

公告本

申請日期	2001. 11. 26
案 號	90129181
類 別	G02B 7/1

(以上各欄由本局填註)

544528

0117150

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	蒸氣沈積用組成物之製法，蒸氣沈積用組成物，及有抗反射膜之光學元件之製法
	英 文	METHOD FOR PRODUCING COMPOSITION FOR VAPOR DEPOSITION, COMPOSITION FOR VAPOR DEPOSITION, AND METHOD FOR PRODUCING OPTICAL ELEMENT WITH ANTIREFLECTION FILM
二、發明 創作人	姓 名	1.三石剛史 5.小林明德 2.嘉村齊(嘉村齐) 6.高橋幸弘 3.新出謙一 7.渡邊裕子 4.武井博基 1-7 皆屬日本
	國 籍	
	住、居所	1.日本國東京都新宿區中落合 2 丁目 7 番 5 號 ホーヤ株式会社内 2-7 同上所
三、申請人	姓 名 (名稱)	保谷股份有限公司(ホーヤ株式会社)
	國 籍	日本
	住、居所 (事務所)	日本國東京都新宿區中落合 2 丁目 7 番 5 號
	代 表 人 姓 名	鈴木洋

(由本局填寫)	承辦人代碼:
	大類:
	IPC 分類:

本案已向：

日本國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權
2000年11月30日特願2000-364928號

有關微生物已寄存於： ， 寄存日期： ， 寄存號碼：

五、發明說明(1)

本發明之敘述

發明之技術範圍

本發明係關於用以製造蒸氣沉積用組成物而形成抗反射膜之方法、關於蒸氣沉積用組成物及關於用以製造具有抗反射膜之光學元件之方法。特別，本發明係關於用以製造蒸氣沉積用組成物之方法、及關於能形成高折射層之蒸氣沉積用組成物之方法，甚至在低溫蒸氣沉積時，而因此保證形成具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性及良好耐熱性之抗反射膜，其中耐熱性隨時間過去降低少許；及亦關於製造具有此抗反射膜之光學元件之方法。

先前技藝

爲了改良包含合成樹脂之光學元件的表面反射特性，眾所周知：形成一個抗反射膜在合成樹脂之表面上。爲了加強該膜之抗反射性，通常使用交替之低折射和高折射的層壓製品。特別，爲了補償合成樹脂容易刮傷之缺點，時常使用二氧化矽作爲蒸氣源而形成低折射層在基板上，因爲所形成之膜是硬膜。在另一方面，使用二氧化鋯、五氧化鉬和二氧化鈦作爲蒸氣源而形成高折射層在基板上。特別，關於形成具較低反射率之抗反射膜，所選擇者是適合高折射層的抗反射膜之具有較高折射率之物質。爲此，一般使用二氧化鈦。

然而，經由燒結二氧化鈦粉末所製備之蒸氣源，當使用電子束加熱以便使它氣化而沉積在基板上時，會分解成爲 $TiO_{(2-x)}$ 並產生氧氣。如此所形成之氧氣存在於環繞蒸氣源

五、發明說明(2)

之大氣中及在蒸氣到達基板前，氧化來自該氣源之 $\text{TiO}_{(2-x)}$ 的蒸氣。因此，將具有甚少光吸收之薄膜自蒸氣源形成在基板上。然而，在另一方面，氧氣干擾向著基板進行之蒸氣組份而因此妨礙薄膜成形在基板上。另外，當將經由燒結二氧化鈦粉末所製成之蒸氣源使用電子束加熱時，它熔化而因此通常將它使用作為墊片。在此階段， $\text{TiO}_{(2-x)}$ 蒸氣的導電率增加，因此經施加至蒸氣源之電子束的電子逸出至墊片。此造成電子束損失，而因此蒸氣沉積系統需要較高之功率才夠補償損失。在另一方面，當僅由二氧化鈦所造成之粒片使用於蒸氣沉積時，薄膜形成之速率緩慢。當施加電子束時，造成問題因為粒片迅速裂解。

使用包括合成樹脂之光學元件的問題即：不能增加在結構之蒸氣沉積時之加熱溫度。因此，因為此限制，自二氧化鈦所形成在此等光學元件中之薄膜密度不能達到令人滿意，而薄膜折射率亦不令人滿意地高。另外，薄膜的抗刮痕性和抗化學品性亦不令人滿意。為了補償此等缺點，通常採用離子協助之蒸氣沉積，但是因它而使用之離子槍單元昂貴，因此增加生產成本。

通常計劃包含合成樹脂之光學元件，特別是眼鏡用之透鏡以便將一片有機硬塗膜形成在塑膠透鏡基板上以便改良經塗覆之透鏡的抗刮痕性，及將一片無機抗反射膜形成在硬塗膜上。關於眼鏡透鏡，現在需要具有優良抗反射性之抗反射膜之新穎光學元件，其中需要抗反射膜具有優良磨蝕強度和良好耐熱性不隨同時間消逝而降低。

