

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101959949 B

(45) 授权公告日 2012. 12. 12

(21) 申请号 200980107304. 5

*C08J 5/18* (2006. 01)

(22) 申请日 2009. 01. 05

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

61/019, 699 2008. 01. 08 US

CN 1916057 A, 2007. 02. 21, 权利要求 1-10.  
US 20070031684 A1, 2007. 02. 08, 权利要求 1-24.

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 09. 01

US 20070280992 A1, 2007. 12. 06, 权利要求 1-42.

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2009/030075 2009. 01. 05

CN 1844270 A, 2006. 10. 11, 权利要求 1-7.

审查员 孙婧

(87) PCT申请的公布数据

W02009/089133 EN 2009. 07. 16

(73) 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 吴荣圣 拉古纳特·帕蒂亚

(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 刘慧 杨青

(51) Int. Cl.

*C08K 7/18* (2006. 01)

*C08K 3/22* (2006. 01)

*C08L 77/02* (2006. 01)

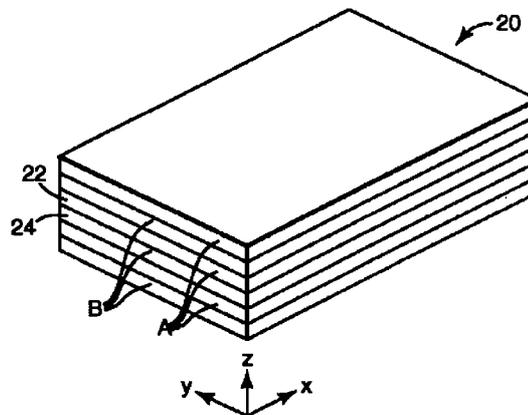
权利要求书 2 页 说明书 28 页 附图 1 页

(54) 发明名称

纳米粒子分散体、包含其的组合物以及由其制成的制品

(57) 摘要

本发明公开一种分散体,所述分散体包含至少一种有机溶剂;纳米粒子,其中所述纳米粒子具有红外线吸收性或传导性或同时具有红外线吸收性和传导性;以及至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中所述分散体包含所述纳米粒子的团聚物,并且大部分所述团聚物的平均直径不大于100 纳米。本发明还讨论了使用此类分散体的组合物、膜、制品和光控制品。



1. 一种分散体,其包含:  
基于所述分散体总重量的 10 重量%至 95 重量%的至少一种有机溶剂;  
基于所述分散体总重量的 5 重量%至 80 重量%的纳米粒子,其中所述纳米粒子具有红外线吸收性或传导性或同时具有红外线吸收性和传导性;以及  
基于所述分散体总重量的 0.5 重量%至 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中所述分散体包含所述纳米粒子的团聚物,并且大部分所述团聚物的平均直径不大于 100 纳米。
2. 根据权利要求 1 所述的分散体,其中大部分所述团聚物的平均直径不大于 50 纳米。
3. 根据权利要求 1 所述的分散体,其包含基于所述分散体总重量的 25 重量%的至少一种有机溶剂。
4. 根据权利要求 1 所述的分散体,其包含基于所述分散体总重量的 60 重量%至 70 重量%的纳米粒子。
5. 根据权利要求 1 所述的分散体,其中所述纳米粒子包括氧化铟锡、氧化铟锡或它们的组合。
6. 根据权利要求 1 所述的分散体,其包含基于所述分散体总重量的 5 重量%至 25 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物。
7. 根据权利要求 1 所述的分散体,其中所述分散体在 60℃下稳定至少一个月。
8. 根据权利要求 1 所述的分散体,其中所述分散体包含基于所述纳米粒子重量的 0.5 重量%至 10 重量%的所述至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,并且还包含基于所述纳米粒子重量的 0.5 重量%至 20 重量%的至少一种胺改性的丙烯酸酯。
9. 根据权利要求 8 所述的分散体,其中所述分散体包含基于所述纳米粒子重量的不大于 8 重量%的聚己内酯-聚胺共聚物。
10. 一种组合物,其包含:  
40 重量%至 50 重量%的分散体,所述分散体包含:  
基于所述分散体总重量的 10 重量%至 95 重量%的至少一种有机溶剂;  
基于所述分散体总重量的 5 重量%至 80 重量%的纳米粒子,其中所述纳米粒子具有红外线吸收性或传导性或同时具有红外吸收性和传导性;以及  
基于所述分散体总重量的 0.5 重量%至 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中所述分散体包含所述纳米粒子的团聚物,并且大部分所述团聚物的平均直径不大于 100 纳米;以及  
基于所述组合物总重量的 10 重量%至 50 重量%的至少一种辐射固化性单体。
11. 根据权利要求 10 所述的组合物,其还包含基于所述组合物总重量的 1 重量%至 50 重量%的第二有机溶剂。
12. 根据权利要求 10 所述的组合物,其中所述组合物包含基于所述组合物总重量的 13 重量%至 17 重量%的至少一种辐射固化性单体。
13. 根据权利要求 11 所述的组合物,其包含 30 重量%至 40 重量%的所述第二有机溶剂。
14. 一种膜,其包含:  
基于所述膜总重量的 40 重量%至 70 重量%的纳米粒子,其中所述纳米粒子具有红外

线吸收性或传导性；

基于所述膜总重量的 20 重量%至 40 重量%的辐射固化性单体；以及  
基于所述膜总重量的 5 重量%至 20 重量%的聚己内酯-聚胺共聚物，  
其中所述膜具有至少 40%的可见光透射率和不大于 3%的雾度值。

## 纳米粒子分散体、包含其的组合物以及由其制成的制品

### 背景技术

[0001] 本发明整体涉及分散体、包含此类分散体的组合物以及使用此类分散体制成的制品。

[0002] 分散体为细粒均匀分布在介质中的溶液,其用于制造许多不同类型的制品。根据制品中所需分散材料的最终量,如果分散体仅在具有较少量的分散材料时稳定,则在处理期间必须添加大量分散体。由于这些原因,使用分散体的工艺可受益于较高载量的分散体,从而降低处理期间必须添加的分散体体积。然而,此类较高载量的分散体通常具有较低的稳定性。在室温下也具有较长期稳定性的较高载量的分散体可使得此类工艺显著更高效并且具有高性价比。

### 发明内容

[0003] 本文公开了一种分散体,其包括基于该分散体总重量的约 10 重量%至约 95 重量%的至少一种有机溶剂;基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性或具有红外吸收性和传导性两种性能;以及基于该分散体总重量的约 0.5 重量%至约 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中该分散体包含纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 60 纳米。

[0004] 本文公开了一种分散体,其包括基于该分散体总重量的约 10 重量%至约 95 重量%的至少一种有机溶剂;基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性;以及基于该分散体总重量的约 0.5 重量%至约 30 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中该分散体包含纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 100 纳米。

[0005] 本文公开了一种组合物,其包括约 40 重量%至约 50 重量%的分散体,该分散体包括基于该分散体总重量的约 10 重量%至约 95 重量%的至少一种有机溶剂;基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性或具有红外吸收性和传导性两种性能;以及基于该分散体总重量的约 0.5 重量%至约 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中该分散体包含纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 60 纳米;以及基于该组合物总重量的约 10 重量%至约 50 重量%的至少一种辐射固化性单体。

[0006] 本文公开了一种组合物,其包括约 40 重量%至约 50 重量%的分散体,该分散体包括基于该分散体总重量的约 10 重量%至约 95 重量%的至少一种有机溶剂;基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性或具有红外吸收性和传导性两种性能;以及基于该分散体总重量的约 0.5 重量%至约 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺共聚物,其中该分散体包含纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 60 纳米;基于该组合物总重量的约 10 重量%至约 50 重量%的至少一种辐射固化性单体;以及基于该组合物总重量的约 1 重量%至约 50 重量%的第二有机溶剂。

[0007] 本文公开了一种膜,其包括基于该膜总重量的约 40 重量%至约 70 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性;基于该膜总重量的约 20 重量%至约 40 重量%的辐射固化性单体;以及基于该膜总重量的约 5 重量%至约 20 重量%的聚己内酯-聚胺共聚物,其中该膜具有至少 40%的可见光透射率和不大于约 3%的雾度值。

[0008] 本文公开了一种具有红外线反射多层膜的制品,其中红外线反射多层膜具有第一聚合物型和第二聚合物型的交替层;以及设置在该多层膜上的红外吸收层,其中该红外吸收层包括基于该层总重量的约 40 重量%至约 70 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性;基于该层总重量的约 20 重量%至约 40 重量%的辐射固化聚合物;以及基于该层总重量的约 5 重量%至约 20 重量%的聚己内酯-聚胺共聚物。

[0009] 本文公开了一种用于阻挡来自红外线光源的红外线的光控制品,其包括红外线反射多层膜,该红外线反射多层膜具有第一聚合物型和第二聚合物型的交替层;设置在该多层膜上的红外吸收层,其中该红外吸收层包括:基于该层总重量的约 40 重量%至约 70 重量%的纳米粒子,其中这些纳米粒子具有红外吸收性或传导性;基于该层总重量的约 20 重量%至约 40 重量%的辐射固化聚合物;以及基于该层总重量的约 5 重量%至约 20 重量%的聚己内酯-聚胺共聚物;以及与该红外线反射多层膜相邻设置的基底。

#### 附图说明

[0010] 结合附图并参照下文中多个实施例的具体实施方式,可以更全面地理解本发明,其中:

[0011] 图 1 为多层膜的透视图;

[0012] 图 2 示意性地示出阳光控制多层膜制品的实施例;以及

[0013] 图 3 示意性地示出阳光控制多层膜制品的另一个实施例。

[0014] 虽然本公开可具有各种改进和替代形式,但其特定实施例已经以举例的方式在附图中示出,并将被详细描述。然而应当理解,其目的并非将本公开限制于所描述的具体实施例。相反,其目的在于涵盖属于本公开的精神和范围之内所有修改形式、等同形式和替代形式。

