合物,

其中,加入的含有硅氧烷基团的单体与聚合物中硅氧烷基团的摩尔比为(20~60):1。

[0020] 加入的含有硅氧烷基团的单体与聚合物中硅氧烷基团的摩尔比优选为(30~50):1。

[0021] 通过现有高分子聚合方法制备出含有硅氧烷基团的聚合物,该聚合物可以由乳液聚合形成的胶束,也可以在特定的溶剂中形成自组装的纳米粒子,在加入含有硅氧烷基团的单体,如正硅酸乙酯 TEOS 或正硅酸甲酯 TMOS 进行反应,使之与聚合物上的硅氧烷基团发生化学键合,从而得到一种有机-无机杂化纳米粒子。

[0022] 应当指出的是,本发明在于含有硅氧烷基团的单体与聚合物中硅氧烷基团发生化学反应从而形成纳米杂化粒子,对于两者之间的比例没有特殊要求,只要两者间能发生化

学键合均应视为本发明的保护范围。

[0023] 尽管制备包括硅氧烷基团的聚合物可能需要采取多次逐步聚合的手段,但通常来讲只是逐步加料而已,相对而言比较简单,且十分便于工业生产。同时,由于含有硅氧烷基团的单体(二氧化硅前驱体)与聚合物的硅氧烷基团发生水解反应从而形成化合键,使得游离的二氧化硅得到控制,因此不同于简单依靠物理沉积而容易造成二氧化硅发生游离的现有方法,且最终产物的均匀性好,更利于制备出良好且批次稳定性好的减反射涂料组合物。

[0024] 对于获得的包含硅氧烷基团的嵌段共聚物,可以因采用乳液聚合而形成胶束,也可以通过混合溶剂的加入使其成为核壳结构的自组装纳米粒子,都不妨碍与含硅氧烷基团的单体以化合键结合形成纳米杂化粒子。

[0025] 对于步骤 2,充分反应在搅拌下进行,其反应时间并无特殊限制,根据需求使二氧化硅前驱体充分或部分与聚合物上的硅氧烷基团反应,可视所需聚合物纳米粒子大小和/或无机材料的壁厚决定反应时间。一般情况下,反应温度为常温,反应时间为 1 ~ 48 小时,较佳是 12 ~ 36 小时。

[0026] 在上述方案的基础上,所述稀释剂的加入量为使纳米杂化粒子的固含量在 2 ~ 4%。

[0027] 所述的稀释剂并无特殊限制,可以为水、乙醇、异丙醇、乙基纤维素(ethylcellosolve)、甲醇、丙醇、丁醇、乙二醇、丙二醇、甲基乙基醚、甲基丁基醚、甲苯、甲基乙基甲酮中的一种或多种的组合。且不限于上述所列。

[0028] 所述的 pH 调节剂并无特别限制,可以为乙酸、硝酸、盐酸、硫酸、氨水中的一种或多种的组合。且不限于上述所列。pH 值的调节范围根据涂料组合物的性质而定,可以从酸性到弱碱性。

[0029] 在制备本发明的纳米杂化粒子时还可视需要加入任何所属技术领域技术人员所习知的添加剂,例如但不限钛酸四丁酯,氧化铝前驱体等硬化剂、硬化剂促进剂等。

[0030] 本发明解决上述技术问题所采取的再一技术方案是提供上述纳米杂化粒子在减反射涂料组合物中的用途,所述的减反射涂料组合物包括纳米杂化粒子,且纳米杂化粒子在涂层组合物中的固含量不大于 8%,纳米杂化粒子的粒径为 40 ~ 150 nm。

