



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102271828 A

(43) 申请公布日 2011. 12. 07

(21) 申请号 200980153561. 2

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2009. 12. 28

B05D 5/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

C08J 5/18 (2006. 01)

61/141, 849 2008. 12. 31 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2011. 06. 30

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2009/069564 2009. 12. 28

(87) PCT申请的公布数据

W02010/078233 EN 2010. 07. 08

(71) 申请人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 约瑟夫·W·V·伍德利

威廉·B·科尔布

布兰特·U·科尔布

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 张爽 樊卫民

权利要求书 2 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

具有平整涂层的基材及制备该基材的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种基材,所述基材涂覆有组合物以便形成平整层,所述平整层限定了所述具有 RMS 表面粗糙度等于或小于约 1nm 的基材的平整化表面。所述组合物包含以聚合化形式的至少一种或多种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂以及多个粒度小于或等于 20nm 的无机氧化物粒子。

1. 一种基材,其涂覆有组合物以便形成平整层,所述平整层限定了所述基材的平均 RMS 表面粗糙度等于或小于约 0.8nm 的平整化表面,所述组合物包含以聚合化形式的至少一种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂以及多个粒度小于或等于 15nm 的无机氧化物粒子。

2. 根据权利要求 1 所述的基材,其中所述基材的平整化表面的 RMS 表面粗糙度等于或小于 0.6nm。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的基材,其中所述组合物包含以聚合化形式的两种或更多种含丙烯酸酯的单体、低聚物、树脂或其组合的共混物。

4. 根据权利要求 1 至 3 中任一项所述的基材,其中所述组合物包含至少约 5 重量%的所述无机氧化物粒子。

5. 根据权利要求 1 至 4 中任一项所述的基材,其中所述无机氧化物粒子的粒度在约 1nm 至最高约 10nm 范围内。

6. 根据权利要求 1 至 5 中任一项所述的基材,其中所述无机氧化物粒子包含二氧化硅粒子。

7. 根据权利要求 1 至 6 中任一项所述的基材,其中处于其聚合前形式的所述组合物是辐射固化性的。

8. 根据权利要求 1 至 7 中任一项所述的基材,其中所述组合物包含粒度为约 5nm 且浓度在约 5 重量%至约 40 重量%范围内的二氧化硅粒子。

9. 根据权利要求 1 至 8 中任一项所述的基材,其中所述平整层的平整化表面具有约 2H 或更硬的硬度。

10. 根据权利要求 1 至 9 中任一项所述的基材,其中所述平整层的平整化表面涂覆有金属层和阻挡层中的至少一者。

11. 一种使基材的表面平整化的方法,所述方法包括:

提供具有主表面的基材;

提供包含至少一种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂和多个粒度小于或等于 15nm 的无机氧化物粒子的组合物;

用所述组合物涂覆所述基材的主表面;以及

使所述经涂覆的组合物聚合以形成平整层,所述平整层限定了 RMS 表面粗糙度等于或小于 0.8nm 的平整化表面。

12. 根据权利要求 11 所述的方法,该方法还包括在用所述组合物涂覆所述基材的所述主表面之前对其进行清洁。

13. 根据权利要求 12 所述的方法,其中清洁所述基材的主表面以使得其基本上无粒度等于或大于 3 微米的粒子。

14. 根据权利要求 11 至 13 中任一项所述的方法,其中所述平整化表面的 RMS 表面粗糙度等于或小于 0.6nm。

15. 根据权利要求 11 至 14 中任一项所述的方法,其中所述组合物包含两种或更多种含丙烯酸酯的单体、低聚物、树脂或其组合的共混物。

16. 根据权利要求 11 至 15 中任一项所述的方法,其中所述组合物包含至少约 5 重量%的所述无机氧化物粒子。

17. 根据权利要求 11 至 16 中任一项所述的方法,其中所述无机氧化物粒子的粒度在约

1nm 至最高约 10nm 的范围内。

18. 根据权利要求 11 至 17 中任一项所述的方法,其中所述组合物包含胶态粒子分散体形式的无机氧化物粒子。

19. 根据权利要求 18 所述的方法,其中所述胶态粒子包括二氧化硅粒子。

20. 根据权利要求 11 至 19 中任一项所述的方法,其中所述组合物是辐射固化性组合物。

21. 根据权利要求 11 至 20 中任一项所述的方法,其中所述组合物包含粒度为约 5nm 且浓度在约 5 重量%至约 40 重量%范围内的胶态二氧化硅粒子。

22. 根据权利要求 11 至 21 中任一项所述的方法,其中所述基材是无限长度的柔性纤网坯,并且在使所述纤网坯以平行于其纵向轴线的方向移动的同时用所述组合物涂覆所述主表面。

