

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02823725.0

C23C 14/00 (2006.01)
C23C 14/24 (2006.01)
C23C 16/00 (2006.01)
B01J 2/24 (2006.01)

[45] 授权公告日 2007 年 12 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 100354451C

[22] 申请日 2002.11.27 [21] 申请号 02823725.0

[30] 优先权

[32] 2001.11.29 [33] US [31] 60/334,260

[86] 国际申请 PCT/US2002/038292 2002.11.27

[87] 国际公布 WO2003/046245 英 2003.6.5

[85] 进入国家阶段日期 2004.5.28

[73] 专利权人 艾弗里·丹尼森公司

地址 美国加利福尼亚州

[72] 发明人 卡尔·约瑟夫 詹姆斯·P·雷特克
霍华德·H·恩洛

[56] 参考文献

US2001038029A1 2001.11.8

WO0024946A1 2000.5.4

US6270840B1 2001.8.7

EP0081599A 1983.6.22

CN1219190A 1999.6.9

审查员 姜 鹏

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 董 敏

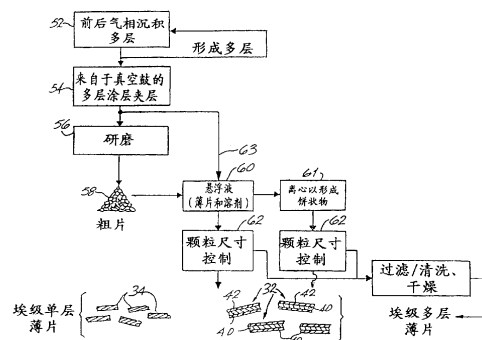
权利要求书 3 页 说明书 60 页 附图 14 页

[54] 发明名称

用于制造埃级和大纵横比的功能性薄片的方法

[57] 摘要

一种用来形成多层气相沉积薄片材料的方法，包括：提供具有真空沉积室和相邻剥离室的真空沉积设备，每个腔室中的真空压力可独立受控；使得环带形式的沉积表面穿过气相沉积室和剥离室；在气相沉积室中，使得蒸发的聚合物释放涂层材料和薄片材料的气相沉积层以交替层的形式在真空压力下沉积在沉积表面上，以便于在沉积表面上相继形成由相应的插入释放涂层隔开并沉积在其上的薄片材料层的多层气相沉积层，在连续的所述气相沉积层被沉积在沉积表面上时，沉积表面上的多层气相沉积层穿过剥离室；在剥离室中，当气相沉积室中的薄片材料和释放涂层材料的气相沉积处于空闲状态时，移除多层气相沉积层，当剥离室被保持在低于大气压力的真空压力下时从沉积表面上去除所述多层气相沉积层。



1. 一种用来形成多层气相沉积薄片材料的方法，它包括步骤：

(a) 提供具有真空沉积室和相邻剥离室的真空沉积设备，其中每个腔室中的真空压力独立受控；

(b) 使得环带形式的沉积表面穿过气相沉积室和剥离室；

(c) 在气相沉积室中，使得蒸发的聚合物释放涂层材料和薄片材料的气相沉积层以交替层的形式在真空压力下沉积在沉积表面上，以便于在沉积表面上相继形成由相应的插入释放涂层隔开并沉积在其上的薄片材料层的多层气相沉积层，在连续的所述气相沉积层被沉积在沉积表面上时，沉积表面上的多层气相沉积层穿过剥离室；以及

(d) 在剥离室中，当气相沉积室中的薄片材料和释放涂层材料的气相沉积处于空闲状态时，移除多层气相沉积层，当剥离室被保持在低于大气压力的真空压力下时从沉积表面上去除所述多层气相沉积层。

2. 如权利要求 1 中所述的方法，其特征在于，当在气相沉积室中形成气相沉积层时沉积表面在相对高的速度下行进，而当在剥离室中从沉积表面上去除气相沉积层时沉积表面减慢到相对低的速度。

3. 如权利要求 2 中所述的方法，其特征在于，气相沉积层在低于剥离室中所保持的真空压力的真空压力下被沉积在沉积表面上。

4. 如权利要求 1 中所述的方法，包括将真空沉积室中的真空压力与剥离室中的真空压力相隔离，其中通过以下步骤将多层气相沉积层从沉积表面上去除：

以与剥离室相邻并相通的方式将薄片收集设备布置于真空外壳中；

将薄片收集设备密封于真空外壳以将收集设备保持在与剥离室中的真空压力相似的真空压力环境下；以及

在薄片收集设备密封于真空外壳的情况下，在薄片收集设备中收集从沉积表面上去除的气相沉积材料。

5. 如权利要求 4 中所述的方法, 其特征在于, 薄片收集设备可在真空沉积设备外部移动以便于被密封及启封于真空外壳。

6. 一种用来形成多层气相沉积薄片材料的方法, 它包括步骤:

(a) 使得沉积表面穿过气相沉积室和相邻剥离室;

(b) 在气相沉积室中, 使得交替的释放涂层和薄片材料层的多层气相沉积层在低于大气压力的压力下沉积在沉积表面上; 以及

(c) 在沉积表面上形成多层气相沉积层之后降低沉积表面的速度, 并且, 在剥离室中, 当将剥离室保持在低于大气压力的压力下时从沉积表面上去除多层气相沉积层。

7. 如权利要求 6 中所述的方法, 其特征在于, 当减慢沉积表面并且从沉积表面上去除气相沉积层时薄片层和释放层材料的沉积是在空闲状态下操作; 当在气相沉积室中形成气相沉积层时沉积表面在较高速下操作; 当在剥离室中从沉积表面上去除气相沉积层时沉积表面减慢到较低速度; 以及气相沉积层在低于剥离室中所保持的真空压力的真空压力下被沉积在沉积表面上。

8. 一种用来形成薄片的方法, 它包括:

提供包含沉积表面的真空沉积室;

在真空沉积室中提供释放涂层源、薄片沉积源以及高能量辐射源, 每个都指向沉积表面;

以交替层的形式将来自于释放涂层源的蒸发的聚合物释放涂层和来自于薄片沉积源的薄片材料的气相沉积层在真空下沉积在沉积表面上, 以便于相继形成由相应的插入释放涂层隔开并沉积在其上的薄片材料层的多层气相沉积层;

释放涂层包括低交联密度的聚合物材料, 所述材料可在真空下被蒸发、沉积在沉积表面上并且暴露于辐射源以使得释放涂层材料固化和交联以形成光滑、连续的溶剂可溶解的屏障层和每层薄片材料层形成于其上的支撑表面; 以及

从真空室中去除所述多层气相沉积层并通过用有机溶剂处理而将其分成薄片, 所述溶剂溶解释放涂层并产生基本没有释放涂层材料

的具有光滑平坦表面的薄片。

9. 如权利要求 8 中所述的方法, 其特征在于, 薄片层包括从由元素形式的金属、无机材料以及非金属所构成的组中选择出来的气相沉积材料。

10. 如权利要求 9 中所述的方法, 其特征在于, 所述非金属包括一氧化硅、二氧化硅、或聚合体材料, 无机材料是从由氟化镁、一氧化硅、二氧化硅、氧化铝、氟化铝、铟锡氧化物、二氧化钛以及硫化锌所构成的组中选择出来的。

11. 一种用来形成毫微米级薄片的方法, 包括:

提供包含沉积表面的真空沉积室;

在真空沉积室中提供释放涂层源和薄片沉积源, 每个都指向沉积表面;

控制释放涂层源和薄片沉积源用于以交替层的形式将来自于释放涂层源的蒸发的聚合体释放涂层和来自于薄片沉积源的薄片材料的气相沉积离散岛状物在真空下沉积在沉积表面上, 以便于相继形成薄片材料层的多层气相沉积层, 所述多层气相沉积层包括由相应的插入释放涂层隔开并沉积在其上的薄片材料的离散岛状物;

释放涂层包括聚合体材料, 该材料在真空下被蒸发以形成光滑、连续的溶剂可溶解的屏障层和每层薄片材料层形成于其上的支撑表面;

从真空沉积室中去除多层气相沉积层, 以便于通过用有机溶剂处理而将其分成毫微米级薄片颗粒, 所述溶剂溶解释放涂层并产生基本没有释放涂层材料的具有光滑平坦表面的薄片。

12. 如权利要求 11 中所述的方法, 其特征在于, 使薄片材料层沉积成小于 100 毫微米厚度的离散岛状物薄片。

13. 如权利要求 11 或 12 中所述的方法, 其特征在于, 释放涂层包括热塑性聚合体材料。

14. 如权利要求 11 中所述的方法, 其特征在于, 使薄片材料层沉积成小于 500 埃单层厚度的离散岛状物薄片。

用于制造埃级和大纵横比的功能性薄片的方法

本发明的技术领域

本发明涉及用来制造埃级薄片或薄板的方法，这些埃级薄片可以用于功能性使用和装饰性使用。通过这种方法制造的某些薄片可达到毫微刻度范围。这些薄片可为金属、金属化合物、非金属或者透明薄片。所述薄片的功能性应用包括用于保护涂层，其中所述薄片可增加一定程度的刚性，从而产生修饰涂层的某种理想性能，或者其中所述薄片层可用于滤出一定波长的光，从而保护下面的着色层。反射金属薄片适用于包括油墨、颜料或者涂料的各种各样的光学应用或者装饰性应用中。所述薄片的其它应用包括微波和静电应用，以及化学加工和生物学应用。

背景技术

传统铝薄片在球磨机中进行制造，该球磨机包含钢球、铝金属、矿物油精和脂肪酸（通常为硬脂酸或者油酸）。所述钢球压平铝并且使它碎成薄片。当球研磨完成时，使得悬浮体穿过用于粒子筛选的网筛。太大以致不能通过筛网的薄片返回到球磨机中进行进一步的处理。使得具有合适尺寸的薄片穿过筛网将其引入到压滤机中，在压滤机中，将过量的溶剂与所述薄片分离开。然后，用辅助溶剂稀释滤饼。这种传统的铝薄片典型地具有大约为2到200微米的颗粒尺寸和大约为0.1到2.0微米的颗粒厚度。所述薄片的特征在于：较高的漫反射率、较低的镜面反射率粗糙的不规则薄片微表面和较低的纵横比。

用来制造金属薄片的另一个方法是用来制造在 Metalure 名称下出售的薄片的 Avery Dennison 公司的方法。在这个方法中，聚酯载体的两侧都是涂有溶剂基树脂溶液的影印版。然后将干燥过的、喷涂过的腹板输送到金属化设备中，在该设备中，使用气相沉积铝的薄膜对

喷涂片的两侧进行金属化。然后，使具有薄金属膜的片返回到喷涂设备中，在该设备中，使铝的两侧涂上溶剂基树脂溶液的第二膜。然后，将干燥过的、喷涂/金属片再一次输送到金属化设备上，从而将气相沉积铝的第二膜涂覆到该片的两侧上。为了进一步进行处理，将所产生的多层片输送到这样的设备上，在该设备处，在溶剂（诸如丙酮）中将涂料从载体上剥落下来。所述剥落操作使连续层破碎成含在悬浮体中的颗粒。在悬浮体内，溶剂使聚合物从金属层之间析出。然后，使悬浮体经受声波处理和离心作用，从而除去溶剂和溶解的涂料，留下接近 65% 的固体的浓缩铝薄片的饼状物。然后将该饼状物稀释在合适的溶媒中，并且通过均化作用使其成为用于油墨、颜料和涂料中的控制尺寸的薄片。通过这个方法所产生的用于可印刷应用（如油墨）中的金属薄片的特征在于：具有大约为 4 到 12 微米的颗粒尺寸和大约为 150 到 250 埃的颗粒厚度。用所述薄片所制成的涂料具有较高的镜面反射率和较低的漫反射率。所述薄片具有光滑的镜状表面和较高的纵横比。与通过其它方法所制造的金屬薄片相比较，所述涂料在所涂覆的每磅薄片中还具有较高程度的覆盖范围。

还在聚合物/金属真空沉积方法中制造所述薄片，在该方法中，气相沉积铝薄层形成于薄的塑料载体片上（诸如如聚酯或者聚丙烯），其中在气相沉积铝层之间具有交联的聚合物的插入层。所述交联聚合物层通常是以蒸发丙烯酸酯单体形式而沉积出的聚合丙烯酸酯。多层片材料被磨碎成可用于它们的光学性能的多层薄片。由所述多层薄片所制成的涂料旨在具有较高的漫反射率和较低的镜面反射率。当制成油墨时，所述薄片具有较小的纵横比和不期望的低不透光性。

本发明的一个目的是减少制造步骤的数量和减少形成较高纵横比的、高度反射的金属薄片的制造费用，尽管该方法还降低了制造如下所述的其他薄片状材料的成本。

除金属薄片之外，还存在许多玻璃（ SiO_2 ）薄片的工业应用。传统玻璃薄片通常具有约 1 到 6 微米的厚度范围和约 30 到 100 微米的直径。这些玻璃薄片可用于聚合体和涂料的添加物以提高各种功能特性。

这包括例如将玻璃薄片作为添加剂添加以制造更薄、更光滑的涂料。本发明的一个目的是制造非常薄、平坦、光滑的薄片，诸如金属或玻璃薄片，例如，以利用它们在聚合体、涂层和膜中的各种功能特性。

授权给 Weinert 的美国专利 6,270,840 披露了一种制造金属薄片的方法，所述方法集中在从沉积表面上去除真空沉积薄片材料的方法的改进上。所述专利披露了将薄片材料应用于环带的方法，所述环带穿过沉积室，并进入到独立的与之相邻的剥离室中。使得沉积室中的真空压力保持在高于相邻剥离室中的真空压力的水平，但是在使用过程中，两个室都被保持在低于大气压力下。该方法的一个目的是降低与任意一个腔室中的中断操作相关的能源成本，所述中断操作将需要打破其真空压力，随后再将所述腔室抽空到其有效真空压力水平。一个示例为，沉积室被周期性地与大气连通以便于取出气相沉积材料以进行进一步的加工，诸如从沉积表面上去除所述材料以将其变成为薄片。Weinert 的方法是连续方法，其中一层薄片材料被沉积在环带上，然后在在环带每次穿过沉积设备时在相邻剥离室中将其从所述环带上去除。为了保持该连续方法，剥离室包括被容纳在所述腔室中的剥离台，所述剥离台用于将所述薄片材料浸入在一种溶剂中、释放材料的分解、高压薄片去除技术、清洗并收集薄片材料。

本发明通过提供半连续方法而在 Weinert 的方法上进行了改进，在所述方法中，在气相沉积室中可形成数千层薄片材料，然后通过将所述多层气相沉积物转到独立的与之相邻的用于去除薄片材料的剥离室中而周期性地将其整体取出。由于在相邻腔室中被去除之前可在高速下沉积数千层薄片材料，因此降低了能源成本和制造时间，并且所述程序也是在低于大气压力下连续地操作的。

本发明的概述

本发明包括薄片形成过程，在该过程中，多层膜被施加到薄的、挠性聚合载体片（诸如聚酯）上，或者被施加到精加工过的金属铸造表面（诸如金属转鼓）上。在每种情况下，都是在真空沉积室内执行

该方法。在一个实施例中，其中多层膜被施加到聚酯载体片（PET）中。真空室配置有多个沉积源。沉积源可在电阻或者 EB 加热所导致的升高的温度下进行气化作用。可以从腔室中排空空气，而 PET 膜以展开的方式通过涂料和沉积源，同时保持与冷却鼓进行接触。材料的交替层可被施加到移动的 PET 腹板上。一个例子是有机溶剂可溶解的气相沉积热塑性聚合物释放材料（具有大约为 100 到 400 埃的沉积厚度），继之以一层诸如铝的金属（具有大约 5 到 500 埃的沉积厚度），接着是另一层溶剂可溶解释放材料。例如用于制造薄片的其它金属、金属合金或者无机化合物可以代替铝。通过使腹板通道反向和使第二涂料源无活性、然后重复第一步骤，可在不会破坏真空度的情况下将许多层施加到 PET 上，这可增加生产力。通过在涂料和金属沉积源之间加入两个辅助沉积源而使辅助保护层可沉积在铝层的每一侧上。将多层涂覆的 PET 引入到有机溶剂剥离程序中，从而从 PET 中除去夹层。通过有机溶剂使得聚合体释放涂覆材料溶解，从而留下基本没有释放材料的沉积薄片材料。然后使溶剂进行离心作用，从而形成浓缩薄片的饼状物。

在另一个实施例中，使用相同的涂料和沉积技术将交替层直接施加到装在真空沉积室中的释放涂覆的冷却鼓上。转动该鼓使之通过涂料和沉积源从而形成交替层形式的气相沉积热塑性释放材料和薄片材料的多层夹层片。然后，在有合适的搅动情况下或者没有合适的搅动的情况下将所述多层片直接加入到有机溶剂中从而形成薄片；或者可将其磨碎成粗片，可对所述粗片进行空气磨碎从而进一步减小颗粒尺寸，然后将其加入到溶剂悬浮体中以使得剩余层被分离。可通过离心作用除去溶剂，从而形成基本没有任何释放材料的浓缩金属薄片的饼状物。然后可在优选溶媒中稀释该浓缩薄片的饼状物或者溶剂和薄片的悬浮体、对其进行进一步的定尺寸及进行搅匀，以便于最终使用在墨水、颜料、塑料或者涂料中。

本发明的另一个实施例包括用于在真空沉积室中制造释放涂覆耐热聚合物载体片的方法。所述载体片可包括如上所述的聚酯（PET）

腹板。释放涂层包括气相沉积在聚合物载体上的有机溶剂可溶解热塑性聚合物材料。所述释放涂覆载体提供挠性光滑刨平的载体，诸如金属或玻璃的气相沉积薄片材料在所述载体的基础上提供用以制造埃级薄片的有效释放表面。当通过合适的有机溶剂将其从热塑性释放涂层上解除下来时，所述薄片极薄并且极平。

本发明的其他实施例包括用于控制气相沉积热塑性聚合物释放涂层材料到真空室中的输送的技术。这些包括转鼓、加热器部件和E-beam（电子束）实施例；几个实施例包括用于将聚合体涂覆在线上的线供给机构，所述线被供给到真空室中并被加热以使得聚合体蒸发并使其沉积在转鼓或其他载体表面上。

其他实施例包括通过本发明制成的埃级颗粒的应用，所述埃级颗粒包括用于控制挡板材料中的水蒸气传输率的薄片，还包括电应用，其中埃级颗粒可用于制造具有极高电容力的结构。

依照本发明的另一个实施例，用于气相沉积多层薄片材料并将其从沉积表面上去除的设备和方法包括与剥离室相邻的气相沉积室。所述两个腔室被真空闸分开以使得可在每个腔室中保持分离的、可独立控制的真空压力。最好为环带形式的沉积表面穿过真空沉积室，通过真空闸并进入到剥离室中。在一个实施例中，真空沉积室和剥离室被保持在低于大气压力的真空压力条件下。真空沉积室包括多个气相沉积源，用于当环带穿过真空沉积室时将薄片材料层和所形成的相应释放涂层施加于其上。由于薄片材料的多层气相沉积物和相应的释放涂层被形成在环带上，因此可在没有从所述环带上去除气相沉积物的情况下使得环带穿过剥离室。

