

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200580016293.1

[51] Int. Cl.

G06K 19/00 (2006.01)

G02B 5/28 (2006.01)

G02B 5/08 (2006.01)

B42D 15/10 (2006.01)

[43] 公开日 2007 年 5 月 2 日

[11] 公开号 CN 1957362A

[22] 申请日 2005.5.18

[21] 申请号 200580016293.1

[30] 优先权

[32] 2004.5.22 [33] US [31] 60/573,583

[86] 国际申请 PCT/US2005/017264 2005.5.18

[87] 国际公布 WO2005/116915 英 2005.12.8

[85] 进入国家阶段日期 2006.11.21

[71] 申请人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 迈克尔·F·韦伯 黛安娜·诺思  
大卫·K·莫滕松

[74] 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理有限公司

代理人 顾红霞 张天舒

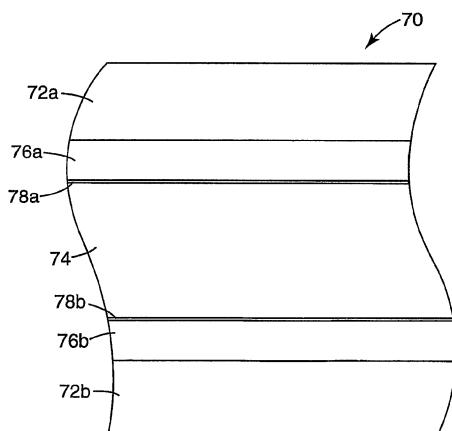
权利要求书 2 页 说明书 24 页 附图 4 页

[54] 发明名称

包含多层光学薄膜的卡片和叠层体

[57] 摘要

本发明公开了新型结构的多层光学薄膜、包含该多层光学薄膜的叠层体、以及包括该多层光学薄膜的卡片。在卡片中，可使用粘合剂层将该多层光学薄膜夹在相对较厚的聚合物层之间，其中粘合剂层至少为 0.5 密耳厚，但其厚度共同加起来不超过 3 密耳。如果需要的话，该卡片可以在可见光区域内具有高的透射率，而在红外区域内是高度不透明的。所产生的卡在卡模压过程中能减少边缘起毛的形成，提高抗分层能力，并且雾度减少。



1. 一种透射可见光的卡片，包括：

第一聚合物层和第二聚合物层，该第一聚合物层和该第二聚合物层均具有至少 5 密耳（ $125 \mu\text{m}$ ）的厚度；

多层光学薄膜，其置于所述第一聚合物层和第二聚合物层之间，所述薄膜具有在垂直入射时基本上包含 800 nm 到 1000 nm 范围的反射带；以及

多个粘合剂层，其位于所述多层光学薄膜与所述第一聚合物层和所述第二聚合物层之间；

其中，所述卡片的雾度不大于 12%。

2. 根据权利要求 1 所述的卡片，其中，所述卡片对 800 nm 到 1000 nm 的平均透射率不大于 8%。

3. 根据权利要求 2 所述的卡片，其中，所述卡片对 800 nm 到 1000 nm 的平均透射率不大于 5%。

4. 根据权利要求 1 所述的卡片，其中，所述卡片对 400 nm 到 700 nm 的平均透射率至少为 70%。

5. 根据权利要求 1 所述的卡片，其中，所述多个粘合剂层主要由第一粘合剂层和第二粘合剂层组成，所述第一粘合剂层和所述第二粘合剂层分别位于所述多层光学薄膜与所述第一聚合物层和第二聚合物层之间。