23. 根据权利要求 11 至 22 中任一项所述的方法,该方法还包括:

用金属层和阻挡层中的至少一者涂覆所述平整化表面。

具有平整涂层的基材及制备该基材的方法

[0001] 本发明涉及平整化表面,具体地讲,涉及用于使表面平整化的涂层,并且更具体地讲,涉及用于使基材表面平整化以显示具有等于或小于约 1nm 的 RMS 表面粗糙度的聚合物平整涂层。本发明还涉及使基材表面平整化的方法。

背景技术

[0002] 开发用于光学和 / 或电器装置的经涂覆的聚合物基材在本领域中已在文献中有翔实说明。对于这些应用中的某些而言,一个或多个基材表面十分平滑(即具有十分低的表面粗糙度值)是理想的。已知可使用平整涂层来在这类聚合物基材上获得平滑的表面。美国专利公布 No. 2005/0238871 中公开了一种类型的平整涂层。

[0003] 即使有平整涂层可用,但这类涂层的替代品和改良品一直是有需求的。本发明提供了这样一种可供选择的平整涂层。

发明内容

[0004] 已发现,通过将粒度小于或等于 20nm 的无机氧化物(如二氧化硅)粒子包括进丙烯酸酯基平整涂层的组合物中,与不具有这类粒子的相同组合物相比,该涂层的表面平滑度(即较低的表面粗糙度值)可出乎意料地得到改善。还发现,表面平滑度的这种出乎意料的改善可用相对较低浓度(即载荷)的无机氧化物粒子获得。

[0005] 在本发明的一个方面,提供了一种基材,该基材用组合物涂覆以形成平整层,该平整层限定了具有 RMS 表面粗糙度等于或小于约 1nm 的基材的平整化表面。该组合物包含以聚合化形式的至少一种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂或者两种或更多种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂的共混物以及多个粒度小于或等于 20nm 的无机氧化物粒子。在实施本发明的具有创新性的基材时可采用多个可任选的特征,包括如下。

[0006] 基材的平整化表面可具有等于或小于 0.7nm 的 RMS 表面粗糙度。该组合物可包含至少约 5 重量%的无机氧化物粒子。据信无机氧化物粒子可具有处于约 1nm 至最高约 10nm 范围内的粒度。已使用包括二氧化硅粒子,特别是胶态二氧化硅,优选地具有约 5nm 的粒度且浓度在约 5 重量%至约 40 重量%范围内的胶态二氧化硅的无机氧化物粒子获得了所需的结果。对处于其聚合化前形式的所述组合物来说理想的是辐射固化性的。平整层的平整化表面可具有约 4H 或更硬的硬度。可进一步用金属层和阻挡层中的至少一者涂覆平整层的平整化表面。

[0007] 在本发明的另一个方面,提供了使基材的表面平整化的方法。该方法包括提供具有主表面的基材和包含至少一种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂或者两种或更多种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂的共混物以及多个粒度小于或等于 20nm 的无机氧化物粒子的组合物。用所述组合物涂覆所述基材的主表面,并使所涂覆的组合物聚合化以形成平整层,所述平整层限定了 RMS 表面粗糙度等于或小于约 1nm 的平整化表面。在实施本发明的方法时可采用多个可任选的特征,包括如下。

[0008] 所形成的平整化表面可具有等于或小于 0.7nm 的 RMS 表面粗糙度。被涂覆的组

合物包含胶态粒子分散体形式的无机氧化物粒子时,特别是在胶态粒子包含二氧化硅粒子时,所需结果已经获得。在所述组合物是辐射固化性组合物时,该方法可进一步包括使所涂覆的组合物辐射固化。如果需要,可在进行固化前,通过干燥操作处理所涂覆的组合物。当基材是无限长度的柔性纤网坯时,本方法可包括在将该纤网坯以与其纵向轴线平行的方向(例如,在纤网处理过程中向上游或向下游)移动的同时用所述组合物涂覆该纤网坯的主表面。本方法可进一步包括用金属层和阻挡层中的至少一者涂覆该平整化表面。