[0031] 纳米杂化粒子在涂层组合物中的固含量优选在 1 ~ 4%。

[0032] 纳米杂化粒子的粒径优选为 80 ~ 120 nm。

[0033] 在上述方案的基础上,所述的涂料组合物涂布在基材上并经固化处理后形成涂层,涂层的厚度不大于 250 nm,二氧化硅的折光指数不高于 1.4。

[0034] 本发明的涂布方法可为任何所属技术领域的公知技术,例如但不限于刮刀式涂布(knife coating)、滚轮涂布(roller coating)、微凹版印刷涂布(microgravure coating)、流涂(flow coating)、含浸涂布(dip coating)、喷雾涂布(spray coating) 缝式涂布法(slot die coating)、旋转涂布法(spin coating) 及帘涂(curtain coating)。

[0035] 本发明的基材种类可为任何所属技术领域技术人员已知的玻璃种类,例如超白浮法玻璃、超白压花玻璃等。

[0036] 本发明的固化过程为将涂布涂料组合物的基材放置于 400 ~ 1000℃ 的环境下保持 1 ~ 9 分钟进行固化,从而制得带减反射功能涂层的基材。

[0037] 涂层的厚度优选在 80 ~ 180 nm。

[0038] 经高温固化移除聚合物后,二氧化硅的折光指数在1.4以下,优选为1.25~1.35。

[0039] 本发明的有益效果是:

本发明采用含有硅氧烷基团的单体与聚合物的硅氧烷基团发生水解反应形成化合键的方法制得有机-无机纳米杂化粒子,使得游离的二氧化硅得以较好控制,聚合物可以采用相对简单的多次逐步聚合工艺,便于工业生产,且由本发明的纳米杂化粒子制备的涂层具有良好的光学性质。

[0040] 说明书附图

图1为本发明实施例1的纳米杂化粒子粒径分布图。

[0041] 图2为本发明实施例1的纳米杂化粒子涂层的反射曲线。

[0042] 图3为本发明实施例2的纳米杂化粒子粒径分布图。

[0043] 图4为本发明实施例2的纳米杂化粒子涂层的反射曲线。

[0044] 图5为本发明实施例3的纳米杂化粒子粒径分布图。

[0045] 图6为本发明实施例3的纳米杂化粒子涂层的反射曲线。

[0046] 图7为本发明实施例4的纳米杂化粒子粒径分布图。

[0047] 图8为本发明实施例4的纳米杂化粒子涂层的反射曲线。

具体实施方式

[0048] 涂层折光指数计算公式:

$$\text{公式(1): } R_{\min} = (n_1 - n_0)^2 / (n_1 + n_0)^2$$

R_{\min} 为反射率最小值, N_1 为基材折光指数, N_0 为涂层折光指数

$$\text{公式(2): } T = \lambda / 4n$$

T 为涂层厚度, λ 为波长, n 为涂层折光指数

实施例1

步骤1: 利于活性聚合手段(GTP), 制备出 $\text{PMMA}_{15}\text{-PDMAEMA}_{30}\text{-PMPS}_2$ (带硅氧烷基团的聚合物), 聚合物的组成由凝胶渗透色谱 GPC 结合核磁图谱计算得出。将 10 克的 $\text{PMMA}_{15}\text{-PDMAEMA}_{30}\text{-PMPS}_2$ 加入水(100g)/异丙醇(300g)的混合溶剂中, 其会自组装成粒径约 75nm 的纳米粒子, 且纳米粒子的外部为 $\text{PDMAEMA}_{30}\text{-PMPS}_2$, 内部为 PMMA_{15} 。

[0049] 步骤2: 形成自组装纳米粒子的同时向含纳米粒子的水溶液中缓慢滴加 50ml 的 TEOS (含硅氧烷基团的单体), 在 30°C 下搅拌反应 48 小时, TEOS 中的硅氧烷基团与纳米表面的聚甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷(PMPS)中的硅氧烷基团水解缩合(化合键结合), 制得纳米杂化粒子。通过动态光散射测试出纳米杂化粒子的粒径及其粒径分布, 见图1。

