



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101945963 B

(45) 授权公告日 2013. 12. 11

(21) 申请号 200880126672. X

G11B 5/62 (2006. 01)

(22) 申请日 2008. 12. 03

(56) 对比文件

(30) 优先权数据

61/016, 050 2007. 12. 21 US

CN 1553940 A, 2004. 12. 08,

EP 1831726 A1, 2007. 09. 12,

DE 4233388 A1, 1994. 04. 07,

JP 63113926 A, 1988. 05. 18,

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 08. 12

审查员 陈娇

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/085290 2008. 12. 03

(87) PCT申请的公布数据

W02009/082599 EN 2009. 07. 02

(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 贾森·M·克伦

帕特里西亚·M·萨武

(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

(51) Int. Cl.

G09D 133/16 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书14页

(54) 发明名称

用于减少颗粒的涂层和方法

(57) 摘要

本发明内容涉及高纯度设备,如磁性硬盘驱动器,更具体的讲,涉及用于减少这些设备表面的颗粒的涂层。所提供的涂层包含具有反应性侧基以及锚定基板表面以抑制颗粒从基板表面脱落的能力的高分子薄涂层,该反应性侧基具有交联官能团。提供在所述基板的至少一部分上包含涂层的基板,所述涂层包含氟化丙烯酸酯无规共聚物。另外提供减少颗粒污染的方法。

1. 一种基板,其包含在所述基板的至少一部分上的涂层,其中所述涂层包含氟化丙烯酸酯无规共聚物,所述共聚物化学式如下所示:



其中

X 为引发剂残基或氢,

A 表示衍生自一种或多种二价含氟丙烯酸酯单体的单元,

B 表示衍生自一种或多种具有官能团的二价丙烯酸酯单体的单元,

C 表示衍生自一种或多种具有烃基团的非氟化二价丙烯酸酯单体的单元,

D 表示衍生自一种或多种固化剂的单元,

T 表示官能性端基或者以上定义的 X,

w 为 1 至 200 的整数,

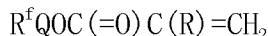
x 为 1 至 300 的整数,

y 为 1 至 100 的整数,和

z 为 0 至 30 的整数,并且

其中, C 选自其均聚物的玻璃化转变温度小于或等于 20°C 的单体。

2. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 A 为衍生自选自



的单体的单元,

其中 R^f 为具有 1 至 30 个碳原子的全氟烷基或全氟聚醚基团, Q 为选自 $-(CH_2)_n-$ 、 $-(CH_2)_n-SO_2N(R')$ 和 $-(CH_2)_nN(R'')C(=O)-$ 的二价连接基团,其中 R' 为 $-C_nH_{(2n+1)}$, n 为 1 到 6 的整数,并且 R'' 为氢或 CH_3 。

3. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 B 为衍生自含有硅烷的丙烯酸单体的单元。

4. 根据权利要求 3 所述的基板,其中 B 为衍生自甲基丙烯酸 3-三甲氧基硅烷丙基酯的单元。

5. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 C 为衍生自选自丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸丁酯、丙烯酸异辛酯和丙烯酸 2-乙基己酯的单体的单元。

6. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 D 为衍生自包含酸性丙烯酸酯的固化剂的单元。

7. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 T 为衍生自包含含硅烷的硫醇的单体的单元。

8. 根据权利要求 7 所述的基板,其中 T 为衍生自 3-巯丙基三甲氧基硅烷的单元。

9. 根据权利要求 1 所述的基板,其中所述共聚物的数均分子量 (M_w) 为 500 至 50,000。

10. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 z:(x+1) 的比值为 0 至小于 0.3。

11. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 y:w 的比值为大于 0 且小于 7。

12. 根据权利要求 1 所述的基板,其中 (w+y):x 的比值为大于 1 且小于 20。

13. 根据权利要求 1 所述的基板,其中所述基板为包含至少一个磁头的硬盘驱动器组件,所述磁头与用于在所述硬盘上磁性储存计算机数据的硬盘表面联系在一起。

14. 根据权利要求 1 所述的基板,其中所述共聚物进一步包含衍生自一种或多种(甲基)丙烯酸酯功能染料的单元。

用于减少颗粒的涂层和方法

[0001] 相关专利申请的交叉引用

[0002] 本专利申请要求提交于 2007 年 12 月 21 日的美国临时专利申请 No. 61/016, 050 的优先权。

技术领域

[0003] 本发明涉及高纯度设备,如磁性硬盘驱动器,更具体地,涉及用于减少这些设备中的颗粒的涂层。

背景技术

[0004] 在磁盘驱动器和其它高纯度应用中,颗粒污染能够引起大量的失效机制。在这些应用中,高度期望在制备中和涂敷期间减少颗粒存在。磁盘驱动器通常包含多个精确尺寸的操作部件,如垫片、硬盘夹具、e- 滑块、盖板、基板、致动器、音圈、音圈板等。这些元件全部可能是潜在的颗粒源。在驱动器运行期间,磁头通常以大约 $100\text{\AA}$ 的间隙掠过介质。这个间隙随着面密度的增加而减小,使得减少和防止颗粒产生总是更加重要。磁头磁盘界面上的颗粒能够引起热粗糙、飞高写入和磁头碰撞;这些中的任何一个对磁盘驱动器的性能都是不利的。