在剥离室中借助于薄片层剥离设备将多层气相沉积物周期性地从带上剥离，所述剥离设备去除气相沉积物并收集气相沉积物以便于进一步将其加工为薄片。在一个实施例中，剥离室中的真空压力被保持在高于气相沉积室中真空压力的真空压力下，但是被保持在低于大气压力的真空压力下。

在一个实施例中，当气相沉积环带上的薄片和释放涂层时，使得

环带在高速下运行。当周期性地从环带上剥离多层气相沉积物时，当在剥离室中从环带上去除气相沉积材料时环带速度被减慢。

尽管有几种技术可用于从环带上剥离多层气相沉积物，在一个实施例中，可移动摇架在真空外壳中被保持在基本与剥离室中真空压力相同的真空压力下。所述摇架被密封在剥离室中，并且剥离机构从环带上去除气相沉积材料以便于将其收集在所述摇架中。然后从剥离室中移除摇架，并且真空闸将剥离室密封于外部，从而将内部压力保持在大气压力下。

参照下面的详细描述和附图可以更加充分地理解本发明的这些和其它方面。

附图的描述

图 1 是示意性的功能方块图，示出了用于制造金属薄片的现有技术的方法。

图 2 是示意性的正视图，示出了本发明所涉及的方法的第一实施例中用于施加多层涂料的真空沉积室。

图 3 是示意性横剖视图，示出了本发明的多层片材料的一个实施例中的层的顺序。

图 4 是示意性横剖视图，示出了根据本发明另一实施例所制造出的多层片材料。

图 5 是功能方块图，示意性地示出了本发明的第一实施例中的处理步骤。

图 6 是示意性横剖视图，示出了通过本发明的方法制造的单层金属薄片。

图 7 是通过本发明方法制造的多层薄片的示意性横剖视图。

图 8 是示意性正视图，示出了用来制造本发明的金属薄片的第二实施例。

图 9 是功能方块图，示意性地示出了用于用根据本发明第二实施例所制造的多层材料制造金属薄片的处理步骤。

图 10 是示出了钟罩真空室的半图表式正视图。

图 11 是示出了包含转鼓和加热器部件组合的真空室的半图表式侧视图。

图 12 是图 11 中所示的转鼓和已加热的聚合物蒸汽室的侧视图。

图 13 是示出了与线进给设备相结合的与图 11 和 12 相似的真空室和加热器部件组合的半图表式侧视图，所述线进给设备用于将聚合物释放涂层材料递送到真空室中的转鼓表面。

图 14 是图 13 中所示的真空室和加热器部件组合的侧视图。

图 15 是用于将聚合物释放涂层材料输送到真空室中的线进给机构和蒸汽管组合的一个实施例。

图 16 是图 15 中所示的加热的聚合物蒸汽管和转鼓的侧视图。

图 15A 和 16A 是图 15 和图 16 中所示的线进给机构的替换实施例。

图 17 是示出了用于将聚合物基底涂层材料输送到真空室中的加热熔化管设备的半图表式侧视图。

图 18 是示出了图 17 中所示的加热的聚合物蒸汽管和转鼓的侧视图。

图 19 是示出了用于制造本发明原理所涉及的具有聚合物释放涂层的载体半材料的方法的半图表式侧视图。

图 20 是示出了用于将聚合物释放材料输送到真空室中的熔化泵方法的半图表式正视图。

图 21 是示出了用于气相沉积多层气相沉积物以及从保持在低于大气压力的真空压力下的独立真空室中的环带上去除所述多层气相沉积物的方法的半图表式侧视图。

图 22 是与图 21 相似的半图表式侧视图，示出了密封于剥离室的气相沉积物收集装置。

图 23 是与图 21 和 22 相似的半图表式侧视图，但是示出了从环带上剥离多层气相沉积物并将其收集在密封的收集装置中的顺序的进一步的步骤。

详细描述

为了更好地理解本发明的某些方面，因此参照图 1，图 1 示出了根据当前 Avery Dennison 公司用来制造薄片（该片以 Metalure 的名称来出售）所使用的方法来制造金属薄片的现有技术方法。根据这个现有技术方法，聚酯载片 10 的两侧是影印版，该影印版在 12 处涂有溶剂基树脂溶液 14。然后，将干燥过的喷涂腹板输送到金属化装置 16 中，在该金属化装置 16 中，用气相沉积铝薄膜对喷涂过并且干燥过的载片的两侧进行金属化。然后，为了进一步处理，将所得到的多层片输送到位于 18 处的装置中，在那里，在溶剂（诸如丙酮）中从载体上剥去涂料，从而形成以溶剂为基的悬浮液 20，而该悬浮液 20 使涂料从薄片溶解出来。然后，使得该悬浮液经受声波处理和离心作用，从而除去丙酮和溶解的涂料，并留下浓缩铝薄片的饼状物 22。然后，将这些薄片在溶剂中稀释，并且诸如通过搅匀在 24 处经受颗粒尺寸控制。

已经证明该方法在制造具有高纵横比和高镜反射率的极薄金属薄片的方面非常成功。（纵横比是平均颗粒尺寸除以平均颗粒厚度的比率）尽管 Metalure 过程是成功的，但是最理想的是应减少生产费用，因为喷涂过的腹板在影印版涂覆装置和金属化装置之间的重复输送增加了生产费用。另外还存在与 PET 载体有关的生产费用，因为该载体在剥离操作之后不会再重复利用。

图 2 到图 5 示出了用于制造图 6 和 7 中所示的金属薄片的方法的一个实施例。如以下所述的，该方法还可用于制造玻璃薄片，如以下所述的，该方法还可用于制造毫微球。图 2 示出了真空沉积室 30，该沉积室 30 装有利于制造图 7 的多层涂覆薄片 32 的合适的喷涂和金属化设备。另一方面，可将图 2 的真空室中的某喷涂设备停用而制造图 6 的单层薄片 34，通过下面的描述可明白这些。

再一次参照图 2，真空沉积室 30 包括真空源（未示出），该真空源传统地用来排空这种沉积室。最好地，该真空室还应包括辅助涡轮泵（未示出），该泵用于在不破坏真空度的情况下将室内的真空度保持在必需的水平上。该室还包括冷淬的抛光金属鼓 36，在该金属鼓 36

上形成有多层的夹层 38。首先参照图 7 中的制造薄片 32 来描述本发明的这个实施例，在一个实施例中，这些薄片 32 包括结合到金属膜的两侧上的内部金属化膜层 40 和保护涂层的外层 42。保护涂层可包括无机材料或聚合物材料，这两种材料都在真空下被气相沉积。

真空沉积室包括合适的涂料和气相沉积源，该气相沉积源环绕着鼓沿圆周方向隔开，从而以以下顺序将溶剂可溶解的释放涂料、保护性外层涂料、金属层、金属层的另一保护外层涂料以及另一释放层施加到鼓上。更具体地说，包含在真空沉积室中的涂料和沉积设备的这些源包括（参照图 2）释放系统源 44、第一保护涂料源 46、金属化源 48 和第二保护涂料源 50。这些涂料源和/或沉积源绕着转鼓沿圆周方向隔开，因此当鼓转动时，可形成薄层，从而诸如按如下顺序形成多层喷涂夹层 36：释放-涂料-金属-涂料-释放-涂料-金属-涂料-释放等。图 4 中示意性地示出了形成在多层夹层 38 中的层顺序，图 4 还示出了在那种情况下作为载体的鼓 36。

在一个实施例中，释放涂料可为溶剂可溶解的，但是该释放涂料可被铺设成用于将金属或玻璃薄片层相互分开的光滑均匀的载体层，提供用于沉积插入金属或玻璃薄片层的光滑表面，并且当稍后将金属或玻璃薄片层相互分开时，可例如通过溶解光滑表面而分开。释放涂料是具有玻璃态转化温度（ T_g ）或者熔化阻力的溶解材料，该熔化阻力足够高，以使得沉积金属层（或者其它薄片层）的冷凝热量将不会熔化前面沉积的释放层。除汽化金属或玻璃薄片层的冷凝热量之外，该释放涂料必须还能够承受真空室中的环境热量。释放涂料被施加在这些层上，从而交织各种材料和材料叠层，从而允许它们稍后借助于溶解释放层来分开。尽可能薄的释放层是理想的，因为它更加容易溶解并且在最终产品中所留下来的残余物更少。各种打印和涂料系统的兼容性也是理想的。这些释放涂料可为溶剂可溶的聚合物，最好是热塑性聚合物，该聚合物在有机溶剂中可溶解。尽管释放涂料源 44 可包括用于将聚合物材料作为热熔层施加到鼓上或直接将释放涂层聚合物挤压在鼓上的合适的喷涂设备，但是在优选实施例中，释放涂涂层设

备包括气相沉积源，该气相沉积源雾化合适的单体或者聚合物，并且将其沉积在鼓上或者夹层上。下面描述了用于将聚合物释放涂层施加到沉积表面上的气相沉积设备的各种示例。当释放材料接触激冷的鼓或者接触预先形成在激冷鼓上的多层夹层时，剥离材料冷冻到凝固。形成于鼓上的多层膜具有这样的厚度：该厚度足够厚从而使激冷的鼓将足够的热量通过该膜，从而可有效地固化沉积在金属或玻璃薄片层的外表面上的释放涂料。另一种聚合物释放涂料可为轻微交联的聚合物涂料，该聚合物涂料在不可溶解的同时将在合适的溶剂中膨胀并且与金属或玻璃薄片材料分离。此外，可溶解的释放材料可包括通过链延长而非通过交联进行聚合而形成的聚合物材料。

目前优选的聚合物剥离涂料是苯乙烯聚合物、聚丙烯树酯或它们的混合物。如果能够在对剥离性能没有不利影响的情况下进行喷涂或者蒸发，那么纤维素可为合适的释放材料。

目前用来溶解聚合物释放层的优选有机溶剂包括丙酮、乙酸乙酯和甲苯。

再参照图 2 中所示的制造薄片的过程，以及随后的释放涂层的施加，鼓移过第一保护涂料源 46，从而将保护层施加到释放涂层上。这种保护层可为气相沉积功能单体（诸如丙烯酸盐或者甲基丙烯酸酯材料），然后通过 EB 辐射或者类似作用使该单体固化，从而使涂料交联或者聚合；或者保护材料可为薄层辐射固化聚合物，该聚合物稍后被分解成薄片。另一方面，保护层可为气相沉积的惰性的、不可溶解的无机材料或玻璃薄片材料，该无机材料或玻璃薄片材料形成了粘接到金属层的两侧上的较硬透明涂层。理想的保护涂料是较硬的防渗透材料，该防渗透材料可被沉积在具有金属（如铝）的交替层上，从而提供了一定程度的防磨、耐气候性和防水及防酸。下面会描述保护材料的例子。

然后，转鼓将涂料输送到金属化源 48 中，从而使一层金属（诸如铝）在涂料层上气相沉积。许多金属或者无机化合物可以沉积为由其它材料和释放层所交织起来的薄膜，因此它们在以后可以分离成薄金

属片。除了铝之外，这些材料包括铜、银、铬、镍铬合金、锡、锌、铟和硫化锌。金属涂料还可包括多方向反射增强叠层（高度反射材料层）或者通过沉积控制厚度和折射率的合适层而构成的光学过滤器。

然后，转动鼓将该叠层送过第二涂料源 50，从而通过气相沉积再一次将类似的保护涂层施加到金属化膜上，并且使较硬的保护聚合物材料固化或者气相沉积无机材料。

然后，鼓的转动将夹层材料输送一周并且再一次顺序地通过释放涂料源等，从而形成喷涂过的金属层。

诸如氧化物和氟化物等无机材料也可被沉积源 48 气相沉积，以便于产生可被分离和制成为薄片的薄层。所述涂层包括氟化镁、一氧化硅、二氧化硅、氧化铝、氟化铝、氧化铟锡以及二氧化钛。

合适的沉积源包括 EB、电阻器、阴极真空喷镀和等离子体沉积技术，从而沉积金属、无机物、玻璃薄片材料和聚合物的薄涂层。

在多层夹层形成于真空沉积室中后，就准备将其从鼓中除去并且进行进一步的处理（图 5 所示）。

在图 5 中的 52 中示出了形成多层夹层的连续过程。然后，通过这样的过程将多层夹层在 54 处从鼓中剥离下来：在该过程中，通过剥离材料分离的这些层被分裂成为各个层。通过将其直接加入到有机溶剂中或者通过压碎和研磨或者刮削来剥离这些夹层。在所示的实施例中，多层夹层在 56 处经受研磨，从而形成粗片 58。然后，使这些粗片 58 与悬浮体 60 中的适合溶剂进行混合，从而溶解来自多层片 32 的表面中的释放涂层材料。另一方面，可将多层夹层从鼓中剥离下来，并且通过将分层材料直接加入到 60 处的溶剂的步骤 63 而将其分成各个层。如此选择供应到真空沉积室中的释放涂料，即，通过悬浮体处理中的溶剂使释放材料从这些薄片可溶解。在一个实施例中，悬浮体经受离心步骤 61，以便于去除溶剂或者水，从而形成浓缩薄片的饼状物。然后，在颗粒尺寸控制步骤 62 中，可在优选的溶媒中稀释浓缩片的饼状物，从而例如为薄片在油墨、颜料或者涂料中最终使用进行进一步定尺寸和使之均匀化。另一方面，可在溶剂中（在没有离心的

情况下)稀释薄片并且在 62 处使其经受颗粒尺寸控制。

作为另一种处理技术,多层夹层可以从鼓中除去,并且被“空气”(应使用惰性气体防止起火或爆炸)磨碎或减小到较小颗粒尺寸,接着在两级溶剂过程中处理该材料。首先,在溶解释放涂料层时,少量的溶剂被用来开始膨胀过程。然后,加入不同的第二溶剂作为最后的溶剂,从而完成释放涂料溶解过程并且提高与完工油墨或者涂料的相容性。这个过程避免了后面的离心和搅匀步骤。

在另一个使用图 2 的真空室 30 设备的实施例中,可省去保护涂料源 46 和 50,并且该过程可用于形成图 6 中所示的单层薄片 34。在这种情况下,在鼓 36 上形成用以形成多层夹层 38 的层包括释放-金属-释放-金属-释放等连续层,等等,如图 3 中 64 处所示的。或者,单层薄片可包括如上所述的无机物或玻璃薄片材料层。

许多不同的材料和材料的叠层可被构成得使得可由可溶的释放层来夹持它们,而后允许利用溶解释放材料来将其相互分开。这些结构的例子是:(1)释放/金属/释放;(2)释放/保护层/金属/保护层/释放;(3)释放/非金属层/释放;及(4)释放/多方向反射增强叠层/释放。

图 8 和 9 示出了用来形成图 6 或者图 7 中所示的薄片的另一过程。在图 8 所示的实施例中,处理设备包括气相沉积室 66,该室 66 装有激冷转鼓 68 和挠性不溶聚酯载体膜 70,该膜从第一可逆缠绕台 72 环绕着鼓表面的长度延伸到第二可逆缠绕台 73。通过两个空转辊 74 来控制缠绕在鼓上的长度。这个真空室还包括标准真空泵和辅助涡轮泵,从而在喷涂操作过程中保持真空度。鼓的转动使聚酯膜按以下顺序移过第一释放涂料源 76、第一保护涂料源 78、金属化源 80、第二保护涂料源 82 和第二剥离涂料源 84。因此,当鼓相对于图 8 沿反时针方向进行转动时,聚酯载体的整个长度从台 72 中解开,并且在从源 76、78、80、82 和 84 中顺序地通过喷涂过程之后,缠绕在台 73 上。然后,通过使腹板轨道反向并且使第二剥离涂料源 84 不动并且然后重复第一步骤来使聚酯载体重新缠绕,但是是以反向(顺时针方向)缠绕,因此接下来按以下顺序从源 82、80、78 和 76 中施加这些涂料。然后,

将整个 PET 涂膜缠绕在台 72 上，然后重复这些步骤的顺序，从而以与用于形成图 4 中的多层夹层 38（以及图 7 所形成的涂覆过的金属薄片 32）相同的顺序在膜上形成层。

另一方面，在形成图 6 的单层金属或玻璃薄片的情况下，通过使保护涂料源 78 和 82 不动使图 3 中所示的多层夹层 64 形成于聚酯载体 70 上。

图 9 图解了形成于聚酯膜上的多层涂料夹层 86 的处理过程，该多层涂料夹层 86 可以从真空室 66 中去除，并且被引入到 88 处的有机溶剂剥离过程中，从而从 PET 中去除夹层材料。然后，使溶剂经受离心作用从而形成浓缩薄片的饼状物 90，该饼状物 90 稍后在 92 处经受颗粒尺寸控制（搅匀）。

多层夹层材料可沉积于其上的合适载体必须确保薄层沉积物是光滑的并且是平的。可与不锈钢或者是镀铬的金属鼓、带或者板一起使用具有较高拉伸强度并且可以防高温的聚酯膜或者其它聚合膜。

在本发明的一个实施例中，为了有利于形成于多层夹层材料上的片层的后续分离，因此施加了聚合释放涂料。现有技术中在聚合物/金属气相沉积过程中使用粘接于气相沉积金属层之间的交联聚合层抑制了金属化层在后面分离成薄片。诸如通过 EB 固化而使聚合层进行聚合作用可以防止后来的聚合层的再溶解，因此铝薄片层不容易分离。在这个过程中，在真空沉积室的真空作用下，使插入聚合层汽化或沉积。聚合物释放材料最好是具有较小的流动粘性、相对较小的分子量的非常透明的聚合物或者单体，该聚合物或者单体实质上不含有任何可能在喷涂过程中散发出的挥发性物质。这种材料最好不是包括添加剂、溶剂或者类似物在内的不同聚合材料的混合物。当聚合材料被加热到它的熔化温度或者喷涂温度或者沉积温度时，真空室内的真空泵的连续操作不会受到挥发性物质的不利影响。优选的释放涂料促进了交替的真空沉积金属或玻璃薄片层之间的中间涂层的分离。该释放层通过溶解在合适有机溶剂中来实现这个目的。该释放材料也被金属化，并且还需要足够粘性来使叠层形成于转鼓上，以及可进行 EB 汽化。理

想的释放涂料一定具有足够大的分子量或者抵制熔化的阻力，以使其可防止热量形成于鼓上或者其它载体上而不会变得可以流动。热量的形成不仅来自沉积在释放层上的金属，而且还来自腔室内部沉积源的操作。释放涂料防止流动的能力可确保形成具有较高亮度的薄片，因为金属沉积于其上的释放涂料表面保持光滑。释放材料还必须是这样的：它可经受得住 EB 沉积的热量。它必须不是这样的材料（诸如某种小分子量材料）：它对保持在腔室内的真空压力产生不利影响，即，导致室内失去真空。为了在不破坏真空的情况下保持形成速度而要求在腔室内保持最小操作真空度。在后面的使用有机溶剂剥离和处理期间，实际上所有释放涂料都可从薄片上除去。但是，在这样的情况下，即，在薄片金属层破碎成颗粒之后一些较小量的释放涂料可保持在薄片上，特别地，如果这些薄片接着可用在可混溶这些片的聚丙烯墨水或者涂料或者喷涂系统中，那么该系统可以承受来自剥离涂料的一些残留物。