6. 根据权利要求 4 所述的卡片，其中，所述第一粘合剂层和第二粘合剂层共同占所述卡片的厚度不超过约 3 密耳。

7. 根据权利要求 1 所述的卡片，其中，所述多个粘合剂层直接

---

或通过薄的底漆层与所述多层光学薄膜的主表面接触。

8. 根据权利要求 1 所述的卡片，其中，所述卡片基本上不含有聚氯乙烯（PVC）。

9. 一种卡片，包括：

第一聚合物层和第二聚合物层，该第一聚合物层和该第二聚合物层均具有至少 5 密耳（125 μm）的厚度；

多层光学薄膜，其置于所述第一聚合物层和第二聚合物层之间，所述薄膜具有在垂直入射时包含所需光谱范围的反射带；以及

多个粘合剂层，其位于所述多层光学薄膜与所述第一聚合物层和所述第二聚合物层之间；

其中，所述多层光学薄膜包括 coPEN 和共聚多酯的交替层。

10. 根据权利要求 8 所述的卡片，其中，所述共聚多酯包括 PETG。

11. 根据权利要求 8 所述的卡片，其中，所述粘合剂层至少为 0.5 密耳（13 μm）厚，并具有小于约 30 MPa 的硬度。

12. 根据权利要求 8 所述的卡片，其中，所述卡片基本上不含有聚氯乙烯（PVC）。

13. 根据权利要求 8 所述的卡片，其中，所述卡片对 400 nm 到 700 nm 的平均透射率至少为 70%。

14. 根据权利要求 8 所述的卡片，其中，所述卡片的雾度不大于 12%。

## 包含多层光学薄膜的卡片和叠层体

### 技术领域

本发明涉及多层光学薄膜。此外，本发明涉及包含该多层光学薄膜的叠层体和卡片、及其相关的方法。这种薄膜、叠层体和卡片的至少一些实施例具有在垂直入射时对可见光的高的平均透射率，并选择性地反射或者阻挡至少一部分波长大于约 700 nm 的电磁辐射。

### 背景技术

已知的多层光学薄膜可以至少部分地通过布置不同折射率的光学薄层（微层），来提供所需的透射和/或反射性质。已经为人熟知的是，通过在真空室内向基片上沉积一系列微层形式的无机材料来制作这种多层光学薄膜。一般地，该基片是一片相对较厚的玻璃，由于受真空室的体积和/或由沉积方法能造成的均匀程度的限制，该基片在尺寸上是有限的。

### 发明内容

本申请披露了多层光学薄膜的可选结构、包含这种多层光学薄膜的叠层体的可选结构、以及包含这种多层光学薄膜的卡片的可选结构。

例如，透射可见光的卡片可以包括第一相对较厚的聚合物层和第二相对较厚的聚合物层，在这两个聚合物层之间设置有多层光学薄膜。所述厚聚合物层的厚度各自可以至少为 5 密耳（125 μm），或者至少为约 10 密耳（250 μm），并且该多层光学薄膜可以具有在垂直入射时基本上包含 800 nm 到 1000 nm 波长范围的反射带。该卡片还包括多个粘合剂层，其位于所述多层光学薄膜与所述第一聚合物层和所述第二聚合物层之间，但是该卡片以这样的方式构造，使得该卡片的雾度不大于 12%、或者不大于 10%。

作为另一个例子，卡片可以包括第一相对较厚的聚合物层和第二相对较厚的聚合物层，在这两个聚合物层之间设置有多层光学薄膜，其中该多层光学薄膜具有在垂直入射时包含所需光谱范围的反射带。该卡片还包括多个粘合剂层，其位于所述多层光学薄膜与所述第一聚合物层和所述第二聚合物层之间。为了增强薄膜完整性，该多层光学薄膜可包含 coPEN 和共聚多酯例如 PETG 的交替层。该多层光学薄膜还可以包含两个或者更多个由微层组，所述微层组由保护性边界层分隔开。

在一些实施例中，只有单独一层粘合剂位于所述多层光学薄膜与每个所述厚聚合物层之间。这种粘合剂层优选为至少半密耳厚，但其厚度共同加起来不超过约 2 密耳或者 3 密耳。在一些结构中，卡片、叠层体和薄膜基本上都不含聚氯乙烯（PVC）。

根据下面的详细描述，本发明的上述以及其它方面将是显而易见的。然而，上述概要绝不应当被解释为对要求的主题的限制，该主题仅仅由后附的权利要求限定，并可以在申请过程中进行修改。

## 附图说明

整个说明书都参照附图，在这些附图中，相同的附图标记表示相同的部件，其中：

图 1 为公知的多层光学薄膜的放大立体图。

图 2 为包含多层光学薄膜的公知的叠层体结构的示意性截面图。

图 3 为公知的多层光学薄膜和包含这种多层光学薄膜的公知的透明卡片的透射光谱图。

图 4 为正在进行剥离试验的卡片或其一部分的示意性截面图。

图 5 为显示公知卡片的典型剥离强度试验的曲线图，其中该卡片包含公知的叠层体结构。

图 6 为包含新型多层光学薄膜的新型叠层体结构的示意性截面图。

图 7 为这种新型多层光学薄膜本身以及包含该新型叠层体结构的卡片的透射光谱图。

## 具体实施方式

本说明书教导了相对于现有产品而言，可选的多层光学薄膜、叠层体以及卡片结构如何可以提高透明度、分层性和可制造性。通过适当组合粘合剂的分布和厚度、用硬度计测量的粘合剂的硬度（或硬度）、多层光学薄膜的层间附着力、以及该多层光学薄膜表层的抗拉强度，可以实现上述目标。