[0009] 本方法可还包括在用该组合物涂覆基材之前对基材的主表面进行清洁。例如,可清洁基材的主表面以使得至少基本上没有粒度小至 3 微米,并且可能甚至更小的粒子,以及大于 3 微米的粒子。于 2008 年 12 月 31 日提交的名称为 METHOD OF PRODUCING A COMPONENT OF A DEVICE, AND THE RESULTING COMPONENTS AND DEVICES 的共同待审的和共同转让的美国临时专利申请(与代理人档案号 64114US002 对应)以及本专利申请公开了这种清洁方法,藉此将该专利文献全文以引用的方式并入本文。

具体实施方式

[0010] 在描述本发明的优选实施例时,为清楚起见,将使用具体的术语。然而,本发明并非意图受如此所选择的特定术语的限制,并且每个如此所选择术语都包括相似地操作的所有技术等同物。

[0011] 根据本发明的基材可包括(例如)无限长度的柔性纤网、板材、片材或其他结构。用组合物涂覆基材以形成限定基材的平整化表面的平整层,该平整化表面的平均 Ra 和 / 或 Rq 均方根 (RMS) 表面粗糙度等于或小于约 1nm、等于或小于约 0.9nm、等于或小于约 0.8nm、等于或小于约 0.7nm、等于或小于约 0.6nm、等于或小于约 0.5nm、等于或小于约 0.4nm 或等于或小于约 0.3nm,该表面粗糙度是用原子力学显微镜 (AFM),在约 25 微米² 的扫描面积上测量的。该组合物包含以聚合化形式的至少一种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂,优选两种或更多种含丙烯酸酯的单体、低聚物或树脂的共混物,以及包含多个(即至少约 1 重量%、5 重量%、10 重量%、20 重量%、30 重量%、40 重量%、50 重量%或更多)粒度小于或等于 20nm 的无机氧化物粒子。在其它实施例中,无机氧化物粒子的粒度等于或大于 1nm,并且粒度等于或小于 15nm、等于或小于 10nm 或粒度等于或小于 5nm。

[0012] 如本文所用,除非另外明确地说明相反的情况,否则提及一种或多种含丙烯酸酯的单体还指一种或多种含(甲基)丙烯酸酯的单体。本文所用的“纤网”由聚合物膜或聚合物层组成或至少包含聚合物膜或聚合物层,所述聚合物膜或聚合物层可根据本发明进行平整化。纤网可进一步包括用于所述聚合物膜或聚合物层的加固背衬(如纤维强化膜、织造或非织造的稀松布、织物等等)。“柔性”的纤网是可卷绕成卷的纤网。“无限长度”的纤网指比其宽度长很多的纤网。如本文所用,术语“平整层”的单数用法包括根据本发明用来在涂覆至基材上时提供十分平滑的平整化表面的任何组合物的一个或多个层。

[0013] 本发明的平整层通常具有在约 0.5 微米至约 100 微米范围内的厚度。本发明的平整层还可具有在约 1 微米至约 50 微米范围内的厚度。对于本发明的平整层而言,可能需要具有在约 3 微米至约 25 微米范围内的厚度。对于本发明的平整层而言,还可能需要具有在约 3 微米至约 10 微米范围内的厚度。

[0014] 使用涂层组合物已获得了所需的结果,该涂层组合物包含含丙烯酸酯的单体和粒

度为约 5nm 并且以范围为约 5 重量%至约 40 重量%的浓度加载的二氧化硅粒子的共混物。据信粒度大于 5nm 且粒度小于或等于 20nm 的较大二氧化硅粒子将性能类似。还据信使用类似范围粒度的氧化锆、二氧化钛和其他无机氧化物粒子可获得类似或至少令人满意的结果。将辐射（例如紫外光辐射或其他光化辐射）固化性的组合物用于平整层也已获得了令人满意的结果。聚合化前的组合物可以是一种或多种含丙烯酸酯或（甲基）丙烯酸酯的单体和无机氧化物粒子的非水性分散体或 100% 的固体配制物。

[0015] 实例中所用的化学品表

[0016]