参照图 2 的实施例，通过将涂料直接施加到转鼓上而形成多层夹层，这是理想的过程，因为它的生产费用低于喷涂 PET 载体的过程。每个这种循环包括：破坏真空、取出夹层从而进行真空室外的处理及再抽真空。在形成层时运行该过程的速率可以从大约每分钟 500 英尺改变到每分钟 2000 英尺。只有真空内的金属化可以高速进行。

在生产单层金属薄片的这些实施例中，这些薄片具有较高的纵横比。这部分地归功于从金属化薄片干净地除去插入的释放涂层的能力。就粘接于金属层之间的热固性或者交联聚合层而言，这些层不易分离并且所得到的薄片具有较小的纵横比。在一个实施例中，本发明的过程形成单层反射铝薄片，该铝薄片约 5 到 500 埃厚并且它的颗粒尺寸为约 4 到 12 微米。

为涂层施加最好大约 0.1 到大约 0.2 微米的极薄层的释放涂层材料，并且为 EB 沉积层施加大约 100 到 400 埃的极薄层的释放涂层材料。

在金属薄片相对侧上涂有具有保护聚合膜层的这些实施例中，施

加了大约 150 埃或者更小厚度的保护涂料层。优选的保护涂层材料是二氧化硅或者一氧化硅，也可能是氧化铝。其它保护涂层可包括氟化铝、氟化镁、氧化铟锡、氧化铟、氟化钙、氧化钛和冰晶石。优选的保护涂层是这样的：它与其中主要使用这些薄片的墨水或者喷涂系统相容。尽管这种多层薄片的纵横比仍然高于传统薄片的纵横比，但是在金属薄片上使用保护涂层将减小完工的薄片产品的纵横比。但是，这些薄片的刚度大于单层薄片，并且由喷涂过透明玻璃形金属薄片所提供的这种刚度在一些情况下可使喷涂过的薄片有利于流化床化学气相沉积（CVD）过程，从而将某光学或者功能性涂料直接施加到这些薄片上。OVD 涂料是一个例子。CVD 涂料可被加入到这些薄片，从而防止薄片易于被其它化学物质或者水腐蚀。还可以生产有色薄片，诸如涂有金或者氧化铁的薄片。喷涂过的薄片的其它用途是防潮薄片和微波活性应用，在所述防潮薄片，这些金属薄片被包围在外保护涂层内，而在微波活性应用中，包围的外涂层防止金属薄片产生飞弧。这些薄片还可用在静电涂料中。

在另一实施例中，可能存在这样的一些情况：在这些情况下，释放涂层包括某些交联树脂材料（诸如借助于 UV 或者 EB 固化而交联到固体中的丙烯单体）。在这种情况下，从鼓上除去多层夹层，或者当在载体上时，它用这样的某些材料来处理：这些材料诸如通过破坏由交联材料构成的化学键使释放涂层解聚。这个过程允许使用传统设备，而这些传统设备使用 EB 或者等离子体技术进行气相沉积和固化。

本发明的方法可在较高的生产速度和较低的费用下生产反射薄片。本发明所生产出的未喷涂过的薄片可具有较高的纵横比。这里的纵横比被定义为颗粒尺寸对高度的比率，并且平均薄片尺寸约为 6 微米 $\times$ 200 埃（1 微米 = 10000 埃），纵横比是 60000/200 或者大约为 300:1。这种较大的纵横比可比得上前面所描述的 Metalure 薄片。对于在薄片的两侧上涂有保护层的这些实施例而言，这些片的纵横比接近 60000/600 或者大约为 100:1。

本发明的方法还可以制造出压花薄片。在这种情况下，载体或者

沉积表面（鼓或者聚酯载体）可被压印出全息摄影或者衍射光栅结构或者类似物。第一释放层将复制该图案，并且后来的金属或者其它层和插入释放层将复制相同的图案。该叠层可以被剥离并且形成压印薄片。

加速本发明所制造的薄片产品的生产的一个方法使用了由气塞分开的三个并列真空室。中间室装有鼓和用来将薄片材料和释放涂料的这些层施加到鼓上所需的沉积设备。当沉积循环完成时，鼓和涂料通过气塞从沉积室中被输送到真空室下游处，从而保持两个室中的真空。然后使中间室被密封。然后，使装在上游室内的鼓移到中间室中，从而进行进一步的沉积。该鼓移过气塞从而保持两个室中的真空。然后，使中间室被密封。位于下游室内的、喷涂过的鼓被移除、剥离它的沉积层、进行上游室内的清洁和更换。该方法使得可在不破坏其真空度的情况下在中间真空室内进行连续喷涂。

例子 1

下面的多层结构被如此构成：释放层/金属/释放层。该释放层是 Dow 685D 挤压级苯乙烯树酯，而金属层是材料研究公司 90101E - AL000 - 3002 的铝。

该结构重复 50 次，即铝和苯乙烯释放涂料的交替层。

用在释放层中的苯乙烯以下面为条件：

苯乙烯颗粒被熔化并且在真空烘箱内在 210℃ 下处理 16 小时，然后移动到干燥器中进行冷却。

铝片作衬的石墨坩埚用来容纳这种材料。

该坩埚被放置在铜衬的 Arco Temiscal 单包电子束枪膛内。

铝颗粒被熔化在铜衬的 Arco Temiscal 四包电子束枪膛内。

电子束枪是 15KV Arco Temiscal 3200 负荷锁系统（Load-lock system）的部分。SKC 的两密耳 PET 膜被切成直径为 3/17 英寸圆，并且连接到设置在真空室内的 17 英寸直径不锈钢的行星盘上。该室被关闭并且被粗加工到 10 微米，然后低温抽吸到 5×10^{-7} 托的真空度。

释放材料和金属材料在交替层中进行气相沉积。该释放层首先被沉积 200 埃（正如通过 Inficon IC/5 沉积控制器来测量一样）。释放层之后气相沉积 160 埃（也是通过 IC/5 控制器来测量）的金属层。铝层的控制器通过具有绿色滤光片的 MacBeth TR927 透射密度计来进行标定。如所述一样，这个结构被重复 50 次。当通过 MacBeth 密度计来测量时，气相沉积铝层具有 1.8 到 2.8 光学密度的较好厚度。这个值通过光透射读数来测量出金属膜的不透明度。

当沉积完成时，该室被氮通到大气压力下，并且去除 PET 盘。用乙酸乙酯来冲洗这些盘，然后使用 IKA Ultra Turrax T45 来搅匀，从而得到 3×2 微米（在图像专业人员（Image-pro）加上图像分析器上进行测量）的颗粒尺寸，该分析器使用了 20X 物镜和平均 400 颗粒的系列。

然后，分散到油墨中，并且放到用于 ACS 光谱仪实验中的 Lenetta 卡片中。这个实验测量薄片亮度。对于这种特殊产品而言，大约超过 68 的 ACS 值被认为是理想的。对于 Metalure 控制而言，ACS 读数是 69.98，而对于一次配制的份量而言，是 70.56。这些油墨在透明的聚酯上进行收缩，并且对于一次配制的份量而言，密度读数为 0.94，而对于 Metalure 控制而言，读数是 0.65。在使用绿色滤光片的 MacBeth 密度计上取得了读数。

例子 2

下面的多层结构被构成得：释放层/保护涂层/金属/保护涂层/释放层。

三个分离的结构被如下构成：

结构 1

REL	Dow 685D
PROT	Cerac 氧化硅 S - 1065
MET	材料研究公司.90101E-AL000-3002
PROT	Cerac 氧化硅 S - 1065

REL Dow 685D

结构 2

REL Dow 685D

PROT Cerac 氧化铝 A - 1230

MET 材料研究公司.90101E-AL000-3002

PROT Cerac 氧化铝 A - 1230

REL Dow 685D

结构 3

REL Dow 685D

PROT Cerac 氟化镁 M - 2010

MET 材料研究公司.90101E-AL000-3002

PROT Cerac 氟化镁 M - 2010

REL Dow 685D

通过例子 1 中所描述的相同方法使该结构重复 10 次,并且该结构被估计为喷涂过的保护薄片,即,这个实验表明,可通过在可溶解释放材料的插入层之间的真空室内的载体上形成薄片材料层来构成具有光学效用的多层薄片,在所述多层薄片,连续形成薄片层(在没有破坏真空的情况下),同时从在真空室内操作的沉积源中沉积释放层和薄片层,接着进行剥离和颗粒尺寸控制。

例子 3

下面的多层结构如下构成:

结构 1

REL Dow 685D

NONMET 氧化硅 S - 1065

REL Dow 685D

结构 2

REL Dow 685D

Stack 二氧化钛 Cerac T-2051

Stack 氧化硅 Cerac S-1065+氧
MET 材料研究公司.90101E-AL000-3002
Stack 氧化硅 Cerac S-1065+氧
Stack 二氧化钛 Cerac T-2051
REL Dow 685D

通过例子 1 中所描述的相同方法使该结构重复 10 次。这个实验表明，气相沉积过程可在真空室内的插入剥离涂层之间形成光学叠层的形成层，接着进行剥离和颗粒尺寸控制，这产生了具有如应用为油墨和涂料的效用的薄片。

例子 4

下面的结构可为可能的装饰薄片的结构：

结构 1

REL Dow 685D
Stack 氧化铁 Cerac I-1074
Stack 氧化硅 Cerac S-1065+氧
Stack 氧化铁 Cerac I-1074
REL Dow 685D

结构 2

REL Dow 685D
Stack 氧化铁 Cerac I-1074
Stack 氧化硅 Cerac S-1065+氧
MET 铝材料研究公司.90101E-AL000-3002
Stack 氧化硅 Cerac S-1065+氧
Stack 氧化铁 Cerac I-1074
REL Dow 685D

这些结构还可以用于测向彩色角度转换。

例子 5

使用 EB 源使聚合释放涂层沉积在真空室内，并且涂有气相沉积铝层。

制造下面的结构：

结构 1

Dow 685D 苯乙烯树酯在烘箱内在 210°C 下被处理 16 小时。该材料以 200 到 400 埃的厚度而被 EB 沉积在聚酯上，并且被金属化 2.1 到 2.8 密度的一层铝。

结构 2

固特异（Goodyear）的 Piolite AC 苯乙烯/丙烯酸盐在 190°C 下被处理 16 小时。该材料以 305 埃的涂料重量而被 EB 沉积在聚酯上，并且被金属化 2.6 密度的一层铝。

结构 3

美国 Dianol 的 BR-80 丙烯酸系共聚物在 130°C 下被处理 16 小时。该材料以 305 埃的厚度而被 EB 沉积在聚酯上，并且被金属化 2.6 密度的一层铝。

结构 4

Dow 685D 苯乙烯树酯在 210°C 下被处理 16 小时。该材料以 200 埃的厚度而被 EB 沉积在聚酯上，并且被金属化 2.3 密度的一层铝。重复这个步骤从而形成通过插入释放涂层而分开的 10 层的铝叠层。

使用乙酸乙酯溶剂使这些层状材料从 PET 载体上被剥离下来，并且在 T8 实验室搅匀器中使这些材料减少到所控制的颗粒尺寸。所得到的薄片的光学性能与 Metalure 薄片相同，其中它们具有相同的亮度、颗粒尺寸、不透明度和纵横比。

在另一个具有与结构 1 相同的结构的实验中，金属化成 2.3 光学密度的铝在丙酮中从 PET 载体上被剥离下来，并且分为薄片。这个实验观察到剥离涂料厚度改变的结果。这些结果表明最好的释放性能是大约为 200 到 400 埃的范围内的 EB 沉积释放涂料。

例子 6

许多实验旨在确定各种聚合释放涂层材料，而这些涂层材料在本

发明中是有用的。实验室的 Bell Jar 实验旨在确定可被 EB 沉积的聚合物。甲基丙烯酸甲酯 (ICI 的 Elvacite2010) 和 UV 固化单体 (Allied Signal 的 39053-23-4) 形成好的结果。较差的结果是观察到丁基丙烯酸甲酯 (Elvacite2044) (在 EB 中损失真空度)、纤维素 (在 280°F 返回黑色) 和聚苯乙烯橡胶 (焦化)。

例子 7

例子 1 中所描述的实验表明：由 Dow 685D 苯乙烯聚合物所形成的释放涂料可生产出有用的薄片产品。许多其它实验可以用 Dow 685D 苯乙烯树酯剥离涂料来进行如下操作：

(1) 在 190°C 下处理、喷涂 1000 埃并且金属化有铝。树脂膜形成得太高而形成了模糊的金属化层。

(2) 不在烘箱内进行处理；当试图 EB 熔化苯乙烯珠时，E 光束使得珠子在坩埚内进行移动。

(3) 在 210°C 下处理、喷涂 75 到 150 埃然后进行金属化。剥离的铝很少或者根本没有。

(4) 在 210°C 下处理、喷涂 600 埃并且金属化一层密度为 1.9 的铝。铝慢慢地剥离并且形成卷曲的薄片。

本发明可使用其平均外尺寸从 0.01 到 150 微米的、其厚度为约 5 到 500 埃的单层、其厚度为约 10 到 2000 埃的多层制造单层或多层材料的薄装饰性和功能性薄片。由本发明的该方法所制成的薄片或颗粒被称作埃级颗粒，这是由于它们是被构成得具有上述低埃级范围内厚度的有用的薄片材料。由该方法所制成的一些颗粒的特征表现为毫微级颗粒。如公知的，10 埃等于 1 毫微 (nm)，并且毫微级范围通常从 1 到 100nm。因此，本发明的一些埃级颗粒 (厚度和/或颗粒尺寸) 处于毫微级范围内。

这些颗粒本身可用作功能性平台或被涂以其他活性材料。它们可被包含于其他材料中或涂覆在其他材料上。如上所述的，通过使得材料或材料层沉积而形成它们以使得单层或多层薄片与聚合物释放层交

织。用于这些夹层的支撑系统可为板、膜、带或鼓。可通过 PVD（物理气相沉积）方法施加功能性材料，并且可通过 PVD 施加释放层。

在具有交织释放层的夹层被形成之后，可从支撑系统上去除所述材料，并且可从释放层上分离功能性层。可使用合适的溶剂或使用超临界流体在低温下进行上述过程。可通过研磨、搅匀、声谱显示或高压撞击使得所形成的材料保持为薄片。

离心作用或过滤作用产生了饼状物、悬浮液或干燥材料。可通过 CVD 将其他活性材料加入到颗粒中或使得其他活性材料与诸如硅烷等材料相互反应从而提高粘性。然后可将所述材料包含于理想材料中或涂覆在理想材料上，所述理想材料诸如颜料、涂料、油墨、聚合物、固体、溶液、膜、织物或凝胶剂，用作功能性使用。

本发明的各种埃级薄片结构包括：（1）铝、金属合金和其他金属（以下所述）单层薄片；（2）单层绝缘的、无机或交联聚合物薄片；（3）多层无机物；（4）光学叠层；（5）无机或有机物/金属/无机物或有机物多层薄片；（6）金属/无机物/金属薄片/以及（7）CVD 或化学反应表面涂覆的薄片。

这些毫微级和高纵横比颗粒的使用如下所述的。

光学美感

高纵横比材料可提供亮金属效果以及彩色效果。可使用金属（诸如铝、银、金、钨、铜、铬）或合金和金属混合物（诸如铝铜合金、铜锌银合金、铬镍银合金、氮化钛、氮化锆钛、以及氮化锆）生产这些材料。金属和绝缘材料的夹层可产生出各种色彩和效果。惰性材料可用作外层，以便于保护内层不受氧化和腐蚀。一些夹层的示例为 SiO/Al/SiO、MgF/Al/MgF、Al/SiO/Al、Al/MgF/Al，但是许多其他组合也是可行的。金属或金属氧化物薄片可用作提供颜料状色彩的连接有机物和无机物材料的基底。

光学功能

毫微级和高纵横比颗粒可具有利用光学特性的许多应用。氧化铝、二氧化钛、氧化锌、氧化钨锡、氧化钨的颗粒可被包含在涂料和聚合

物中以便于反射、散射或吸收 UV 和 IR 光线。磷光性或荧光性材料也可用于产生其他重要效果。

机械学

这些颗粒可被包含于或施加于材料表面上以增强其特性。一氧化硅、二氧化铝、二氧化钛、以及其他电介质的颗粒可被包含于材料中以提高诸如阻燃性、尺寸稳定性、耐磨损性、透汽率、耐化学性以及硬度等特性。

化学性

活性材料可被施加于这些颗粒的表面上以提供可引入到化学过中的较少的高表面面积。这些高表面面积颗粒对于催化剂来说是理想的。它们可为活性材料的薄片或被制成得用于支撑活性涂层的薄片。活性材料的示例为铂、钯、氧化锌、二氧化钛、以及一氧化硅。用掺有金属（铝）的材料制成的薄片可具有电池方面的用途。

电气方面

可通过将各种材料的颗粒组合成单体和多层而赋予各种材料和涂层以电气性质，以使其具有传导性、电容量、EMI 和 RFI。可通过涂层或金属或金属介电夹层的组合颗粒而改变微波和雷达能量的吸收、传送、以及反射系数。超导材料（诸如硼化镁）也可被制成为埃级颗粒。

生物学

通过将抗真菌或抗菌涂层布置在这些薄片上然后将其组合成油墨和涂层，活性剂可被有效地输送到该表面。

毫微粒

可通过将薄片材料气相沉积为离散颗粒而制造毫微粒。在工业中公知的是，成核现象和薄膜生长在形成质量 PVD 涂层方面起到重要的作用。在最初沉积期间，形成了随着沉积的持续其尺寸和数量增长的核。随着程序的继续这些岛状物在沟槽中相互连接，稍后填满以形成最终连续膜。为了形成毫微粒，在下一层释放材料施加之前涂覆程序只达到岛状物阶段。这使得小颗粒被俘获在下面所述多层结构的释放

层之间。稍后可通过使用合适的溶剂溶解释放材料而释放它们。

用于制造毫微级颗粒的其他方法是生产 50 埃以下的薄片材料，然后使用二级操作减小颗粒直径。

涂层中薄片材料的使用

薄片材料被放入到涂层中以便于使用以下程序用在上述应用中：

材料的各种材料成分被转变为薄片形式。然后所转变的薄片以表面积为基础被组合到溶媒中。

溶媒成分：

甲苯 28 pts

异丙醇 28 pts

甲基乙基甲酮 28 pts

Elvacite 2042 16 pts

该示例中所使用的薄片的实际重量可通过化学成分的厚度和密度而得出。所得出的结果用于研究化学成分的作用。薄片以悬浮液的形式被供应到丙酮中。该方法中的第一个步骤是测量固体的重量百分比。在测定固体之后，可通过下表确定将使用的悬浮液材料的量。

材料	密度	薄片厚度	每 100g 溶媒中的干燥薄片	悬浮液固体的重量百分比	使用每 100g 溶媒的重量
二氧化钛	4.26	200A	0.09g		
一氧化钛	4.93	200A	0.08g		
二氧化硅	2.2	200A	0.20g		
一氧化硅	2.13	200A	0.20g		
氧化铝	3.97	200A	0.10g		
氧化铟	7.13	200A	0.06g		
氧化铟锡	4.48	200A	0.09g		
氧化锌	5.6	75A	0.03g		
铟	7.3	200A	0.06g		
氟化镁	3.18	200A	0.13g		
硅酮	2.33	200A	0.16g		