#### 具体实施方式

[0015] 术语“聚合物”或“聚合物的”将被理解为包括聚合物、共聚物(即由两种或多种不同单体形成的聚合物)、低聚物以及它们的组合,以及聚合物、低聚物或共聚物。除非另外指明,嵌段共聚物、接枝共聚物和无规共聚物均包括在内。

[0016] 除非另外指明,否则说明书和权利要求中用来表述特征尺寸、数量和物理特性的所有数字在所有情况下均应理解为附有修饰词“约”。因此,除有相反的指示外,在上述说明书和所附权利要求中列出的数值参数均为可根据本领域技术人员使用本文所公开的教导内容而寻求获得的所需特性而改变的近似值。

[0017] 如在分散体或组合物的上下文中所用,具体组分的“相对于 X 的重量百分比”或“基于 X 的重量%”是指分散体或组合物中具体组分的量(以重量计)相对于 X 的量(以重量计)。例如,“A 相对于总组合物的重量百分比”是指 A 的重量相对于组合物所有组分的重量(重量 A+重量 B+...重量 Z);或“A 相对于 B 的重量百分比”是指 A 的重量相对于 B 的

重量（重量 A/ 重量 B）。

[0018] 术语“相邻的”指一个元件接近另一个元件，包括元件彼此接触，还包括元件被设置在该元件之间的一个或多个层隔开的情况。

[0019] 由端点表述的数值范围包括该范围内所包含的所有数字（例如，1 至 5 包括 1、1.5、2、2.75、3、3.80、4 和 5）以及该范围内的任何范围。

[0020] 本说明书以及所附权利要求书中的单数形式“一个”和“所述”是指多个指代物，除非该内容另外明确指出。因此，例如，当提及含有“溶剂”的组合物时，该组合物包括两种或更多种溶剂。除非所述内容另外明确指出，本说明书和所附权利要求书中使用的术语“或”的含义通常包括“和 / 或”。

[0021] 本公开示出可提供许多优点的分散体。本文所述分散体可具有相对较高的载量，同时仍使用相对少量的分散剂，在室温下具有长期稳定性，具有较小的团聚物尺寸，以及具有其在室温下的配制物。

[0022] 本文所述分散体可提供相对较高载量的粒子。装载入分散体中较高量的分散粒子使得可使用较小体积的分散体。由于绝对体积差异、更长混合时间以及较大量外加组分（例如溶剂等）的添加，必须添加较小体积分散体的工艺相比必须添加较大体积分散体的那些工艺通常更为有利。本文所述分散体可具有基于该分散体总重量的高达 70 重量%的材料载量。本文所述分散体也可具有基于该分散体总重量的高达 60 重量%的材料载量。本文所述分散体也可具有基于该分散体总重量的高达 40 重量%的材料载量。本文所述分散体也可具有基于该分散体总重量的高达 30 重量%的材料载量。

[0023] 本文所述分散体可具有高材料载量，同时仍使用相对少量的分散剂。较少量的分散剂可能是有利的，因为分散剂相比其他分散体组分可能相对昂贵。增加花费也是不可取的，因为分散剂仅从加工角度来讲有利，并且通常不会提高使用该分散体制成的制品的最终性质。分散剂的低用量也通常取决于分散剂用于其中的最终组合物。例如，如果制品的必要最终性质决定分散材料的高用量并决定结构组分的高用量，则为分散剂留有极小“空间”。作为具体例子，如果分散体将用于制造红外吸收性膜，则为了吸收所需量的红外线，分散材料的量必须相对较高（例如 60 重量%）；并且组合物必须具有足够的聚合物材料（30 重量%）来为其薄膜提供机械性质。此类构造可仅保留约至多 10 重量%的分散剂。以最终组合物计，本文所述分散体可通常具有高达 10 重量%的分散剂。以最终组合物计，本文所述其他分散体可通常具有高达 20 重量%的分散剂。

[0024] 本文所述分散体也具有相对长期的稳定性。分散体较长时间段的稳定性可能是有利的，因为这可允许分散体在需要之前即进行配制或制备，从而可使得制备工艺的物流更为简单。长期稳定性也可允许处理者保存现有的分散体，这可提供制备灵活性。长期室温稳定性也允许分散体在一个场所制备，随后运输并在另一个场所使用。本文所述分散体通常具有长期稳定性。本文所述分散体通常在保持于室温（约 64°C 至约 73°C 范围内的温度）下时稳定至少一个月。本文所述分散体通常在保持于室温下时还可稳定至少两个月。

[0025] 如本文所用，“稳定”分散体是指在（例如）一组给定条件（例如，室温、大气压以及无极强电磁力）下静置一段时间（例如，一天或一个月）后胶态纳米粒子或团聚物未进一步显著凝聚的分散体。分散材料可因过度凝聚而“脱离”不稳定分散体，这导致团聚物长大到其不能保留在溶液中。

[0026] 本文所述分散体也可在室温下使用易于放大为大规模制备工艺的技术来配制。这可提供优点,因为该分散体可在未进行气候控制的情况下制备,并且使用标准技术即可实现。这些性质可使得分散体以及使用分散体的制品的制造性价比更高并需要较少的技术人员。

[0027] 本文所述分散体包括团聚物。团聚物是分散体形成期间和 / 或之后两个或更多个粒子通过范得瓦尔 (van der Waals) 力、化学键合或其组合结合在一起而形成的。分散体中的团聚物可具有不同、不均一的直径。一般来讲,可使用的分散体中大部分团聚物具有亚微米的平均直径。通常,可使用的分散体中团聚物的直径可具有双峰或单峰分布。然而,无论如何分布,所使用的分散体中具有亚微米直径的团聚物多于具有较大直径的那些团聚物。在一个实施例中,可使用的分散体包括大部分平均直径不大于 100nm 的团聚物。在一个实施例中,可使用的分散体包括大部分平均直径不大于 60nm 的团聚物。在另一个实施例中,可使用的分散体包括大部分平均直径不大于 50nm 的团聚物。在一个实施例中,可使用的分散体包括大部分平均直径不大于 30nm 的团聚物。

[0028] 溶液的团聚物尺寸可根据本领域的技术人员所熟知的方法来测定。测定团聚物尺寸的一个示例性方法包括使用衍射粒度分析仪,例如 LA-910 激光散射粒径分布分析仪 (Horiba Instruments, Inc. (Irvine, CA))。测定团聚物尺寸的另一个示例性方法包括使用 Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments (Worcestershire, UK)) 分析仪。

[0029] 在一个实施例中,分散体通过以下步骤形成:最初将纳米粒子与至少一种其他分散体组分混合,然后通过高剪切力或研磨力来分散该混合物。本领域的技术人员将理解,该混合和分散步骤可以在一步或多步中进行。所得溶液或分散体的团聚物尺寸在亚微米范围内,如上所述。

[0030] 初始混合步骤可使用本领域的技术人员已知的任何方法来实现,包括(但不限于)使用混合装置。初始混合步骤的作用是产生大规模可流动的组合物并减少大的团聚物以进行进一步处理。本领域的技术人员在阅读本说明书后也将理解,可省略初始混合步骤,并且将材料分散在组合物中的步骤可用于产生均匀的溶液。

[0031] 任选地将纳米粒子与至少一种其他分散体组分进行初始混合后,分散该混合物。一般来讲,分散步骤的作用为形成分散体,包括大部分具有亚微米直径的团聚物。可由原料制备此类组合物的任何方法可在本文中使用。一般来讲,包含直径小于 50nm 的纳米粒子的溶液可用于形成大部分团聚物尺寸大于亚微米的溶液。该分散步骤可使用本领域的技术人员已知的任何方法来实现,包括(但不限于)使用超声发生器(例如, Misonix (Farmingdale, NY) 或 VirSonic 超声发生器 (VirSonic Ultrasonic) (SP Industries 分公司 VirTis (Gardiner NY))、**microfluidizer**<sup>®</sup> (例如, Microfluidics Corp. (Newton, MA))、匀化器(例如, 得自 APV Gaulin (Minneapolis, MN) 的 Gaulin 15MR-8TA 匀化器)、介质研磨机(例如, 得自 Netzsch Incorporated (Exton, PA) 的 MiniCer) 或高剪切混合器(例如, 得自 IKA Works, Inc. (Wilmington DE) 的 Ultra-Turrax 混合器)。

[0032] 通常可将本文所述分散体混合、分散或使用两者组合方式对其进行处理,直到获得所需粒度为止。可将本文所述某些分散体混合约 10 分钟、约 20 分钟、约 30 分钟、约 45 分钟、约 60 分钟、约 90 分钟、约 150 分钟、约 180 分钟、约 210 分钟、约 240 分钟或某些其他时间量。

[0033] 本文所述分散体通常包括至少一种溶剂、纳米粒子以及至少一种分散剂。分散体的一个例子包括至少一种溶剂、纳米粒子以及至少一种分散剂,其中该分散体包括纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 100 纳米。分散体的另一个例子包括至少一种溶剂、纳米粒子以及至少一种分散剂,其中该分散体包括纳米粒子的团聚物,并且大部分团聚物的平均直径不大于 60 纳米。也可向该分散体中添加其他任选组分,例如可聚合单体(例如丙烯酸酯)。

[0034] 本文所述分散体包括至少一种溶剂。包括在分散体中的该至少一种溶剂用作将纳米粒子悬浮于其中的介质。本文所述分散体的一个例子包括至少一种有机溶剂。本文所述分散体的一个例子包括至少一种极性有机溶剂。本文所述分散体的一个例子包括 1-甲氧基-2-丙醇(本文称作“PM”)、甲基乙基酮(本文称作“MEK”)、甲基异丁基酮(MIBK)、乙酸丁酯、乙酸甲基丙酯(MPA)、甲基异戊基酮(MIAK)、丙酮、EEP/MEK 或它们的组合。另一示例性分散体包括酯与酮的混合物。