[0005] 美国专利公开 No. 2003/0223154(Yao) 公开了通过用涂层的封装来防止颗粒产生,所述涂层“由柔软坚韧的材料,例如金、铂、环氧树脂等制备”。美国专利公开 No. 2002/0093766(Wachtler) 公开了使用背胶热收缩保形薄膜防止颗粒产生。美国专利 No. 6, 671, 132(Crane 等人) 公开了使用金属或聚合物涂层。美国专利 No. 7, 035, 055(Kikkawa 等人) 公开了使用树脂涂层。美国专利 No. 6, 903, 861(Huha 等人) 公开了使用某些聚合物涂层作为封壳以用于微致动器元件。PCT 公开 No. WO2006/074079(Kehren 等人) 公开了使用包含反应性侧基的含氟聚合物作为抑制颗粒的涂层。

[0006] 硬盘驱动器组件中的颗粒能够导致摩擦和局部过热点,也能够导致硬盘驱动器的失效以及通过它进行磁性编码的数据的丢失。这个问题的解决方法之一是在硬盘驱动器盖上使用电镀镍作为抑制颗粒的涂层。然而,镍的价格在约 2001 至约 2006 之间增至三倍。另外,电镀硬盘驱动器盖的要求导致组装中产生比硬盘驱动器组件上的低表面能涂层的涂覆和固化更多的步骤。电镀过程中需要使用有潜在危害的材料,且颗粒从这些带涂层的部件上脱落是非常困难的,即,很容易对介质和读/写磁头引起严重破坏的镍颗粒。

[0007] E- 涂层或电泳沉积涂层也用作颗粒抑制涂层,但是可能难于得到均匀的涂层(需要一些后涂层加工)。另外,遇到了与未固化单体或吸收进涂层而后释气进入驱动器的碳氢化合物相关的渗气。

发明内容

[0008] 存在对更便宜、更方便地施用、颗粒减少的高性能涂层的需求。本发明提供了用于

抑制具有氧化物表面的基板例如金属如铝、铜、不锈钢等、塑料、玻璃、陶瓷、硅等上的颗粒的改善的涂层。可使用简单的技术（例如，浸涂和热固化）施用所提供的涂层，该涂层呈现热稳定性，可以在复杂的基底表面状况上形成大致均匀的薄层（例如，约 0.1 至约 5.0 微米）。该涂层是清洁的（即，低渗气、低分离离子），该涂层对通常的清洁过程（如使用或不使用超声处理的水性和溶剂型清洁溶液）有抵抗力，该涂层是环境友好的（即，与溶剂如离析的氢氟醚（segregated hydrofluoroethers）一起递送），该涂层具有良好的安全性以及与镍涂层目前的工业方法相比提供优越的成本与效益性能。提供的涂层也可以提供腐蚀保护。

[0009] 提供的涂层包含具有反应性侧基以及优越的锚定基板表面以抑制颗粒从基板表面脱落的能力的高分子薄涂层，所述反应性侧基具有交联官能团。这些颗粒可能来自基板材料或由加工和 / 或不完全清洁遗留下来的材料。本质上，这种涂层在基板的表面上形成网状物固定颗粒，否则该颗粒能够从基板上脱落。

[0010] 在一个方面，本发明提供在所述基板的至少一部分上包含涂层的基板，其中所述涂层包含氟化丙烯酸酯无规共聚物，其具有如下通式：



[0012] 其中，X 为引发剂残基或氢，A 表示衍生自一种或多种二价含氟丙烯酸酯单体的单元，B 表示衍生自一种或多种具有官能团的二价丙烯酸酯单体的单元，C 表示衍生自一种或多种具有烃基团的非氟化二价丙烯酸酯单体的单元，D 表示衍生自一种或多种固化剂的单元，T 表示官能性端基或者以上定义的 X，w 为 1 至约 200 的整数，x 为 1 至约 300 的整数，y 为 1 至约 100 的整数，和 z 为 0 至约 30 的整数，以及

[0013] 其中，C 选自由其均聚物的玻璃化转变温度小于或等于 20℃ 的单体组成的组。

[0014] 在另一方面，本发明提供了减少颗粒污染的方法，该方法包括提供硬盘驱动器组件、MEMS 器件、用于电子器件的处理设备或印刷电路板组件中的至少一种以及在硬盘驱动器组件、MEMS 器件、用于电子器件的处理设备或印刷电路板组件中的至少一种的组件的至少一部分上施加涂层，其中该涂层包含氟化丙烯酸酯无规共聚物，其具有如下通式：



[0016] 其中，X 为引发剂残基或氢，A 表示衍生自一种或多种二价含氟丙烯酸酯单体的单元，B 表示衍生自一种或多种具有官能团的二价丙烯酸酯单体的单元，C 表示衍生自一种或多种具有烃基团的非氟化二价丙烯酸酯单体的单元，D 表示衍生自一种或多种固化剂的单元，T 表示官能性端基或者以上定义的 X， $a+b+c+d+e=1$ ， $0.20 \leq a \leq 0.90$ ， $0.05 \leq b \leq 0.25$ ， $0.05 \leq c \leq 0.65$ ， $0.0005 \leq d \leq 0.03$ 以及 $0.0025 \leq e \leq 0.20$ ，其中，a、b、c、d 和 e 分别为 A、B、C、D 和 T 的重量百分比，以及其中 C 选自由其均聚物的玻璃化转变温度小于或等于 20℃ 的单体组成的组。

[0017] 在发明内容中，所提供的基板、涂层和方法包含特定含氟化合物单体和烃类单体的反应产物，其中涂层至少部分在基板上就地固化。当至少部分就地固化时，这种涂层作为基板上的减少颗粒的涂层可以提供出人意料的良好性能。已经惊奇的发现将烃链段引入到共聚物的主链中改善了所讨论的涂层的抑制颗粒性能并且增加了所产生的涂层对清洁过程尤其是电子部件中所用的这些过程如超声清洁过程的抵抗力。所提供的涂层提供了很多优势和所得的表现出低表面能的涂层，这些优势包括但不限于很容易在复杂的表面上得到