以合适的重量将薄片混合到溶媒中。然后将该悬浮液涂覆到 0.002 英寸厚的光泽聚酯膜上，从而获得 2.6 到 3.0g/m² 的最终涂层厚度。允许该涂层被干燥然后以两种方式测试。

评价热反射性能的方法：

所制备的涂层被输送到使用热和压力装饰有 EF18936L 的坚硬聚氯乙烯 (PVC) 板的表面。在输送之后除去聚酯薄膜。使用坯料 (没有薄片的溶媒) 和测试薄片制备 3 英寸×3 英寸的板。然后使用 ASTM D4809-89 方法评价这些板以便于预报 PVC 构成产品中的热形成。为坯料和测试薄片两者报告其结果。

评价 UV 屏蔽特性的方法：

通过将包括以下材料的膜施加于坚硬 PVC 板上而制备基底测试板：

彩饰层	I80126	溶媒	59.5pts
	I80161	白色色散	27.0pts
	18980	Isoindolinone Yel Disp	5.4pts
	MEK	甲基乙基甲酮	8.1pts

施加使用 2-137HK 印刷板的 0.002mil 光泽聚酯

尺寸 L56537

在彩饰层之后使用 1-137HK 印刷板涂覆

用与前述相同的方法在聚酯上制备坯料和悬浮液并将其输送到上述板。坯料和此时薄片板被布置在依照 Dew Cycle protocol 设置的日光型碳弧老化试验机 (Atlas) 中。每 500 小时的操作时间就取出和记录最初的光泽和颜色读数。

可用 PVD 方法中沉积的传统有机溶剂基聚酯制造多层颗粒释放层。可使用多种不同的材料，诸如聚酯、oligimers、单体。这些材料可通过电子束、溅射、感应和电阻加热被蒸发。

在该方法中与使用本体聚合物相关的一个困难是在不会使其长期暴露于高温的情况下有效地将所述聚合物供给到蒸发系统中，长期暴露于高温可产生不利的效果。另一项困难是蒸发并将聚合物蒸汽引导

到支撑系统，同时不能污染真空系统或降低真空度。

有若干方法可克服与聚合物输送相关的这些问题。一种方法是将聚合物涂覆到载体材料（诸如由金属或可经受得住蒸发温度的材料制成的线或带）上。然后将被涂覆的材料供给到聚合物蒸汽模中，在那里它被加热并且聚合物被蒸发并且蒸汽被引导到支撑系统。另一种方法是融化所述聚合物并且降低其粘度，然后将该材料挤压或泵送到聚合物蒸汽模中。齿轮泵、挤压机或与聚合物蒸汽模相似的毛细管挤出系统（毛细管 **Rehometer**）可提供被加热到合适温度的蒸发表面。然后该模将蒸汽引导到支撑系统。必须提供冷却表面以冷凝离开聚合物模支撑系统表面的任何杂散的聚合物蒸汽并且同样差分地泵送该表面。

钟罩法

参照图 10，用安装在所述钟罩底板上的加热器部件 102 改良可真空处理的钟罩 100。所述加热器部件包括具有被挖开以容纳预期样品的腔 106 的加热的聚合物蒸汽室 104。由铝箔制成的坩锅 108 被装配于加热器部件，并且大约 0.3g 的预期材料被放置在坩锅中。然后将坩锅放置在加热器部件中。

在加热器部件上方，沉积线规 109 被布置得距离所述部件顶部 1 英寸远。当所述部件被加热时，该线规将以埃/每秒为单位（ $\text{\AA}/\text{sec}$ ）测量蒸发的材料量。

在沉积线规的上方，聚酯板 110 被夹在两个柱（未示出）之间。从部件中蒸发的材料被沉积在该膜上。在另一个步骤中，该膜被金属化。

在样品、沉积线规以及聚酯膜处于应有的位置上之后，关闭钟罩并启动真空循环。该系统被抽空到 2×10^{-5} 托到 6×10^{-5} 托的压力下，并且准备开始试验。

在大约室温下开始加热器部件。在获得期望的真空度之后，接通部件的电源。在 20 分钟间隔内将部件逐渐升高到 650°C 。每分钟都取得测量结果。每分钟都提供时间、当前阻滞温度（ $^\circ\text{C}$ ）、沉积线规读数

(Å/sec) 以及当前真空压力 (托)。当沉积线规晶体衰退或当所有的材料已被蒸发并且沉积线规读数降为零时试验终止。

在试验结束时, 将钟罩敞开。将聚酯移除并放在一边以备金属化, 并且将用过的坩锅丢弃。然后将数据制成图表以便与其他材料相比较。

钟罩聚合物试验

针对钟罩喷镀金属器中的不同聚合物进行几个试验。“钟罩程序”中描述的程序适合所有这些试验。对于每个试验来说, 记录试验时间、温度、沉积线规读数、以及真空压力。从这些数据中可确定何种材料在真空度方面具有较大的作用, 而何种材料提供了最高的沉积率。较高的沉积率意味着最后的制造尺寸设备能够在较高速度下运行。然而, 在真空压力方面具有较大的作用的材料在持续操作时间之后可能导致清洁和可能的抽空问题。

使用 Dow 685D 聚苯乙烯进行试验 1、2、6、7。该聚合物具有大约 300,000 的报告分子量。所有这四个试验都产生相似的结果。沉积率控制在大约 10Å/sec, 直到达到了大约 550°C 的温度。在达到该温度的基础上, 在真空度上有很小的效果。压力通常被升至低于 2×10^{-5} 托。在 550°C 以上, 该沉积率显著地升高并且压力升高到 1.2×10^{-4} 托到 1.8×10^{-4} 托的范围内。这在真空压力上依然只有极小的影响。

使用 Elvacite2045 进行试验 3, 它是分子量为 193,000 的甲基丙烯酸异丁酯。在 500°C 下沉积率升高到 26.5Å/sec。在该温度下, 真空压力已从 5.2×10^{-5} 托的起始压力升高到 3.6×10^{-4} 托。

使用 Elvacite2044 进行第四个试验, 它是分子量为 142,000 的 n-丁基甲基丙烯酸树脂材料。在 500°C 下该 2044 的沉积率达到 30Å/sec 的峰值。在该温度下, 真空压力达到 2.0×10^{-4} 托。

使用 Endex160 进行试验 5 和 19, 它是共聚物材料。Endex160 在 413°C 下达到其数值为 11 Å/sec 的最大沉积率。由于其最终只是从 1.0×10^{-6} 托升高到 4.4×10^{-5} 托的最终读数, 因此该沉积率对于真空度几乎没有影响。

使用 Elvacite2008 进行第八个试验, 它是分子量为 37,000 的甲基

丙烯酸甲酯材料。在 630℃下沉积率达到 67Å/sec 的最高沉积率。最终真空压力升高到 1.0×10^{-4} 托。

使用 PiccolasticD125 进行试验 9 和 10。该材料是分子量为 50,400 的苯乙烯聚合物。在 500℃下达到 108Å/sec 的沉积率。并且在试验中自始至终对真空度都只有最小的影响。

使用 PiccolasticA75 进行试验 11 和 12。该材料是另一种苯乙烯单体，但是它具有 1,350 的低分子量。沉积率开始得非常早并且当温度达到 420℃时升高到 760Å/sec 的最大值。对于这两个试验都在真空压力上只有极小影响。

使用 Polyscience 标准的 50,000MW 聚苯乙烯进行试验 13 和 14。这些样品具有非常致密的分子量分布。对于这些试验来说，在 560℃的温度下达到 205Å/sec 的沉积率。在该沉积率下，真空压力升至 6.2×10^{-5} 托，比起始压力升高 1.4×10^{-5} 托。

使用 Polyscience 标准的另一种聚苯乙烯进行试验 15 和 16，但是该材料具有 75,000 的分子量。在 590℃的温度下达到 30Å/sec 的沉积率。在该温度下，真空压力升至 3.0×10^{-4} 托，具有明显的升高。

使用 Endex155 进行试验 17，它是分子量为 8,600 的芳族单体的共聚物材料。在 530℃下达到其数值为 78Å/sec 的最大沉积率。在试验结束时真空压力升至 1.0×10^{-4} 托。

试验 18 是 Polyscience 标准的另一种聚苯乙烯。该样品具有 800 到 5000 范围内的分子量。在 490℃的温度下沉积率高达 480Å/sec。在整个试验期间对于真空压力的影响很小。

使用 Polyscience 标准的聚甲基丙烯酸甲酯进行试验 20。该样品具有 25,000 的分子量。在 645℃的温度下达到 50Å/sec 的最终沉积率。在该状态下，真空压力升至 1.0×10^{-4} 托。

使用 Elvacite2009 进行试验 21，它是被处理为不含硫磺的甲基丙烯酸甲酯聚合物。该材料的分子量为 83,000。在 580℃的温度下达到 26Å/sec 的最终沉积率。真空压力从 4.2×10^{-5} 托的初始读数升至 1.8×10^{-4} 托。

使用 Elvacite2697 进行试验 22 和 26, 它是处理过的甲基/n-丁基甲基丙烯酸树脂共聚物。该材料的分子量为 60,000。在 580℃ 的温度下 Elvacite2697 具有 20Å/sec 的最终沉积率。在试验结束时真空压力升至 1.0×10^{-4} 托。

使用 Elvacite2021C 进行试验 23, 它是被处理的甲基丙烯酸甲酯。该材料的分子量为 119,000。在 590℃ 的温度下达到 30Å/sec 的最终沉积率。当最终压力为 4.4×10^{-4} 托时该试验在真空度方面具有明显的影响。

使用 Lawter K1717 进行试验 24, 它是聚酮。在 300℃ 的温度下达到 300Å/sec 的最大沉积率。在该温度下真空压力升至 7.0×10^{-5} 托。在试验结束时, 大量烟臭遗留在坩锅中。这表明一些材料已实际燃烧了而不仅仅是被蒸发。

使用 Solsperse24000 进行试验 25, 它是分散剂。该样品也在坩锅中遗留了烟臭残余物, 这表明在试验期间的燃烧。然而, 在 360℃ 下还记录了高达 100Å/sec 的沉积率。在试验过程中真空压力升至 1.0×10^{-5} 托。

使用 Elvacite2016 进行试验 27, 它是非处理过的甲基/n-丁基甲基丙烯酸树脂共聚物。它具有 61,000 的分子量。在 630℃ 的温度下沉积率达到 135Å/sec。在该状态下, 真空压力已明显升至 3.0×10^{-4} 托。

使用 Elvacite2043 进行试验 28, 它是分子量为 50,000 的甲基丙烯酸乙酯。在 600℃ 的温度下, 沉积率为 98Å/sec。在该状态下, 真空压力为 1.0×10^{-4} 托。

使用 Kraton G1780 进行试验 29。该材料是 7% 苯乙烯和乙烯/丙烯的 multiarm 共聚物。在 600℃ 的温度下沉积率达到 70Å/sec。最终真空压力升至 8.2×10^{-5} 托。在试验期间, 沉积率控制得非常稳定并且不会显示出在其他所有试验中共有的操作不稳定, 尤其是在更高的温度下。

使用 Kraton G1701 进行试验 30。该材料是 37% 苯乙烯和乙烯/丙烯的线形解块聚合物。在 595℃ 的温度下沉积率达到 102Å/sec。最

终状态下的真空压力为 8.6×10^{-5} 托。

使用 Kraton G1702 进行试验 31。该材料是 28% 苯乙烯和乙烯/丙烯的线形解块聚合物。在 580°C 的温度下最终沉积率达到 $91 \text{ \AA}/\text{sec}$ 。在该状态下真空压力升至 8.0×10^{-5} 托。

使用 Kraton G1730M 进行试验 32。该材料是 22% 苯乙烯和乙烯/丙烯的线形解块聚合物。在 613°C 的温度下达到 $80 \text{ \AA}/\text{sec}$ 的最大沉积率。在该温度下，真空压力为 8.0×10^{-5} 托。

使用 1201Creanova 进行试验 33，该材料是基于氨基甲酸乙酯改良醛酮的合成树脂。该材料在 535°C 的温度下达到 $382 \text{ \AA}/\text{sec}$ 的沉积率。在该温度下对真空度有最小的影响。

使用 Kraton G1750M 进行试验 34。该材料是 8% 苯乙烯和乙烯/丙烯的 multiarm 共聚物。在 625°C 的温度下达到 $170 \text{ \AA}/\text{sec}$ 的沉积率。在该状态下，真空压力升至 9×10^{-5} 托。

从这些试验中我们得出以下结论。这些试验的最大值来自于对于各种树脂在真空压力上的作用的量化。从试验中可以看出，在分子量与真空度影响之间存在关系。材料的分子量越低，所蒸发的材料在系统的真空压力上的影响就越小。在温度与沉积之间没有关系。

具有部件程序的鼓

参照图 11 和图 12，可真空处理的腔室 112 包含转鼓 114、沉积线规 116、以及加热器部件 118。加热器部件包括加热的聚合物蒸汽室 120，所述蒸汽室 120 装有具有聚合物源 124 的坩锅 122。鼓 114 的直径约为一英尺，表面宽度约为 6 英寸。它可在每分钟两转的最大速度下转动。加热器部件的形状是圆柱形的，具有挖开一个区域的狭缝 126。该狭缝朝向穿过部件中心的腔 128 打开。所述部件具有三个可用于控制部件温度的独立的加热器。沉积线规 116 被布置在狭缝前面约 1 英寸处。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量穿过狭缝的材料量。本实施例示出了真空室中的电子束枪 130，但是对于该程序，没有使用 EB 枪。该程序可用于筛选聚合物以确定被气相沉积的能力，并且因此可用作聚合物释放层。

为了制备样品，加热器部件可被打开并且材料被放入到腔中。这样之后，关闭所述腔室并且开始真空循环。该腔室被抽空直到压力达到至少 6×10^{-5} 托。

在室温下开始加热器部件。在达到期望真空度之后，接通三个加热器的电源。在 20 分钟间隔内将加热器逐渐升高到期望温度。大约每 6 秒钟将测量结果传输到计算机文件中。提供时间、三个区域中的部件温度 ($^{\circ}\text{C}$)、沉积线规读数 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 以及当前真空压力 (托)。当沉积线规晶体衰退或当所有的材料已被蒸发并且沉积线规读数降为零时试验终止。

在试验结束时，将腔室敞开。改变沉积晶体，并且为加热器部件装上新材料以备下一次试验。

聚合物部件中的聚苯乙烯试验

在每个试验中使用 Dow 685D 聚苯乙烯进行六个独立试验。该聚苯乙烯具有约为 300,000 的分子量。在试验中，最后的加热器部件温度改变，随着时间推移达到最终温度。

在试验 1 中，使得加热器部件在 10 分钟的变化时间内达到 300°C 。在继续试验时，聚合物沉积率非常低，不高于 $5 \text{\AA}/\text{sec}$ 。在整个试验期间控制该沉积率。

在第二个试验中，使得加热器部件在不定时的情况下达到 325°C 的最终温度。使得控制器在其最大可能沉积率下增加其温度。在达到了温度时，沉积率处于约 $30 \text{\AA}/\text{sec}$ 的水平。在一些波动中，在试验中恒定地控制该沉积率 15 分钟，直到该沉积率开始显著地掉落。在 20 分钟试验结束时，沉积率掉落到 $15 \text{\AA}/\text{sec}$ 。由于聚合物供应的耗竭该沉积率易于降低。

在第三个试验中，使得加热器部件在 10 分钟的变化时间内达到 350°C 的最终温度。当达到该温度时沉积率约为 $6 \text{\AA}/\text{sec}$ ，在继续试验时，在试验中沉积率在进入实验的 13 分钟时最终达到 $14 \text{\AA}/\text{sec}$ 的峰值。在 20 分钟试验结束时掉落到大约 $6 \text{\AA}/\text{sec}$ 。理论上聚苯乙烯在大约 350°C 下开始解聚合作用。该试验中的沉积率可能较低，这是因为温度将引

起可由沉积线规感测的解聚合作用以及蒸发作用。

试验 4 具有 375°C 给定值（不具有变化的温度）。沉积率在大约 10 分钟的时间内升至 30-35 Å/sec，但是不会在那里保持稳定。当温度超过 350°C 时，沉积率明显上升并变得不稳定。沉积率在不具有规律的情况下在 40-120 Å/sec 中波动。在 15 分钟的试验时间之后，沉积线规晶体衰退并且试验停止。在 350°C 以上聚合物已吸收了用以解聚合的足够能量，因此从那一点开始它在高速下释放了非常低分子量的材料。该材料包括原始聚苯乙烯的单体和二聚物。该低级材料不适用于形成聚合物膜。

第五个试验也具有 375°C 的最终温度，但是该时间具有 10 分钟变化时间。开始时沉积率非常稳定，但是一旦再超过 350°C，沉积率就变得不稳定。该沉积率从 20 Å/sec 波动到 110 Å/sec 的峰值。该试验在 18 分钟时当沉积线规晶体衰退时终止。

最后的试验处于 375°C 的温度，但是具有 20 分钟的变化时间。显示出与前述两个试验相同的状态。到 350°C 的温度时沉积率在大约 20 Å/sec 的沉积率下非常稳定。在温度上升到 350°C 时，沉积率再次变得不稳定。该沉积率在 30 Å/sec 波动到 140 Å/sec 之间波动，并且沉积线规晶体衰退再次导致试验结束，该时间在 23 分钟。

从这些试验中我们获得了以下结论。结论显示出实际上在这些试验和聚苯乙烯在大约 350°C 的温度下显示解聚合或其他物理故障。在超过那个温度的试验中，在与以上三个示例相同的温度下发生不稳定状态。在 350°C 的试验中，由于在较低的 325°C 给定值处可出现较高的沉积率，因此发生了显示另一个过程的沉积率。除非发生解聚合作用或其他过程，350°C 的沉积率应高于 325°C 的沉积率。另外，对于 375°C 的试验，在试验结束时观察到含油膜。该材料被示为 FTIR 分析下的聚苯乙烯，并且含油性质指示出它类似于低分子量的聚苯乙烯种类。这进一步表明原始聚合物（300000MW）被解聚合。350°C 的试验留下了略微粘稠的残余物，但是它不是像 375°C 的试验中的残余物那样是含油的。在 300°C 和 325°C 下进行的试验留有不显示粘度或油性的固体

膜。从这组试验中,显示出在大于 300℃小于 350℃的范围内,最好是 325℃,是进行聚合物沉积的温度。优选的温度足够低以使得聚合物不会出故障。它还提供了在整个运行期间保持稳定的较高的沉积率。

具有部件和电子束的鼓

(在部件坩锅中)

在该实施例中使用图 11 和图 12 中所示的真空室 112、加热器部件 118 和转鼓 114 以及电子束枪 130。

为了增加材料,加热器部件可被打开并且将材料加入到腔 128 中。用 PET 膜覆盖所述鼓。电子束枪通常是工业中所使用的那些。它在转动板上具有四个铜腔。每次一个铜腔与电子束枪成直线布置。待蒸发的材料被直接放置在铜腔中或布置在铜腔中适合转台位置处的适合坩锅衬中。第二沉积线规(未示出)被布置得靠近于鼓表面,坩锅上方。它可以埃/每秒为单位($\text{\AA}/\text{sec}$)测量从坩锅中蒸发的材料量。这样之后,关闭所述腔室并且开始真空循环。该腔室被抽空直到压力达到至少 6×10^{-5} 托。