[0050] 步骤3: 用异丙醇将纳米杂化粒子稀释到 2.6% 的固含量, 并加入硝酸调节 pH 值到 2~3, 制得含有机-无机纳米杂化粒子的减反射涂料组合物。

[0051] 采用 250 mm/min 的提升速度将制得的减反射涂料组合物浸涂到干净的玻璃基材上。在 710°C 的温度下对经涂布的玻璃基材进行 4 分钟固化。固化以后的涂有减反射涂料的玻璃在波长为 550 纳米处的反射率为 0.55%, 见图2。

[0052] 通过公式(1)与(2)计算, 此时减反射膜的膜层厚度为 105nm, 膜层折光指数为 1.31。

[0053] 实施例2

步骤 1:利用乳液聚合,逐步加入甲基丙烯酸甲酯(MMA)单体,甲基丙烯酸二甲氨基乙酯(DMAEMA)单体,以及甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷(MPS)单体,制得 $\text{PMMA}_{10\sim 20}$ - $\text{PDMAEMA}_{25\sim 40}$ - $\text{PMPS}_{1\sim 5}$ (带硅氧烷基团的聚合物),固含量为 10% 乳液。

[0054] 步骤 2:向 100 克上述乳液缓慢滴加 50ml 的 TEOS(含硅氧烷基团的单体),TEOS 中的硅氧烷基团与纳米粒子表面的聚甲基丙烯酰氧基丙基三乙氧基硅烷(PMPS)中的硅氧烷基团水解缩合(化合键结合),反应 2 小时,制得纳米杂化粒子。粒子直径为 115nm,粒径分布见图 3。

[0055] 步骤 3:用异丙醇将上述纳米粒子稀释到 2.6% 的固含量,并加入硝酸调节 pH 值到 2~3,制得含有机-无机纳米杂化粒子的减反射涂料组合物。

[0056] 采用 250 mm/min 的提升速度将制得的减反射涂料组合物浸涂到干净的玻璃基材上。在 710°C 的温度下对经涂布的玻璃基材进行 4 分钟固化。固化以后的涂有减反射涂料的玻璃在波长为 550 纳米处的反射率为 0.55%,见图 4。

[0057] 通过公式(1)与(2)计算,此时减反射膜的膜层厚度为 105nm,膜层折光指数为 1.31。

[0058] 实施例 3

步骤 1:利用环氧丙烷、环氧乙烷在碱催化条件下制备 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{O})_{15}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{20}\text{H}$,将 500g 该嵌段聚合物溶于 3L 的二甲基甲酰胺(DMF)溶液中,100°C 下向该溶液中加入 8g 异氰酸酯丙基三乙氧基硅烷(IPTS) ($M_w=247$) 搅拌,利用 FTIR 监测反应进程,直到 $-\text{NCO}$ 基团 ($2240\text{cm}^{-1} \sim 2280\text{cm}^{-1}$) 特征吸收峰消失,再继续反应 1h,制得 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{O})_{15}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{30}$ -IPTS (带硅氧烷基团的聚合物)。将 10g 的 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{O})_{15}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{30}$ -IPTS 加入水(500g)/异丙醇(500g)的混合溶剂中,其会自组装形成粒径约 60 nm 的纳米粒子,此时纳米粒子的外部为 $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})$ -IPTS,内部为 $\text{RO}(\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{O})$ 。

[0059] 步骤 2:形成自组装纳米粒子的同时向含该粒子的水溶液中缓慢滴加 30ml 的 TEOS, TEOS 中的硅氧烷基团与粒子表面的异氰酸酯丙基三乙氧基硅烷(IPTS)中的硅氧烷基团水解缩合(化合键结合),在 30°C 下搅拌反应 24 小时,制得纳米杂化粒子,粒径在 70~100 纳米,且分布较窄,见图 5。