薄且均匀的涂层、良好的安全性以及环保性能。所提供的涂层提供成本相对较低的抑制颗粒的涂层,提供改善的耐清洁性、改善的抑制颗粒性能。也观察到改善的处理和耐磨性。

[0018] 如本文中所用,“丙烯酸酯”也可以理解为“甲基丙烯酸酯”,以及

[0019] “侧基”是指端基和侧基。

[0020] 术语表

[0021] 如本文所用,以下缩写具有指定的含义:

[0022] • A174 为甲基丙烯酸 3- 三甲氧基硅烷丙基酯;

[0023] • AA 为丙烯酸;

[0024] • BA 为丙烯酸丁酯;

[0025] • BuMA 为甲基丙烯酸丁酯;

[0026] • EHA 为丙烯酸 2- 乙基己酯;

[0027] • FBSEA is 为 $C_4F_9SO_2N(CH_3)CH_2CH_2OC(O)CH=CH_2$ 其可以通过 PCT 专利申请 No. W001/30873A (Savu 等人) 的实施例 2A 和 2B 的方法制备;

[0028] • FBSEMA 为 is $C_4F_9SO_2N(CH_3)CH_2CH_2OC(O)C(CH_3)=CH_2$ 其可以通过 PCT 专利申请 No. W001/30873A 的实施例 2A 和 2B 的方法制备;

[0029] • HFE 为氢氟醚;

[0030] • HFPOMA 为六氟环氧丙烷甲基丙烯酸酯,其可以通过美国专利 No. 6,995,222 (Buckanin 等人) 的制备实施例 3 的方法制备;

[0031] • IOA 为丙烯酸异辛酯;

[0032] • MMA 为甲基丙烯酸甲酯;

[0033] • MPTS 为 3- 巯丙基三甲氧基硅烷;以及

[0034] • PFPHMA 为七氟丁基甲基丙烯酸酯 (即 $CF_3CF_2CF_2CH_2OC(O)C(CH_3)=CH_2$) 其可以通过 PCT 专利申请 No. W002/16517 (Savu 等人) 15 页 8-29 行描述的方法制备。

[0035] 以上内容并非意图描述本发明每种实施方式的每个公开实施方案。以下附图说明和具体实施方式更具体地举例说明示例性实施方案。

具体实施方式

[0036] 以下说明中,应当理解,其它实施方案是可以预期的并且可以在不脱离本发明的范围或精神的情况下完成。因此,以下具体实施方式并非意图进行限制。

[0037] 除非另外指明,否则在所有情况下,说明书和权利要求书中用来表述特征尺寸、数量和物理特性的所有数字均应理解为由术语“约”来修饰。因此,除非有相反的指示,否则上述说明书和所附权利要求书中提出的数值参数均为近似值,并且根据本领域的技术人员利用本文所公开的教导内容获得的所需特性,这些近似值可有所不同。由端点表述的数值范围包括该范围内所包含的所有数值(例如,1 至 5 包括 1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、和 5)以及在此范围内的任何范围。

[0038] 一个实施方案中,发明的涂层包含通式如下的氟化丙烯酸酯共聚物化合物:

[0039] $XA_wB_xC_yD_zT$

[0040] 其中 X 表示引发剂残基或氢, A 表示衍生自一种或多种二价含氟丙烯酸酯单体的单元, B 表示衍生自一种或多种具有官能团的二价丙烯酸酯单体的单元, C 表示衍生自一种

或多种具有烃基团的非氟化二价丙烯酸酯单体的单元（优选 BA），D 表示衍生自一种或多种固化剂如酸性丙烯酸酯（优选丙烯酸）的单元，T 表示官能性端基或者以上定义的 X。固化剂 D 可以在共聚物中存在或者可以作为外部催化剂提供。共聚物可以是无规的，即尽管理解一些局部部分可能具有更多嵌段共聚物结构，但 A、B、C 和 D 链段的顺序为无规的。共聚物的数均分子量为约 500 至约 50,000，优选约 1000 至约 10,000。

[0041] w、x、y 和 z 的数值如下：w 是 1 至约 200 的整数，x 是 1 至约 300 的整数，y 是 1 至约 100 的整数，以及 z 是 0 至约 30 的整数，其中 z : (x+1) 的比值为 0 至小于约 0.3。(w+y) : x 的比值大于约 1 且小于约 20，优选大于约 2 且小于约 8。y : w 的比值通常为 0 至小于 7，优选大于约 0.2 且小于约 1.5。这个比值也受所得共聚物的溶解度限制。如果该比值太高，所得共聚物将不能充分溶于 HFE 中使得这样的实施方案更加难于使用。助溶剂可以帮助扩大这个比值。在相对较高的比值下，所得的涂层可能具有增加趋势的吸收和后逸出，如渗气、有机污染物。

[0042] A 可以衍生自氟化丙烯酸单体，优选 FBSEA、PFPHMA 和 HFPOMA。如果需要，可以使用其它合适的氟化单体来代替本文列出的优选材料，或者额外使用其它合适的氟化单体。在一些实施方案中，A 为衍生自具有下式的单体的单元，



[0044] 其中 R^f 为具有 1 至 30 个碳原子的全氟烷基或全氟聚醚基团，Q 为选自 $-(CH_2)_n-$ 、 $-(CH_2)_n-SO_2N(R')$ 和 $-(CH_2)_nN(R'')C(=O)-$ 的二价连接基团，其中 R' 为 $-C_nH_{(2n+1)}$ ，n 为 1 至 6 的整数，并且 R'' 为氢或 CH_3 。