[0035] 本文所述分散体的一个例子可包括基于该分散体总重量的约 10 重量%至约 90 重量%的至少一种溶剂。本文所述分散体的一个例子可包括基于该分散体总重量的约 15 重量%至 50 重量%的至少一种溶剂。本文所述分散体的一个例子可包括基于该分散体总重量的约 20 重量%至 30 重量%的至少一种溶剂。本文所述分散体的一个例子可包括基于该分散体总重量的约 25 重量%的至少一种溶剂。

[0036] 本文所述分散体包括纳米粒子。这些纳米粒子通常具有红外吸收性或传导性或具有红外吸收性和传导性两种性能。在一个例子中,这些纳米粒子通常用于为使用该分散体制成的制品提供红外吸收性或传导性能。

[0037] 在纳米粒子为红外吸收性粒子的一个例子中,可选择这些红外线吸收性粒子来制造具有可接受雾度水平的制品。一般来讲,随着粒子尺寸增加,光学层中的粒子开始影响雾度。在一个实施例中,为相关波长(即,可见光)十分之一大小的粒子对该层的雾度的影响不会达到不可接受的程度。在一个此类实施例中,通常认为雾度值不大于约 5%的制品是可接受的。在另一个例子中,通常认为雾度值不大于约 3%的制品是可接受的。

[0038] 在一个实施例中,红外线吸收性粒子包括金属氧化物粒子。在分散体用于制造红外吸收层的例子中,粒子的其他光学性质变得相关。氧化物纳米粒子通常有色并在电磁谱的不同部分进行吸收。希望光学制品可具有高可见光透射率,同时阻挡尽可能多的红外线辐射。红外线辐射通常是指 780nm 和 2500nm 之间的电磁辐射。在一个实施例中,金属氧化物纳米粒子的浓度(例如下文举例说明的那些)通常经选择以使得在高于 1800nm 的波长处实现接近 100%的消光;并且在另一个实施例中,在高于 1500nm 的波长处实现 100%的消光。在此类浓度下,期望可见光透射率为至少 50%。并且在另一个实施例中,期望可见光透射率为至少 70%。

[0039] 可在本文所公开的分散体中用作红外吸收性粒子的示例性金属氧化物纳米粒子包括(但不限于)锡、铟、镉和氧化锌以及掺杂型氧化物。在一些实施例中,金属氧化物纳米粒子包括氧化锡、氧化铟、氧化镉、掺镉的氧化锡、掺铟的氧化镉、氧化铟锡、掺铟的氧化锡或其混合物。在一些实施例中,金属氧化物纳米粒子包括氧化锡或掺杂型氧化锡,还可任选地包括氧化铟和/或氧化镉。这些纳米粒子可具有任何可用的尺寸,例如,约 1 至约 100、约 4 至约 50、约 10 至约 20、或约 15 纳米。在一些实施例中,金属氧化物纳米粒子包括分散

于聚合物材料中或涂覆在底部粒子上的氧化铈锡或掺杂的氧化铈锡。

[0040] 在一个实施例中,本文所公开的分散体包括足量红外吸收性粒子,以提供递送所需红外吸收量的制品。在本文所公开的分散体的例子中,红外吸收性粒子以基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,红外吸收性粒子以基于该分散体总重量的约 40 重量%至约 75 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,红外吸收性粒子以基于该分散体总重量的约 50 重量%至约 70 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,红外吸收性粒子以基于该分散体总重量的约 60 重量%至约 70 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,红外吸收性粒子以基于该分散体总重量的约 60 重量%至约 80 重量%范围内的量存在。

[0041] 在可用于制造具有传导特性的制品的示例性分散体中,可至少部分根据期望最终制品所具有的传导性程度来选择纳米粒子的量。在本文所公开的分散体的例子中,传导性粒子可以基于该分散体总重量的约 5 重量%至约 80 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,传导性粒子可以基于该分散体总重量的约 40 重量%至约 75 重量%范围内的量存在。在本文所公开的分散体的例子中,传导性粒子可以基于该分散体总重量的约 50 重量%至约 70 重量%范围内的量存在。

[0042] 本文所公开的分散体包括至少一种分散剂。分散剂通常形成可使粒子和介质(溶剂和/或单体/聚合物)相容的中间层,以防止粒子凝聚。分散剂通常包含至少两个不同类的基团,一个与一种组分关联,另一个与另一种组分关联。可在本文所公开的分散体中使用的分散剂包括聚己内酯-聚胺共聚物和聚己内酯-聚酸共聚物。

[0043] 在包括具有碱性锚固基团的聚合物型分散剂的分散体中,可使用碱当量更具体地描述可使用的分散剂。碱当量是滴定分散剂中碱性基团所需的酸量,并且是分散剂中碱浓度的量度。较高的碱当量(BE)数值意味着滴定分散剂上碱性基团需要较少的酸,因此该分散剂具有弱碱性;反之,较低的 BE 数值意味着滴定分散剂上碱性基团需要更多的酸,因此该分散剂具有强碱性。

[0044] 评估分散剂 BE 的一个方法如下。通过将 10 滴溴酚蓝指示剂(0.2%重量比)和 0.1mL N/10 盐酸(0.1M)添加至 100mL 二氯甲烷(AR 级)和 100mL 异丙醇(AR 级,预先中和至溴酚指示剂变色)来制备空白溶液。通过将待测样品量精确称量至 250mL 烧瓶中并添加 100mL 二氯甲烷(AR 级)来制备样品溶液。在磁力搅拌器上(用白色搅拌棒-有色搅拌棒会影响终点测定)搅拌(但未加热)该样品直到其完全溶解。然后在样品中添加 100mL 异丙醇(AR 级)和 10 滴溴酚蓝指示剂(0.2%重量比)。然后用 N/10 盐酸(0.1M)将该样品滴定至亮黄色终点,其与由空白溶液所示颜色相匹配。碱当量(BE)由下式表示:

[0045]

$$\frac{(10000 \times \text{样品重量})}{\text{滴定度} \times F} = \text{碱当量}$$

[0046] 其中 F 为 0.1M HCl 的因数

[0047] 在示例性分散体中,可使用的聚己内酯-聚胺分散剂的 BE 为约 680 至约 820。

[0048] 在包括聚胺基团的聚合物型分散体中,也可使用胺摩尔比来更具体地描述分散体中可使用的分散剂。胺摩尔比描述聚合物型分散剂中含胺基团的相对数量,其指示聚合物作为碱的强度。可根据分散剂的核磁共振(NMR)分析测定胺摩尔比。用 NMR 测试样品,并

且对由胺官能团所引起的峰进行积分,然后将这些峰面积与分散剂中其他峰进行比较,获得胺峰与其他峰的比率。在示例性分散体中,可使用的聚己内酯-聚胺分散剂的胺摩尔比为约 20 至约 30。在示例性分散体中,可使用的聚己内酯-聚胺分散剂的胺摩尔比大于约 23。在示例性分散体中,可使用的聚己内酯-聚胺分散剂的胺摩尔比大于约 25。

[0049] 可在本文所述分散体中使用的具体的聚己内酯-聚胺分散剂包括(但不限于) Lubrizol **SOLPLUS**<sup>®</sup> D510、Lubrizol **SOLSPERSE**<sup>®</sup> 39000、Lubrizol **SOLSPERSE**<sup>®</sup> 38500、Lubrizol **SOLSPERSE**<sup>®</sup> 32000、Lubrizol **SOLSPERSE**<sup>®</sup> 24000 或它们的组合。

[0050] 本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 0.5 重量%至约 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 5 重量%至约 25 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 10 重量%至约 20 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 12.5 重量%至约 17.5 重量%的至少一种聚己内酯-聚胺分散剂。

[0051] 在包括聚己内酯-聚酸共聚物分散剂的分散体中,可使用酸值来更具体地描述可使用的聚己内酯-聚酸共聚物。酸值是滴定分散剂中酸性基团所需的碱量,并且是分散剂中酸浓度的量度。较高的酸值(AV)数值意味着滴定分散剂上酸基团需要更多的碱,因此该分散剂具有强碱性;反之,较低的 AV 数值意味着滴定分散剂上酸基团需要较少碱,因此该分散剂具有弱酸性。

[0052] 评价分散剂酸值(AV)的一个方法如下。首先,使用氢氧化钾醇溶液(50份(以体积计)甲苯(AR级)、25份(以体积计)乙醇 640P(AR级)以及 25份(以体积计)正-丁醇(AR级))滴定 25.0mL 0.1M 的盐酸并使用酚酞作为指示剂,从而测定氢氧化钾(KOH)醇溶液的因数。下文给出 KOPH 醇溶液的因数:

[0053]

$$\frac{25.0 \times F}{\text{滴定度}} = \text{KOH 因数}$$

[0054] 其中 F 为 0.1M 盐酸的因数

[0055] 样品溶液的制备方法如下:将 4.0 至 5.0g 样品精确称量至 250mL 干燥的锥形烧瓶中,并使其溶解于 100mL 混合溶剂(50份(以体积计)甲苯(AR级)、25份(以体积计)乙醇 640P(AR级)以及 25份(以体积计)正-丁醇(AR级))中,该混合溶剂已预先用 0.1M KOH 醇溶液中和至酚酞变色。然后用 0.1M KOH 醇溶液并使用酚酞作为指示剂来滴定该溶液。根据下式计算样品的酸值:

[0056]

$$\frac{\text{滴定度} \times \text{KOH 因数} \times 5.61}{\text{样品重量}} = \text{酸值 (以 mg KOH/g 表示)}$$