[0060] 步骤 3:用异丙醇将上述纳米杂化粒子稀释到 2% 的固含量,并加入硝酸调节 pH 值到 2~3,制得含有机-无机纳米杂化粒子的减反射涂料组合物。

[0061] 采用 250 mm/min 的提升速度将制得的减反射涂料组合物浸涂到干净的玻璃基材上。在 710°C 的温度下对经涂布的玻璃基材进行 4 分钟固化。固化以后的涂有减反射涂料的玻璃在波长为 550 纳米处的反射率为 0.92%,见图 6。

[0062] 通过公式(1)与(2)计算,此时减反射膜的膜层厚度为 102nm,膜层折光指数为 1.35。

[0063] 实施例 4

步骤 1:在装有电动搅拌、氮气保护的烧瓶中,加入 60g 的 PTMEG ($M_w=1000$) 和 6g 中文名称(DMPA),加热至 100°C,抽真空脱水。然后降温至 60°C,滴加 30g 异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI),反应 0.5~1h,然后缓慢升温至 80°C,并加入催化剂,反应 3h,滴定预聚体 NCO 含量达到理论值 2.5%,加入 5.1g 3-氨丙基三乙氧基硅烷(APTES),利用 FTIR 监测反应进程,直

到 $-NCO$ 基团 ($2240\text{cm}^{-1} \sim 2280\text{cm}^{-1}$) 特征吸收峰消失,再继续反应 1h,然后降温至 50°C ,加丙酮降粘,并加入三乙胺中和,反应约 30 分钟,制得水性聚氨酯预聚体。然后将 20g 预聚体缓慢加入 80g 去离子水中,在强力搅拌下乳化分散,调节转速在 3000 转 / 分钟,制得粒径约 80 nm, 20% 固含量的带硅氧烷基团的水性聚氨酯。

[0064] 步骤 2 :向 100g 该水性聚氨酯中加入 500g 异丙醇,同时加入 40g 的 TEOS, 30°C 下反应 24 小时,水性聚氨酯上的硅氧烷基团与 TEOS 上的硅氧烷基团水解缩合(化合键结合),制得纳米杂化粒子,粒径在 60 ~ 110 纳米,见图 7。

[0065] 步骤 3 :用异丙醇将上述纳米杂化粒子稀释到 2% 的固含量,并加入氨水调节 pH 值到 8 ~ 9,制得含有机 - 无机纳米杂化粒子的减反射涂料组合物。