[0045] B 可以衍生自官能化的二价丙烯酸酯单体，如含硅烷的丙烯酸丙酯或丙烯酸乙酯、环氧丙烯酸酯或二价聚氨酯丙烯酸酯。A 的优选实施例为 A174。B 可以起到提供聚合物之间的交联以及与基板的结合的作用。

[0046] 烃链段，即以上化学式中的 C，给所得的共聚物赋予了改善的柔软性使所得的抑制颗粒的涂层更耐热应力和机械应力。C 链段可以衍生自单体，该单体优选其均聚物具有低 T_g ，即 T 小于或等于约 20 °C 的那些。适于用作适用于本发明中的 C 链段的单体的示例性实例包括丙烯酸甲酯 ($CH_2=CHCOOCH_3$, $T_g=9$ 至 $15^\circ C$)，丙烯酸丁酯 ($CH_2=CHCOOC_4H_9$, $T_g=-54^\circ C$ 如 4th Edition Polymer Handbook, L. E. Nielsen, Mechanical Properties of Polymers, Reinhold, New York, 1962 中报道)，丙烯酸异辛酯 ($T_g=-45^\circ C$ 如 4th Edition Polymer Handbook, A. R. Monahan, J. Polym. Sci. A-1, 4, 2381 (1966) 中报道) 和丙烯酸乙基己酯 ($T_g=-50^\circ C$ 如 4th Edition Polymer Handbook, A. R. Monahan, J. Polym. Sci. A-1, 4, 2381 (1966) 中报道) 以及甲基丙烯酸丁酯 ($T_g=20^\circ C$ 如 Encyclopedia Polymer Science and Technology, 第 3 卷, 第 251 页, John Wiley and Sons Publishers 中报道)。C 链段优选不含反应性基团。C 链段也优选在氟烃溶剂中具有有效溶解度，该氟烃溶剂用于交联前无规丙烯酸共聚物的制备过程中。通常，为了此目的优选 HFE，因为它们的使用提供多个加工优势和环境优势，甚至在复杂的表面上都能形成薄且均匀的涂层。如果需要，可以使用氟烃溶剂和有机溶剂（即乙酸乙酯、IPA 等）的共混物来扩大可以使用的 C 单体链段的范围。

[0047] 为了改善固化性能，聚合物前体组合物可以任选地包括一种或多种固化剂，即配方中的 D。示例性实例包括酸性丙烯酸酯，例如丙烯酸、甲基丙烯酸、丙烯酸羧基丙基酯、羧

酸和磺酸如 2- 丙烯酸酰胺 -2- 甲基丙磺酸。根据需要,固化剂可以是氟化的或者不是。通常优选使用固化剂;因为将它掺入到反应产物中后,通常没有渗气。

[0048] 当 D 为 0 时,根据需要,通过添加有效量的合适催化剂可以提高涂层材料的固化速率,该催化剂取决于反应性基团的选择、基板参数、所需加工条件等。例如,对于使用全氟聚醚硅烷制备的涂层,可以使用这样的试剂,如得自 DuPont 的 KRYTOX157FSL 全氟聚烷基醚羧酸。

[0049] T 可以是官能化端基,如硅烷。T 可以衍生自链转移剂。A 优选试剂为 MPTS。

[0050] 通常使用自由基引发剂引发聚合反应或齐聚反应。可以使用通常已知的自由基引发剂且其实例包括偶氮化合物如偶氮双异丁腈(AIBN)、偶氮 -2- 氰基戊酸等等,氢过氧化物如异丙基苯、叔丁基和叔戊基氢过氧化物,二烷基过氧化物如二叔丁基和二异丙苯过氧化物,过氧化酯如过辛酸叔丁酯、过苯甲酸叔丁酯和二叔丁过氧基邻苯二甲酸酯,二酰基过氧化物如过氧化苯甲酰和过氧化月桂酰。另外,预期也可以使用在接触光化辐射之后能够产生自由基或酸和基团物质的化合物引发聚合反应。这种物种的实例包括得自 Ciba 的 IRGACURE651 和 DAROCUR1173。

[0051] 另外,在本发明的基板中,所述共聚物可以进一步包含衍生自一种或多种(甲基)丙烯酸酯功能染料的单元。

[0052] 优选地,选择能够通过共价键将涂层锚定到基板表面的基板和涂层。分子上的反应性侧基即硅烷基团可以有助于所需的粘结性能。另外,尽管我们不希望受到这一理论的约束,但相信由于硅烷基团与位于基板上的键反应,该涂层可提供优越的腐蚀保护,否则该键易受腐蚀反应的影响。

[0053] 涂层的厚度可以大约或大体小于基板上留下的颗粒的尺寸,例如相对于约 0.1 至大于 5 微米范围内的平均颗粒尺寸,涂层厚度在约 0.01 至约 1.0 微米的范围内。在水的存在下,烷氧基可以与 B 和 / 或 T 单元的官能团反应从而,在聚合物上形成硅烷醇基团。该硅烷醇基团可以与其它硅烷醇基团反应,由此交联该聚合物,并且就氧化表面(如铝、铜、硅、陶瓷材料等)而言,将该聚合物共价键合至所述表面上。

[0054] 根据本发明的涂层基板的示例性方法如下所示:

[0055] a) 在合适的溶剂如氢氟醚中混合上述前体材料,即引发剂、丙烯酸酯、固化剂(如果有的话)等并且使前体材料发生反应以产生包含无规共聚物的涂层组合物;

[0056] b) 将该涂层组合物涂覆至基板的所需部分上(可以用任何合适的涂覆技术);

[0057] c) 蒸发溶剂以使无规共聚物留在基板上(HFE 溶剂的优势为它们将很快地蒸发);