[0057] 在示例性分散体中,可使用的聚己内酯-聚酸分散剂的酸值为约 200 至约 240。

[0058] 可在本文所述分散体中使用的具体聚己内酯-聚酸分散剂包括(但不限于) Lubrizol **SOLPLUS**<sup>®</sup> D520、**SOLSPERSE** 36000 以及 **SOLSPERSE** 41000。

[0059] 本文所述分散体的例子可包含基于分散体重量的约 0.5 重量%至约 50 重量%的至少一种聚己内酯-聚酸分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重

量的约 5 重量%至约 25 重量%的至少一种聚己内酯-聚酸分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 10 重量%至约 20 重量%的至少一种聚己内酯-聚酸分散剂。本文所述分散体的例子可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 12.5 重量%至约 17.5 重量%的至少一种聚己内酯-聚酸分散剂。

[0060] 本文所述分散体可任选地包含胺改性的丙烯酸酯。在将分散体与丙烯酸酯结合的实施例中,添加胺改性的丙烯酸酯可同时发挥吸附至纳米粒子表面并使丙烯酸酯链悬挂在分散体中的纳米粒子上的作用,这使得分散体及其组分可与要结合的丙烯酸酯进行化学反应。一般来讲,可将任何胺改性的丙烯酸酯(AMA)与该分散体结合。一般来讲,AMA的链长度不能过长,链长度过长的AMA易于脱离粒子表面;也不能过短,链长度过短的AMA不能使粒子与介质充分隔开。可影响AMA具体选择的其他因素包括(但不限于)要使用的AMA量;AMA中胺的种类(例如,仲胺或叔胺);胺在聚合链内的位置;胺在AMA内的浓度以及AMA的总分子量。AMA通常可用作分散剂,但为“反应性分散剂”。它的效率可能不如“常规”分散剂高,但可以尽量减少需要使用的“常规”分散剂的用量。

[0061] 在示例性分散体中,AMA可包括(但不限于)Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 3703、Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 7100、Sartomer CN2100、以及它们的组合。在包含 Lubrizol **SOLPLUS**<sup>®</sup> D510 的示例性分散体中,还可以任选地包含 Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 3703、Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 7100、Sartomer CN2100、或它们的某种组合。

[0062] 在任选地包含一种或多种AMA的示例性分散体中,该分散体通常可包含基于分散体中纳米粒子重量的约 0.5 重量%至 10 重量%的一种或多种聚己内酯-聚胺分散剂,以及基于分散体中纳米粒子重量的 0.5 重量%至约 20 重量%的至少一种AMA。另一种示例性分散体包含基于分散体中纳米粒子重量的不超过 5 重量%的**SOLPLUS**<sup>®</sup> D510,以及基于分散体中纳米粒子重量的低于约 20 重量%的 Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 3703。另一种示例性分散体包含基于分散体中纳米粒子重量的不超过 8 重量%的 Lubrizol **SOLPLUS**<sup>®</sup> D510,以及基于分散体中纳米粒子重量的低于约 20 重量%的 Cytec **EBECRYL**<sup>®</sup> 7100。另一种示例性分散体包含基于分散体中纳米粒子重量的不超过 6 重量%的**SOLPLUS**<sup>®</sup> D510,以及基于分散体中纳米粒子重量的低于约 20 重量%的 SartomerCN2100。

[0063] 还可将本文所述的分散体与其他组分结合,以制备可用于各种应用的组合物。作为一个例子,可将本文所述的分散体与至少一种辐射固化性单体结合。

[0064] 合适的辐射固化性单体包括丙烯酸酯和/或甲基丙烯酸酯单体的产物。具体合适的固化性单体包括溴化烷基取代的丙烯酸苯酯或甲基丙烯酸苯酯(例如,4,6-二溴-2-仲丁基丙烯酸苯酯)、甲基苯乙烯单体、溴化环氧二丙烯酸酯、2-丙烯酸苯氧乙酯以及六官能芳香族氨基甲酸酯丙烯酸酯低聚物,如美国专利 No. 6, 355, 754 中所述。虽然大多数类型的能量可聚合远整单体和低聚物可用作辐射固化性单体,但是丙烯酸酯由于其高反应性而用于数种应用中。含有该辐射固化性单体的组合物应具有可流动粘度,该粘度应足够低以使组合物中不会包裹气泡。反应性的稀释剂可为单官能或双官能的单体,例如得自 Sartomer Co. (Exton, Pa) 的 SR-339、SR-256、SR-379、SR-395、SR-440、SR-506、CD-611、SR-212、SR-230、SR-238 和 SR-247。通常可用的低聚物以及低聚共混物包括(但不限于)得自 Sartomer Co. (Exton, Pa) 的 CN-120、CN-104、CN-115、CN-116、CN-117、CN-118、CN-119、CN-970A60、CN-972、CN-973A80、CN-975,以及得自 Surface Specialties(Smyrna, Ga) 的

Ebecryl 1608、3200、3201、3302、3605、3700、3701、608、RDX-51027、220、9220、4827、4849、6602 和 6700-20T。另外，多官能的交联剂可有助于形成耐用的高交联密度复合基质。多官能单体的例子包括（但不限于）得自 Sartomer Co. (Exton, Pa) 的 SR-295、SR-444、SR-351、SR-399、SR-355 和 SR-368，以及得自 Surface Specialties (Smyrna, Ga) 的 PETA-K、PETIA 和 TMPA-N。多官能单体可用作交联剂以增加通过固化组合物所得产物的玻璃化转变温度。

[0065] 组合物中所包含的一种或多种辐射固化性单体的量可至少部分地取决于该组合物的最终用途以及所用的具体辐射固化性单体。在使用本文所述分散体的示例性组合物中，该组合物中可包含基于组合物总重量的约 10 重量%至约 50 重量%的至少一种辐射固化性单体。在使用本文所述分散体的另一个示例性组合物中，该组合物中可包含基于组合物总重量的至少约 20%的至少一种辐射固化性单体。在使用本文所述分散体的另一个示例性组合物中，该组合物中可包含基于组合物总重量的至少约 25%的至少一种辐射固化性单体。在使用本文所述分散体的另一个示例性组合物中，该组合物中可包含基于组合物总重量的至少约 30%的至少一种辐射固化性单体。

[0066] 包含本文所述分散体和至少一种辐射固化性单体的组合物也可任选地包含第二溶剂。应该指出的是，该任选的第二溶剂不必与分散剂中所包含的溶剂不同，只是在此情况中由于在已经形成分散体之后加入而被称作第二溶剂。第二溶剂可有助于混合分散体和至少一种辐射固化性单体，有助于分散体与至少一种辐射固化性单体的相容性，或者兼具两种功能。第二溶剂通常为有机溶剂，并且可以与分散体中所包含的溶剂相同或不同。当该溶剂不同于分散体中的溶剂时，第二溶剂通常可与分散体中的溶剂相容，从而使分散体与至少一种辐射固化性单体混合之后不会形成两个不同的相。

[0067] 可用作第二溶剂的示例性有机溶剂包括（但不限于）极性溶剂，包括醇类，例如甲醇、乙醇、卡必醇和异丙醇；酯类，例如乙酸乙酯；芳香族溶剂，例如甲苯；醚类，例如二乙醚、THF 和叔丁基甲基醚；以及酮类，例如丙酮和甲基异丁基酮。还可使用其他溶剂体系，例如乙腈、N,N-二甲基甲酰胺以及二甲基砜。

[0068] 为了促进固化，本文所述的组合物还可任选地包含至少一种引发剂。可用的引发剂包括自由基热引发剂和 / 或光引发剂。通常，引发剂和 / 或光引发剂在组合物中的含量小于 10 重量%；在一个实施例中小于 5 重量%；而在另一个实施例中小于 2 重量%。自由基固化技术是本领域中所熟知的，并且包括（例如）热固化法以及辐射固化法（例如电子束或紫外线辐射）。关于自由基热聚合和光聚合技术的详细信息可参见（例如）美国专利 No. 4, 654, 233 (Grant 等人)；4, 855, 184 (Klun 等人)；以及 6, 224, 949 (Wright 等人)。

[0069] 可用的自由基热引发剂包括（例如）偶氮、过氧化物、过硫酸盐和氧化还原引发剂，以及它们的组合。

[0070] 可用的自由基光引发剂包括（例如）可用于丙烯酸酯聚合物的紫外固化的那些引发剂。此类引发剂包括（但不限于）二苯甲酮 (LIU) 及其衍生物；苯偶姻、 $\alpha$ -甲基苯偶姻、 $\alpha$ -苄基苯偶姻、 $\alpha$ -烯丙基苯偶姻、 $\alpha$ -苄基苯偶姻；苯偶姻醚，例如联苯酰二甲基缩酮（可以商品名“IRGACURE 651”从 Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, New York) 商购获得）、苯偶姻甲醚、苯偶姻乙醚、苯偶姻正丁基醚；苯乙酮及其衍生物，例如 2-羟基-2-甲基-1-苯基-1-丙酮（可以商品名“DAROCUR 1173”从 Ciba Specialty Chemicals Corporation 商购获得）以及 1-羟基环己基苯基酮（也可以商品名“IRGACURE