在达到期望真空度之后,接通三个加热器的电源。在 20 分钟间隔内将加热器逐渐升高到期望温度。大约每 6 秒钟将测量结果传输到计算机文件中。提供时间、三个区域中的部件温度($^{\circ}\text{C}$)、沉积线规读数($\text{\AA}/\text{sec}$)以及当前真空压力(托)。电力被供应到电子束设备。可以 0.1% 为增量升高供给枪的电力。电力被升高到刚好位于蒸发下面的一点并允许吸收或条件。在吸收之后,电力被升高直到获得了期望的沉积率,然后在聚合物开始沉积之后遮光器被打开。鼓开始转动。如果沉积线规晶体衰退或当所有的材料已被蒸发并且沉积线规读数降为零时试验终止。在试验结束之后关闭电子束遮光器,停止鼓转动,电力与电子束断开,并切断部件加热器。在冷却期过后,腔室被敞开。去除涂覆的材料。

插入电子束中的薄片材料

以下材料被沉积在电子束喷镀金属器中并将其制成为薄片材料。如下所述的将它们缩微照相,并且在附录中示出了该照片。

金属	沉积率 (埃/秒)	电力	厚度目标 (埃)	注解
铟金属	80	10.6 %	475	银色外观
氟化镁	80	7.9 %	475	非常透明的膜
一氧化硅	80	8.6 %	475	褐色、透明的膜
二氧化钛	25	10.4 %	-400	透明、虹彩膜
氧化锌	30	10.9 %	-200	到处的黑色残余物
氧化铝	60	10.8 %	350	透明、略微彩虹色
氧化铟	60	10.1 %	350	银色膜
氧化铟锡	60	10.3 %	350	银色膜
铬金属	60	14.0 %	350	铬黄色的
SiO/Al/SiO 夹层				
硅金属	60	12.2 %	350	银色膜
Phelly 材料 铜合金	60	9.8 %	350	铜黄色膜
铜	只供获得一小瓶薄片			铜黄色薄片

来自于上述表中的示例:

附录示例 1

如此构成如下结构: 使用铟将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将铟与聚酯相分离。然后将铟与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。使用 Horiba LA 910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。下面所报告的颗粒尺寸是依照以下惯例的: D10: 所测量颗粒的 10% 小于或等于所报告的直径; D50: 所测量颗粒的 50% 小于或等于所报告的直径; D90: 所测量颗粒的 90% 小于或等于所报告的直径。

薄片的最终颗粒尺寸为 $D_{10} = 3.3$ 、 $D_{50} = 13.2$ 、 $D_{90} = 31.2$ 。

附录第 1 页的照片示出了：

所拍摄的均匀分布的 30'' 铜

以微米计的均匀分布颗粒尺寸 30''： $D_{10} = 8.21$ 、 $D_{50} = 26.68$ 、 $D_{90} = 65.18$

均匀化 6 分钟 30 秒钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 3.33$ 、 $D_{50} = 13.21$ 、 $D_{90} = 31.32$ 。

附录示例 2

如此构成如下结构：使用 TiO_2 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 TiO_2 与聚酯相分离。然后将 TiO_2 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 2 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 TiO_2 。

以微米计的颗粒尺寸： $D_{10} = 16.20$ 、 $D_{50} = 44.17$ 、 $D_{90} = 104.64$

均匀化 15 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 7.83$ 、 $D_{50} = 16.37$ 、 $D_{90} = 28.41$ 。

附录示例 3 和 4

如此构成如下结构：使用 MgF_2 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 MgF_2 与聚酯相分离。然后将 MgF_2 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使

用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 3 和第 4 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 MgF_2 。

以微米计的颗粒尺寸： $D_{10} = 16.58$ 、 $D_{50} = 150.34$ 、 $D_{90} = 398.17$

均匀化 11 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 0.43$ 、 $D_{50} = 16.95$ 、 $D_{90} = 45.92$ 。

附录示例 5 和 6

如此构成如下结构：使用 SiO 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 SiO 与聚酯相分离。然后将 MgF_2 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 5 和第 6 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 SiO 。

以微米计的颗粒尺寸： $D_{10} = 17.081$ 、 $D_{50} = 67.80$ 、 $D_{90} = 188.31$

均匀化 17 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 5.75$ 、 $D_{50} = 20.36$ 、 $D_{90} = 55.82$ 。

附录示例 7、8 和 9

如此构成如下结构：使用 ZnO 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 ZnO 与聚酯相分离。然后将 ZnO 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专

业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 7、第 8 和第 9 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 ZnO。

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 23.58、D50 = 63.32、D90 = 141.59

以微米计的最终颗粒尺寸 D10 = 7.69、D50 = 18.96、D90 = 38.97。

附录示例 10、11 和 12

如此构成如下结构：使用 Al_2O_3 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 Al_2O_3 与聚酯相分离。然后将 Al_2O_3 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 10、第 11 和第 12 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 Al_2O_3 。

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 6.37、D50 = 38.75、D90 = 99.94

均匀化 9 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 D10 = 1.98、D50 = 16.31、D90 = 39.77)

附录示例 13 和 14

如此构成如下结构：使用 In_2O_3 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 In_2O_3 与聚酯相分离。然后将 In_2O_3 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像

专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 13 和第 14 页的照片示出了:

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 In_2O_3 。

以微米计的颗粒尺寸: $D_{10} = 18.88$ 、 $D_{50} = 50.00$ 、 $D_{90} = 98.39$

均匀化 3 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 8.89$ 、 $D_{50} = 20.22$ 、 $D_{90} = 38.92$

所使用的相对折射率: 2.64-2.88

附录示例 15、16 和 17

如此构成如下结构: 使用氧化铟锡 (ITO) 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 ITO 与聚酯相分离。然后将 ITO 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 15、第 16 和第 17 页的照片示出了:

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 ITO。

以微米计的颗粒尺寸: $D_{10} = 21.70$ 、 $D_{50} = 57.00$ 、 $D_{90} = 106.20$

均匀化 6 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 10.40$ 、 $D_{50} = 20.69$ 、 $D_{90} = 36.32$

附录示例 18、19、20 和 21

如此构成如下结构: 使用 Si 将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将 Si 与聚酯相分离。

然后将 Si 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 18、第 19、第 20 和第 21 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 Si。

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 20.20、D50 = 57.37、D90 = 140.61

均匀化 20 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 D10 = 11.9、D50 = 27.0、D90 = 55.5

附录示例 22 和 23

如此构成如下结构：使用 SiO、Al、SiO 的夹层将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将夹层与聚酯相分离。然后将 SiO、Al、SiO 与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 22 和第 23 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的 SiO、Al、SiO 夹层

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 29.7、D50 = 77.6、D90 = 270.2

附录示例 24 和 25

如此构成如下结构：使用铬将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将铬与聚酯相分离。然后将铬与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将

所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 24 和第 25 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的铬。

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 13.1、D50 = 8.9、D90 = 59.8

均匀化 3 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 D10 = 9.82、D50 = 19.81、D90 = 37.55

附录示例 26

如此构成如下结构：使用 Phelly 材料，Emerson, N.J.的 M-401 铜、锌、银合金将印有热塑性释放涂层的 48 规格的聚酯辊在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将辊从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将合金与聚酯相分离。然后将合金与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员 (Image-pro) 加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。在均匀化之前和之后使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 26 页的照片示出了：

制定颗粒尺寸之前“依原样”所拍摄的合金

以微米计的颗粒尺寸：D10 = 69.6、D50 = 161.2、D90 = 313.4

均匀化 20 分钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 D10 = 13.32、D50 = 27.77、D90 = 51.28

除了聚合物是用下面更详细地描述的线供给机构 136 输送到腔室中的以外，图 13 和图 14 示出了与图 11 和图 12 相似的真空室、转鼓和聚合物蒸汽室。在该实施例中，加热器部件在两端具有允许涂覆线

材 143 进入到加热的狭缝区域中的小孔。所述涂覆线材从线圈 164 上展开并在预定速度下穿过部件，在所述部件处聚合物被蒸发到狭缝区域中，然后用过的线被重新卷绕在第二线圈 166 上。狭缝朝向穿过部件的中心的腔打开。在该实施例中，围绕加热器部件和鼓的区域被泵吸以选择性地冷却那个区域，从而冷凝涂覆在线材上的聚合物。这防止蒸汽朝向腔室的电子束区域逸出。

附录示例 27

示例：具有聚合物部件和电子束的鼓（线供给）：

释放材料	苯乙烯树脂	支撑材料	铝				
供给者	Dow	供给者	Mat.研究公司				
No.	685D	No.	90101E-AL000-30002				
PVD 条件:							
电子束	释放厚度	支撑厚度	鼓速度	转数	线尺寸	涂层重量	线速度
(电力)	(埃)						
15 %	200	150 埃	1RPM	100	0.005 in./dia	0.0005 grams/in	6

在上述条件下构成如下结构：卷绕在鼓周围以易于去除的 48 规格的聚酯是涂有苯乙烯的聚合物释放层并且使用铝在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将聚酯膜从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将铝与释放层及聚酯膜相分离。然后将铝与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员（Image-pro）加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。

附录第 27 页的照片示出了：

起始颗粒尺寸

D10 = 13.86、D50 = 34.65、D90 = 75.45。

均匀化。

以微米计的最终颗粒尺寸 D105.10、D50 = 13.19、D90 = 25.80

附录示例 28

示例：具有聚合物部件和电子束的鼓（线供给）：

释放材料	苯乙烯树脂	支撑材料	二氧化硅				
供给者	Dow	供给者	Cerac				
No.	685D	No.	S-1060				
PVD 条件:							
电子束	释放厚度	支撑厚度	鼓速度	转数	线尺寸	涂层重量	线速度
电力	(埃)						
8 %	200	200 埃	1RPM	100	0.005in./dia	0.0005grams/in	6

在上述条件下构成如下结构： 卷绕在鼓周围以易于去除的 48 规格的聚酯是涂有苯乙烯的聚合物释放层并且使用一氧化硅在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将聚酯膜从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将一氧化硅与释放层及聚酯膜相分离。然后将一氧化硅与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员（Image-pro）加上图像分析器上对其进行显微照相。

薄片如附录第 28 页中的照片所示的。

附录示例 29

示例：具有聚合物部件和电子束的鼓（线供给）:

释放材料	苯乙烯树脂	支撑材料	氟化镁
供给者	Dow	供给者	Cerac
No.	685D	No.	M-2010
PVD 条件:			
电子束 电力	释放厚度 (埃)	支撑厚度	鼓速度 转数 线尺寸 涂层重量 线速度
7.5 %	200	200 埃	1RPM 100 0.005in./dia 0.0005grams/in 6

在上述条件下构成如下结构： 卷绕在鼓周围以易于去除的 48 规格的聚酯是涂有苯乙烯的聚合物释放层并且使用氟化镁在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将聚酯膜从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将氟化镁与释放层及聚酯膜相分离。然后将氟化镁与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员（Image-pro）加上图像分析器上对其进行显微照相。

薄片如附录第 29 页中的照片所示的。

具有聚合物部件和电子束的鼓（线供给）

图 15、16、15A 和 16A 示出了用于将涂覆聚合物输送到真空室的线供给机构的两个独立实施例，所述真空室包括转鼓、沉积线规、具有涂有涂覆聚合物的线供给机构的聚合物蒸汽管、以及电子束（E-beam）枪。前面已经描述了鼓。蒸汽管装备有由真空间隙所隔开的水冷管围绕的加热的聚合物蒸汽路径。管中的狭缝允许蒸发的聚合物穿过其到达鼓表面。蒸汽管产生与加热器部件和鼓相邻接的差动压力区域，从而防止蒸汽逸出到腔室的电子束区域。在图 15 和 16 所示的实施例中，线供给外壳装有线供给线圈和卷绕线圈。所述线被展开并且涂覆聚合物并且线围绕加热器部件布设。聚合物从涂覆线材上蒸

发并被引导到鼓表面。图 16 的端视图示出了其狭缝面对鼓的外管。外管被冷却并且其内部的蒸汽管被加热。该图还示出了具有线圈的加热器部件。该线进入到蒸汽管中，围绕被加热的管并返回到卷绕线圈。

图 15 和 16 的实施例示出了除释放层的聚合物是通过线供给机构 136 被供给到真空室中的以外与先前所述相似的真空室 132 和加热器部件 134。真空室包括转鼓 128、沉积线规 140 和电子束 (E-beam) 枪 142。如前面所述的，鼓的直径约为一英尺，表面宽度约为 6 英寸。它可在每分钟两转的最大速度下转动。加热器部件 134 包括加热聚合物蒸汽室 144，其形状是圆柱形的，具有挖开到一个区域中的狭缝 145。被加热的内管示为 146。线供给机构 136 包括容纳线 148 的细长外壳 147，所述线涂有聚合物并被供给到加热器部件中。线被卷绕在加热底板 149 周围。线供给设备还包括涡轮泵 150、电离压力计和热电偶气压计 154。涂覆线材从线圈 156 处展开并在预定速度下穿过加热器部件，在所述加热器部件处聚合物被蒸发到狭缝区域 158 中，然后用过的线被重新卷绕在第二线圈 160 上。狭缝朝向穿过加热器部件的中心的腔打开。所述泵有助于将蒸发的聚合物输送到鼓表面。所述加热器部件具有三个可用于控制部件温度的独立的加热器。沉积线规 140 被布置在狭缝前面约 1 英寸处。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量穿过狭缝的材料量。

在使用中，鼓覆盖有 PET 膜。线供给机构和加热器部件用于将一层聚合物释放材料涂覆在载体上，之后激励电子束枪将金属或其他材料层涂覆在释放涂层上等等。电子束枪 142 通常是工业中所使用的那些。它在转动板上具有四个铜腔。每次一个铜腔与电子束枪成直线布置。待蒸发的材料被直接放置在铜腔中或布置在铜腔中适合转台位置处的适合坩锅衬中。第二沉积线规 (未示出) 被布置得靠近于鼓表面，坩锅上方。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量从坩锅中蒸发的材料量。这样之后，关闭所述腔室并且开始真空循环。该腔室被抽空直到压力达到至少 6×10^{-5} 托。

在达到期望真空度之后，接通三个加热器的电源。在 20 分钟间隔

内将加热器逐渐升高到期望温度。大约每 6 秒钟将测量结果传输到计算机文件中。提供时间、三个区域中的部件温度 ($^{\circ}\text{C}$)、沉积线规读数 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 以及当前真空压力 (托)。电力被供应到电子束设备。可以 0.1% 为增量升高供给枪的电力。电力被升高到刚好位于蒸发下面的一点并允许吸收或条件。在吸收之后, 电力被升高直到获得了期望的沉积率, 然后在聚合物开始沉积之后遮光器被打开, 并且聚合物涂覆线材机构被设定为期望的速度, 并开始聚合物的沉积。鼓开始转动。在试验结束之后关闭电子束遮光器, 停止鼓转动, 电力与电子束断开, 并切断部件加热器和线供给。在冷却期过后, 腔室被敞开。去除涂覆的材料。

在图 15A 和 16A 中所示的实施例中, 蒸汽管在两端具有允许涂覆线材 162 进入到蒸汽管中被加热的部件中的小孔。所述涂覆线材从线圈 164 上展开并在预定速度下穿过管, 在所述管处聚合物被蒸发到狭缝区域 158 中, 然后用过的线被重新卷绕在第二线圈 166 上。蒸汽管壁被电热丝式加热器加热并且所述部件具有可用于控制部件温度的独立的加热器。沉积线规 168 被布置在狭缝前面约 1 英寸处。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量穿过狭缝的材料量。

鼓覆盖有 PET 膜。电子束枪在转动板上具有四个铜膛。每次一个铜膛与电子束枪成直线布置。待蒸发的材料被直接放置在铜膛中或布置在铜膛中适合转台位置处的适合坩锅衬中。第二沉积线规 (未示出) 被布置得靠近于鼓表面, 坩锅上方。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量从坩锅中蒸发的材料量。这样之后, 关闭所述腔室并且开始真空循环。该腔室被抽空直到压力达到至少 6×10^{-5} 托。在达到期望真空度之后, 接通管和部件加热器的电源。在 20 分钟间隔内将加热器逐渐升高到期望温度。大约每 6 秒钟将测量结果传输到计算机文件中。提供时间、三个区域中的部件温度 ($^{\circ}\text{C}$)、沉积线规读数 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 以及当前真空压力 (托)。电力被供应到电子束设备。可以 0.1% 为增量升高供给枪的电力。电力被升高到刚好位于蒸发下面的一点并允许吸收或条件。在吸收之后, 电力被升高直到获得了期望的沉积率, 然后在聚

合物开始沉积之后遮光器被打开，并且聚合物涂覆线材机构被设定为期望的速度，并开始聚合物的沉积。鼓开始转动。在试验结束之后关闭电子束遮光器，停止鼓转动，电力与电子束断开，并切断管、部件加热器和线供给。在冷却期过后，腔室被敞开。去除涂覆的材料。

附录示例 30

示例：具有蒸汽管和电子束的鼓（线供给）：

释放材料	苯乙烯树脂	支撑材料	铝
供给者	Dow	供给者	Mat.研究公司
No.	685D	No.	90101E-AL000-30002
PVD 条件：			
电子束 功率	释放厚度 (埃)	支撑厚度	鼓速度 转数 线尺寸 涂层重量 线速度
20 %	200	150 埃	1RPM 100 0.005in./dia 0.0005grams/in 6

在上述条件下构成如下结构：卷绕在鼓周围以易于去除的 48 规格的聚酯是涂有苯乙烯的聚合物释放层并且使用铝在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将聚酯膜从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将铝与释放层及聚酯膜相分离。然后将铝与丙酮溶液倒出并使之经受离心作用以浓缩所述薄片。然后将所获得的薄片放到载片上并在来自于媒体控制论的图像专业人员（Image-pro）加上图像分析器上对其进行显微照相。然后使用 IKA Ultra Turex T50 均化器降低溶液中薄片的颗粒尺寸。使用 Horiba LA910 激光散射颗粒尺寸分布分析器提取所获得的薄片上的颗粒尺寸分布。薄片的最终颗粒尺寸为 $D_{10} = 3.3$ 、 $D_{50} = 13.2$ 、 $D_{90} = 31.2$ 。

附录第 30 页的照片示出了：

所拍摄的均匀分布的 30'' 铝

以微米计的均匀分布颗粒尺寸 30''： $D_{10} = 8.21$ 、 $D_{50} = 26.68$ 、 $D_{90} = 65.18$

均匀化 6 分钟 30 秒钟。

以微米计的最终颗粒尺寸 $D_{10} = 3.33$ 、 $D_{50} = 13.21$ 、 $D_{90} = 31.32$ 。

示例：具有蒸汽管和电子束毫微粒的鼓（线供给）：

释放材料	苯乙烯树脂	支撑材料	铝
供给者	Dow	供给者	Mat.研究公司
No.	685D	No.	90101E-AL000-30002
PVD 条件：			
电子束 功率	释放厚度 (埃)	支撑厚度	鼓速度 转数 线尺寸 涂层重量 线速度
17 %	200	3 埃	2.2RPM 100 0.005in./dia 0.0005grams/in 6