[0058] d) 升高温度,如至约 100°C 至约 150°C,以引起涂层交联并建立与基板的粘附。

[0059] 在一些应用中,优选使用两阶段固化方法。这种情况下,将步骤 d) 分为两个步骤。第一个步骤中,将涂覆的基板固化使得该涂层无粘着力,但是保留反应性侧基。然后通过额外的处理操作被涂覆的基板。这可以包括添加带材、标签、环氧树脂或“点胶工艺衬垫”。在第二个步骤中,将涂覆的基板完全固化。这两个阶段的固化可以改善带材、标签、环氧树脂和“点胶工艺衬垫”的粘合力。每一个步骤的固化优选在升高的温度下进行。另外还观察到,如果该涂层在相对较低的温度下加热固化较长时间与如果在较高温度下加热固化较短时间相比较,如在约 120°C 而不是约 150°C 下,通常获得更优的结果。通过刚好在粘

接前涂擦含氟化合物溶剂可以改善本发明的涂层对制品的后续粘合力。

[0060] 在另一个实施方案中,提供减少颗粒污染的方法,该方法包括提供硬盘驱动器组件、MEMS 器件、用于电子器件的处理设备或印刷电路板组件中的至少一种;并且在硬盘驱动器组件、MEMS 器件、用于电子器件的处理设备或印刷电路板组件中的至少一种的组件的至少一部分上施加涂层,其中该涂层包含具有如下通式的氟化丙烯酸酯无规共聚物:

[0061] $XA_aB_bC_cD_dT_e$

[0062] 其中,X 为引发剂残基或氢,A 表示衍生自一种或多种二价含氟丙烯酸酯单体的单元,B 表示衍生自一种或多种具有官能团的二价丙烯酸酯单体的单元,C 表示衍生自一种或多种具有烃基团的非氟化二价丙烯酸酯单体的单元,D 表示衍生自一种或多种固化剂的单元,T 表示官能性端基或者以上定义的 X, $a+b+c+d+e=1$, $0.20 \leq a \leq 0.90$, $0.05 \leq b \leq 0.25$, $0.05 \leq c \leq 0.65$, $0.0005 \leq d \leq 0.03$ 并且 $0.0025 \leq e \leq 0.20$, 其中,a、b、c、d 和 e 分别为 A、B、C、D 和 T 的重量百分比,并且其中 C 选自由其均聚物的玻璃化转变温度小于或等于 20℃ 的单体组成的组。在一些优选的实施方案中, $0.40 \leq a \leq 0.80$ 并且 $0.05 \leq c \leq 0.25$ 。

[0063] 可以在各种高纯度应用中如硬盘驱动器组件中使用所提供的涂层,该硬盘驱动器组件包括这些元件如垫片、硬盘夹、e-滑块、盖板、基板、微致动器、滑块、音圈、音圈板等。在完成的硬盘驱动器系统中,这些元件全部为潜在的颗粒源。对于 MEMS(微机械系统)、高纯度处理(涂层处理设备以减少潜在的污染)和半导体处理应用如印刷电路板组件上的表面安装元件,可以使用本发明的涂层减少颗粒脱落。另外,已观察到本发明的涂层赋予涂覆它们的基板防污和易清洁性能。

[0064] 通过以下实施例进一步说明了本发明的目的和优点,但是不应将这些实施例中叙述的具体材料及其用量、以及其他条件和细节解释为对本发明的不当限定。

实施例

[0065] 测试基板:购自 M.Vincent&Associates of Minneapolis,Minnesota 的铝 (Al5052H32) 板和不锈钢 (SS304) 板。并且切割成尺寸为 51mm×25mm×1.6mm 的铝板和 51mm×25mm×0.4mm 的不锈钢板的测试样块。

[0066] 清洁方法 1:施加涂层之前,用异丙醇(得自 EMD Chemicals of Gibbstown, New Jersey, part number PX1835P-4) 和 VWR SPEC-WIPE7Wipers(得自 VWR International, LLC of West Chester, Pennsylvania) 通过擦拭清洗清洁该基板。

[0067] 清洁方法 2:涂层之前,通过蒸汽脱脂分两个阶段清洁基板。第一个阶段中,使用两贮槽蒸汽脱脂机,型号 1012,得自 Ultra-Kool, Inc. of Gilbertsville, Pennsylvania 与 3M Novec HFE-72DA(得自 3M Co. of St. Paul, MN) 清洁,使用以下参数:

[0068] 30 秒初始蒸汽冲洗;

[0069] 在冲洗贮槽中用 40KHz 超声波处理 300 秒,以及

[0070] 30 秒最终蒸汽冲洗。

[0071] 在第二个阶段中,使用两贮槽蒸汽脱脂机,型号 LAB-KLEEN612 脱脂系统,得自 Unique Equipment Corporation of Montrose, California 与 89%(重量份) 3M NOVEC7300 工程流体(得自 3M Co. of St. Paul, MN) 和 11% DOWANOL PM 丙二醇甲醚(得自 Dow Chemical Company of Midland, Michigan) 的共沸物清洁,使用以下参数:

[0072] 30 秒初始蒸汽冲洗；

[0073] 在清洗贮槽中用 40KHz 超声波处理 300 秒，以及

[0074] 30 最终蒸汽清洗。

[0075] 涂覆方法：通过浸涂将该涂层涂覆到基板上。

[0076] 固化百分比的测定：所使用的溶剂提取测试方法确定涂层是否交联并且粘合到基板上。涂覆之前，记录该基板的质量 (M_{BC})。另外记录涂覆和固化后该基板的质量 (M_{AC})。然后将该基板在 3M™NOVEC7100 工程流体（甲氧基-全氟丁烷 ($C_4F_9OCH_3$)，得自 3M Company of Saint Paul, Minnesota) 沉浸两分钟。这段时间期间，将该基板在溶液中轻轻地涡旋。然后记录溶剂提取后该基板的质量 (M_{SE})。然后通过以下计算方法确定固化的程度：