184”从 CibaSpecialty Chemicals Corporation 商购获得) ;2- 甲基 -1-[4-( 甲硫基 ) 苯基 ]-2-(4- 吗啉基 )-1- 丙酮 ( 也可以商品名 “IRGACURE 907” 从 CibaSpecialty Chemicals Corporation 商购获得 ) ;2- 苄基 -2-( 二甲基氨基 )-1-[4-(4- 吗啉基 ) 苯基 ]-1- 丁酮 ( 可以商品名 “IRGACURE 369” 从 Ciba Specialty Chemicals Corporation 商购获得 ) ;芳香族酮, 例如二苯甲酮及其衍生物以及蒽醌及其衍生物 ; 鎇盐, 例如重氮盐、碘鎇盐、铈盐 ; 钛络合物 ( 例如也可以商品名 “CGI 784DC” 从 Ciba SpecialtyChemicals Corporation 商购获得的络合物 ) ; 卤代甲基硝基苯 ; 以及单 - 酰基膦和双 - 酰基膦, 例如可以商品名 “IRGACURE 1700”、“IRGACURE 1800”、“IRGACURE 1850”、“IRGACURE 819”、“IRGACURE 2005”、“IRGACURE 2010”、“IRGACURE 2020” 和 “DAROCUR 4265” 得自 Ciba Specialty Chemicals Corporation 的那些产品。还可以使用两种或更多种光引发剂的组合。此外, 光引发剂 ( 例如 “IRGACURE 369” ) 可以与增敏剂 ( 例如 2- 异丙基噻吨酮, 可从 First Chemical Corporation (Pascagoula, MS) 商购获得 ) 结合使用。

[0071] 当应用于光学制品时, 可以根据需要 ( 例如为了获得更好的涂层和改善的性能 ) 在组合物中添加其他材料 ( 例如, 增粘剂 ), 以满足不同应用的需要。在一个实施例中, 可将一种或多种受阻胺光稳定剂 (HALS) 和 / 或一种或多种膦酸酯稳定剂化合物添加到可聚合的涂层组合物中, 如转让给 3M 公司的 US 6, 613, 819 “Light Stable Articles” ( 光稳定制品 ) 中所述。

[0072] 可用于形成光学制品的组合物也可包含其他无机粒子, 这些无机粒子可任选地加入以减少与层相关的静电。一般来讲, 可使用金属氧化物来提供此类性质。还可使用诸如 3- 甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷的材料对金属氧化物进行表面处理。这些粒子可提供具有抗静电特性和其他所需性质的构造。这可以在膜处理和清洗期间, 有利地防止静电产生以及因粉尘或其他无用碎屑的粘附所造成的污染。在一个此类实施例中, 将此类金属氧化物粒子加入双层制品的顶 ( 薄 ) 层中。为了赋予足够的抗静电特性, 此类粒子需要在涂层中具有一定的含量 ( 通常为 25 重量 % 和更高 ), 在这些含量下, 深色粒子会使构造具有不期望的颜色。然而, 在双层氟化构造的薄顶层中, 可使其对膜的光学和透射性质的影响最小化。可用于此实施例中的导电金属氧化物纳米粒子的例子包括可以商品名 Celnax CXZ-210IP 和 CXZ-210IP-F2 从 Nissan Chemical 商购获得的铈双氧化物。当以适当浓度将这些粒子加入涂层中时, 所得涂层可表现出小于约 0.5 秒的静电衰减时间。在此测试中, 将样品置于两个电触点之间并充电至 +/-5kV。然后将该样品接地, 测量电荷衰减至其初始值的 10% 所需的时间并将其记录为静电衰减时间。相比之下, 不含导电纳米粒子的膜构造表现出大于 30 秒的静电衰减时间。

[0073] 可将本文所述的示例性组合物涂覆成膜并干燥以除去溶剂、第二溶剂, 或同时除去二者。干燥后, 各组分的量 ( 基于干膜的总重量 ) 会改变。在一个实施例中, 使用本文所述分散体的膜通常可包含约 40 重量 % 至约 70 重量 % 的纳米粒子, 约 20 重量 % 至约 40 重量 % 的至少一种辐射固化性单体, 以及约 5 重量 % 至约 20 重量 % 的分散剂 ( 所有重量 % 均基于干膜的总重量 )。

[0074] 本文所述的分散体、组合物和膜可用于光学制品中。可使用本文所公开的分散体的示例性光学制品包括用于阻隔红外光源的红外光的光控制品。

[0075] 图 1 示出多层光学膜 20。该膜包括单独的层 22 和 24。这些层具有不同折射率特

性,使得一些光在相邻层之间的界面处被反射。这些层足够薄,从而在多个界面处被反射的光发生相长干涉或相消干涉,以使膜具有所需的反射或透射特性。对于设计用于反射在紫外、可见或近红外波长处的光的光学膜而言,每一层的光学厚度(即物理厚度乘以折射率)一般都小于约1微米。然而,也可以包括较厚的层,例如膜外表面的表层、或设置在膜内用于分隔层组件的保护性边界层。

[0076] 多层光学膜20的反射和透射特性为各层(即,微层)的折射率的函数。至少在膜内的局部位置处可以通过面内折射率 $n_x$ 、 $n_y$ 和与膜厚度轴相关的折射率 $n_z$ 对每一层进行表征。这些折射率分别表示所讨论的材料对沿互相垂直的 $x$ 、 $y$ 和 $z$ 轴偏振的光的折射率(参见图1)。在实施过程中,该折射率是通过明智的材料选择和加工条件来控制的。膜20可通过以下工序制成:通常共挤出数十或数百层的两种交替聚合物A、B,然后可选地将此多层挤出物通过一个或多个倍增的模具,再对该挤出物进行拉伸或者说是取向从而形成最终的膜。所得的膜通常由数十或数百个单独的层构成,这些单独的层的厚度和折射率受到调控,以在期望的光谱区域内(例如在可见光区、近红外光区、和/或红外光区内)提供一个或多个反射谱带。为了用合理数量的层获得高反射率,就沿 $x$ 轴偏振的光而言,相邻层可表现出至少0.05的折射率差值( $\Delta n_x$ )。在一些实施例中,如果两个正交偏振正交偏振状态的光需要高反射率,则就沿 $y$ 轴偏振的光而言,相邻层也可表现出至少0.05的折射率差值( $\Delta n_y$ )。在其他实施例中,折射率差值 $\Delta n_y$ 可小于0.05或为0,以产生多层叠堆,该多层叠堆反射一个偏振态的垂直入射光并透射正交偏振态的垂直入射光。

[0077] 如果需要,还可以调整相邻层对于沿 $z$ 轴偏振的光的折射率差值( $\Delta n_z$ ),从而针对倾斜入射光的 $p$ 偏振分量获得期望的反射特性。为了方便解释,在多层光学膜的任何关注的点处, $x$ 轴都将视为在膜的平面内取向,使得 $\Delta n_x$ 的量级为最大。因此, $\Delta n_y$ 的量级可以等于或小于(但是不大于) $\Delta n_x$ 的量级。此外,在计算差值 $\Delta n_x$ 、 $\Delta n_y$ 、 $\Delta n_z$ 时,对开始材料层的选择由 $\Delta n_x$ 为非负值这样的要求来确定。换句话说,形成界面的两层之间折射率差值为 $\Delta n_j = n_{1j} - n_{2j}$ ,其中 $j = x, y$ 或 $z$ ,并且其中选择层的标号1、2,使得 $n_{1x} \geq n_{2x}$ ,即, $\Delta n_x \geq 0$ 。

[0078] 为了维持对以倾斜角度入射的 $p$ 偏振光的高反射率,各层之间的 $z$ 轴折射率失配量 $\Delta n_z$ 可以被控制为显著小于最大的面内折射率差值 $\Delta n_x$ ,从而使得 $\Delta n_z \leq 0.5 \times \Delta n_x$ 。在一个实施例中, $\Delta n_z \leq 0.25 \times \Delta n_x$ 。量级为0或接近0的 $z$ 轴折射率失配量产生这样的层间界面,该界面对于 $p$ 偏振光的反射率随入射角的变化为常数或接近常数。此外,可控制 $z$ 轴折射率失配量 $\Delta n_z$ ,以使其具有与平面内折射率差值 $\Delta n_x$ 相反的极性,即, $\Delta n_z < 0$ 。此条件产生对于 $p$ 偏振光的反射率随入射角增加而增加的界面,正如对于 $s$ 偏振光的情形一样。

[0079] 已经在下述文献中对多层光学膜进行了描述,例如:美国专利3,610,724(Rogers);美国专利3,711,176(Alfrey, Jr.等人)“Highly Reflective Thermoplastic Optical Bodies For Infrared, Visible or Ultraviolet Light”(用于红外光、可见光或紫外光的高反射性热塑性光学主体);美国专利4,446,305(Rogers等人);美国专利4,540,623(Im等人);美国专利5,448,404(Schrenk等人);美国专利5,882,774(Jonza等人)“Optical Film”(光学膜);美国专利6,045,894(Jonza等人)“Clear to Colored Security Film”(透明至彩色安全膜);美国专利6,531,230(Weber等人)“Color Shifting Film”(变色膜);PCT公开WO 99/39224(Ouderkirk等

人)“Infrared Interference Filter”(红外线干涉滤光片);以及美国专利公开 2001/0022982A1(Neavin 等人)“Apparatus For Making Multilayer Optical Films”(制备多层光学膜的设备)。在此类聚合物多层光学膜中,聚合物材料主要或专门用于构成单独的层。此种膜可与高产量制造工艺兼容,并且可以制造成大型薄片和卷筒。

[0080] 多层膜可由交替的聚合物层的任何可用组合形成。在多个实施例中,交替的聚合物层中的至少一者是双折射的和取向的。在一些实施例中,交替的聚合物层中的一者是双折射的和取向的,而交替的聚合物层中的另一者是各向同性的。在一个实施例中,多层光学膜由包括聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)或聚对苯二甲酸乙二醇酯的共聚物(coPET)的第一聚合物型的和包括聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)或聚甲基丙烯酸甲酯的共聚物(coPMMA)的第二聚合物型的交替层形成。在另一个实施例中,多层光学膜由包括聚对苯二甲酸乙二醇酯的第一聚合物型的和包括聚(甲基丙烯酸甲酯-共-丙烯酸乙酯)的共聚物的第二聚合物型的交替层形成。在另一个实施例中,多层光学薄膜由包含二醇化聚对苯二甲酸乙二醇酯(PETG,即对苯二甲酸乙二醇酯和另一种二醇部分(例如环己烷二甲醇)的共聚物)或者二醇化聚对苯二甲酸乙二醇酯的共聚物(coPETG)的第一聚合物类型的层和包含聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN)或聚萘二甲酸乙二醇酯的共聚物(coPEN)的第二聚合物类型的层交替形成。在另一个实施例中,多层光学膜由包括聚萘二甲酸乙二醇酯或聚萘二甲酸乙二醇酯的共聚物的第一聚合物型的和包括聚甲基丙烯酸甲酯或聚甲基丙烯酸甲酯的共聚物的第二聚合物型的交替层形成。交替的聚合物型层的可用组合在美国专利 6,352,761 和 6,797,396 中有所公开。