五、發明說明(3)

發明之目的

爲了解決如上所略述之各種問題，本發明發明人作成此發明。本發明的第一目的是提供用以製造適合於蒸氣沉積之組成物之方法及提供適合於蒸氣沉積之組成物，其中優點係該組成物可形成一個高折射層甚至在合成樹脂基板上 必須將它處理以便於短時間內及不使用離子槍單元或電漿單元在低溫下將蒸氣沉積在其上；且不會損及所形成之高折射層固有之良好物理性質；所形成之高折射層具有高折射率；包括經形成在此等合成樹脂基板上之高折射層之抗反射膜具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性及良好耐熱性及該抗反射膜的耐熱性隨時間消逝而降低少許。

本發明的第二目的在提供一種光學元件其包含具有經形成在其上之一抗反射膜之合成樹脂基板，其中該抗反射膜具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性及良好耐熱性，而抗反射膜之耐熱性隨時間消逝只降低少許。

發明之概述

本發明發明人熱心研究而發展出具有上述各種所須要性質之眼鏡用之塑膠透鏡，而其結果是，發現：當將抗反射膜自經由燒結二氧化鈦和五氧化錮之混合物予以製備之蒸氣源，透過蒸氣沉積予以形成在塑膠透鏡基板上時，余等可達成上述各目的而導致本發明。

特別，本發明提供用以製造一種組成物之方法，此方法包括燒結經由混合含有二氧化鈦和五氧化錮之蒸氣源所製備之蒸氣源混合物；及提供含有二氧化鈦和五氧化錮之組

五、發明說明(4)

成物。

本發明亦提供用以製造具有抗反射膜之光學元件之方法，此方法包括：將組成物蒸氣化並沉積所產生之蒸氣在基板上而形成一高反射層的抗反射膜在其上。

發明之詳述

本發明在下文中予以詳述。

本發明之用以製造蒸氣沉積用組成物之方法包括燒結經由混合含有二氧化鈦和五氧化鈮之蒸氣源所製備之蒸氣源混合物。

本發明的組成物含有二氧化鈦和五氧化鈮。

本發明之製造光學元件之方法包括：將該組成物氣化並沉積所產生之蒸氣在基板上而形成一高折射層的抗反射膜在其上。

用以製備組成物之本發明的方法包括燒結含有二氧化鈦粉末和五氧化鈮粉末之混合物。含有二氧化鈦和五氧化鈮之組成物可經由混合二氧化鈦粉末和五氧化鈮粉末予以製備。在此方法中，因為五氧化鈮之熔點低，其首先熔化，其後二氧化鈦熔化。在熔化和蒸氣化程序中，因為熔融之二氧化鈦的蒸氣壓高於熔融之五氧化鈮者，所以到達基板之二氧化鈦蒸氣的數量通常高於五氧化鈮蒸氣之數量。另外，因為自二氧化鈦分解所產生之氧氣分壓低，所以快速形成薄膜在基板上係屬可能，即使經施加至蒸氣源之電子束的功率低。二氧化鈦：五氧化鈮的組成比，宜係：其中之二氧化鈦的數量(以 TiO_2 計所計算)是自 30 至 75 重量%，更宜自 30 至 50 重量%而五氧化鈮之數量(以 Nb_2O_5 所計算)

五、發明說明(5)

是自 25 至 70 重量%，更宜自 50 至 70 重量%。

如果五氧化鈮之組成比係大於 70 重量%，則到達缺氧之基板上的五氧化鈮數量增加，且，另外，自二氧化鈦分解所產生之氧氣減少。低於此數值，可能實現抗反射膜之特別低光吸收。

爲了製備本發明之蒸氣沉積用組成物，可將蒸氣源混合物經由任何適當習見之方法予以施壓。舉例而言，可使用至少 200 仟克/平方厘米之壓力，並可控制施壓之速率以致使經壓縮之塊料不含氣隙在其中。將經壓縮之塊料燒結時之溫度基於蒸氣源組成物之氧化物組份之組成比而變更，但是可能在自 1000°至 1400°C 之範圍內。燒結時間可基於燒結溫度等來測定，通常可能在自 1 至 48 小時的範圍內。