[0077] 固化百分比 = $[(M_{SE} - M_{BC}) / (M_{AC} - M_{BC})] * 100$

[0078] 通常为了重复性，在三个基板片上进行这个测试。

[0079] 提取颗粒的方法：使用液体粒子计数器 (LPC) 提取方法测定基板脱落颗粒的趋势。所使用的测试方法基于 IDEMA 微污染标准 M9-98。

[0080] 所有的测试发生在具有 100 级环境的清洁罩中。整个测试所使用的水为 18.2MΩ（使用得自 Barnstead International of Dubuque, Iowa, part number D11901 的 NANOpureDIAMOND 分析超纯水系统提供）并且使用 EMFLON II, 0.2 微米绝对过滤器（得自 Pall Corporation of East Hills, New York, part number DFA4001V002PV）过滤。

[0081] 测试设备由固定在超声波裕槽（得自 Crest Ultrasonics Corporation of Trenton, New Jersey, part number 6HT-1014-6T）中的 600mL 的烧杯（得自 VWR International, LLC of West Chester, Pennsylvania）组成。由发生器（得自 Crest Ultrasonics Corporation of Trenton, New Jersey, part number 6HT-1014-6W）向槽中提供超声波。将测试基板用 28gauge 可软焊聚氨酯定子线（得自 MWS Wire Industries of Westlake Village, California, part number 28SPN-155RED）悬挂在烧杯中，使得线和基板都不接触烧杯。用 8103 注射器进样系统（得自 Hach Ultra Analytics of Grants Pass, Oregon）测定水中颗粒的含量。

[0082] 对于该测试，用 500mL 水填充该烧杯。在 40 瓦特每加仑下，该烧杯和液体中的定子线一起经受 30 秒的 68kHz 超声波处理。通过两次采用 10mL 样品测定液体中颗粒的含量。这些结果的平均值作为空白。然后将测试的基板完全浸入烧杯的水中并经受上述相同的超声波条件。然后再用与上面相同的方法测试液体中颗粒的含量。该基板的每单位表面积所产生的颗粒数计算如下：

[0083] 颗粒数 = $[(\text{测试样品颗粒数} - \text{空白颗粒数}) * 500\text{mL}] / [\text{基板表面积}]$

[0084] 每个基板片重复以上步骤三次。以下出现的结果是针对第三次提取的。

[0085] 实施例 1

[0086] 向装有搅拌器的烧瓶中加入 25g HFPOMA, 10g BA（得自 Aldrich Chemical Company of Milwaukee, Wisconsin），10g A174（得自 United Chemical Technologies of Bristol, New Jersey），5g MPTS（得自 United Chemical Technologies, Inc.）以及 250g 的 3M NOVEC7200 工程流体（甲氧基-全氟丁烷 ($C_4F_9OC_2H_5$) 得自 3M Company, St. Paul, Minnesota）来制备共聚物。）将溶液用氮气净化 5 分钟。然后，向烧瓶中加入 1g LUPEROX26M50 引发剂（过氧化（2-乙基己酸）叔丁酯，50% 固体，得自 Arkema, Inc. of

Philadelphia, Pennsylvania)。在氮气下搅拌该溶液并且加热至 65℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体稀释该溶液至 10% 的聚合物。通过添加 KRYTOX157FSL (聚全氟烷基醚羧酸, 得自 E. I. du Pont De Nemours Company of Deepwater, New Jersey) 催化该聚合物溶液, 其含量占聚合物的 2%, 即整体溶液的约 0.2%。

[0087] 通过清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 2.54 毫米 / 秒 (6 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。采用两个步骤的固化, 在 85℃下第一步固化进行 1 小时并且在 150℃下第二步固化进行 1 小时。溶剂提取测试显示在铝样块上涂层 95% 固化。表 1 显示这些涂层的 LPC 提取结果。

[0088] 实施例 2

[0089] 向装有搅拌器的烧瓶中加入 30g HFPOMA, 5g BA, 10g A174, 5gMPTS 以及 250g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。将该溶液用氮气净化 5 分钟。然后, 向烧瓶中加入 1g LUPEROX26M50 引发剂。在氮气下搅拌该溶液并加热至 65℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 的聚合物。通过添 KRYTOX157FSL 催化该聚合物溶液, 其含量占聚合物的 2%, 即整体溶液的约 0.2%。

[0090] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 2.54 毫米 / 秒 (6 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。采用两个步骤的固化, 在 85℃下第一步固化进行 1 小时并且在 150℃下第二步固化进行 1 小时。溶剂提取测试显示涂层 86% 固化。表 1 显示这些涂层的 LPC 提取结果。

[0091] 比较实施例 1

[0092] 向装有搅拌器的烧瓶中加入 35g HFPOMA, 10g A174, 5g MPTS 以及 250g3MTMNOVEC7200 工程流体来制备共聚物。将该溶液用氮气净化 5 分钟。然后, 向烧瓶中加入 1g LUPEROX26M50 引发剂。在氮气下搅拌该溶液并加热至 65℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 的聚合物。通过添加 KRYTOX157FSL 催化该聚合物溶液, 其含量占聚合物的 2%, 即整体溶液的约 0.2%。