[0081] 图 2 示意性地示出阳光控制多层膜制品 100 的实施例。膜 100 包括红外光反射多层膜 110,该反射多层膜具有如上所述的第一聚合物型和第二聚合物型的交替层。红外光吸收层 120 与多层膜 110 相邻。本文所述的分散体可用于制备红外光吸收层 120。粘合剂层 130 可设置在多层膜 110 上。隔离层或基底 140 可设置在粘合剂层 130 上。任选的第二硬质层 150 可与多层膜 110 相邻。

[0082] 在多个实施例中,膜 100 包括红外光反射多层膜 110,该反射多层膜具有如上所述的第一聚合物型和第二聚合物型的交替层,并且红外光吸收层 120 与多层膜 110 相邻。在一些实施例中,此红外光吸收层 120 的厚度在 1 至 20 微米、或 1 至 10 微米、或 1 至 5 微米的范围内。粘合剂层 130 可设置在多层膜 110 上。隔离层或光学基底 140 可设置在粘合剂层 130 上。

[0083] 图 3 示意性地示出阳光控制多层膜制品 200 的另一个实施例。膜 200 包括红外光反射多层膜 210,该反射多层膜具有如上所述的第一聚合物型和第二聚合物型的交替层。红外光吸收层 220 与多层膜 210 相邻。任选的中间粘合剂层 270 可设置在红外光吸收层 220 与多层膜 210 之间。粘合剂层 230 设置在多层膜 210 上。隔离层或光学基底 240 可设置在压敏粘合剂层 230 上。任选的硬质层 250 可与多层膜 210 相邻。任选的中间聚合物层 260 设置在任选的硬质层 250 与中间粘合剂层 270 之间。

[0084] 以上多层膜制品构造提供性能得以改善的阳光控制膜制品。在一些实施例中,多层膜制品的可见光(400nm 至 780nm)平均透射率为至少 45%,并且红外光(780nm 至 2500nm 处的光)平均透射率小于 10%、或小于 15%。在一些实施例中,该多层膜制品的可见光平均透射率为至少 60%,并且对基本上所有在 950nm 和 2500nm 之间的波长而言,红外光平均

透射率为 20% 或更小。在一些实施例中, 对于 780 和 1200nm 之间的波长, 多层膜制品的平均光线反射率为 50% 或更高, 而对于 1400 和 2500nm 之间的波长, 反射率为 50% 或更低。在另外的实施例中, 对于 780 和 1200nm 之间的波长, 多层膜制品的平均光线反射率为 80% 或更高, 而对于 1400 和 2500nm 之间的波长, 反射率为 20% 或更低。在又一个实施例中, 对于 780 和 1200nm 之间的波长, 多层膜制品的平均光线反射率为 90% 或更高, 而对于 1400 和 2500nm 之间的波长, 反射率为 5% 或更低。

[0085] 上述粘合剂层 130 包括使阳光控制多层膜固定到基底上的任何类型的粘合剂。为了使阳光控制膜附连到玻璃上, 用粘合剂涂覆阳光控制膜的一个表面, 并且从粘合剂层移除隔离片, 然后将该膜施加到基底上。可将紫外线吸收添加剂加入粘合剂层中。

[0086] 在一个实施例中, 粘合剂层 130 的粘合剂为压敏粘合剂 (PSA)。在另一个实施例中, 粘合剂为湿固化性粘合剂。在使用 PSA 的实施例中, PSA 为光学透明 PSA 膜, 例如聚丙烯酸酯压敏粘合剂。压敏胶带委员会 (Pressure-Sensitive Tape Council) 将压敏粘合剂定义为具有以下性质的材料: (1) 强力并持久的粘着性; (2) 只需手指压力即可粘合; (3) 能够保持在粘附体上; (4) 足够的粘合强度; 以及 (5) 无需能源活化。PSA 在组装温度下通常是发粘的, 该温度通常为室温或更高温度 (即约 20°C 至约 30°C 或更高温度)。已发现的非常适合用作 PSA 的材料为经设计和配制以呈现出必需的粘弹性的聚合物, 从而获得组装温度下的粘性、剥离附着力和剪切保持力之间达到所需平衡。制备 PSA 最常用的聚合物为基于天然橡胶、合成橡胶 (如苯乙烯 / 丁二烯共聚物 (SBR) 和苯乙烯 / 异戊二烯 / 苯乙烯 (SIS) 嵌段共聚物)、硅氧烷弹性体、聚  $\alpha$ - 烯烃和多种 (甲基) 丙烯酸酯 (如丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯) 型的聚合物。在这些聚合物中, (甲基) 丙烯酸酯型聚合物 PSA 已演化为一类可以使用的 PSA, 这是因为其具有光学清晰度、随时间推移的特性持久性 (老化稳定性)、以及粘合力水平的灵活性, 这仅是其中的几个优点。

[0087] 上述隔离衬片可由任何可用的材料形成, 例如为聚合物或纸张, 并且可以包括防粘涂层。可用于防粘涂层的适合材料包括 (但不限于) 氟聚合物、丙烯酸类树脂以及硅氧烷, 这些材料被设计为便于将隔离衬片从粘合剂上剥离。

[0088] 上述基底可由任何可用的材料形成, 并且在多个实施例中为光学基底。在一些实施例中, 基底由聚合材料形成, 例如为三乙酸纤维素、聚碳酸酯、聚丙烯酸酯、聚丙烯或聚对苯二甲酸乙二醇酯。在其他实施例中, 基底由无机材料形成, 例如石英、玻璃、蓝宝石、钇铝石榴石或云母。基底可具有任何可用的厚度。在一个实施例中, 基底为汽车玻璃或建筑玻璃。在一些实施例中包括将透明的玻璃基底用作窗系统, 在 TVIS 为 70% 或更大的条件下, 窗系统的遮阳系数为 0.68 或更小、0.6 或更小、0.55 或更小、0.50 或更小。

[0089] 如前文所述, 本文所公开的制品可任选地包括中间粘合剂层 270。中间粘合剂层 270 可由任何可用的材料形成。在一些实施例中, 中间粘合剂层 270 可包含压敏粘合剂材料, 如上所述。在一些实施例中, 中间粘合剂层 270 可包含固化性粘合剂, 例如为热固化、紫外线固化或湿固化性粘合剂。中间粘合剂层 270 可具有任何可用的厚度, 例如 1 到 100 微米、或 5 到 50 微米、或 10 到 50 微米、或 10 到 30 微米。

[0090] 任选的中间聚合物层 260 可由任何可用的材料形成。在一些实施例中, 中间聚合物层 260 可包含聚烯烃、聚丙烯酸酯、聚酯、聚碳酸酯、含氟聚合物等。在一个实施例中, 中间聚合物层 260 可包含聚对苯二甲酸乙二醇酯。中间聚合物层 260 可具有任何可用的厚度,

例如为 5 到 500 微米、或 10 到 100 微米、或 25 到 75 微米、或 25 到 50 微米。

[0091] 本文所公开的制品还可包括防撕裂膜（未示出）。在多个实施例中，防撕裂膜包括刚性聚合物和可延展聚合物构成的交替层。在一些实施例中，防撕裂膜 160 包括刚性聚酯或共聚酯和可延展的癸二酸基共聚酯构成的交替层。在实施例中，刚性的聚酯层或共聚酯层是至少在一个方向取向的，或者是双轴取向的。这些防撕裂膜的例子在美国专利 6,040,061、5,427,842 和 5,604,019 中有所描述。

[0092] 在另一个实施例中，防撕裂膜是能够提供所需防撕裂程度的单个整体的聚合膜。该膜在本领域中已知是“坚韧的”聚合膜。韧性可描述为聚合物在断裂之前可吸收的能量度量，坚韧的聚合物的例子包括 ABS（聚（丙烯腈丁二烯苯乙烯））、LDPE（线性低密度聚乙烯）、HIPS（高抗冲聚苯乙烯）、聚氨酯等。另外，可使用某些聚合物来增加整体的聚合膜的厚度，例如聚对苯二甲酸乙二醇酯和尼龙，从而将整体的聚合膜用作防撕裂膜。

[0093] “防撕裂”广义上是指根据本发明的多层膜在膜的一个方向上展现出的格雷夫斯（Graves）区域，该格雷夫斯区域超出了仅包括多层膜中的刚性聚合物的单层膜在相同方向上的格雷夫斯区域（该单层膜的处理方式与多层膜相同，并且厚度也基本上与之相同）。在多个实施例中，防撕裂阳光控制膜在膜的一个方向上展现出的格雷夫斯区域至少等于约  $40+0.4(x)\text{kpsi}\%$ ，其中  $x$  是膜以微米为单位的标称厚度。更具体地讲，得到格雷夫斯区域的方式为：将专门为格雷夫斯区域测试成形的膜样品夹持在相对的钳夹之间，该钳夹以恒定速率移动分离，将撕裂应力集中在小块区域上。对膜受到的应力（以  $\text{kpsi}$  为单位测量）与膜在测试中承受的张力（按格雷夫斯区域伸长率以  $\%$  为单位测量，将在下面进行更全面的定义）的关系图表中的曲线下区域进行数学积分。从而，格雷夫斯区域成为膜的拉伸模量（即膜的刚度和尺寸稳定性）以及膜的防撕裂能力的组合度量。因此，可将格雷夫斯区域视为使膜失效所需总能量的度量；即膜吸收能量的能力。在多个实施例中，在格雷夫斯区域测试过程中，防撕裂阳光控制膜有利地呈现至少 20%、或者至少 40% 的格雷夫斯断裂伸长率。可使用 ASTM 测试方法 D1004（也称为格雷夫斯撕裂测试）测量防撕裂阳光控制膜。