[0066] 固化以后的涂有减反射涂料的玻璃在波长为 550 纳米处的反射率为 1.12%,见图 8。

[0067] 通过公式(1)与(2)计算,此时减反射膜的膜层厚度为 100nm, 膜层折光指数为 1.37。

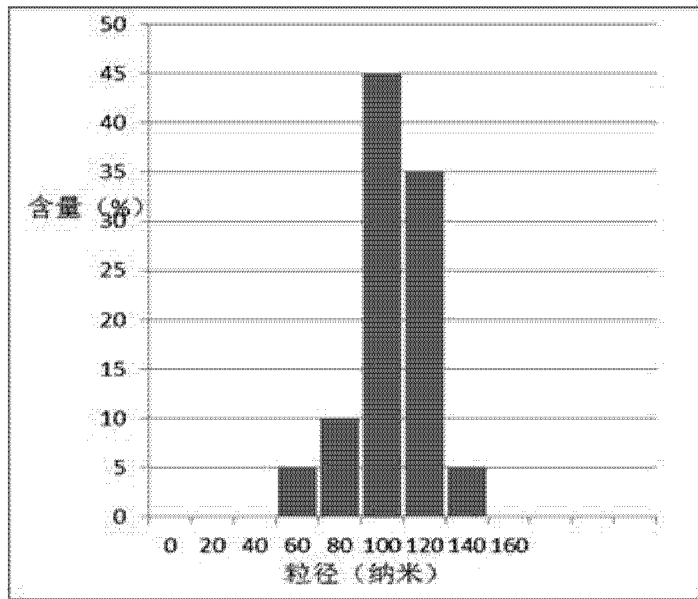


图 1