已通过共挤交错的聚合物层举例说明了多层光学薄膜。例如，参见美国专利 3610724 (Rogers)、美国专利 3711176 (Alfrey, Jr. 等人) “Highly Reflective Thermoplastic Optical Bodies For Infrared, Visible or Ultraviolet Light”、美国专利 4446305 (Rogers 等人)、美国专利 4540623 (Im 等人)、美国专利 5448404 (Schrenk 等人)、美国专利 5882774 (Jonza 等人) “Optical Film”、美国专利 6045894 (Jonza 等人) “Clear to Colored Security Film”、美国专利 6531230 (Weber 等人) “Color Shifting Film”、PCT 公开 WO 9939224 (Onderkirk 等人) “Infrared Interference Filter”、以及美国专利公开 2001-0022982 A1 (Neavin 等人) “Apparatus For Making Multilayer Optical Films”。此外，参见 PCT 公开 WO 03/100521 (Tait 等人) “Method For Subdividing Multilayer Optical Film Cleanly and Rapidly”。在这些聚合物多层光学薄膜中，在各个层的成分中主要使用或只使用聚合物材料。这些薄膜与大量生产过程相适应，并可以制成大型片材和卷材。

图 1 示出了公知的多层光学薄膜 20。该薄膜包含单独的微层 22、24。这些微层具有不同的折射率特征，使得某些光在相邻微层之间的界面被反射。这些微层足够薄，以使在多个界面反射的光发生相长或相消干涉，从而提供薄膜所需的反射性质或透射性质。对于设计用来反射紫外波长、可见光波长或者近红外波长的光的光学薄膜，各微层通常具有小于约  $1 \mu\text{m}$  的光学厚度（即物理厚度乘以折射率）。然而，还可以包括较厚的层，例如位于薄膜外表面的表层、或置于薄膜内分隔微层组的保护性边界层。

多层光学薄膜 20 的反射性和透射性是各个微层的折射率的函数。至少在薄膜内的局部位置上，可由面内折射率  $n_x$ 、 $n_y$  以及与薄膜厚度轴相关联的折射率  $n_z$  来表征各个微层。这些折射率表示所涉及的材料对分别沿相互正交的 x 轴, y 轴和 z 轴偏振的光的折射率(见图 1)。实际上，这些折射率由审慎的材料选择和处理条件所控制。薄膜 20 可以这样制得，即，共挤出由一般数十或数百层两种交替的聚合物 A、B，接着可任选地使多层挤压物通过一个或多个倍增模具 (multiplication die)，然后拉伸或定向该挤压物以形成最终的薄膜。所得到的薄膜由一般数十或数百个单独的微层构成，其中这些微层的厚度和折射率被调整，以提供一个或多个在所需光谱范围(例如在可见光或近红外)内的反射带。为了用适当数量的层得到高反射率，优选的是，相邻微层对沿 x 轴偏振的光的折射率差 ( $\Delta n_x$ ) 至少为 0.05。如果对两个正交偏振需要高反射率，则优选的是，所述相邻微层对沿 y 轴偏振的光的折射率差 ( $\Delta n_y$ ) 也至少为 0.05。否则，折射率差 ( $\Delta n_y$ ) 可小于 0.05，优选约为 0，以得到这样的多层堆：其使一个偏振态的垂直入射光反射，而使正交偏振态的垂直入射光透射。

如果需要的话，也可以调整相邻微层间对于沿 z 轴偏振的光的折射率差 ( $\Delta n_z$ )，以得到对于斜入射光的 p 偏振分量的所需反射特性。为了解释方便，在多层光学薄膜的任何感兴趣的点上，x 轴被认为在薄膜的平面内定向以使  $\Delta n_x$  的值为最大。因此， $\Delta n_y$  的值可以等于或小于(但不大于)  $\Delta n_x$  的值。此外，选择以哪个材料层开始计算差值  $\Delta n_x$ 、 $\Delta n_y$  和  $\Delta n_z$ ，由要求  $\Delta n_x$  为非负来决定。换句话说，形成界面的两个层之间的折射率差为  $\Delta n_j = n_{1j} - n_{2j}$ ，其中  $j=x$ 、 $y$  或  $z$ ，并且选择标号 1, 2 以使  $n_{1x} \geq n_{2x}$ ，即  $\Delta n_x \geq 0$ 。