[0094] 此外，采用常规张力测试进行测量，根据本发明的多个多层或整体的防撕裂膜在膜的至少一个方向上展示出的拉伸模量至少为  $175\text{kpsi}$ （1,208MPa）、或者至少  $240\text{kpsi}$ （1,656MPa）、或者至少  $450\text{kpsi}$ （3,105MPa）。

[0095] 防撕裂多层膜和构成防撕裂多层膜的各层的厚度在很大极限内可以有差别。这些膜的标称厚度可以为约 7 到 500 微米，或为约 15 到 185 微米。刚性聚酯或共聚酯的各层的平均标称厚度为至少约 0.5 微米，或者为 0.5 微米以上到 75 微米，或者为约 1 到 25 微米。在一些实施例中，可延展的癸二酸基共聚酯层比刚性聚酯 / 共聚酯层更薄。可延展材料层的平均标称厚度范围可以为大于约 0.01 微米到小于约 5 微米，或者为约 0.2 到 3 微米。相似地，各个层的确切顺序并不重要。总层数也可以有显著差别。在多个实施例中，防撕裂多层膜包括至少 3 层，或者包括 5 到 35 层，或 10 到 15 层。

[0096] 实验

[0097] 材料

[0098] 氧化锑锡 ( $\text{ATO}$ ,  $\text{Sb}_2\text{O}_3/\text{SnO}_2$ ) 纳米粉末购自 Inframat (Farmington, CT)，产品编号为 50N-510-2, 99.5%。 $\text{Sb}_2\text{O}_3$  :  $\text{SnO}_2$  的重量比为 10 : 90，并且平均粒度为 10 至 20 纳米 (BET)，BET 表面积为  $40\text{--}50\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0099] 1-甲氧基-2-丙醇 (PM) 购自 Johnson Matthey Co. 的子公司 AlfaAesar (Ward Hill, MA)。

[0100] **SOLPLUS**<sup>®</sup> 和 **SOLSPERSE**<sup>®</sup> 系列超分散剂购自 Lubrizol Corporation (Wickliffe, OH)。

[0101] 胺改性的丙烯酸酯 **EBECRYL**<sup>®</sup> 83、**EBECRYL**<sup>®</sup> 3600、**EBECRYL**<sup>®</sup> 3703、**EBECRYL**<sup>®</sup> 7100、**VIAFLEX**<sup>®</sup> 100、**VIAJET**<sup>®</sup> 400 和 **VIASCREEN**<sup>®</sup> 515 购自 Cytec Industries, Inc. (West Paterson, NJ)。

[0102] 胺改性的丙烯酸酯 CN551 (胺改性的聚醚丙烯酸酯低聚物) 和 CN2100 (胺改性的环氧丙烯酸酯) 购自 Sartomer Company Inc. (Exton, PA)。

[0103] 实例 I: 各种聚己内酯-聚胺分散剂的评价

[0104] 此实验用于评价各种分散剂。对各种分散剂使用相同的处理条件,并在不同研磨时间和分散程度下测量分散体中的粒度。使用 Dispermat 高速实验室分散机 (Dispermat High Speed Laboratory Dissolver, BYK-Gardner USA (Columbia, MD)) 将各种分散体中的初始材料 (表 1 “初始重量” 中所列的那些材料) 预混合 10 分钟。预混合这些组分之后,将其添加到预先装有 0.2mm 钇稳定氧化锆 **YTZ**<sup>®</sup> 研磨介质的 Netzsch MiniCer Mill (Netzsch, Inc. Exton PA) 中,并在 250mL/min 的流速下进行处理。研磨速率为 4300rpm。

[0105] 最初使各种组合物的固体含量达到 60 重量% ( $W_{\text{ATO}} / (W_{\text{ATO}} + W_{\text{溶剂}})$ )。一些分散剂具有足够低的粘度,因此可以直接注入溶剂/ATO 混合物中,但是某些分散剂的粘度比较大,需要用溶剂预先稀释这些分散剂,所以与 ATO 共混的溶剂重量更小,但是溶剂的总量相同。所添加的分散剂的量 (下表中) 基于组合物中 ATO 的重量。将分散剂的量增加 2.5% 并随后将分散体研磨以下指定的时间,由此完成该实验。如果分散体在研磨期间变稠,则缩短特定量分散剂的研磨时间并添加更多分散剂。

[0106]

表 1

分散剂	初始重量(g)			分散剂/ATO %和处理时间 (分钟)									
	分散剂/PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
SOLPLUS® D510	51/0	510	340	120	120	90	60	120	-	60			
SOLSPERSE® 39000	51/0	510	340	7	5	7	150	60	60	-	-	60	
SOLSPERSE® 38500	127.5/0	510	263.5	3	3	4	150	60	60	-	60		
SOLSPERSE® 32000	51/51	510	289	7	4	9	120	60	60				
SOLSPERSE® 24000	60/60	600	340	7	5	10	120	60	60	-	-	60	
SOLSPERSE® 71000	51/51	510	289	3	-	-	-	-	-	-	90	-	90

[0107] 还测量以上制备的分散体中团聚物的粒度。在马尔文 Zetasizer 纳米粒度仪 (Malvern Instruments Zetasizer Nano ZS, Malvern Instruments Ltd (Worcestershire,

UK)) 上进行粒度测量。使用未改进的仪器根据已知技术测量粒度。所有测量均使用 4mW He-Ne 633nm 激光器。下文所提供的测量值为 Z 平均粒度。

[0108] 表 2

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度(nm)
SOLPLUS® D510	10	30	112
	10	60	91
	10	60	90
	10	90	77
	10	120	79
	12.5	30	79
	12.5	60	54
	12.5	90	51
	15	30	47
	15	60	45
	15	90	50
	17.5	30	46
	17.5	60	45
SOLPLUS® D510	10	7	283
	10	30	185
	10	60	114
	10	90	95
	10	120	80
	12.5	30	67
	12.5	60	62
	12.5	90	57
	12.5	120	55
	15	30	52
	15	60	49
	15	90	47
	17.5	30	46
	17.5	60	44

[0109]

[0110]

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度(nm)
	20	30	56
	20	60	61
(再次测量)	20	60	62
	20	90	65
	20	120	62
	25	30	62
	25	60	60
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup> 39000</b>	10	7	448
	12.5	7	696
	15	7	267
	17.5	30	123
	17.5	60	106
	17.5	90	96
	17.5	120	86
	17.5	150	79
	20	30	74
	20	60	70
	22.5	30	65
	22.5	60	64
	30	30	63
	30	60	63
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup> 385000</b>	10	3	507
	12.5	3	588
	15	4	365
	17.5	30	155
	17.5	60	117
	17.5	90	101
	17.5	120	91
	17.5	150	82
	17.5	150	83
	20	30	75
	20	60	73
	22.5	30	69
	22.5	60	66
	27.5	30	65

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度(nm)
	27.5	60	64
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup> 32000</b>	10	7	356
	12.5	4	301
	15	9	217
	17.5	30	131
	17.5	60	112
	17.5	90	99
	17.5	120	92
	20	30	83
	20	60	79
	22.5	30	76
	22.5	60	72
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup> 24000</b>	10	7	402
	12.5	5	283
	15	10	216
	17.5	30	130
	17.5	60	114
	17.5	90	104
	17.5	120	96
	20	30	90
	20	60	84
	22.5	30	79
	22.5	60	76
	30	30	74
	30	60	73

[0112] 实例 II :聚己内酯 - 聚酸分散剂的评价

[0113] 评价分散体中的聚己内酯 - 聚酸共聚物。如上述实例 I 中所述制备并评价分散体。所评价的两种聚己内酯 - 聚酸共聚物为 Lubrizol **SOLPLUS<sup>®</sup>** D520 和 Lubrizol **SOLSPERSE<sup>®</sup>** 36000。制备下表 3 中的分散体。

[0114]

表 3

分散剂	初始重量(g)			分散剂/ATO %和处理时间 (分钟)									
	分散剂 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
SOLPLUS® D520	51/0	510	340	120	120	60	30						
SOLSPERSE® 36000	51/0	510	340	6	6	27	60	60	60				

[0115] 根据以上实例 I 中的详细描述测量分散体的平均粒度。结果如下表所示。

[0116] 表 4

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度 (nm)
[0117] SOLPLUS <sup>®</sup> D520	10	30	132
	10	60	96
	10	90	79
	10	120	69
	12.5	30	61
	12.5	60	59
	12.5	90	52
	12.5	120	57
	15	30	52
	15	60	56
	17.5	30	71
SOLSPERSE <sup>®</sup> 36000	10	6	517
	12.5	6	302
	15	27	179
	17.5	30	167
	17.5	60	158
	20	30	82
	20	60	85
	22.5	30	97
	22.5	30	70
	22.5	60	80

[0118] 实例III:聚己内酯-聚胺分散剂与聚(氧化丙烯)-聚胺分散剂的比较

[0119] 评价聚(氧化丙烯)-聚胺分散剂。如上述实例 I 中所述制备并评价分散体。所评价的聚(氧化丙烯)-聚胺为SOLSPERSE<sup>®</sup> 71000。制备下表 5 中的分散体。

[0120]

表 5

分散剂	初始重量(g)		分散剂/ATO %和各浓度下的处理时间 (分钟)										
	分散剂 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
SOLSPERSE® 71000	51/51	510	289	3	-	-	-	-	-	-	90	-	90