當使用電子束來加熱時，包含二氧化鈦和五氧化鈮之蒸氣沉積用組成物熔化且時常形成硬塊及/或噴濺。如果在自組成物形成抗反射膜的方法中予以形成，則組成物的噴濺達到基板(它正被處理成爲經塗覆之產物)，藉以造成小洞、薄膜剝離及外來物質所造成之缺陷。另外，噴濺降低各種性質包括所形成之抗反射膜的抗化學品性和耐熱性。爲了防止組成物形成硬塊和噴濺，需要添加氧化鋯及/或氧化釷至二氧化鈦粉末和五氧化鈮粉末的混合物中，並燒結所產生之混合物成爲本發明的蒸氣沉積用組成物。欲予添加之氧化鋯(以 ZrO_2 計所計算)及/或氧化釷(以 Y_2O_3 計所計算)的總量係相對於 100 重量份的二氧化鈦和五氧化鈮的總

五、發明說明(6)

量，宜是自 3 至 46 重量份、更宜為自 10 至 20 重量份數。

關於其層構造，抗反射層膜包括 $\lambda/4$ - $\lambda/4$ 的雙層薄膜(在此專利申請案中，除非在其他情況載明， λ 通常是在 450 奈米至 500 奈米的範圍內。典型數值是 500 奈米)及 $\lambda/4$ - $\lambda/4$ - $\lambda/4$ 或 $\lambda/4$ - $\lambda/2$ - $\lambda/4$ 的三層薄膜。並非受限為此，抗反射層膜可能是任何其他四層或多層之薄膜。最接近基板之第一低折射層可能是任何所熟知之雙層式等效薄膜，三層式等效薄膜或其他複合薄膜。

本發明的光學元件之基板宜由一種合成樹脂所形成。關於此，舉例而言，甲基丙烯酸甲酯同元聚合物可使用，以及甲基丙烯酸甲酯與一或數種其他單體的共聚物，二甘醇碳酸雙烯丙酯共聚物、二甘醇碳酸雙烯丙酯與一或數種單體之共聚物、含硫之共聚物、含鹵素之共聚物、聚碳酸酯、聚苯乙烯、PVC、不飽和之聚酯、聚對苯二甲酸乙二酯、聚胺甲酸酯。

關於形成抗反射薄膜在此種合成樹脂基板上，需要：首先將含有一種有機矽聚合物之硬塗層形成在浸漬、旋轉塗佈等的方法中合成樹脂基板的表面上，其後，將抗反射膜形成在硬塗層上。硬塗層及其製備揭示於歐洲專利案 1041404 中，爲了改良合成樹脂基板與抗反射膜間之黏合性，抗刮痕性等，需要配置一個打底層在合成樹脂基板與抗反射膜間、或在經形成在合成樹脂基板的表面上之硬塗層與抗反射膜間。舉例而言，該打底層可能是氧化矽的蒸氣沉積膜等。適當之打底層揭示於歐洲專利案 964019 中。

五、發明說明(7)

抗反射膜，舉例而言，可能以下述之方式予以形成。

宜使用二氧化矽作為抗反射膜的低折射層以便改良抗刮痕性和耐熱性；而高折射層可經由加熱經由下列方式所製備之粒片予以形成：即經由混合二氧化鈦(TiO_2)粉末，五氧化鈮(Nb_2O_5)粉末及視需要，氧化鋯(ZrO_2)粉末及/或氧化釷(Y_2O_3)粉末予以製備者及將它燒結成為粒片，並蒸發它，例如，使用電子束而藉以沉積所產生之蒸氣在基板上。以此種方式，將抗反射膜形成在基板上，宜使用此種燒結之材料，因為可縮短蒸氣沉積之時間。

若需要，本發明之蒸氣沉積用組成物可另外含有任何其他金屬氧化物例如 Ta_2O_5 、 Al_2O_3 等只要彼等無損上述之組成物的效果。其他金屬氧化物的總量宜在 2 至 30 重量份的範圍內。

在本發明中蒸氣沉積用組成物的蒸氣沉積方法中，舉例而言，可將高折射層經由使用真空蒸發、噴濺、離子電鍍或在通常條件下等的任何方法將組成物氣化而予形成。具體而言，將蒸氣沉積用組成物氣化而形成一種混合氧化物蒸氣及將所產生之蒸氣沉積在基板上。

本發明的蒸氣沉積用組成物可形成高折射層甚至在合成樹脂基板上，在蒸氣沉積期間應將它保持在範圍自 65 至 100°C 之低溫下，如此所形成之抗反射膜的抗刮痕性、抗化學品性和耐熱性均佳，另外，該抗反射膜之耐熱性隨時間消逝降低少許。

本發明的蒸氣沉積用組成物不僅可使用作為眼鏡透鏡之

五、發明說明(8)

抗反射膜，而且可使用作為照相機之透鏡、監測顯示器、汽車上之擋風玻璃，甚至作為光學濾光波器等。

實例

本發明將參照下列實例予以更詳細敘述，然而，它並無意欲限制本發明之範圍。

實例 1 及 3 及比較性實例 1(製造蒸氣沉積用組成物):