为了保持对斜入射 p 偏振光的高反射率，微层间的 z 折射率失配量  $\Delta n_z$  可被控制为基本上小于最大面内折射率差  $\Delta n_x$ ，例如  $\Delta n_z \leq 0.5 * \Delta n_x$ 。更优选的是， $\Delta n_z \leq 0.25 * \Delta n_x$ 。z 折射率失配量  $\Delta n_z$  为 0 值或近似为 0 的值，会产生这样的微层间界面，即其对于 p 偏振光的反射率作为入射角的函数是常数或近似常数。此外，可以控制 z 折射率失配量  $\Delta n_z$ ，以使其具有与面内折射率差  $\Delta n_x$  相反的极性，即  $\Delta n_z < 0$ 。

该条件产生这样的界面，即其对于 p 偏振光的反射率随着入射角的增加而增加，对于 s 偏振光的情况也是这样。

或者，该多层光学薄膜可以具有更简单的结构，其中，所有的聚合物微层本质上都是各向同性，即对于各层  $n_x=n_y=n_z$ 。此外，公知的自组装的周期结构，例如胆甾型反射偏振器和某些嵌段共聚物，可以认为是本申请所用的多层光学薄膜。可以使用左旋和右旋手性螺距成分的组合来制作胆甾型反射镜。

近来卡片流行的趋势已经产生了对用于金融交易卡的透射可见光卡片（VLT 卡，见下文定义）的需求。理想的是，这种 VLT 卡尽可能的高度透明和清澈，而在某些情况下可能需要适当量的雾度或着色。当这些卡片在诸如自动柜员机（ATM）之类的读卡机上使用时，就提出了挑战。这些机器一般包括利用红外（IR）光以探测卡片存在的边缘传感器(edge sensor)。除非卡片充分阻挡该 IR 光，否则边缘传感器不会被切断，且读卡机不承认卡片的存在。一些卡片制造设备也使用 IR 边缘传感器。在这些设备上生产的卡片也必须阻挡必要的 IR 光。ISO 标准号 7810（2003 年的修订本）指定，在 850nm 到 950nm 范围内的光学密度（OD）大于 1.3（对应于小于 5% 的透射率），以及在 950 到 1000nm 范围内的 OD 大于 1.1（对应于小于 7.9% 的透射率）。

因此，对于 VLT 卡的挑战是，尽可能在可见光波长上高度透明，但同时基本上阻挡至少从大约 800 nm 到 1000 nm 的 IR 光。在此波长范围，平均透射率优选小于 5%，但 8% 的透射率也可接受。在一些卡片探测系统中，高达 10% 或 15% 的平均 IR 透射率也可以接受。与其它卡片一样，通常也期待 VLT 卡保持其完整性和外观，并且使用中不分层。

图 2 显示了公知的 IR 滤光叠层体 30 的截面图，其中该叠层体已用于公知的 VLT 金融交易卡的结构中。叠层体 30 包含：外聚氯乙烯（PVC）层 32a、32b；中心多层光学薄膜 34（为了便于示出，没有显示其各单独的微层和表层），其中薄膜 34 对可见光高度透明，并且具有 IR 反射带；以及复合粘合层 36a、36b。叠层体 30 还包括

施加于多层光学薄膜 34 的主表面的底漆薄层 38a、38b。粘合层 36a 和 36b，即购自 Transilwrap Company of Franklin Park, Illinois 的 KRTY 1/1/1 粘合剂，包括 PET（聚对苯二甲酸乙二酯）层 41a、41b，如图所示，热熔粘合剂层 40a1、40a2 和 40b1、40b2 已施加于 PET 层的相应主表面。公知的 IR 滤光叠层体 30 的结构细节如下：