在上述条件下构成如下结构：卷绕在鼓周围以易于去除的 48 规格的聚酯是涂有苯乙烯的聚合物释放层并且使用铝在 Temiscal 电子束喷镀金属器中金属化。将聚酯膜从喷镀金属器中移除并使之穿过使用丙酮的实验室剥离器以便于将铝与释放层及聚酯膜相分离。然后将所获得的铝颗粒悬浮液保存在小瓶中以进一步研究。

试验的目的是获得通过管理沉积程序以使得当铝沉积在释放层上时它保持在岛状物生长状态下而产生的铝毫微粒。然后将这些未聚结铝的岛状物涂覆释放材料然后再涂覆上铝岛状物。重复这些程序直到形成了释放层/铝岛状物/释放层的 100 层夹层。

具有聚合物部件和电子束的鼓（线供给）

参照图 17 和 18，与以上所述相同的真空室和加热器部件被改进得将熔化的聚合物（用作释放涂层材料的热塑性聚合物）输送到真空室。真空室包括转鼓 168、沉积线规、不锈钢加热器部件 170、和电子束（E-beam）枪 172。鼓的直径约为一英尺，表面宽度约为 6 英寸。鼓可转动并且可监控转动的速度和数量。加热器部件狭缝朝向穿过加热器部件的中心的腔打开。所述加热器部件具有三个可用于控制部件

温度的独立的加热器。与位于每端或部件中的聚合物坩锅相连接的两个加热的毛细管 174 将润滑的聚合物供给到部件中。这些管与位于腔室外部的熔化泵相连接。由容纳经处理的聚合物的氮覆盖熔化瓶 175 和挤压机 176 为这些管供料。布置在狭缝前面约 1 英寸处的沉积线规以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量穿过狭缝的材料量。

为了增加材料, 聚合物被泵送到加热器部件每端中的腔中。鼓覆盖有 PET 膜。电子束枪在转动板上具有四个铜腔。每次一个铜腔与电子束枪成直线布置。待蒸发的材料被直接放置在铜腔中或布置在铜腔中适合转台位置处的适合坩锅衬中。第二沉积线规被布置得靠近于鼓表面, 坩锅上方。它可以埃/每秒为单位 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 测量从坩锅中蒸发的材料量。这样之后, 关闭所述腔室并且开始真空循环。该腔室被抽空直到压力达到至少 6×10^{-5} 托。在达到期望真空度之后, 接通三个加热器的电源。在 20 分钟间隔内将加热器逐渐升高到期望温度。大约每 6 秒钟将测量结果传输到计算机文件中。提供时间、三个区域中的部件温度 ($^{\circ}\text{C}$)、沉积线规读数 ($\text{\AA}/\text{sec}$) 以及当前真空压力 (托)。电力被供应到电子束设备。可以 0.1% 为增量升高供给枪的电力。电力被升高到刚好位于蒸发下面的一点并允许吸收或条件。在吸收之后, 电力被升高直到获得了期望的沉积率, 然后在聚合物开始沉积之后遮光器被打开。鼓开始转动并且将熔化泵设定到期望速度。如果沉积线规晶体衰退或当所有的材料已被蒸发并且沉积线规读数降为零时试验终止。在试验结束之后, 关闭电子束遮光器, 停止鼓转动, 电力与电子束断开, 并切断部件加热器。在冷却期过后, 腔室被敞开。去除涂覆的材料。

释放涂层载体膜方法

在一个实施例中, 本发明可用于制造释放涂层聚合体载体膜 (诸如释放涂层聚酯 (PET))。参照图 19, 聚酯载体膜 180 被绕在容纳于真空室 184 中的转动冷却鼓 182 周围。所述膜从围绕转动冷却鼓大约 300° 或多于其表面区域的膜展开台 186 处经过, 并且之后涂覆膜在膜重新卷绕台 188 处被缠绕。聚合物输送源 190 将聚合物材料引导到载

体膜,并且电子束枪 192 使得聚合物蒸发以便于将其涂覆到载体膜上。聚合体涂层变硬了并且之后在重新卷绕台处被缠绕。该方法提供了热塑性聚合体释放涂覆耐热聚合体载体膜,其中所述膜为通过气相沉积技术施加到真空室中的膜上的薄片材料提供了良好的释放特性。所述膜在形成薄平坦埃级薄片方面提供了有效的释放性。

聚苯乙烯试验

从电子束喷镀金属器中的试验中,可以发现,加热器部件温度在聚苯乙烯被蒸发并沉积之后在聚苯乙烯的条件方面具有显著影响。对于所有的试验来说,DOW 685D 聚苯乙烯用作沉积材料。该材料具有大致为 300,000 的分子量(MW)。

在加热器部件温度以 25°C 为增量从 300°C 改变为 375°C 下进行试验。部件被加热的速度是改变的,但是看来对最终温度没有明显的影响。所有的试验都依照具有上述部件程序的鼓进行。

在第一试验中,为部件装载 10 团 DOW 685D 聚苯乙烯。将加热器上的温度设为 300°C。在该温度下,这是最小沉积率。线规读数从 5-10 Å/sec 范围内变化。在试验结束时,只有少量明显的残余物。

在接下来的试验中,将部件的温度设定得达到 325°C 的温度。沉积率增加到 20-30 Å/sec 范围内。在试验结束时,有明显的膜沉积下来。该膜颜色是透明的并且是没有粘度的固体。

接下来部件达到 350°C。沉积率与 325°C 的试验中的相似。在试验结束时,膜不同于前述试验中所形成的膜。该试验中的膜触感较粘并且显示得略有褪色。

最后,部件温度逐渐升高到 375°C。沉积率增加到接近于 40 Å/sec。在试验结束时,黄色油被遗留在膜上。所述油被容易地擦去,但是其下面没有透明的聚苯乙烯膜的迹象。

从这些试验中可断定,在 350°C 以上聚苯乙烯开始降解。这确定了该文献中所发现的值。在大于 350°C 的温度下,聚苯乙烯蒸发而后开始解聚并留下近乎为纯苯乙烯的残余物。这是由残余物的 FTIR 分析而确定的。

在进一步的研究中，将 DOW 聚苯乙烯的样品送到外部实验室以便于分析。已提出了一种方法以确定当温度升高到期望操作温度时从聚合物中蒸发出了何种成分。使用与 GC-MS 分析相关的“Direct Insertion Probe”方法，在 30℃/min 的速度下将温度逐渐设定到 325℃。在达到了最大温度之后，将其保持 10 分钟。

设备中的离子计数管指示出材料何时从固体团中蒸发。在试验期间出现两个峰值，一个在大约 260℃，另一个在 325℃。在这两个峰值上执行 GC-MS 分析。第一峰值示出了包括（但不局限于）聚苯乙烯单体和二聚物的低分子量物质的大量集中。第二峰值没有示出与其 GC-MS 分析几乎一样多的挥发物。从该分析中可断定，在第一次加热的基础上，大量未聚合材料和许多其他低分子量物质从本体聚苯乙烯中释放出来。在长时间加热之后，期望的聚合物被蒸发并沉积在期望表面上。我认为为了获得最佳性能，本体聚合物需要被预热或经受处理以尽可能多地去除“低级”材料。

在另一个试验中，我们使用相同的 Direct Insertion Probe 方法以便于获得对于在第一试验中在第一峰值中出现了何种物质的进一步的理解。在该试验中，所施加的热量逐渐 260℃ 升高到并保持该温度。至少第一试验中出现峰值之处。目的是通过 GC-MS 鉴定出在该点蒸发出何种物质并且看出通过预热步骤是否可将材料从本体材料中去除。

峰值出现在几乎相同的位置并且 GC-MS 示出低分子量物质的大量分类。这些低分子量物质包括微量苯乙烯，但是也存在许多其他有机碎片。在大约 10-12 分钟的时期后，峰值消失。这表示挥发性物质已从本体材料中被去除了，并且预热的策略在形成透明聚合物膜方面应是有效的。

从这一系列试验中，研发出新程序以增加沉积具有 DOW 685D 聚合物的聚苯乙烯膜的有效性。首先，将本体材料加热到 260-300℃ 的温度。在该预热期间，膜应被覆盖以使得低级产品不会到达腹板。该步骤可在真空室外（或至少是在沉积室外）进行以便于可使得污

染最小化。在充足时间过后，温度应升高到 325℃。该温度在不导致聚苯乙烯降解的情况下提供了最高的沉积率。

从用其他聚苯乙烯样品进行的相似的试验中可获得其他的观察结果。在该情况下我们使用由 Pressure Chemical 供应的 4,000MW 和 290,000MW 聚苯乙烯。这些样品是聚苯乙烯标准的并且具有非常窄的分子量分布。它们还没有太多的可能在大多数商用聚合物中将发现的污染物。从这些试验中我们得到以下结论。与 290,000MW 材料相比较，使用 4,000MW 材料在真空压力上的影响更小。使用越高分子量的材料压力升高得越大。这与我们在钟罩的试验期间发现的数据是一致的。我们还发现，与 4,000MW 材料相比较，290,000MW 材料在更低的温度下开始沉积。我们通过在这两种材料上进行 TGAs 而确定这一点。TGAs 示出了 4,000MW 材料确实在比针对 290,000MW 聚合物所观察的更高温度下开始了重量减轻。

聚合物处理

在聚合物可用作沉积程序中之前，必须对其进行处理以从本体聚合物中去除水分和低分子量材料。使用 DOW 685D 聚苯乙烯，我们在两阶段处理方法中执行处理。在第一阶段中，大量聚苯乙烯被放置在真空炉中并在 225℃ 下保持 16 小时。该温度足够高得可去除聚合物中的大部分水分。还因为该温度低于可看到聚合物降解的温度点而选择该温度。在 275℃ 下进行试验时，在 16 小时处理期间过后，聚苯乙烯样品示出了明显的降解。在处理期间过后，取出聚合物并将其放置在干燥器中以使得在其冷却时不会吸收任何水分。

当准备在喷镀金属器中使用聚合物时执行处理的第二阶段。将其从干燥器中取出并立刻将其放置在喷镀金属器中以使得湿度增加最小化。在开始沉积之前，容纳第一阶段所处理的聚合物的聚合物部件被加热到 275℃ 并在那个温度下保持 20 分钟。在该温度下，任何残余水分都被去除并且聚合物中的低分子量材料也被去除。低分子量材料应包括未反应的单体和本体聚苯乙烯中所发现的许多其他杂质。在 275℃ 下保持了必要的处理时间之后，聚合物应准备沉积了。

通过利用该两阶段处理方法，最终的膜应为具有一致分子量的，并且应没有大部分低分子量杂质。这可提供更一致并且更可靠的膜。

溶剂和聚合物的重复利用

当剥离当前释放涂层并且收集薄片时，用过的溶剂以及溶解的释放涂层通过蒸馏法被送出以回收溶剂。当溶剂被回收时，残液作为有害废弃物被处理。在该试验中我们尝试将残液回收利用为释放涂层。所收集的残液为 24 % NVM。通过三部分 IPAC 和一部分 NPAC 将该材料降至 8.3 % NVM。然后试验 # 2 Meyer 杆将该漆放置在 2 密耳聚酯上。所得到的涂层在 0.3 克/平方米的涂胶量下将是透明的。然后在钟罩喷镀金属器中用铝对涂层取样进行金属化。所得到的铝层具有在 Macbeth 比重计上测得的 2 到 2.5 的光密度。

花费 30 秒钟将所得到的结构溶解在丙酮中以使其从聚酯中释放出来。然后将薄片放在载片上并进行分析。通过该方法所产生的薄片在 400 到 600 微米的范围内具有光滑表面并且与当前产品没有差别。

线涂层

图 20 示出了用于将聚合物涂覆到用作前述线供给实施例中的线上的线涂层设备。

材料:

完全溶解在二甲苯中的 DOW685 聚苯乙烯聚合物的混合物

DOW685 45pts by wt

二甲苯 55pts by wt

来自于 Consolidated Electronic Wire and Cable 的规格为 0.005 英寸的稀少镍/铬线。

设备描述:

参照图 20，涂覆设备包括四部分：展开部分 200、涂覆主体 202、干燥管 204 以及卷取机 206。在使得线圈在最小阻力下展开时，该线圈在左右移动方面受限。涂覆主体包括注射管体（Becton Dickson 5cc 一次性注射器）208、以及注射器针头（Becton Dickson 20GI Precision Glide 针头）210。一次性注射器中充满涂层混合物并且针头将给定量

的材料计量供给到线上。干燥管用铜灌铅管构成。管自顶到底由 6 英寸长的 $\frac{1}{2}$ 英寸管 212、 $\frac{1}{2}$ 到 $\frac{3}{4}$ 渐缩管 214、2 英寸长的 $\frac{3}{4}$ 英寸管 216、 $\frac{3}{4}$ 英寸三通管 218 构成，其中 4 英寸长的 $\frac{3}{4}$ 英寸管 220 从三通管 218 中垂直延伸。排风机 222 与从设备中抽出空气的该管相连接。三通管 218 的直线部分与 5 英尺长的 $\frac{3}{4}$ 英寸铜管 224 相连接。该部分是设备的干燥部分。另一个 $\frac{3}{4}$ 英寸三通管 226 与 5 英尺长部分相连接。垂直三通管与 3 英寸长的 $\frac{3}{4}$ 英寸管 228 相连接，其中管 228 与转向上方的 90 度弯管 230 相连接。该弯管 230 与 1 $\frac{1}{2}$ 英寸管 232 以及 $\frac{3}{4}$ 英寸螺纹连接器 234 相连接。该连接器与 2 英寸到 $\frac{3}{4}$ 英寸平铁渐缩管相连接。5 英寸长的 2 英寸管 236 被螺纹连接于该渐缩管。2 英寸管容纳热空气枪的枪管。三通管的竖直部分与 2 英寸长的 $\frac{3}{4}$ 英寸管 238 相连接，然后在 240 处减小到 $\frac{1}{2}$ 英寸。连接 $\frac{1}{2}$ 英寸管 242 的最后 6 英寸部分。

涂覆应用的描述

使用上述设备将涂层施加到线上。线从线圈上展开并通过容纳聚苯乙烯聚合物和溶剂的混合物的注射器主体供给。当在注射器主体中向下拉动线使之通过注射器针头时线上覆有混合物。涂覆线材被供给到热空气从中通过的铜管中。空气以高于热空气从管底部中的孔中被供应的速度从管顶部中的出口处被抽出。排气孔需要的额外在线进出的管的端部处被供应。使用变阻器控制供应到管的热空气的量。我们发现满负荷的 85% 是优选温度。更大的温度导致涂层气泡，不足的温度有损于干燥。在穿过干燥管之后线被缠绕在线圈上。使用另一个变阻器人工地控制缠绕线圈的速度。当较多线被缠绕在线圈上时变阻器设定回落以抵偿缠绕期间的快速拉动。最终线上的涂层在 0.4 到 0.5mg/英寸的范围内。

Dow 苯乙烯树脂 685D

样品制备和分析:

来自于每个塑料容器中的大约 75 毫克的聚苯乙烯树脂被分别溶解在 10mL 四氢呋喃 (THF) 中并搅动大约 3 小时。每个 THF 溶液都通过 0.45 μ m PTFE 过滤器进行过滤并被放置在自动取样器小瓶中。

GPC 设备是具有 Waters410 反射率检测器的 Waters 2690 泵送系统。纵列是来自于 Polymer 实验室的三个 Plgel Mixed-C 300 mm×7.5。移动相是 1.0 mL/min 下的 THF。注射尺寸是 50μL。校准对着从 Polymer 实验室获得的一组十二聚苯乙烯标准, 范围从 580 到 1,290,000Da。来自于 Waters 的千年版 3.2 软件与 GPC 选项结合使用。每日进行校准, 并且每日还将来自于 National Institute for Standards and Technology 的 SRM706 聚苯乙烯的核对样品与每批样品进行分析。

结果:

在下表中示出了样品的可溶解的聚合物部分的分子量分布的计算值。最大分子量的数值 (Mp)、分子量数量平均 (Mn)、分子量重量平均 (Mw) 都以千的形式表示以给出有效数字的校正值。质量控制数据表示 Mn 的 10% 的相对差和 Mw 的 5% 的相对差是不重要的。

样品	Mp	Mn	Mw	分散度
苯乙烯树脂 685D	266k	107k	313k	2.94
苯乙烯树脂 685D 加倍	272k	138k	320k	2.32
苯乙烯树脂 685D 平均	269k	123k	317k	2.63

来自于 Pressure Chemical Co.的聚苯乙烯聚合物特征数据

标称的 290,000MW 苯乙烯树脂	
By Lalls:	$M_w = 287,000$
通过尺寸排阻色谱法:	$M_w = 288,800$
1×60cm Plgel 5 微米混合凝胶体	$M_n = 274,600$
THF@1ml/min、20ml、@0.02 %	$M_p = 293,000$
通过特性粘度:	$M_v = 288,800$
甲苯@30°C	
从 (h) 中计算出的 $M_v = 12 \times 10^{-5} M^{0.71}$	(h) = 0.904
标称的 4,000MW 苯乙烯树脂	
通过: 蒸汽压渗透计	$M_n = 3,957$
THF, 38C, 四个集中的 08 薄膜	
通过尺寸排阻色谱法:	$M_w = 4,136$
	$M_n = 3,967$
	$M_p = 4,000$
通过特性粘度:	$M_v = 4,075$
THF@30°C	
从 (h) 中计算出的 $M_v = 1.71 \times 10^{-3} M_v^{.712}$	(h) = 0.06

干燥的毫微级和埃级颗粒的制备:

下面将描述在将薄片从鼓或载体上取下之后从薄片上洗涤残余释放涂层的方法。使用具有 4,000MI 容量和用于真空过滤的侧出口的布氏漏斗和过滤器 (诸如 Whatman 微纤维过滤器), 这两者都可从 Fisher Scientific 购得。首先在过滤器处于适当位置并且处于真空下时将薄片加入到漏斗中。通过用适当的溶剂清洗而洗涤薄片。取决于释放涂层的可溶性, 所使用的溶剂可为丙酮、乙基丙酮或乙醇。薄片应被清洗到已将残余释放涂层去除或减少到期望水平的程度。然后可烘干过滤后的材料以消除挥发性物质。该滤饼也可通过在更高温度下烘干而退火。用过的溶剂可被蒸馏以回收利用。如前面所述的, 残液可被回收并在释放涂层中重新利用。在生产中, 较大的真空过滤装置是

合用的。

屏障材料

进行以下试验以确定薄片尺寸、颜料与粘合剂比率以及涂胶量在含薄片膜的湿气渗透率 (MVTR) 和氧渗透性上的影响。大薄片尺寸为 20 微米, 小薄片尺寸为 12 微米。

MVTR 测试数据如下所示:

<u>薄片尺寸</u>	<u>P: B</u>	<u>涂胶量 (g/m²)</u>	<u>MVTR (g/m²-天)</u>
大	3:1	3.14	4.86
大	1:1	3.62	5.85
小	3:1	3.18	1.82
小	3:1	0.8	8.86
大	3:1	0.74	15.0
大	3:1	3.14	4.86
大	3:1	3.14	4.86
小	3:1	3.18	1.82
大	1:1	3.62	5.85
大	1:1	1.38	11.90
清澈溶媒		1.08	74.4
Dartek SF-502 尼龙薄膜			58.3