缩写或商品名	说明
MEEAA	2-(2-(2-甲氧基乙氧基)乙氧基)乙酸, 可得自 Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI)
DI 水	去离子水
PROSTABB 5198	自由基抑制剂, 可从 Ciba Specialties (Hawthorne, NY)商购获得
1-甲氧基-2-丙醇	可从 Aldrich Chemical (Milwaukee, WI)商购获得的醇
SR444	三丙烯酸季戊四醇酯, 可从 Sartomer Company Inc. (Exton PA)商购获得
SR238	二丙烯酸-1,6-己二醇酯, 可从 Sartomer Company Inc. (Exton PA)商购获得
SR506	丙烯酸异冰片酯, 可从 Sartomer Company Inc. (Exton PA)商购获得
树脂 1	含有重量百分比为 40/40/20 的 SR444/SR238/SR506 的混合物
SR494	乙氧基化四丙烯酸季戊四醇酯, 可从 Sartomer Company Inc. (Exton PA)商购获得
丙烯酸-2-羟乙酯	可从 Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI)商购获得的丙烯酸酯单体
三乙胺	可从 Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI)商购获得的碱
马来酸酐	可从 Aldrich Chemical Company (Milwaukee, WI)商购获得
NALCO 2326	胶态二氧化硅分散体, 可得自 Nalco Co. (Naperville IL)。水中 15 重量%的 5nm 二氧化硅。
2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚	可得自 Aldrich Chemical Milwaukee WI
吩噻嗪	可得自 Aldrich Chemical Milwaukee WI
BS1316	异辛基三甲氧基硅烷, 可得自 Wacker Silicones (德国)
(2-氰乙基)三乙氧基硅烷	可得自 Alfa Asar (WardHill, MA)
3-(甲基丙烯酰氧基)丙基三甲氧基硅烷	可得自 Aldrich Chemical Milwaukee WI
Silquest A1230	专有的非离子硅烷, 可得自 Crompton OSI Specialties (Middlebury, CT)
MEK	甲基乙基酮, 可通过 Mallinckrodt Baker Inc. (Phillipsburg, NJ)获得
IPA	异丙醇, 可通过 EMD Chemicals Inc. (Gibbstown, NJ)获得
甲苯	可通过 EMD Chemicals Inc. (Gibbstown, NJ)获得
IPA/Tol	30/70 重量百分比的 IPA 和甲苯的共混物

[0017] 马来酸单-(2-丙烯酰氧基-乙基)酯 (HEAS) 的制备将邻苯二甲酸酐 (74.12 克)、丙烯酸-2-羟基乙酯 (87.9 克) 和三乙基胺 (0.44 克) 在圆底烧瓶中混合。向该液体中鼓入少量的干燥空气。将该反应混合物混合并加热至 75°C, 在该温度下保持六小时。此后,

将产物冷却至室温并用 NMR(核磁共振)来确认产物为马来酸单-(2-丙烯酰氧基-乙基)酯。将产物与 1-甲氧基-2-丙醇混合以制备 50 重量百分比的溶液。

[0018] 实例 1 制备了根据本发明的平整涂层组合物,该组合物包含三种不同的丙烯酸酯单体的共混物,这三种丙烯酸酯单体全部可从 Sartomer Co. (Exton, PA) 商购获得。该共混物为 Sartomer 单体 SR-444、SR-238 和 SR-506 各自的 40 : 40 : 20 混合物。SR-444 是 T_g 等于约 103°C 的三丙烯酸季戊四醇酯, SR-238 为 T_g 等于约 43°C 的二丙烯酸-1,6-己二醇酯, SR-506 为 T_g 在约 88°C 至约 94°C 范围内的丙烯酸异冰片酯。该丙烯酸酯单体的共混物为涂料材料的总组合物的 58 重量%。另一个总组合物的 1 重量%是 2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦光引发剂,其可作为 Lucirin® TPO-L 从 BASF (Ludwigshafen, Germany) 商购获得。大约 41 重量%的涂层组合物是经表面处理过的 Nalco 2326 二氧化硅溶胶,其可从 Nalco Chemical Co. (Naperville, Illinois) 商购获得。Nalco 2326 二氧化硅粒子具有 5nm 的平均粒度, pH 为 10.5, 固体含量为 15 重量%。