PVC 层 32a：标称厚度 1 密耳（ $25 \mu\text{m}$ ）。

复合粘合层 36a：标称厚度 3 密耳（ $75 \mu\text{m}$ ），Transilwrap KRTY 1/1/1。

粘合剂层 40a1：标称厚度 1 密耳（ $25 \mu\text{m}$ ）。成分包括聚乙烯和聚丙烯酸乙酯。

PET 层 41a：标称厚度 1 密耳（ $25 \mu\text{m}$ ）。

粘合剂层 40a2、40b1、40b2：与层 40a1 相同。

底漆层 38a：标称厚度约  $0.1 \mu\text{m}$  到  $0.2 \mu\text{m}$ 。该层得自带涂层的组合物，其包括第一磺基聚酯和第二磺基聚酯组分、表面活性剂（Triton X-100）以及交联剂（Neocryl CX-100），全部处于去离子水基中。带涂层的组合物一般含有 5% 到 10% 的固体。第一磺基聚酯组分是使用分批锅法（batch kettle process）由标准聚酯反应化学反应制得的，具有以下反应产物：钠磺基间苯二甲酸（2.75 mol%）、对苯二甲酸（23.5 mol%）、间苯二甲酸（23.75 mol%）、新戊二醇（16.5 mol%）和乙二醇（33.5 mol%）。第二磺基聚酯组分为 Lawter Chemical Division of Eastman Chemical 公司的一种产品 Eastek 1100。MOF 应当在涂敷到底漆层上之前进行电晕放电处理。

多层光学薄膜 34：标称厚度 2.55 密耳（ $65 \mu\text{m}$ ）。全部是共挤出并双轴定向的聚合物，由交替的 PET/coPMMA 层组成。该多层光学薄膜包括标称均为  $12 \mu\text{m}$  到  $13 \mu\text{m}$  厚的外 PET 表层、以及单个的 275 层的中心微层组，所述微层以厚度梯度为特征。coPMMA 层的  $n_x=n_y=n_z=1.49$ ，PET 层的面内折射率  $n_x=n_y=1.65$ ，面外折射率  $n_z=1.49$ 。

底漆层 38b：与层 38a 相同。

复合粘合层 36b：与层 36a 相同。

PVC 层 32b：与层 32a 相同。

全部的叠层体 30：标称厚度 10.5 密耳（ $265 \mu\text{m}$ ）。

IR 滤光叠层体 30 是这样构造的，即将 5 层单独的片材—PVC 层 32a, 32b、复合粘合层 36a, 36b 以及涂有底漆的多层光学薄膜 34—展开并送入热辊隙(heated nip)，从而形成一卷这样的叠层体 30。然后叠层体 30 被切割成大型板材，并与印花、集成电路芯片以及所需的等等一起插入到两张相似尺寸的厚 PVC 卡片材料（标称厚度约 9 密耳（ $225 \mu\text{m}$ ）之间，送入层压机内，层压机使组装的部件经受足以使相邻的 PVC 层熔合在一起的热和压力。层压温度可以在大约  $280^{\circ}\text{F}$  到  $300^{\circ}\text{F}$  ( $137^{\circ}\text{C}$  到  $149^{\circ}\text{C}$ ) 的范围内。然后，使所得到的大且硬的卡片片材经历模切过程，即从较大的卡片片材冲压出单独的标准尺寸的金融交易卡。例如，参见美国专利 6581839 (Lasch 等人) “Transaction Card”、美国专利申请公开 US 2002/0145049 A1 (Lasch 等人) “Transaction Card”、以及美国专利申请公开 US 2002/0130186 A1 (Lasch 等人) “Transaction Card”。在模切过程中，当使用包含公知 IR 滤光叠层体 30 的公知卡片时，可能沿冲压卡片的边缘会产生许多额外的聚合物细丝，被称为“边缘起毛(angel hair)”。这种聚合物细丝可以对卡片制造商造成相当的麻烦。

然而，所得到的公知卡片在整个可见光区域具有高透射率，并且具有适当的 IR 阻挡，以便用于读卡机上。图 3 显示了这种卡最清澈部分（未被印花、集成电路芯片等阻挡）的典型测量透射光谱 50。图 3 还显示了典型的多层光学薄膜 30 自身的测量透射光谱 52。（这些透射光谱测量在 Perkin-Elmer Lambda-19 分光光度计上进行，垂直入射，并且使用积分球来收集所有透射通过该卡片的光，不考虑输出半球的散射方向。该测量的透射光谱没有对表面反射进行校正）。当然，当入射角增大时，多层光学薄膜的反射带移向较短波长。成品卡片在光谱的可见光区的透射率低于裸多层光学薄膜 30 的透射率。这被认为是由于 PVC 层中的颜色添加剂、以及由四层相对较厚（1 密耳）的粘合剂层和 PVC 层所造成的散射或雾度而引起的。成品卡片的雾度是卡片层压条件（时间、温度和压力）的函数，但是一般在 20-41% 的范围内。然而，在特别高的温度下的一些实验性试验得到