將二氧化鈦、五氧化銻、氧化鋯和氧化釷以如表 1 中之組成比混合、壓縮、在 1250°C 下燒結歷 1 小時而製成粒片作為蒸氣沉積用組成物。

使用該等粒片，將具有 $1/2(\lambda = 500 \text{ 奈米})$ 厚度之單層，高折射膜以真空蒸發之模式形成在平板玻璃基板上。根據下述之試驗方法，試驗樣品之(1)蒸氣沉積用組成物之熔化狀況，(2)細粒子之附着狀況，(3)吸光度，(4)折射率及(5)薄膜成形之速率。結果示於表 1 中。

(1)蒸氣沉積用組成物之熔化狀況:

沉積期間，蒸氣沉積用組成物之熔化狀況根據下列準則予以核對並評估:

- UA: 無噴濺
- A: 少許噴濺
- B: 經常噴濺
- C: 總是噴濺

在本發明的上下文中，"噴濺"之定義是:關於蒸氣沉積用組成物的表面之狀況程度。

(2)細粒子之附着狀況:

五、發明說明(9)

在蒸氣沉積後，將蒸氣沉積中經由噴濺等，細粒子在平坦玻璃基板上的附着狀況根據下列準則予以核對並評估：

UA: 未發現細外來物質。

A: 發現 1 至 5 細外來物質。

B: 發現 6 至 10 細外來物質。

C: 發現 11 或多於 11 細外來物質。

(3)吸光度：

使用單層 $1/2 \lambda$ 薄膜所覆蓋之基板的分光透過率和分光反射率使用分光光度計予以量計。自所測得之數據，獲得光透射率和光反射率。吸光度係根據數(值)式： $100\% - (\text{光透射率} + \text{光反射率})$ 而獲得。

(4)折射率

使用分光光度計，量計經形成在平坦玻璃基板上之單層 $1/2 \lambda$ 膜的分光反射率。玻璃基板的折射率、分佈數據和量計之數據都使用於最適宜程序中作為輸入。

(5)薄膜成形之速率

在形成單層 $1/2 \lambda$ 膜的方法中，在下述之條件下，將電子束施加至薄膜上，而經形成在玻璃基板上之薄膜的厚度使用分光光度計予以量計。將數據除以薄膜形成所費之實際時間而獲得薄膜成形之速率($\text{\AA}/\text{秒}$)。

暴光於電子束下之條件：

所使用之電子槍：由 JEOL 有限公司所選之 JST-3C

加速電壓：6kV

絲極電流：190mA

五、發明說明(10)

起始真空度： 2.0×10^{-5} Torr

表 1

	實例 1	實例 2	實例 3	比較例 1
二氧化鈦(重量份)	59.5	42.5	30.0	100.0
五氧化銱(重量份)	25.5	42.5	55.0	0.0
氧化鋯(重量份)	10.0	10.0	10.0	0.0
氧化釷(重量份)	5.0	5.0	5.0	0.0
熔化狀況	UA	UA	UA	B
細粒子之附着狀況	UA	UA	UA	A
吸光率(%)	0.5	0.34	0.43	0.44
折射率(500 奈米)	2.178	2.197	2.232	2.119
薄膜成形之速率(Å/秒)	3.66	5.19	6.23	2.57

如表 1 中，關於熔化狀況、細粒子之附着狀況、折射率和薄膜成形之速率，實例 1 至 3 都優於比較例 1。關於折射率和薄膜成形之速度，實例 2 和 3 特別良好。

實例 4(製造具有抗反射膜之光學元件):

關於欲配置以抗反射膜之合成樹脂，製備一種塑膠透鏡(CR-39:基板 A)其係由二甘醇碳酸雙烯丙酯(99.7 重量%)作為主要組份所造成並含有 UV 吸收劑，2-羥基-4-正-辛氧基二苯甲酮(0.03 重量%)及具有 1.499 之折射率。

將塑膠透鏡浸入含有 80 莫耳%，膠態矽石及 20 莫耳%， γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷之塗覆溶液中並予以固化而形成一硬塗層在其上(具有 1.50 之折射率)。

將用硬塗層所覆蓋之塑膠透鏡，在 65°C 下加熱，將具有低折射率的第一層(具有 1.46 之折射率和 0.5λ 之厚度($\lambda = 500$ 奈米)通過 SiO_2 之真空蒸發(在 2×10^{-5} Torr 之真空

五、發明說明(11)