颜料: 铝薄片

粘合剂: 纤维素油墨溶媒

进一步的测试数据显示了小颗粒的 1.2 的 MVTR、5:1 的颜料与粘合剂比率以及 5 g/m² 的涂胶量。

该数据示出了适当选择的薄片的添加可对于 MVTR 起到戏剧性

的效果。例如，该图表示出了在高 P: B、小颗粒尺寸（诸如本发明的埃级颗粒）以及高涂胶量的最好条件下，尼龙薄膜的 MVTR 的从 $75\text{g/m}^2\text{-天}$ 降低为 $1.8\text{g/m}^2\text{-天}$ 。进一步的测试数据示出了更好的结果。

根据这些数据，埃级颗粒（小于 100 埃的厚度、低于 20 微米的颗粒尺寸）的应用例如可包括水分转移屏障材料。在使用中，薄片以基本在共同平面中平行的方式排齐并对于穿过含薄片膜的水汽产生屏障。薄片，例如玻璃薄片可用于聚合体膜（诸如 PVC）中以抑制增塑剂渗移。

电力方面的应用

通过在高速下运行释放涂层载体，沉积金属（诸如铝）将产生离散岛状物（上述的毫微级颗粒）。这些颗粒（当从释放层移除时）可被融合到含薄片膜中，或依原样在聚合体膜中使用。含毫微级颗粒膜可增加电容量。容量与介电常数和面积成正比而与电容器极板之间的分隔距离成反比。分散在大颗粒尺寸薄片之间的毫微级颗粒提高了介电常数，因此提高了容量。

在 Noyes Publication, Joseph Green (1994) 的膜和涂层的沉积技术的手册“Nucleation, Film Growth, and Microstructural Evolution”中描述了毫微级颗粒的其他用途。

多层剥离方法

参照图 21，多层气相沉积设备 250 包括分成为独立相邻真空区的真空室 252，所述真空区包括气相沉积室 254 和剥离室 256。这两个腔室被一个或多个动态锁 258 分开以使得存在于一个腔室中的真空压力可与存在于相邻腔室中的真空压力相隔离或在一定程度下保持与存在于相邻腔室中的真空压力的无关。气相沉积表面或衬底（最好是环带形式的）260 穿过气相沉积室、穿过动态锁、并进入到剥离室。可用合适的材料（诸如不锈钢或高温聚合物）制成环带。环带的一端卷绕在气相沉积室中的上部导辊 262 上，环带的另一端卷绕在剥离室中的下部导辊 264 上。

气相沉积室包括一系列间隔开的真空沉积源，诸如独立的蒸发器，

当其穿过气相沉积室时沿环带的底部 266 对齐。气相沉积源可为前面所述的任何一种释放涂层和薄片材料气相沉积源。例如，在图 21 的实施例中，气相沉积源可包括交替的释放涂层气相沉积源 268 和交替的金属气相沉积源 270，如前面所述的，金属气相沉积源 270 用于提供涂覆在相应热塑性可溶解释放涂层上的多层交替的气相沉积金属层的叠层。或者，沉积源可包括一个释放涂层源和多个相邻的间隔开的薄片材料源，所述薄片材料源用于在相邻释放涂层之间提供多层薄片材料涂层。前面所述的用于提供释放涂层/薄片层材料的其他实施例液可用在气相沉积室中。

气相沉积室被抽空以在腔室中产生用于有效地提供前述释放材料和薄片材料的气相沉积层所需的真空压力级。气相沉积室中的真空压力状态与相邻剥离室中操作的真空压力状态相隔离。

薄片材料和插入的释放涂层的多层气相沉积周期性地从剥离室中的环带中被去除。在所示的实施例中，滑动门形式的真空闸 272 被密封于剥离室底部中的面向下的开口 274。位于剥离室下面的外部真空外壳 276 围绕真空闸和剥离室底部中的开口。该外壳包括与环带的下部 280 相隔的面向下的下部开口 278，环带上的多层气相沉积材料从环带上被剥离。

可独立于真空沉积设备移动的滚动车 282 用于收集从环带上剥离的薄片/释放涂层材料。滚动车包括支撑在平台 286 上的面向上的摇架 284，通过使得液压活塞臂 288 或其他升力控制机构往复运动而使得所述摇架 284 可竖直移动。摇架通过竖直往复运动的液压活塞臂 289 被支撑在平台上。在所示的实施例中，摇架包括剥离机构 290，所述剥离机构 290 可包括用于从环带上物理地去除（即，干燥剥离）多层气相沉积的机械设备或动力喷镀设备，所述动力喷镀设备用于在压力下将液体溶剂（诸如有机溶剂）引入到薄片层上以从带上去除薄片层。

在气相沉积设备的正常操作中，气相沉积室和剥离室都被抽空到低于大气压力的真空压力下。剥离中的真空压力可处于高于沉积室中的真空压力的水平，并且如所述的，最好低于大气压力。在一个实施

例中，在低于 10^{-3} mbar 的真空度下实现气相沉积室中的真空压力状态。最好在 0.5mbar 和 200mbar 之间的真空度下实现剥离室中的真空压力状态。这些压力状态随剥离方法中所使用的溶剂的蒸汽压力而改变并且可被调节为本领域普通技术人员惯用的真空压力状态。

图 22 和图 23 中清楚示出了剥离程序。依照本发明的剥离程序，从气相沉积室中所执行的气相沉积程序中可在环带上形成数千层气相沉积材料。当在环带上形成多层气相沉积时，所述环带连续地穿过剥离室。在气相沉积操作期间在较高速度下操作的环带之后当在剥离室中从环带上剥离多层气相沉积时减慢到较低速度下。同时，在剥离室中保持真空压力并且去除真空沉积时，气相沉积室中的气相沉积源空转。

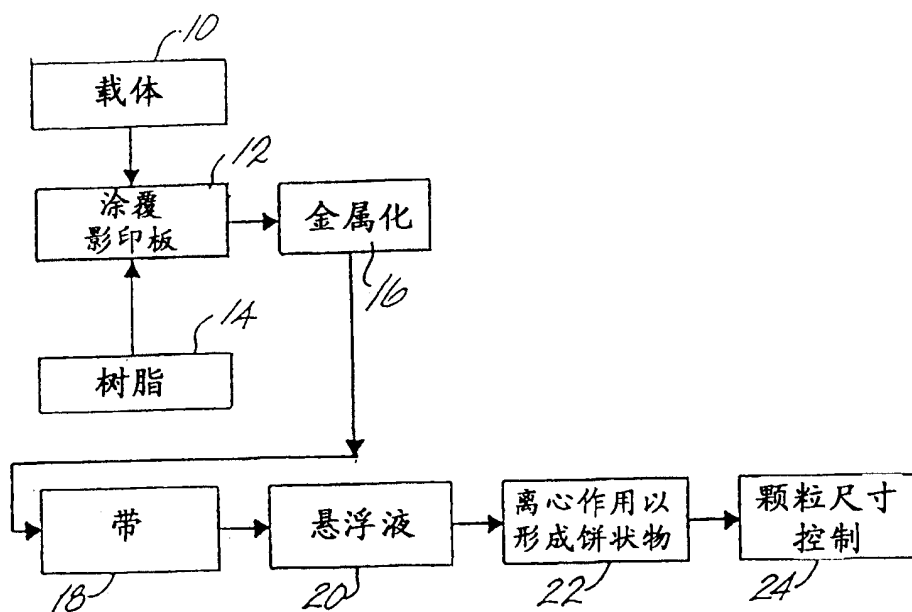
图 22 示出了剥离程序的初始步骤。滚动车 282 被布置在外部真空外壳 276 中的下部开口 278 的下面，并且液压活塞 288 被驱动以提升平台远离滚动车以便相对于下部开口被控制在负压下。这密封了外壳中的滚动车的摇架部分。真空闸 272 保持密封在剥离室的底部开口上以将剥离室中的真空压力与围绕摇架的密封外壳内部相隔离。在将滚动车处于适当位置中的情况下，外壳内部中的真空被拉到与保持在剥离室内部中的真空压力程度相匹配的程度。在压力平衡处于适当位置中的情况下，真空闸 272 被打开。如图 23 中所示的，真空闸滑入到外壳内部中，远离其密封位置，以打开剥离室与滚动车的摇架部分之间的开口 274。液压活塞臂 288 被启动以将摇架升高到刚好位于邻近于待剥离的多层气相沉积的带下部 280 下面的位置处。在该位置中，剥离机构 290 被启动以便于从环带底部去除多层气相沉积。如所述的，多层气相沉积被支撑在滚动车上的剥离机构 290 去除，所述剥离机构可为物理地去除多层气相沉积或使用适合的液体（诸如有机溶剂）进行动力喷镀的机械设备。优选方法是从载体上干燥剥离气相沉积。从带上去除的材料在重力下落到摇架中。当剥离室 256 的内部和下部外壳 276 处于其低于大气压力下的真空压力状态时发生气相沉积材料的去除。

在去除了气相沉积材料之后，真空闸 272 被关闭以密封真空，之后滚动车可滚离其图 23 中所示的位置。当真空外壳保持密封时摇架被降至其下部位置。然后真空闸 272 被关闭以封堵剥离室，将剥离室保持在其低于大气压力下的常态。然后降低滚动车的平台部分，使之远离外壳 276 的底部开口 278。滚动车平台的降低启封了下部外壳并使其达到大气压力。然后去除滚动车以便于进一步处理所去除的薄片材料。然后在大气压力状态下处理所去除的材料以便于将薄片材料从溶解的释放涂层材料中完全去除，并且进一步处理以便于产生如前述具有期望颗粒尺寸的薄片材料。

然后重激活沉积室中的气相沉积源 268、270，并且使得环带恢复到其生产速度以便于多层气相沉积材料的进一步沉积。

本方法提供了用于生产和剥离多层薄片材料的半连续式方法，其中在沉积期间可在高速下操纵沉积表面（诸如环带）的速度并且在剥离状态下减速操纵沉积表面（诸如环带）的速度。两个腔室中的真空压力被保持在大气压力下以减少抽空各个腔室的能量需求。

图1
现有技术



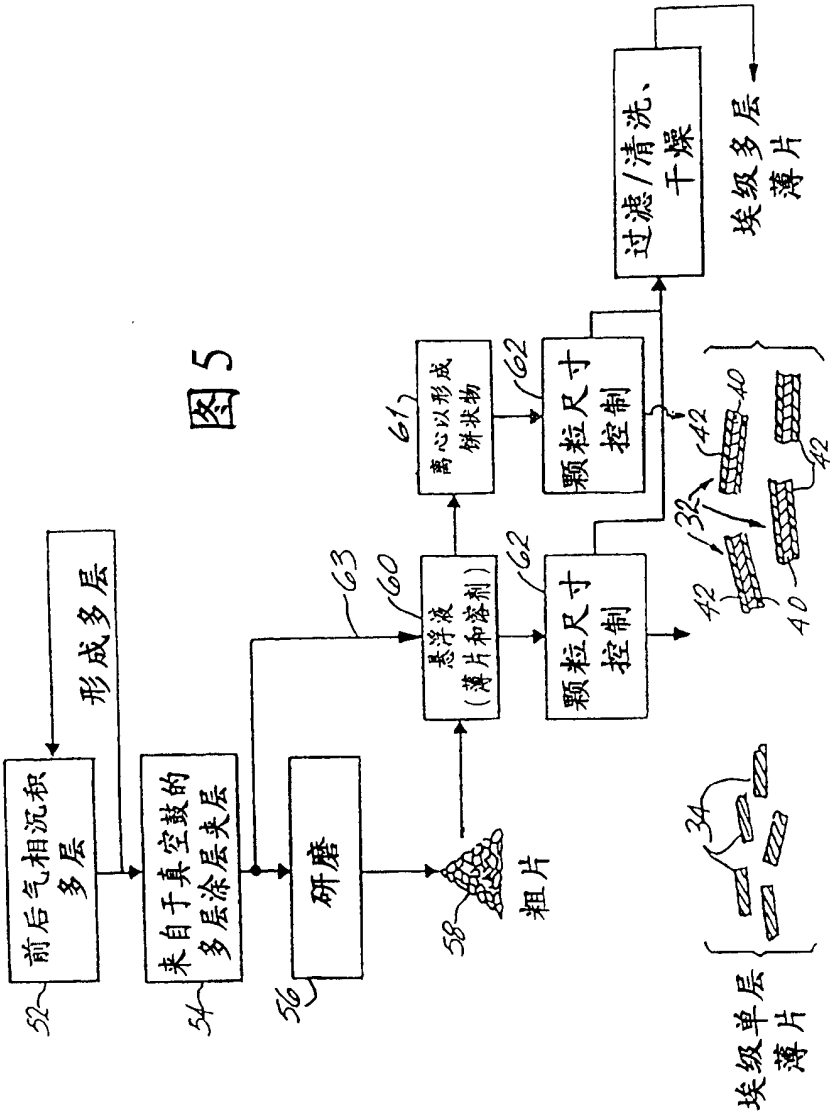


图5

图6

图7

图 8

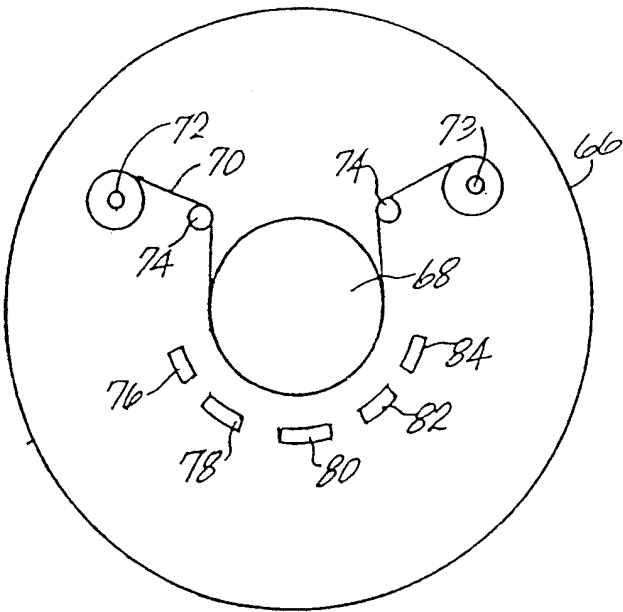


图 9

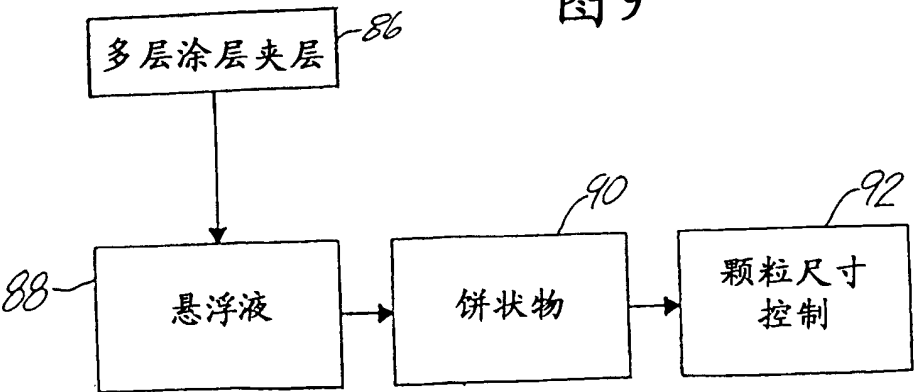


图10

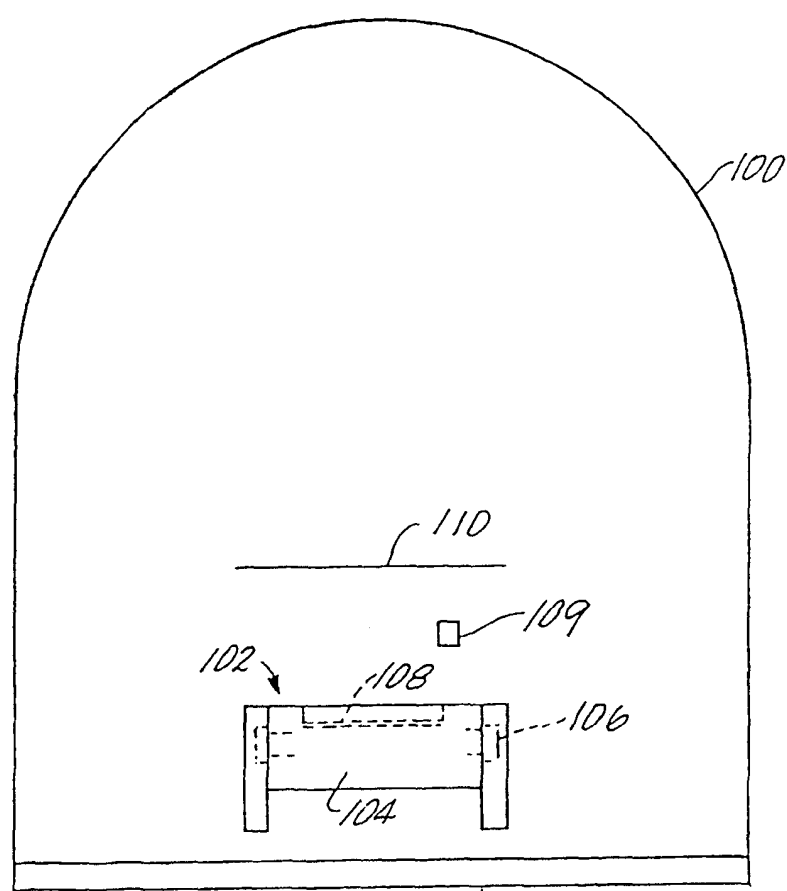


图11

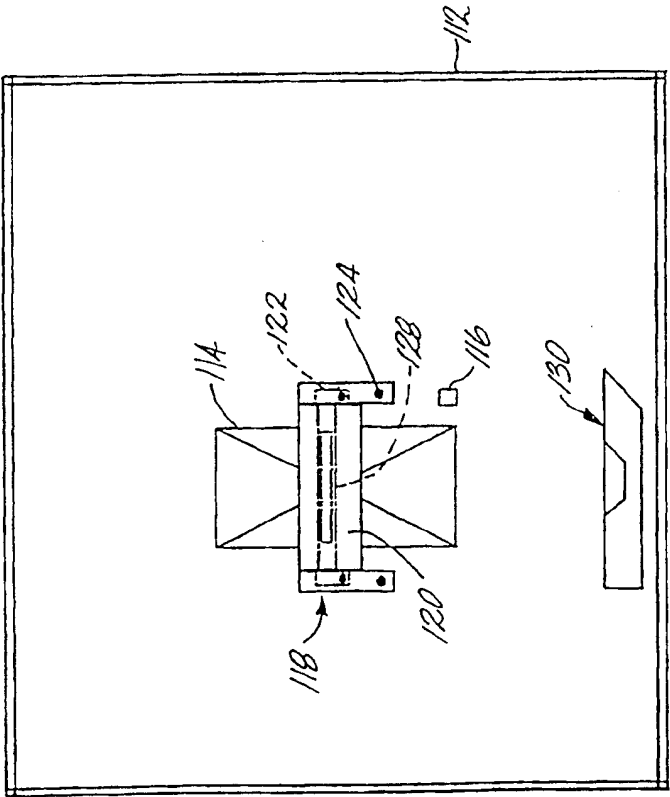
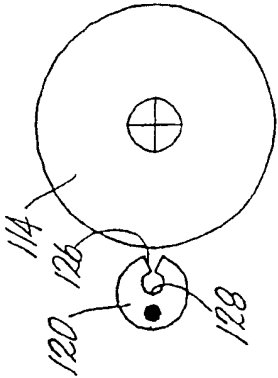