了低至 14% 的雾度读数。就这方面而言，“雾度”是在标准实验条件下在 BYK Gardner Hazegard<sup>TM</sup> Plus 雾度测量仪上测量的结果。以同样的方法测量多层光学薄膜 30 自身的雾度，其一般约为 3%。

另一个重要的需要考虑的卡片性质是耐久性或者卡片对分层的敏感性。现有的卡片标准推荐，任何层压层之间的“剥离力”在整个剥离长度上应当高于 3.5N/cm（表示卡片叠层体每厘米宽度的力的牛顿值），但是还希望更高的值，例如至少 7N/cm 或甚至 10N/cm。当卡片包含多层光学薄膜作为反射组分例如 IR 阻挡组分时，多层光学薄膜的微层、保护性边界层和表层的层间完整性变得很重要。而且，与多层光学薄膜主表面接触（直接接触或者通过薄的底漆层接触）的粘合剂层的性质也可能非常重要。

图 4 示意性地示出了 VLT 卡或卡片片材 54（或其中的一部分）进行剥离试验，以测量粘合剂层 36a 和多层光学薄膜 30 之间的分层强度。为了展示目的，（不成比例地）示出了薄膜 30 的外表层和中心微层组。还显示了厚的 PVC 卡片材料层 56a、56b，每层大约 10 密耳厚（得自熔合到厚的 PVC 卡片材料上的各 1 密耳的 PVC 层 32a、32b 和任何附加的 PVC 覆盖层）。为了简单起见，未显示底漆层、印花以及其它卡片部件。为了准备 180 度剥离试验，可以在卡片片材内做一个切口，或者如图所示的那样，在卡片层压步骤之前，在待试验的界面上可以嵌入一聚合物薄片 55。层压之后，从切口或薄片处开始剥离，并且同时监控每线形宽度的剥离力和剥离长度。VLT 卡片片材 54 被切割成 12.5cm 长的试条。因此，这些试条的试验最大剥离长度为 25cm，因为每一半可以剥离到 12.5cm。对使用公知的叠层体 30 的卡片的一些典型的 180 度剥离试验的结果（见曲线 60 和 62）示于图 5 中。如图所示，尽管最初测量的剥离力很容易超过 3.5N/cm，但是剥离试条经常在到达试条的末端（即达到整个剥离长度）之前断裂。见图 4 中所示的裂纹 58。曲线 62 的断裂发生在稍稍超过 2cm 的剥离长度之后，而曲线 60 的断裂发生在约 6cm 的剥离长度处。（注意，在断裂之后，该仪器停止采集数据，但剥离力跌至 0）。

有利的是，能够使 VLT 卡的雾度水平一致低于 20%，更优选地

低于 14%、12% 或者甚至 10%，同时仍然：(1) 维持较高的可见光平均透射率为至少 50%，更优选为至少 70% 或者甚至 80%，并且 (2) 维持足够的 IR 阻挡，以使该卡片与读卡机相兼容。此外，有利的是，提高在其结构中包含多层光学薄膜的卡片的强度和完整性(相对于分层失效)。最后，有利的是，提供这样一种多层光学薄膜叠层体结构，其避免模切过程中形成不需要的聚合物细丝。

上述多层光学薄膜 34 是坚韧且柔软的，但 PET 和 coPMMA 层的层间附着力不高。因此在选择用于使该薄膜粘合到卡片结构中厚的 PVC 卡片材料上的粘合剂时必须特别注意。如果粘合剂太硬或者太脆，或者太薄，则作用于两个相对的半卡片上的力集中在这两半之间的分裂区域的很小区域上。当在剥离试验中拉开卡片的两半时，厚且软的粘合剂将剥离力扩散到分层裂开点的更广的区域上。为此，厚的 PVC 卡片材料和上述公知卡片的多层光学薄膜之间的测量剥离强度大大高于多层光学薄膜自身的微层或其它层之间的剥离强度。然而，使用过厚或过软的粘合剂的代价是可能会出现卡片冲压问题，例如边缘起毛或者模头粘在一起。由于对粘合剂的厚度和软度有实际的限制，所以可以修改 MOF 结构本身，以得到在 MOF 和粘合剂之间具有较高剥离强度而防止 MOF 破裂的卡片。可以生产较公知 PET/coPMMA 系统具有更高层间附着力的 MOF 结构。还发现，MOF 对破裂的抵抗力还可能依赖于具有良好抗拉强度的表层的存在。