度)形成在其上。該第一層係最接近基板。其次，將具有高折射率的第二層(具有 0.0502λ 之厚度)通過實例 1 中已製成之粒片的蒸氣沉積形成在其上，為此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱及將具有低折射率的第三層(具有 1.46 之折射率和 0.0764λ 之厚度)亦通過 SiO_2 之真空蒸發而形成在其上。關於此，將高折射率之第四層(具有 0.4952λ 之厚度)通過實例 1 中已製成之粒片的蒸氣沉積予以形成在其上，為此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱；及將具有低折射率之第五層(具有 1.46 之折射率及 0.2372λ 之厚度)亦通過 SiO_2 之真空蒸發予以形成在其上而形成一個抗反射膜。另外，將經如此塗覆之塑膠透鏡的背面亦使用具有相同結構之抗反射膜覆蓋。因此，將塑膠透鏡的兩個表面以 5 層的抗反射膜予以覆蓋。

根據下述之方法，試驗經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡：(6)抗刮痕性、(7)黏着性、(8)光反射率、(9)光透射率、(10)吸光度、(11)耐熱性及(12)隨時間消逝之耐熱性。結果示於表 2 中。

(6)抗刮痕性

將塑膠透鏡的表面用 #0000 之鋼絲絨摩擦及在經施加至其上之 1 仟克重量下。在摩擦 10 次纖程後，根據下列準則，核對並評估透鏡之表面狀況：

- A: 未被刮傷。
- B: 輕微被刮傷。
- C: 非常刮傷。

五、發明說明(12)

D:塗膜剝離。

(7)黏着性

根據 JIS(日本工業標準)-Z-1522，將經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡的表面切割而具有 10×10 個橫切，及使用膠黏帶，Cellotape(商標名稱，由 Nichiban 公司製造)，試驗三次將橫切剝離。計數原來 100 個橫切的依然存在之橫切數目。

(8)光反射率：

使用由日立有限公司所造之自動分光光度計，U-3410，量計光反射率。

(9)光透射率：

使用由日立有限公司所造之自動分光光度計，U-3410，量計光反射率。

(10)吸光度

吸光度係自(8)之光反射率及(9)之光透射率所導出。具體言之，吸光度係由下列數式表示： $100\% - (\text{光透射率} + \text{光反射率})$ 。

(11)耐熱性：

在通過蒸氣沉積使用抗反射膜予以覆蓋後立即，將塑膠透鏡在烘箱中加熱歷 1 小時，並核對：關於是否它已紋裂。具體而言，將它首先在 50°C 下加熱歷 60 分鐘的期間，並將溫度以 5°C 之間隔升高(每一間隔，30 分鐘的持續時間)，並讀取它被紋裂時之溫度。

(12)隨時間消逝之耐熱性

在使用抗反射膜予以覆蓋後立即將塑膠透鏡暴露於室外

五、發明說明(13)

歷 2 個月，然後在烘箱中加熱歷 1 小時並核對：是否它被紋裂。具體而言，首先將它在 50°C 下加熱歷 60 分鐘之一段時間，並將溫度以 5°C 之間隔昇高(每一間隔，30 分鐘之持續時間)，並讀取它被紋裂時之溫度。

實例 5(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 4 中相同之方式，將基板的兩表面用 5 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用實例 3 中所製造之粒片(而非實例 1 中所製造者)用以形成第 2 層與第 4 層。

如上所述，試驗經抗反射膜所覆蓋之塑膠透鏡之各性質(6)至(12)。結果示於表 2 中。

比較例 2(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 4 中相同之方式，將基板的兩表面用 5 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用比較例 1 中所製造之粒片(而非實例 1 中所製造者)用以形成第 2 層和第 4 層。

如上所述，試驗經抗反射膜所覆蓋之塑膠透鏡之各性質(6)至(12)。結果示於表 2 中。

實例 6(製造具有抗反射膜之光學元件)

將 142 重量份之一種有機矽化合物， γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷置入一玻璃容器中，在附以攪拌下，將 1.4 重量份之 0.01N 氫氟酸及 32 重量份之水逐滴添加至其中。在逐滴加成後，將此混合物攪拌歷 24 小時而獲得水解之 γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷的溶液。將 460 重量份之氧化錫/氧化鋯複合溶膠(係分散於甲醇中，具有 31.5 重量%的總金屬氧化物含量及具有 10 至 15 毫微米的

五、發明說明(14)

平均粒子大小)，300 重量份之乙基乙二醇乙醚、0.7 重量份之潤滑劑，矽酮界面活性劑及 8 重量份之固化劑，乙醯丙酮酸鋁加至此溶液中。在已被充分攪拌後，將它過濾而製備一種塗覆溶液。

將塑膠透鏡基板(由保谷公司所造之眼鏡用塑膠透鏡，EYAS(商標名)，其具有 1.60 之折射率)用一種鹼性水溶液預處理、並浸入塗覆溶液中。在經如此浸入其中後，將此以每分鐘 20 厘米的拉伸速率取出。然後將此在 120°C 下加熱歷 2 小時而形成硬塗層。