图12



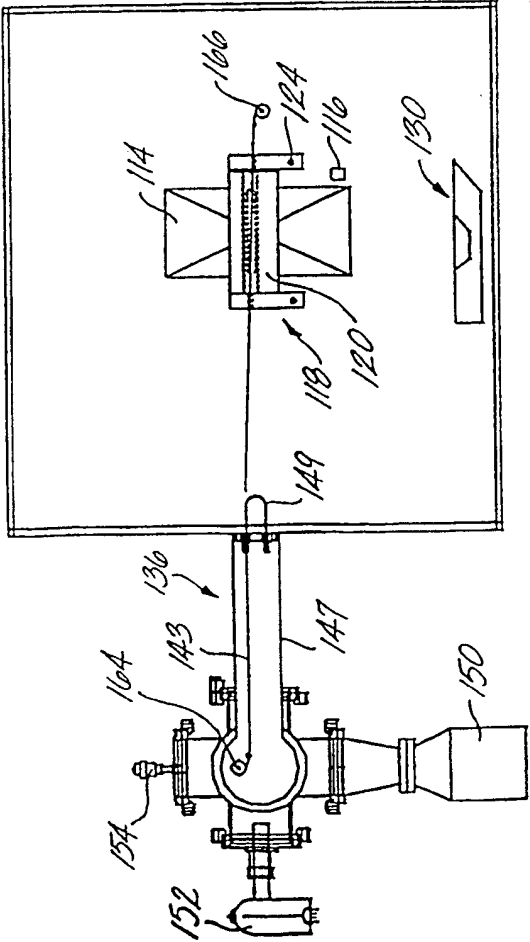


图13

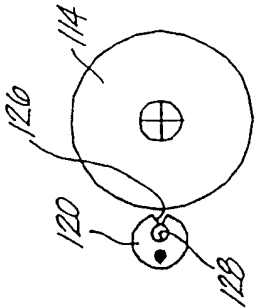


图14

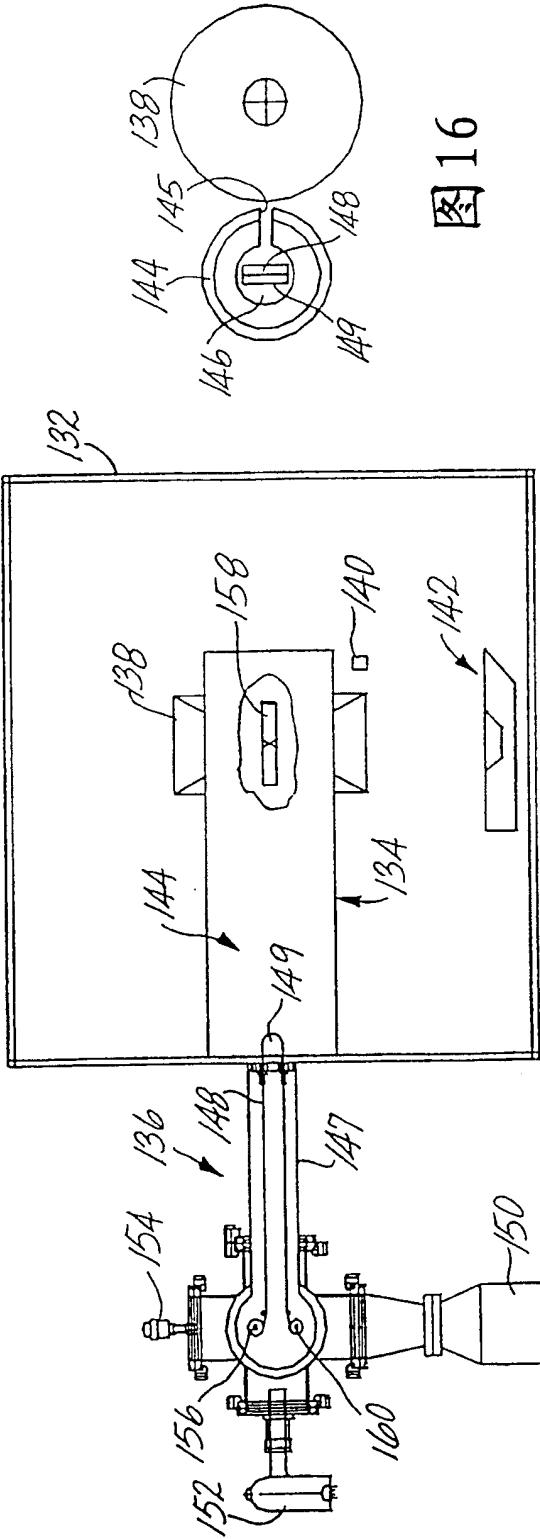


图15

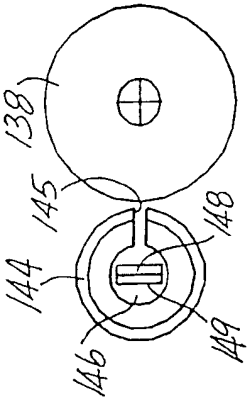


图16

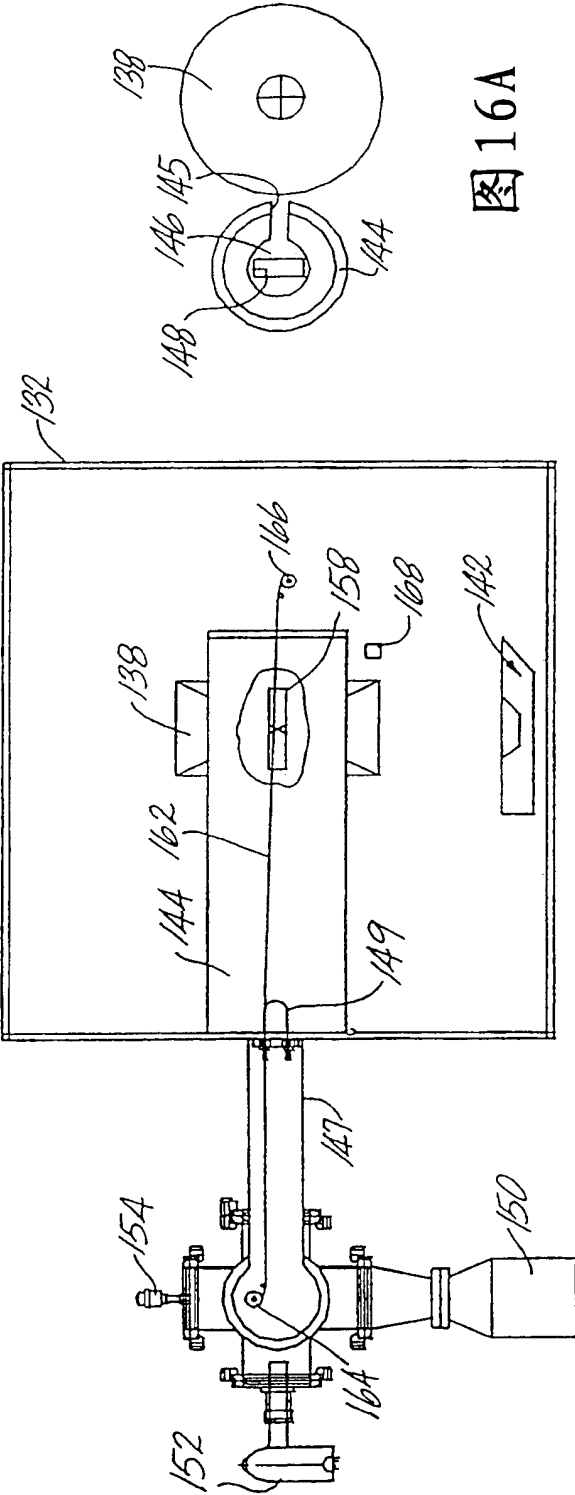


图15A

图16A

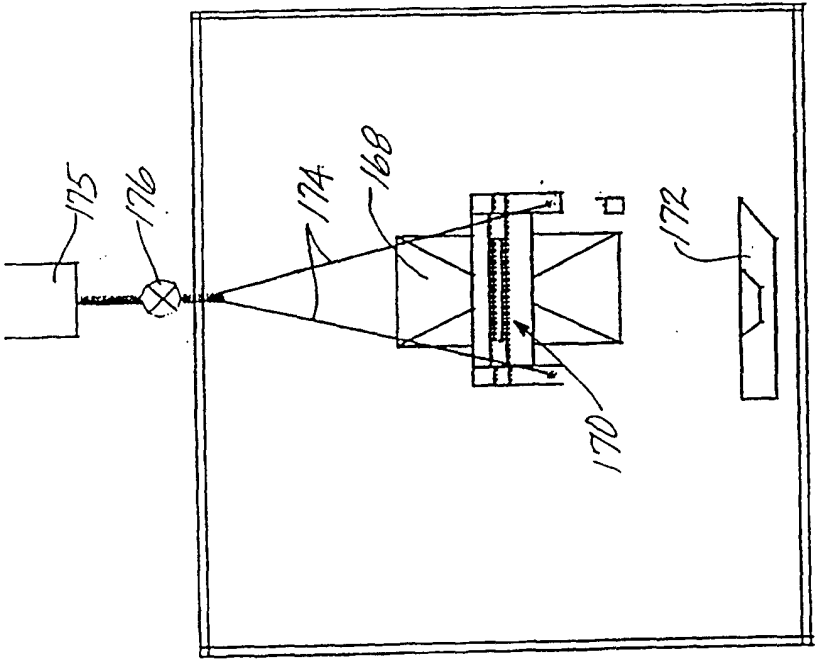


图17

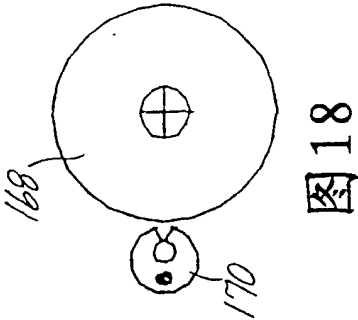


图18

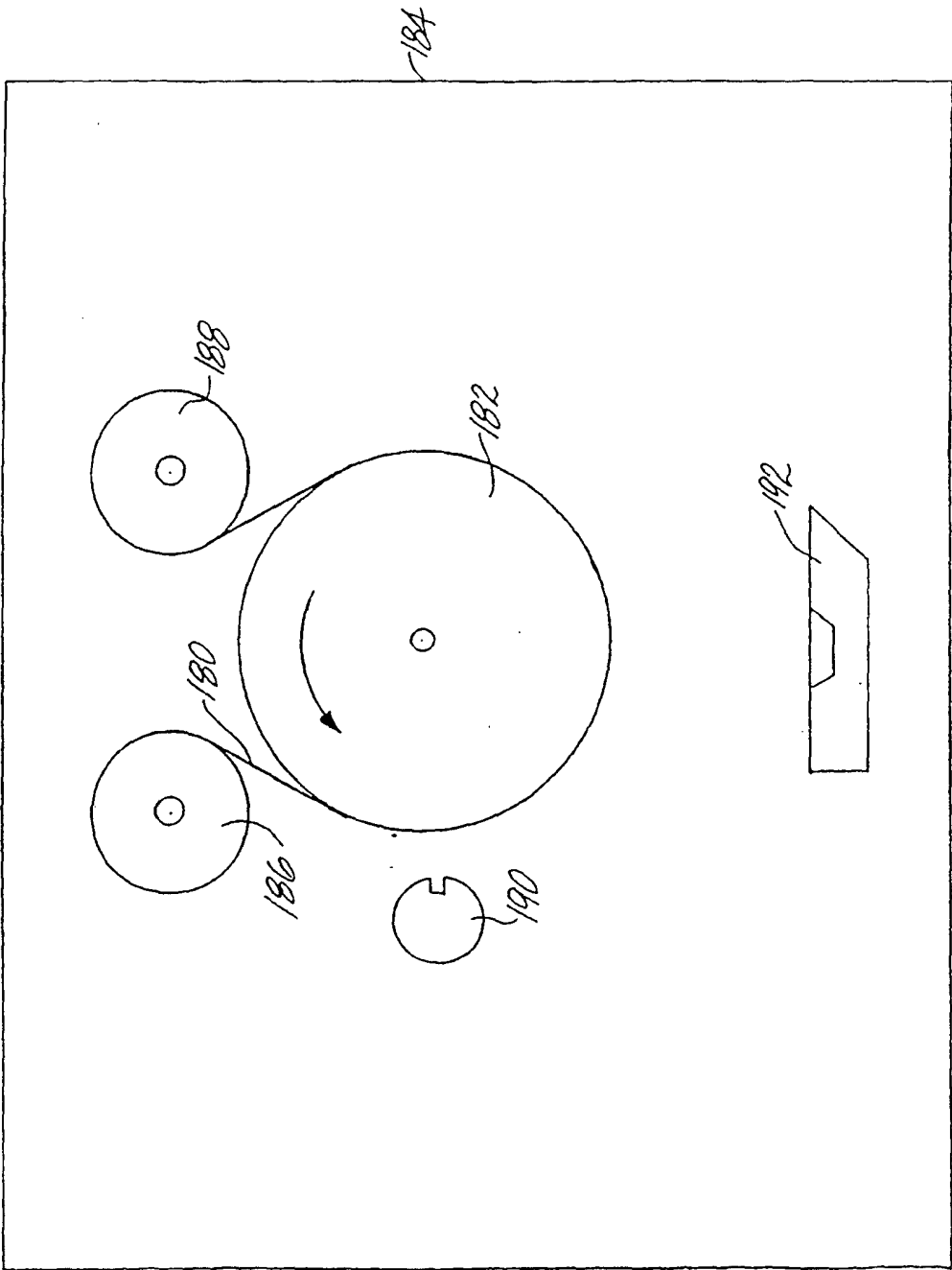


图19

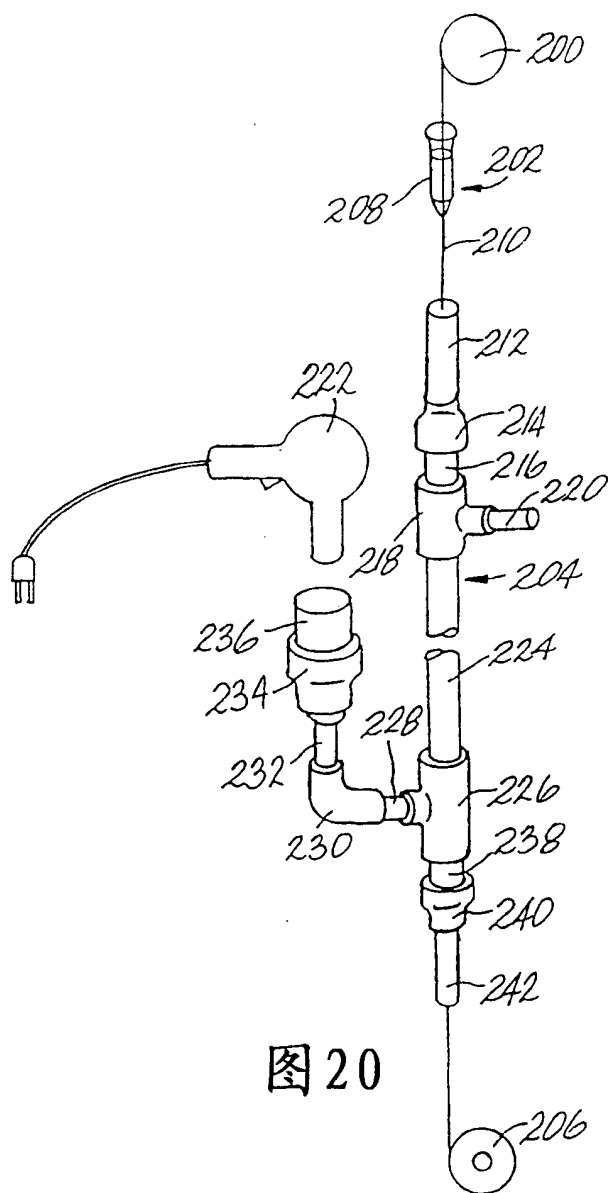


图21

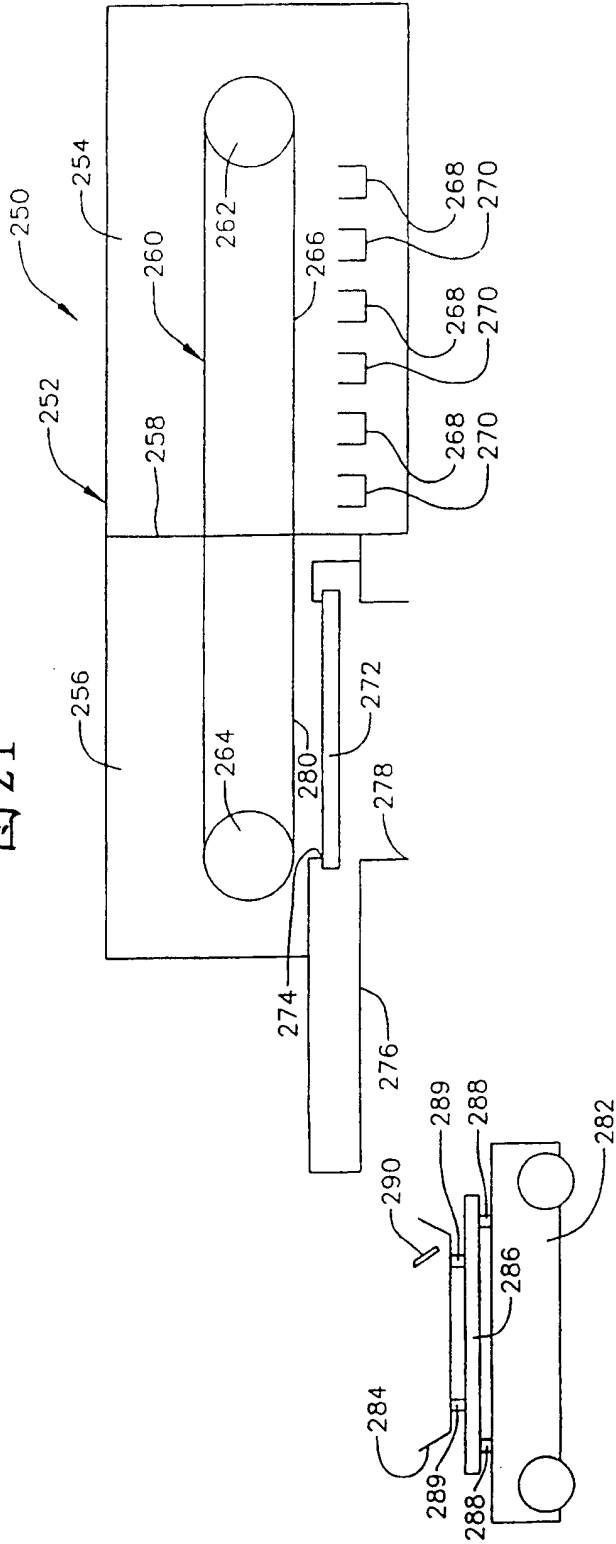


图22