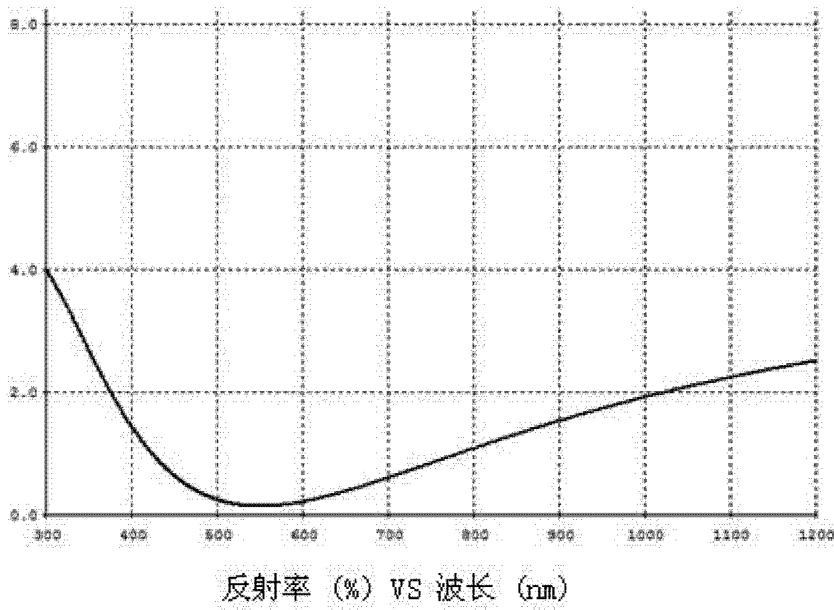


图 2

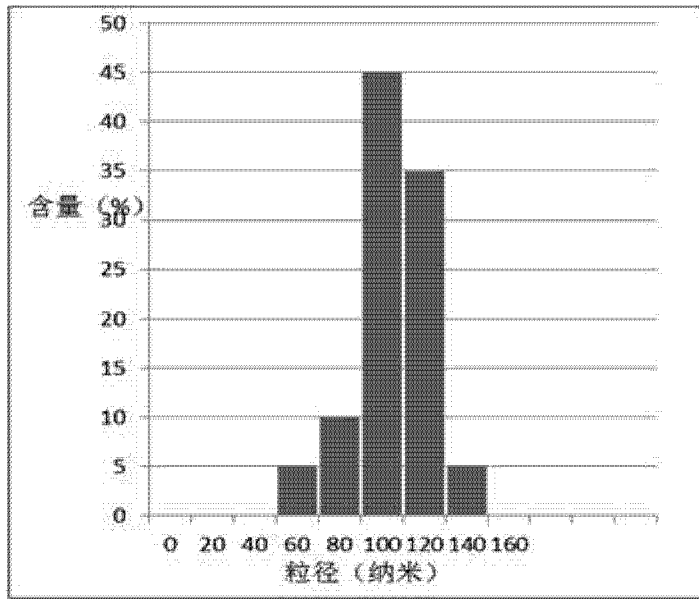


图 3

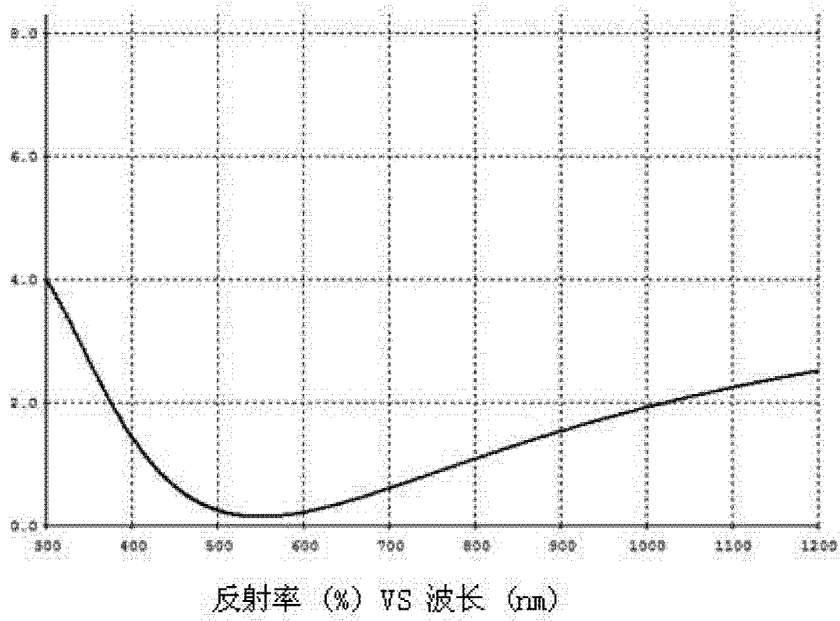


图 4

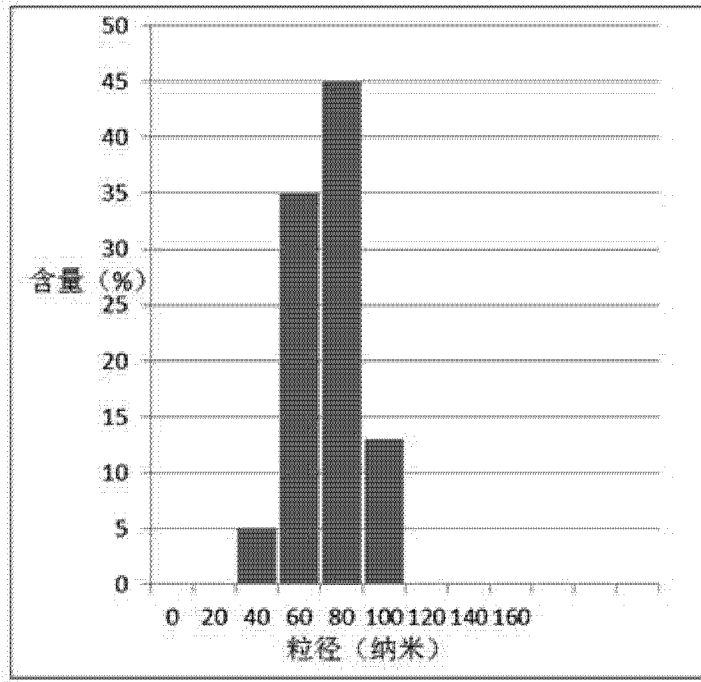