在剥离试验中导致 MOF 破裂的力依赖于至少四个参量：粘合剂的厚度、粘合剂的软度/硬度（用硬度计测量的硬度）、粘合在 MOF 上的粘合剂的强度、MOF 本身的层间附着力值、以及在某些情况下 MOF 表层的抗拉强度。可以控制所有这些参量，以使卡片剥离力远远超过 ISO 推荐值 3.5N/cm，同时防止在剥离试验中 MOF 断裂。将一系列所有这些参量都不同的卡片结构层压，并对其进行试验，以测量粘合剂和 MOF 的剥离力和断裂力。

MOF 的不同材料是卡片叠层体分层的根本原因。增加 MOF 的微层之间的粘合强度会导致卡片的测量剥离力的相应增加。针对卡片结构的粘合强度，测试了三组 MOF 材料。它们是 coPEN/PMMA、

PET/coPMMA 和 coPEN/PETG，其中 coPEN 由 PEN 和 PET 单体以 90/10 的比率共聚合而成。单独 MOF 的层间附着力很难测量，因为薄膜一般不沿横过试条的宽度和长度的单一界面裂开。而是涉及多个界面，并且各层在这些区域的边界上被撕裂。因此，在卡片剥离中可维持的实际剥离力更有意义。在 coPEN/PETG 情况下，当 MOF 用硬度小于 10 兆帕 (MPa) 的 1 密耳厚的粘合剂粘结在 PVC 上时，可以在叠层体试样上获得 15 N/cm 到 20 N/cm 的剥离力，同时 MOF 发生断裂的频率极低——在将近 40 个试条上未观察到 MOF 断裂。另一方面，对于卡片叠层体中的 PET/coPMMA，在相同的 15-20 N/cm 的剥离力下，没有发现可以提供低断裂发生率的粘合剂。

测试的粘合剂层厚度值在大约 12  $\mu\text{m}$  到 50  $\mu\text{m}$  (半密耳到两密耳) 的范围内。

可以通过选择粘合剂以及选择涂在 MOF 上的底漆涂层来调节粘合剂对 MOF 的粘合强度。后面的例子列出了测试的粘合剂。

由纳米压痕测试方法测量各种粘合剂的用硬度计测量的硬度。该方法很有用，因为它可以在层压成卡片之前测量其主表面上的粘合剂层的模量和硬度，或在卡片被层压之后在其边缘上测量该粘合剂层的模量和硬度。纳米压痕测试方法的进一步细节在下文提供。

在 MOF 层间附着力很低的结构中，MOF 表层的抗拉强度可能变得很重要。在下面的例子中测试了几种 MOF 表层的厚度值和材料，其中对于 coPEN/PETG 薄膜，这些表层由 coPEN 组成，对于 PET/coPMMA 薄膜，这些表层由 PET 组成。

从一系列薄膜和卡片结构中评价 MOF 结构和粘合剂类型对卡片叠层体的剥离强度的影响，这将在下面的例子中介绍。通过用不同的 PVC 片厚度值补偿粘合剂层和多层光学薄膜的厚度值的变化，使得所有的实例叠层体都制成约 0.75 mm 厚。进行的剥离试验是对宽约 2.54 cm、长约 12 cm 的试条的 180 度剥离试验。如图 4 所示的薄片用于开始剥离。

所研究的粘合剂层为上述的 Transilwrap KRTY 1-1-1、Quest PVC 4(3/1)A(购自 Quest Films Inc. of Woodstock, Illinois)、

Transilwrap 3/1 和 2/1 ZZ、Bemis 5214（购自 Bemis Associates Inc. of Shirley, Massachusetts）、以及一种商品名为 Eastat 6763 的共聚多酯 PETG（购自 Eastman Chemical Company, Kingsport, Tennessee）。关于某些粘合剂的 3/1 和 2/1 的命名法是指 3 密耳或 2 密耳厚的聚合物基材与实际粘合剂材料的以密耳为单位的厚度的比值。在此方面，这里所称的“粘合剂”材料实际上可能是包括聚合物材料层和粘合剂层的复合粘合层。如果在具体实例中使用底漆，则使用上述与层 38a, 38b 相关的底漆（由 3M Company, of St. Paul, MN 制造）。