[0019] 通过如下方式对 Nalco 2326 粒子进行表面处理:首先将约 400 克装入 1 夸脱广口瓶中,将 1-甲氧基-2-丙醇 (450g)、3-(甲基丙烯酰氧基)丙基三甲氧基硅烷 (27.82g) 和 Prostab (0.17g 在水中的 5 重量%溶液) 混合在一起并伴随搅拌添加至该胶态分散体。将该广口瓶密封并加热至 80 摄氏度 16 小时。

[0020] 将上述经表面修饰的二氧化硅分散体(约 820 克)、树脂 1(约 98g) 和 Prostab 的 5% 溶液(约 0.75g) 合并并混合。通过旋转蒸发从混合中除去水和 1-甲氧基-2-丙醇而得到约 170g 的总树脂重量。为了在涂覆时调整粘度,将该混合物用甲基乙基酮 (MEK) 稀释至 50 : 50 的重量比。

[0021] 将狭缝式模头涂布机(狭缝宽度为 4 英寸 (102mm), 狭缝高度为 0.005 英寸 (0.13mm)) 用于将实例 1 的组合物涂覆至膜基材上。具体地讲,用注射器泵将涂层组合物以约 2cm³/分钟的速率供料至聚对苯二甲酸乙二醇酯膜上。该膜厚度为 0.002 英寸 (0.05mm)。在涂覆实例 1 组合物的同时将膜以约 6.6ft/min (2m/min) 的线速度推进。将涂覆了的膜传送通过设定为 74°C 的 12 英尺的鼓风烘箱直至干燥。然后使干燥的组合物暴露于来自装配有 H 灯泡的固化工位的 UV 辐射。所得的平整层为大约 4 至 5 微米厚。

[0022] 实例 2-8 将实例 1 的涂料组合物重复用于这些实例,但二氧化硅粒子的浓度分别具有如下改变:约 5%、10%、15%、21%、26%、31% 和 36%。所得的平整层为大约 4-5 微米厚。

[0023] 比较例 1 将实例 1 的涂料组合物重复用于该实例,但没有任何二氧化硅粒子。所得的平整层为大约 4-5 微米厚。

[0024] 利用 5×5 微米的面积扫描,用 AFM 测量这些实例每一者的表面粗糙度值,结果在表 1 中示出。

[0025] 表 1

[0026]

实例	平均 Ra (5×5 微米 扫描)	平均 Rq (5×5 微米 扫描)	平均 Ra (20×20 微 米扫描)	平均 Rq (20×20 微 米扫描)	大概的粒 子重量%
实例 1	0.46	0.58			41
实例 2	0.58	0.73			5
实例 3	0.57	0.72			10
实例 4	0.56	0.71			15
实例 5	0.54	0.68			21
实例 6	0.52	0.66			26
实例 7	0.50	0.64			31

[0027]

实例	平均 Ra (5×5 微米 扫描)	平均 Rq (5×5 微米 扫描)	平均 Ra (20×20 微 米扫描)	平均 Rq (20×20 微 米扫描)	大概的粒 子重量%
实例 8	0.47	0.60			36
实例 9	0.34	0.43	0.37	0.46	41
实例 10	0.45	0.56	0.45	0.56	45
实例 11	0.52	0.65	0.56	0.71	60
实例 12	0.45	0.57	0.46	0.58	41
实例 13	0.45	0.57	0.46	0.58	41
实例 14	4.08	5.15	4.64	5.85	41
实例 15	1.00	1.25	1.05	1.32	41
比较例 1	0.70	0.88			0
比较例 2	0.65	0.81	0.64	0.80	0
比较例 3	0.58	0.72	0.61	0.77	0

[0028] 实例 9 进行实例 1 的涂覆工序,不同之处在于涂料中所用的仅有的丙烯酸酯是 SR-494,并且将涂层溶液在 IPA/Tol (而不是 MEK) 中稀释。通过注射泵以 1.3cc/ 分钟将涂层溶液供料至具有 5 密尔垫片的 4 英寸 (102mm) 宽的狭缝式模头。纤网的速度是 2m/min。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0029] 比较例 2 将主要包含 SR-494 和 1 重量%的 TPO-L 树脂在 IPA/Tol 中稀释至 50 重量%并如实例 9 中所述进行涂覆。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0030] 实例 10 将可以产品名 NALCO 00SS008 得自 NALCO (Naperville, Ill) 的氧化锆溶胶 (150 克, 61.35 重量%的直径为 8 至 10nm 的 ZrO₂) 和 MEEAA (7.24 克) 装入 500ml 圆底烧瓶中。将 1- 甲氧基 -2- 丙醇 (105 克)、HEAS (6.27 克)、树脂 1 (61.35 克) 和 PROSTABB (1.12