[0093] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 2.54 毫米 / 秒 (6 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。采用两个步骤的固化, 在 85℃下第一步固化进行 1 小时并且在 150℃下第二步固化进行 1 小时。溶剂提取测试显示涂层 100% 固化。表 1 显示这些涂层的 LPC 提取结果。

[0094] 表 1*

	基板	Al 5052 H32	
		颗粒数**	%颗粒减少
[0095]	对照组***	325,612	-
	实施例 1	12,206	96%
	实施例 2	8,864	97%
	比较实施例 1	22,498	93%

[0096] * 结果为 5 个样品的平均值

[0097] ** 颗粒数 >0.3 μ 每 cm² 基板

[0098] *** 对照样品为没有涂层的铝样块

[0099] 表 1 中的数据分析显示实施例 1 和实施例 2 在颗粒抑制上相对于比较实施例 1 具有统计学意义上的显著改进。

[0100] 实施例 3

[0101] 向装有搅拌器的烧瓶中加入 15g FBSEA, 26g BA, 4.5g A174, 1.5g MPTS, 3.0g CN973J75(得自 Sartomer Company, Inc. of Exton, Pennsylvania), 100g 3M™NOVEC7200 工程流体以及 100g 乙酸乙酯(产品号 EX0241 得自 EMD Chemicals, Inc. of Gibbstown, New Jersey) 来制备共聚物。将该溶液用氮气净化 5 分钟。然后, 向烧瓶中加入 0.5gVAZ067(得自 DuPont)。在氮气下搅拌该溶液并加热至 65℃保持 16 小时。用 3M™NOVEC7200 工程流体和乙酸乙酯的 50/50 质量份共混物将该溶液稀释至 10% 的聚合物。通过添加 KRYTOX157FSL 催化该聚合物溶液, 其含量占聚合物的 3%, 即整体溶液的约 0.3%。

[0102] 用清洁方法 2 清洁 A15052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 2.54 毫米/秒(6 英寸/分钟)的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。采用两个步骤的固化, 在 85℃下第一步固化进行 1 小时并且在 150℃下第二步固化进行 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 79% 固化以及在不锈钢上 88% 固化。表 2 显示涂层的 LPC 提取测试。

[0103] 实施例 4

[0104] 向装有搅拌器的烧瓶中加入 12g FBSEA, 26g BA, 4.5g A174, 1.5g MPTS, 6.0g CN973J75, 100g 3M NOVEC7200 工程流体以及 100g 乙酸乙酯来制备共聚物。将该溶液用氮气净化 5 分钟。然后, 向烧瓶中加入 0.5g VAZ067。在氮气下搅拌该溶液并加热至 65℃保持 16 小时。用 3M™NOVEC7200 工程流体和乙酸乙酯的 50/50 质量份共混物将该溶液稀释至 10% 的聚合物。通过添加 KRYTOX157FSL 催化该聚合物溶液, 其含量占聚合物的 3%, 即整体溶液的约 0.3%。

[0105] 用清洁方法 2 清洁 A15052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 2.54 毫米/秒(6 英寸/分钟)的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。采用两个步骤的固化, 在 85℃下第一步固化进行 1 小时并且在 150℃下第二步固化进行 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 78% 固化以及在不锈钢上 92% 固化。表 2 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0106] 表 2*

	基板 Substrate	A15052 H32		SS304	
		颗粒数**	%颗粒减少	颗粒数**	% 颗粒减少
[0107]	对照组 1***	240,610	-	150,520	-
	实施例 3	11,671	95%	1,826	99%
	实施例 4	13,297	94%	962	99%

[0108] * 结果来自单个样品

[0109] ** 颗粒数 >0.3 μ 每 cm² 基板

[0110] *** 对照样品为没有涂层的样块

[0111] 实施例 5

[0112] 在正氮气压力下, 向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BA, 18gA174, 6g MPTS, 2g AA(得自 Alfa Aesar of Heysham, Lancashire LA32XY United Kingdom), 1g 过辛酸叔丁酯

(LUPEROX26, 100%活性成分)(得自Atofina of Philadelphia, Pennsylvania)以及500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0113] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米/秒 (11 英寸/分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 97% 固化以及在不锈钢上 100% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0114] 实施例 6

[0115] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BA, 20g A174, 4g MPTS, 2g 巯基丙酸(得自Aldrich of Milwaukee, Wisconsin), 1g 过辛酸叔丁酯(100%)以及500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0116] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米/秒 (11 英寸/分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 93% 固化以及在不锈钢上 95% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0117] 实施例 7

[0118] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g FBSEA, 20g BA, 18g A174, 6g MPTS, 2g AA, 1g 过辛酸叔丁酯(LUPEROX26)以及500g3MNOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3MTMNOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0119] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米/秒 (11 英寸/分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 95% 固化以及在不锈钢上 100% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0120] 实施例 8

[0121] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g FBSEMA, 20g BA, 18gA174, 6g MPTS, 2g AA, 1g 过辛酸叔丁酯(LUPEROX26), 450g3MNOVEC7200 工程流体以及 50g 乙酸乙酯来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0122] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米/秒 (11 英寸/分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 100% 固化以及在不锈钢上 100% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0123] 实施例 9

[0124] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BA, 19gA174, 6g MPTS, 1g AA, 1g 过辛酸叔丁酯(LUPEROX26)以及500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0125] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃ 下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 90% 固化以及在不锈钢上 92% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0126] 实施例 10

[0127] 在正氮气压力下, 向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g EHA(得自 Aldrich), 18g A174, 6g MPTS, 2g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃ 保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0128] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃ 下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 100% 固化以及在不锈钢上 97% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0129] 实施例 11