將以硬塗層所覆蓋之塑膠透鏡在 80°C 下加熱，及將低折射率的第一層(具有 1.46 之折射率及 0.47λ 之厚度($\lambda = 500$ 奈米)通過 SiO_2 之真空蒸發(在 2×10^{-5} Torr 之壓力下)形成在其上。第一層係最接近基板。其次，將高折射率的第二層(具有 0.0629λ 之厚度)通過實例 1 中已製成之粒片的蒸氣沉積予以形成在其上，關於此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱；及將低折射率之第三層(具有 1.46 之折射率及 0.0528λ 之厚度)通過 SiO_2 之真空蒸發亦形成在其上。接著此，將高折射率之第四層(具有 0.4432λ 之厚度)通過已在實例 1 中所製造之粒片的蒸氣沉積形成在其上，爲了此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱；及將低折射率之第五層(具有 1.46 之折射率及 0.2370λ 之厚度)通過 SiO_2 之真空蒸發亦形成在其上而形成一抗反射膜。另外，將經如此覆蓋之塑膠透鏡的背面亦使用具有相同結構之抗反射膜覆蓋。因此將塑膠透鏡的兩表面以

五、發明說明(15)

5 層之抗反射膜覆蓋。

如上文所指定，試驗經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 3 中。

實例 7(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 6 中之相同方式，將基板的兩個表面用 5 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用已在實例 3 中所製造(並非實例 1 中所造)之粒片用以形成第 2 層和第 4 層。

如上文所指定，試驗經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 3 中。

比較例 3(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 6 中之相同方式，將基板的兩個表面用 5 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用比較例 1 中所製造(並非實例 1 中所製造)之粒片用以形成第 2 層和第 4 層。

如上文所指定，試驗經抗反射膜所覆蓋之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 3 中。

實例 8(製造具有抗反射膜之光學元件)

將 142 重量份之一種有機矽化合物， γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷置入一玻璃容器中，在附以攪拌下，將 1.4 重量份之 0.01N 氫氨酸及 23 重量份之水加至其中。在加成後，將此混合物攪拌歷 24 小時而獲得水解之 γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷的溶液。在另一方面，將 200 重量份之一種無機顆粒物質、由作為主要組份之氧化鈦、氧化鋯和氧化矽所造成之顆粒的複合溶膠(係分散於甲醇中，具有 20 重量%的總固體含量並具有 5 至 15 奈米之平

五、發明說明(16)

均粒子大小，關於此，芯粒子中 Ti/Si 的原子比是 10、而殼：芯的重量比是 0.25)與 100 重量份之乙基乙二醇二醚、0.5 重量份之潤滑劑、矽酮界面活性劑、3.0 重量份之固化劑，乙醯丙酮酸鋁混合。將所產生之混合物加至水解 γ -縮水甘油氧基丙基三甲氧基矽烷中並予以充分攪拌。將此(混合物)過濾而製備塗覆溶液。

將塑膠透鏡基板(由保谷公司所造之眼鏡用塑膠透鏡，Teelalia(商標名)，具有 1.71 之折射率)使用鹼性水溶液預處理並浸漬入塗覆溶液中。在經如此浸漬入其中後，以每分鐘 20 厘米之拉伸速率將它取出。然後，將塑膠透鏡在 120°C 下加熱歷 2 小時而形成硬塗層。

將以硬塗層所覆蓋之塑膠透鏡在 80°C 下加熱，及將低折射率的第一層(具有 1.46 之折射率及 0.069λ 之厚度($\lambda = 500$ 奈米)通過 SiO_2 之真空蒸發(在 2×10^{-5} Torr 之壓力下)形成在其上。第一層係最接近基板。其次，將高折射率之第二層(具有 0.0359λ 之厚度)通過實例 1 中已製成之粒片的蒸氣沉積予以形成在其上，關於此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱；及將低折射率之第三層(具有 1.46 之折射率及 0.4987λ 之厚度)通過 SiO_2 之真空蒸發亦形成在其上，接著此，將高折射率之第四層(具有 0.0529λ 之厚度)通過已在實例 1 中所製造之粒片的蒸氣沉積形成在其上，爲了此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190 mA)加熱；及將低折射率之第五層(具有 1.46 之折射率及 0.0553λ 之厚度)通過 SiO_2 之真空蒸發亦形成在其上；將

五、發明說明(17)

高折射率之第六層(具有 0.4560λ 之厚度)通過已在實例 1 中所製造之粒片的蒸氣沉積予以形成在其上，關於此，將粒片使用電子槍(電流:180 至 190mA)加熱；及將低折射率之第七層(具有 1.46 之折射率及 0.2422λ 之厚度)通過 SiO_2 之真空蒸發予以形成在其上，而形成抗反射膜。另外，將經如此覆蓋之塑膠透鏡的背面亦使用具有相同結構之抗反射膜覆蓋。因此將塑膠透鏡的兩表面以 7 層之抗反射膜覆蓋。