克溶液,在水中为 5.0 重量百分比)装入该烧瓶。然后通过旋转蒸发除去 1-甲氧基-2-丙醇和水。所得的混合物为半透明的,形成中等粘度的分散体。所得的组合物含有大约 45 重量百分比的分散在可固化树脂中的 ZrO_2 粒子。将该分散体以 50% 固体溶解于 IPA/To1 中,并在添加 0.66 克 TPO-L 后如实例 9 中所述进行涂覆。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0031] 实例 11 将可以产品名 NALCO 00SS008 得自 NALCO(Naperville, Ill) 的氧化锆溶胶(150 克, 61.35 重量% 的直径为 8 至 10nm 的 ZrO_2) 和 MEEAA(7.30 克) 装入 500ml 圆底烧瓶中。将 1-甲氧基-2-丙醇(108 克)、HEAS(11.75 克)、树脂 1(27.88 克) 和 PROSTABB(1.00 克溶液,在水中为 5.0 重量百分比) 装入该烧瓶。然后通过旋转蒸发除去 1-甲氧基-2-丙醇和水。所得的混合物为半透明的,形成粘稠的分散体。所得的组合物含有大约 60 重量百分比的分散在可固化树脂中的 ZrO_2 粒子。在添加 0.70 克 TPO-L 后将该分散体以 50% 固体溶解于 IPA/To1 中。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0032] 实例 12 以 IPA/To1 作为溶剂进行实例 1 的涂料制备程序,采用实例 9 的涂覆条件对基材进行涂覆。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0033] 实例 13 以 IPA/To1 作为溶剂进行实例 1 的涂料制备程序,采用实例 9 的涂覆条件对基材进行涂覆。通过如下对二氧化硅分散体进行硅烷改性,将 Nalco 2326 粒子的表面处理改变为更极性的性质。将 Nalco 2326(450g) 装入 1 夸脱广口瓶中。将 1-甲氧基-2-丙醇(506.72g)、3-(甲基丙烯酰氧基)丙基三甲氧基硅烷(15.88g) 和 Silquest A1230(32.09g) 混合在一起并伴随搅拌添加至胶态分散体。密封该广口瓶并加热至 80C 持续 16 小时。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0034] 实例 14 以 IPA/To1 作为溶剂进行实例 1 的涂料制备程序,采用实例 9 的涂覆条件对基材进行涂覆。通过如下对二氧化硅分散体进行硅烷改性,将 Nalco 2326 粒子的表面处理改变为更疏水的性质。将 Nalco2326(450g) 装入 1 夸脱广口瓶中。将 1-甲氧基-2-丙醇(506.72g)、3-(甲基丙烯酰氧基)丙基三甲氧基硅烷(15.88g) 和 BS1316(14.98g) 混合在一起并伴随搅拌添加至胶态分散体。密封该广口瓶并加热至 80C 持续 16 小时。将经表面处理的二氧化硅分散体与树脂 1 和约 1 克在水中 5 重量%的 Prostabb 合并。旋转蒸发该混合物得到粘稠得以至其不会从烧瓶中流出来的物质。用 IPA/To1 将所述物质从烧瓶中冲洗出来并稀释至 50 重量%。将 TPO-L(0.59 克) 添加至涂层溶液。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0035] 实例 15 以 IPA/To1 作为溶剂进行实例 1 的涂料制备程序,采用实例 9 的涂覆条件对基材进行涂覆。通过如下对二氧化硅分散体进行硅烷改性,改变 Nalco 2326 粒子的表面处理而使得在 UV 固化时粒子将不会与树脂反应。将 Nalco 2326(450g) 装入 1 夸脱广口瓶中。将 1-甲氧基-2-丙醇(506.72g)、(2-氰乙基)三乙氧基硅烷(14.79) 和 BS1316(14.99g) 混合在一起并伴随搅拌添加至该胶态分散体。密封该广口瓶并加热至 80C 持续 16 小时。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0036] 比较例 3 制备了类似于比较例 1 的另一比较例,不同之处在于将 IPA/To1 用作溶