[0130] 在正氮气压力下, 向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g IOA(得自 Aldrich), 18g A174, 6g MPTS, 2g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃ 保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0131] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 和 SS304 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃ 下进行固化 1 小时。溶液提取测试显示在铝上 98% 固化以及在不锈钢上 100% 固化。表 3 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0132] 表 3*

基板	Al5052 H32		SS304	
	颗粒数**	%颗粒减少	颗粒数**	%颗粒减少
对照组***	309,063	-	148,912	-
实施例 5	43,986	86%	8,709	94%
实施例 6	16,330	95%	4,922	97%
实施例 7	26,184	92%	6,436	96%
实施例 8	28,135	91%	2,775	98%
实施例 9	17,801	94%	4,196	97%
实施例 10	28,222	91%	3,472	98%
实施例 11	10,621	97%	1,673	99%

[0134] * 结果来自单个样品。

[0135] ** 颗粒数 >0.3 μ per 每 cm^2 基板

[0136] *** 对照样品为没有涂层的样块

[0137] 比较实施例 2

[0138] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g MMA(得自 Rohm and Haas of Philadelphia, Pennsylvania), 19g A174, 6g MPTS, 1gAA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0139] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶剂提取测试显示 98% 固化。表 4 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0140] 比较实施例 3

[0141] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g FBSEA, 20g MMA, 19gA174, 6g MPTS, 1g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVECTM7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0142] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶剂提取测试显示 94% 固化。表 4 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0143] 实施例 12

[0144] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BA, 19gA174, 6g MPTS, 1g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0145] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。

[0146] 溶剂提取测试显示 86% 固化。表 4 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0147] 实施例 13

[0148] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g FBSEA, 20g BuMA(得自 Lucite International of Southampton S0143BP, United Kingdom), 19gA174, 6g MPTS, 1g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3MTMNOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0149] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。

[0150] 溶剂提取测试显示 89% 固化。表 4 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0151] 实施例 14

[0152] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BuMA, 19gA174, 6g MPTS, 1g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃保持 18 小时。用 3MTMNOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0153] 用清洁方法 1 清洁 A15052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃下进行固化 1 小时。溶

剂提取测试显示 89% 固化。表 4 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0154] 表 4*

	基板	Al 5052 H32	
		颗粒数**	%颗粒减少
[0155]	对照组***	287,684	-
	实施例 12	17,567	94%
	比较实施例 2	57,866	80%
	比较实施例 3	83,810	71%
	实施例 13	41,712	86%
	实施例 14	21,729	92%

[0156] * 除了实施例 12 的结果为 2 个样品的平均值以外,其它的结果为 3 个样品的平均值。

[0157] ** 颗粒数 >0.3 μ 每 cm^2 基板

[0158] *** 对照样品为没有涂层的铝样块

[0159] 比较实施例 4

[0160] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPHMA, 20g BuMA, 19gA174, 6g MPTS, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3MNOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃ 保持 18 小时。用 3MTMNOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0161] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 120℃ 下加热被涂覆的样块 1 小时。溶剂提取测试显示 0% 固化。

[0162] 实施例 15

[0163] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPHMA, 20g BA, 19.5gA174, 6g MPTS, 0.5g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃ 保持 18 小时。用 3M NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0164] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。进行三种类型的固化。表 5 显示溶剂提取数据。

[0165] 实施例 16

[0166] 在正氮气压力下,向烧瓶中加入 54g PFPHMA, 20g BA, 19.7gA174, 6g MPTS, 0.3g AA, 1g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70℃ 保持 18 小时。用 3MTMNOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0167] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11

英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。进行三种类型的固化。表 5 显示溶剂提取数据。

[0168] 表 5*

[0169]

基板	Al 5052 H32	
	固化条件	固化百分比
实施例 15	120°C, 1 小时	73%
	120°C, 3 小时	81%
	150°C, 1 小时	100%
实施例 16	120°C, 1 小时	41%
	120°C, 3 小时	71%
	150°C, 1 小时	92%

[0170] * 结果为 3 个样品的平均值

[0171] 实施例 17

[0172] 在正氮气压力下, 向烧瓶中加入 54g PFPMA, 20g BA, 19.5gA174, 6g MPTS, 0.5g AA, 0.22g 可聚合染料 AD-4(U. S. Pat. No. 6, 894, 105(Parent et al.), Column9and22line44), 2g 过辛酸叔丁酯 (LUPEROX26) 以及 500g3M NOVEC7200 工程流体来制备共聚物。在氮气下搅拌该溶液并加热至 70°C 保持 18 小时。通过 0.1 微米尼龙过滤器过滤该溶液并用 3M™NOVEC7200 工程流体将该溶液稀释至 10% 质量份聚合物。

[0173] 用清洁方法 1 清洁 Al5052H32 测试样块。然后用上述方法在 4.66 毫米 / 秒 (11 英寸 / 分钟) 的拉速度下用该聚合物溶液涂覆这些样块。在 150°C 下进行固化 1 小时。

[0174] 溶剂提取测试显示 92% 固化。表 6 显示这个涂层的 LPC 提取测试。

[0175] 表 6*

[0176]

基板	Al 5052 H32	
	颗粒数**	%颗粒减少
对照组***	386,800	-
实施例 12	4,900	99%

[0177] * 结果为 3 个样品的平均值

[0178] ** 颗粒数 >0.3 μ 每 cm² 基板

[0179] *** 对照样品为没有涂层的铝样块

[0180] 在不脱离本发明的范围和精神的情况下, 本发明的各种修改和更改对本领域的技术人员来说是显而易见的。应当理解本发明并不受本文示出的示例性实施方案和实施例的不当限制, 这些实施例和实施方案只是以举例的方式出现的, 本发明的范围仅受如下示出的权利要求的限制。