[0121] 根据以上实例 I 中的详细描述测量分散体的平均粒度。结果示于下表 6 中。

[0122] 表 6

[0123]

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度 (nm)
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup></b> <b>71000</b>	27.5	30	227
	27.5	60	158
	27.5	90	147
	32.5	30	130
	32.5	60	123
	32.5	90	119

[0124] 实例IV：多锚固分散剂与单锚固分散剂的比较

[0125] 评价聚酯-聚胺单锚固分散剂。如上述实例 I 中所述制备并评价分散体。所评价的聚酯-聚胺单锚固分散剂为**SOLSPERSE<sup>®</sup> 19000**。制备下表 7 中的分散体。

[0126]

表 7

分散剂	初始重量(g)		分散剂/ATO %和各浓度下的处理时间 (分钟)										
	分散剂 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
SOLSPERSE® 19000	51/0	510	340	5	30	30	30						

[0127] 根据以上实例 I 中的详细描述测量分散体的平均粒度。结果示于下表 8 中。

[0128] 表 8

分散剂	分散剂相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度(nm)
<b>SOLSPERSE<sup>®</sup></b> <b>19000</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	<b>552</b>
	<b>12.5</b>	<b>30</b>	<b>755</b>
	<b>15</b>	<b>30</b>	<b>874</b>
	<b>17.5</b>	<b>30</b>	<b>961</b>

[0129] **实例 V :共分散剂的评价**

[0131] 将以上所评价的单锚固聚酯-聚胺分散剂与**SOLPLUS<sup>®</sup> D510**混合,以评价在分散体中的混合能力。根据以上实例 1 制备分散体。两个实验均以 510 克 ATO 和 340 克 PM 开始。在第一个实验中,最初添加 25 克**SOLSPERSE<sup>®</sup> 19000**(相对于 ATO 的 5 重量%) 和 25 克**SOLPLUS<sup>®</sup> D510**(相对于 ATO 的 5 重量%) 并研磨 45 分钟。添加另外 5% 的 D510 并处理一小时,然后添加额外 2.5% 的 D510(总共 12.5%) 并再处理一小时。在第二个实验中,最初添加 5.1 克**SOLSPERSE<sup>®</sup> 19000**(相对于 ATO 的 1 重量%) 和 63.8 克**SOLPLUS<sup>®</sup> D510**(相对于 ATO 的 12.5 重量%) 并研磨 2 小时。添加另外 1% 的**Solsperse<sup>®</sup> 19000** 并处理 2 小时,然后添加额外 1% 的**Solsperse<sup>®</sup> 19000**(总共 3%) 并再处理 4 小时。

[0132] 根据以上实例 I 中的详细描述测量分散体的平均粒度。结果示于下表 9 中。

[0133] 表 9

[0134]

1号分散剂(SOLSPERSE® 19000)相对于ATO的重量%	2号分散剂(SOLPLUS® D510)相对于ATO的重量%	研磨时间 (分钟)	粒度 (nm)
5	5	15	323
5	5	30	271
5	5	45	248
5	10	15	78
5	10	30	75
5	10	60	67
5	12.5	30	57
5	12.5	60	55
1	12.5	30	113
1	12.5	60	88
1	12.5	90	74
1	12.5	120	72
2	12.5	30	57
2	12.5	60	53
2	12.5	90	50
2	12.5	120	47
3	12.5	30	111
3	12.5	60	89
3	12.5	90	73
3	12.5	120	65
3	12.5	150	59
3	12.5	180	56
3	12.5	210	53
3	12.5	240	50

[0135] 实例VI:含有分散体和胺改性的丙烯酸酯的涂层组合物的评价

[0136] 按照类似于实例1的方法制备分散体。大多数样品的初始分散体包含500g ATO、333g 1-甲氧基-2-丙醇和不同量的胺改性的丙烯酸酯(AMA)以及SOLPLUS® D510。随着实验的推进,当粘度增加时需要添加更多胺改性的丙烯酸酯(最多为ATO的5重量%)。如果此时粘度仍较高,则继续添加更多的SOLPLUS® D510。分散体中的组分、组分量以及粒度示于下表10中。

[0137] 表10

AMA	AMA 相对于 ATO 的重量%	D510 相对于 ATO 的重量%	研磨时间 (小时)	粒度 (nm)
EBECRYL <sup>®</sup> 83	15	0	0.5	149
	15	0	1	137
	15	0	1.5	138
	20	0	0.5	135
	20	1	0.5	114
	20	2	0.5	147
	20	5	0.5	128
	20	5	1	133
EBECRYL <sup>®</sup> 3600	10	10	0.5	78
	10	10	1	70
EBECRYL <sup>®</sup> 3600	10	5	0.5	247
	10	10	2	70
	15	10	0.5	72
EBECRYL <sup>®</sup> 3703	10	5	0.5	123
	10	5	1	86
	10	5	1.5	75
	10	5	2	68
	10	5	2.5	63
	12.5	5	0.5	57
	12.5	5	1	55
	12.5	5	1.5	54
EBECRYL <sup>®</sup> 3703	20	0	0.5	838
	20	0	1	374
	20	0	1.5	493
	20	2.5	0.5	76
	20	2.5	1	68
	20	2.5	1.5	65
	20	2.5	2	64
	20	3.5	0.5	60
	20	3.5	1	59
EBECRYL <sup>®</sup> 7100	20	2.5	0.5	177
	20	2.5	1	153

[0138]

[0139]

	20	5	0.5	88
	20	5	1	75
	20	5	1.5	70
	20	7.5	0.5	60
	20	7.5	1.5	52
	20	7.5	2	49
CN551	15	0	0.5	150
	15	5	0.5	128
CN2100	20	2.5	0.5	178
	20	2.5	4	128
	20	2.5	1.5	126
	20	5	0.5	66
	20	5	1	62
	20	6	0.5	52
	20	6	1	53
VIAJET® 400	10	10	0.5	141
	10	10	1	92
	10	10	1.5	106
	10	12.5	0.5	63
	10	12.5	1	58
	10	12.5	1.5	54
VIASCREEN® 515	10	10	0.5	128
	10	10	1	102
	10	10	1.5	91
	10	12.5	0.5	103
	10	12.5	1	92
	10	12.5	1.5	56
	10	12.5	2	53

[0140] 本发明不应被视为仅限于上述具体实例,而是应理解为涵盖所附权利要求书确切陈述的所有方面。对于本发明所涉及的领域的技术人员来说,在阅读本说明书后,本发明适用的多种修改形式、等同工艺和多种结构将是显而易见的。

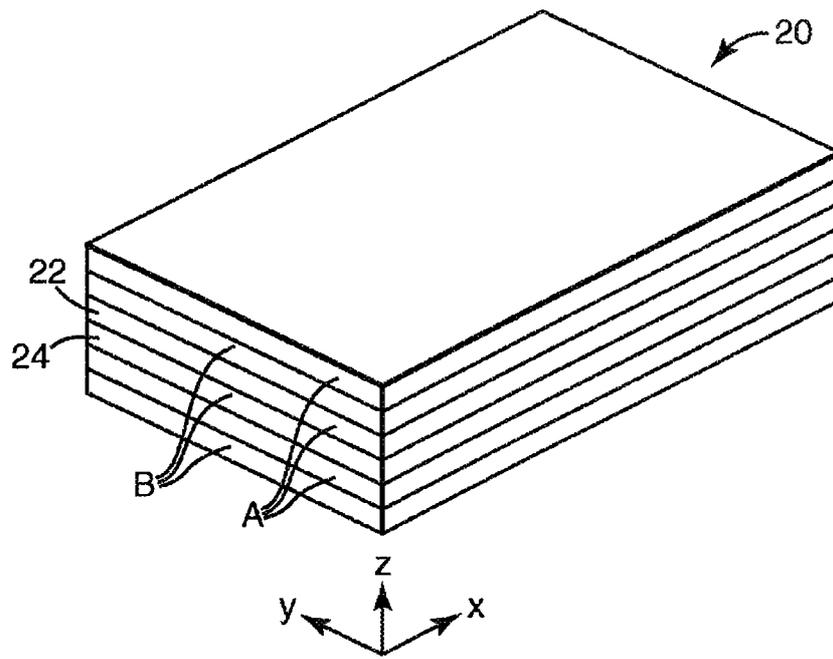


图 1

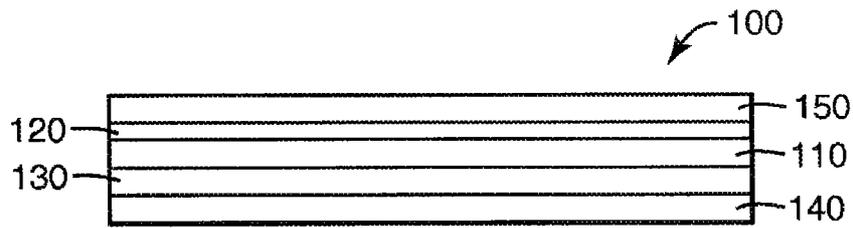


图 2

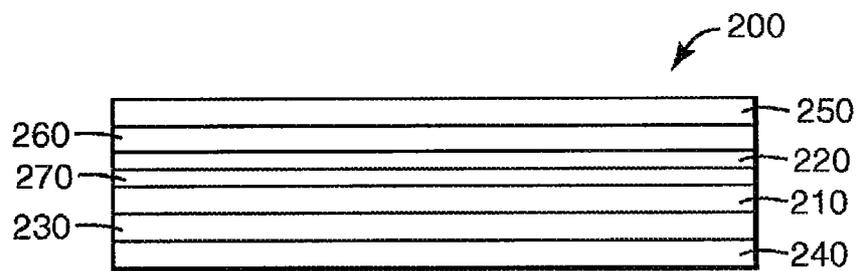


图 3