剂并按照实例 9 的涂覆条件进行。针对 5×5 微米和 20×20 微米的扫描面积测量了表面粗糙度值,结果示于表 1 中。

[0037] 对于平整层的平整化表面来说期望表现具有至少约 2H、3H、4H 或更硬的表面硬度,该表面硬度是通过 ASTM D3363-05 中所给出的笔芯划痕测试 (pencil lead scratch test) 来测定的。对于该平整化表面来说还需要符合或超过 00 号钢丝绒手动耐刮擦测试或通过如下的耐磨测试。用能够在固化薄膜整个表面上来回摆动附着在触头上的钢丝绒片的机械装置,在涂覆方向的横维方向上测试该膜的耐磨性。触针是以 210mm/sec (3.5 次擦拭/秒) 的速率在扫过宽度为 60mm 的范围内振荡,其中一次“擦拭”是指 60mm 的单次行程。触针具有直径为 3.2cm 的平坦圆柱形基座结构。触针被设计成能够附加额外的砝码,以增大钢丝绒在垂直于膜表面的方向上所施加的力。0000 号钢丝绒片为得自 HutProducts (Fulton, MO) 的神奇磨砂片 (Magic Sand-Sanding Sheet)。0000 号钢丝绒的规定等效粒度为 600-1200 粗砂纸。从该砂光片材冲切 3.2cm 钢丝绒盘,然后用 3M 牌 Scotch 持久无基材胶带 (3M brand Scotch Permanent Adhesive Transfer tape) 将该钢丝绒盘粘合至 3.2cm 触针基部。对每个实例测试一份样品,测试期间使用 1000 克的砝码,采用 50 次擦拭。然后目视检查样品的划痕。理想的是,不会出现磨损或刮伤,但仅表现出少许刮伤的样品可通过测试。一旦涂覆并聚合后,所得的实例 1 的平整层形成了可耐受用 0 号钢丝绒进行的手动刮擦而没有多的表面刮伤 (如果有刮伤的话) 的平整化表面。实例 9、12 和 13 以及比较例 2 和 3 通过了上述的耐磨测试。

[0038] 可用轻敲模式的原子力显微镜来评价每一种经涂覆的膜的表面硬度。用可从 Veeco Metrology Inc. (Santa Barbara, CA) 商购获得的具有 Nanoscope IIIa 控制器的 Digital Instruments Dimension 5000 SPM System 扫描探针显微镜在空气中在环境温度下对样品进行成像。使用 TappingMode™ 与样品表面发生间歇式接触来进行扫描,这是一种受专利保护的技术 (Veeco Instruments),其通过用振荡探针尖轻轻敲击表面来描绘形貌特征。悬臂的振幅随样品表面形貌改变,通过监测这些改变并通过闭合 Z 反馈回路来使它们最小化而获得形貌图像。TappingMode™ 中的悬臂振荡的幅度通常接近数 10 纳米。所使用的探针尖为各向异性的 Si 探针 (OTESP, Veeco Inc.), 弹簧常数为约 42N/m ($12\text{--}103\text{N/m}$), 共振频率为约 300kHz ($200\text{--}400\text{kHz}$)。另外,该仪器配备有可得自 nPoint Inc. (Madison, WI) 的具有控制电子器件的定制闭路大面积扫描仪 ($180 \times 180 \mu\text{m}^2$)。所有图像均包括 512×512 个数据点。图象分析和测量用包括在 Nanoscope 5.30 软件中的算法来进行。可根据需要应用平整处理 (Flattening) 或平面拟合来校正某些图像中的翘起。

[0039] 在不脱离本发明的精神和范围的前提下,可对本发明进行各种修改和更改。因此,本发明不限于上述实施例,而应受以下权利要求书及其任何等同物中提及的限制的控制。例如,可用于根据本发明的涂层组合物的其他潜在的丙烯酸酯材料可在美国专利 No. 5, 104, 929 中找到。将上面引用的所有专利和专利申请 (包括背景部分中的那些) 全部以引用的方式并入本文中。