如上文所指定，試驗經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 4 中。

實例 9(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 8 中之相同方式，將基板的兩個表面用 7 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用已在實例 3 中所製造(並非實例 1 中所造)之粒片用以形成第二，第四及第六各層。

如上文所指定，試驗經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 4 中。

比較例 4(製造具有抗反射膜之光學元件)

以與實例 8 中之相同方式，將基板的兩個表面用 7 層之抗反射膜覆蓋，然而，關於此，使用已在比較例 1 中所造(並非實例 1 中所造)之粒片用以形成第二，第四及第六各層。

如上文所指定，試驗經抗反射膜蓋覆之塑膠透鏡之各種性質(6)至(12)。結果示於表 4 中。

五、發明說明(18)

表 2

	實例 4	實例 5	比較例 2
抗刮痕性	A	A	C
黏着性	100	100	100
光透射率(%)	98.875	99.17	98.498
光反射率(%)	0.972	0.666	1.319
吸光度(%)	0.153	0.164	0.183
耐熱性(°C)	80	80	70
隨時間消逝之耐熱性(°C)	65	65	50

表 3

	實例 6	實例 7	比較例 3
抗刮痕性	A	A	C
黏着性	100	100	100
光透射率(%)	98.874	99.164	98.545
光反射率(%)	0.937	0.648	1.284
吸光度(%)	0.189	0.188	0.171
耐熱性(°C)	120	120	110
隨時間消逝之耐熱性(°C)	105	105	90

表 4

	實例 8	實例 9	比較例 4
抗刮痕性	A	A	C
黏着性	100	100	100
光透射率(%)	98.885	99.153	98.663
光反射率(%)	0.829	0.614	1.106
吸光度(%)	0.286	0.233	0.231
耐熱性(°C)	90	90	85
隨時間消逝之耐熱性(°C)	80	80	70

如表 2 至 4 中，實例 4 至 9 的經抗反射膜覆蓋之塑膠透

五、發明說明(19)

鏡(關於它，使用實例 1 或 3 的粒片)，在抗刮痕性和耐熱性方面優於比較例 2 至 4 的經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡(關於它，使用比較例 1 之粒片)；另外，前者之隨時間消逝之耐熱性當與後者之隨時間消逝之耐熱性比較時，在暴露於氣候後降低少許。自實例 5，7 和 9 之經抗反射膜覆蓋之塑膠透鏡的數據，關於它，增加了實例 3 的粒片中五氧化鋯之組成比，應了解：經覆蓋之透鏡的折射率及亦吸光度均降低。

本發明申請案的發明實例記述本發明之較佳具體實施例。然而，具有各實例之組成物間，組成比之組成物亦佳。相似地，具有此等實例中所揭示者間之厚度的抗反射膜亦佳。最後，具有各實例中所揭示者間之層結構之光學元件亦佳。

本發明之優點

如上文中所詳述，根據本發明的方法所獲得之蒸氣沉積用組成物可形成高折射層甚至在合成樹脂基板上，必須將它在低溫下處理以便在短時間內蒸氣沉積在其上且不須使用離子槍單元或電漿單元，且不會損及所形成之高折射層固有之良好物理性質；所形成之高折射層具有高折射率；及經形成在此等合成樹脂基板上之包含高折射層之抗反射膜具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性及良好耐熱性，且該抗反射膜的耐熱性隨時間消逝而降低少許。

另外，根據本發明方法所獲得之經抗反射膜覆蓋之光學元件具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性和良好耐熱性，

五、發明說明(20)

且其耐熱性隨時間消逝只降低少許。特別，覆蓋光學元件之抗反射膜保證：其中之二氧化鈦的良好 UV 吸收，而經覆蓋之光學元件極適合作為眼鏡之塑膠透鏡。

四、中文發明摘要(發明之名稱： 蒸氣沈積用組成物之製法，蒸氣沈積用組成物，及有抗反射膜之光學元之製法)

本申請案之目的係提供一種蒸氣沈積用組成物之製法及提供一種能形成高折射層在一基板上之蒸氣沈積用組成物甚至在低溫蒸氣沈積時，而因此保證形成具有良好抗刮痕性、良好抗化學品性及良好耐熱性之抗反射膜，其中耐熱性隨時間過去而降低少許及亦提供製造具有此抗反射膜之光學元件之方法。

本發明的目的係經由提供用以製造蒸氣沈積用組成物之方法而達成，此方法包括：燒結經由混合含有二氧化鈦和五氧化銱之蒸氣沈積用組成物；及製造具有抗反射膜之光學元件之方法，此方法包括將蒸氣沈積用組成物蒸氣化及沈積所產生之蒸氣在一基板上而形成一高折射層的抗反射膜在其上。