图 5

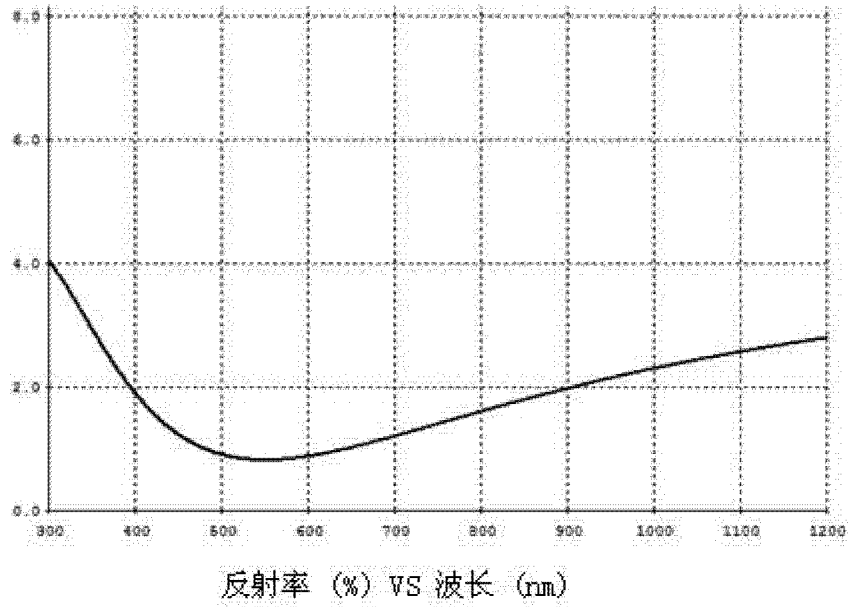


图 6

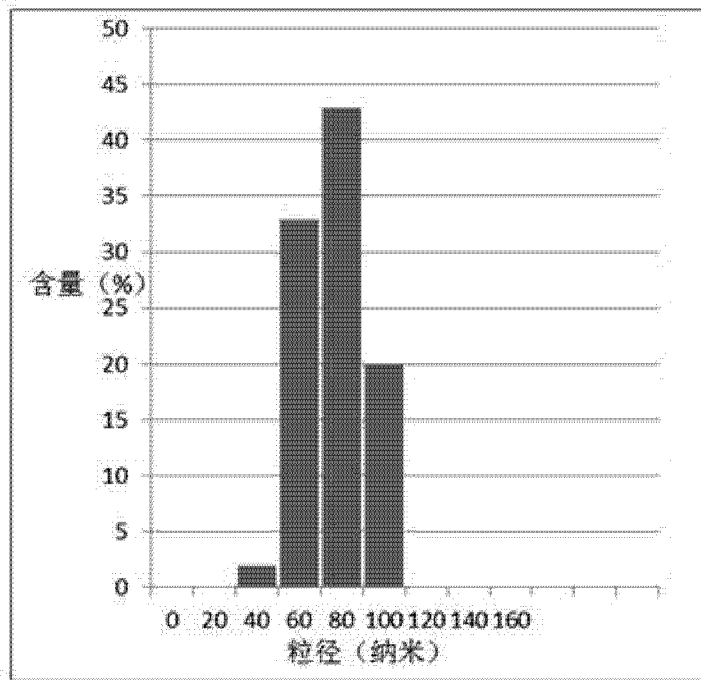


图 7

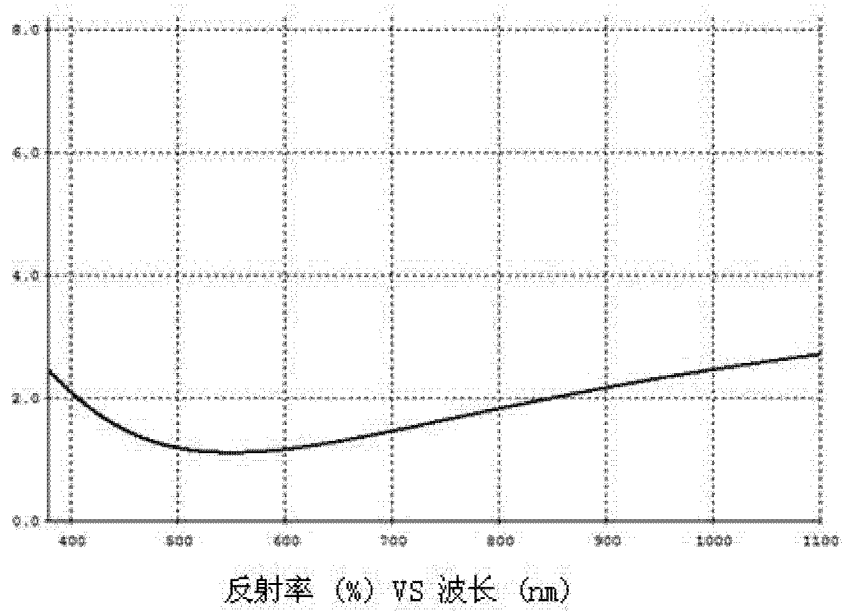


图 8