四、英文發明摘要(發明之名稱：

)

**METHOD FOR PRODUCING COMPOSITION FOR VAPOR DEPOSITION,
COMPOSITION FOR VAPOR DEPOSITION, AND METHOD FOR
PRODUCING OPTICAL ELEMENT WITH ANTIREFLECTION FILM**

The present application has the object to provide a method for producing a composition for vapor deposition and to provide a composition for vapor deposition capable of forming a high-refraction layer even in low-temperature vapor deposition with it on a substrate and therefore ensuring an antireflection film having good scratch resistance, good chemical resistance and good heat resistance, of which the heat resistance lowers little with time; and also to provide a method for producing an optical element having such an antireflection film.

The objects of the invention are achieved by providing a method for producing a composition for vapor deposition, which comprises sintering a vapor source mixture prepared by mixing vapor sources that contain titanium dioxide and niobium pentoxide; a composition for vapor deposition that contains titanium dioxide and niobium pentoxide; and a method for producing an optical element with an antireflection film, which comprises vaporizing the composition for vapor deposition and depositing a generated vapor on a substrate to form thereon a high-refraction layer of an antireflection film.

六、申請專利範圍

第 90129181 號「蒸氣沉積用組成物之製法，蒸氣沉積用組成物，及有抗反射膜之光學元件之製法」專利案

修正

(92年4月4日修正)
補充

六、申請專利範圍：

1. 一種用以製造組成物之方法，此方法包括燒結含有二氧化鈦和五氧化鈮之蒸氣源混合物，其中蒸氣源混合物中二氧化鈦的數量(以 TiO_2 計所計算)係自 30 至 75 重量%；以及蒸氣源混合物中五氧化鈮之數量(以 Nb_2O_5 計所計算)係自 25 至 70 重量%。
2. 如申請專利範圍第 1 項之用以製造組成物之方法，其中蒸氣源混合物另外含有氧化鋯及 / 或氧化釷。
3. 如申請專利範圍第 2 項之用以製造組成物之方法，其中氧化鋯(以 ZrO_2 計所計算)及 / 或氧化釷(以 Y_2O_3 計所計算)的數量係相對於 100 重量份的二氧化鈦和五氧化鈮之總量，自 3 至 46 重量份。
4. 一種蒸氣沉積用之組成物，其含有二氧化鈦及五氧化鈮；其中二氧化鈦的數量(以 TiO_2 計所計算)係自 30 至 75 重量%；以及五氧化鈮之數量(以 Nb_2O_5 計所計算)係自 25 至 70 重量%。
5. 如申請專利範圍第 4 項之組成物，其另外含有氧化鋯及 / 或氧化釷。
6. 如申請專利範圍第 5 項之組成物，其中氧化鋯(以 ZrO_2 計所計算)及 / 或氧化釷(以 Y_2O_3 計所計算)之數量

六、申請專利範圍

- 相對於 100 重量份之氧化鈦和氧化鋯之總量是自 3 至 46 重量份。
7. 一種用以製造抗反射膜之方法，此方法包括燒結申請專利範圍第 4 至 6 項中任一項之組成物，氣化所燒結之組成物及沉積所產生之蒸氣在基板上。
 8. 如申請專利範圍第 7 項之方法，其中基板是視需要具有一或數個覆蓋層形成在其上之塑膠基板。
 9. 如申請專利範圍第 7 項之方法，此方法與離子協助之方法聯合。
 10. 如申請專利範圍第 8 項之方法，此方法與離子協助之方法聯合。
 11. 一種抗反射膜，其係為交替方式之包括一或數層之二氧化矽及一或數層的可根據申請專利範圍第 7 項之方法可製得之層。
 12. 一種抗反射膜，其係為交替方式之包括一或數層之二氧化矽及一或數層的可根據申請專利範圍第 8 項之方法可製得之層。
 13. 一種抗反射膜，其係為交替方式之包括一或數層之二氧化矽及一或數層的可根據申請專利範圍第 9 項之方法可製得之層。
 14. 一種抗反射膜，其係為交替方式之包括一或數層之二氧化矽及一或數層的可根據申請專利範圍第 10 項之方法可製得之層。

六、申請專利範圍

15.一種光學元件，其係具有經形成在塑膠基板上之硬塗層並具有經形成在其上之申請專利範圍第 11 至 14 項中任一項之抗反射膜。

16.如申請專利範圍第 15 項之光學元件，其係選自下列所構成之族群：眼鏡之透鏡、照相機之透鏡、汽車之擋風玻璃及欲配合至字處理機的顯示器上之濾光器。