#### 例 1

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度（微米）	粘合剂硬度（MPa）	各侧 MOF 表层厚度（微米）	MOF 底漆和厚度（微米）
PET/coP MMA	KRTY 1-1-1	50	9	12	3M 0.1-0.2

实际上这是一个对比例，因为它代表了使用当前市场上的 IR 滤光叠层体的卡片结构。剥离试验结果一般为 15 N/cm 到 20 N/cm，但是在到达试条的末端之前 MOF 几乎总发生断裂。

#### 例 2

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度（微米）	粘合剂硬度（MPa）	各侧 MOF 表层厚度（微米）	MOF 底漆和厚度（微米）
PET/coPMMA	Transilwrap 3/1 ZZ	25	8	12	3M 0.1-0.2

与例 1 相同的 MOF 结构，但是粘合剂更薄且稍软。剥离力在 12 到 17N/cm 的范围内，尽管该剥离力小于例 1 中 KRTY 粘合剂的剥离力，但是只观察到 MOF 的偶然断裂。

### 例 3

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度(微米)	粘合剂硬度(MPa)	各侧 MOF 表层厚度(微米)	MOF 底漆和厚度(微米)
PET/coP MMA	Quest PVC 4(3/1)A	25	19	12	3M 0.1-0.2

再次，与例 1 相同的 MOF 结构。但是该例的粘合剂的硬度是例 1 和例 2 的粘合剂的硬度的两倍多。因此，即使平均剥离力只有 9N/cm，但 10 次剥离中也有 5 次薄膜断裂。

### 例 4

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度(微米)	粘合剂硬度(MPa)	各侧 MOF 表层厚度(微米)	MOF 底漆和厚度(微米)
PET/coP MMA	Transilwrap 2/1 ZZ	25	4	2	共挤出的 PETG, 12

该 MOF 使用了与例 1 到例 3 相同的聚合物材料，但是以如下不同的结构排列：具有两个由交替的微层构成的微层组，每组具有 223 个微层，两组厚度的相差因子为 1.3，每组由 2 微米厚的定向 PET 边

界层（在中间熔化以在两组之间形成 4 微米的间隔）包围。因此，定向 PET 的外边界层可以表征为表层。在本例中说明了 MOF 表层对剥离试验的影响。该 PET/coPMMA 多层光学薄膜是与 PETG 的外层，而不是通常厚的 PET 表层共挤出。与定向 PET 相比，无定形 PETG 层具有较低的抗拉强度，因此，在约 1cm 的较短剥离长度之后，剥离试验造成 MOF 断裂。由 PET/coPMMA 和 12 微米定向 PET 表层构成的 MOF（见例 1）显示出大于约 3cm 的平均剥离长度。该差别归因于例 1 中较厚的 PET 表层的较高的抗拉强度。

### 例 5

MOF 结构	粘合剂名称	各侧 粘合 剂厚 度(微 米)	粘合剂 硬 度 (MPa)	各侧 MOF 表层 厚度 (微 米)	MOF 底 漆和厚 度(微 米)
coPE N/PE TG	Transilwrap 2/1 ZZ	25	4	0	共挤出 的 PETG, 12

本例中使用的 MOF 具有与例 4 相同的层结构，其中由 coPEN 代替 PET，由 PETG 代替 coPMMA。保护性边界层为 PETG，且外表层也为 PETG，这造成了 MOF 结构中没有应变硬化的表层。PETG 的外表层被视为此薄膜的底漆层。然而，与例 4 相比，没有应变硬化的表层的该 MOF 可以经受在具有软粘合剂的 PVC 叠层体上的剥离试验。与 PET 和 coPMMA 相比，coPEN 和 PETG 的良好的层间附着力使得卡片具有高得多的分层剥离强度。平均剥离力为 19N/cm。

在该 MOF 以及后面使用 coPEN/PETG 组合的 MOF 中，PETG 层的  $n_x=n_y=n_z=1.564$ ，而 coPEN 层的面内折射率  $n_x=n_y=1.73$ ，面外折

射率  $n_z=1.51$ 。

例 6

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度(微米)	粘合剂硬度(MPa)	各侧 MOF 表层厚度(微米)	MOF 底漆和厚度(微米)
coPEN/PETG	共挤出的 PETG	12	138	0	无

本例使用与例 5 相同的 MOF 结构。作为具有薄且非常硬的粘合剂的卡片结构的例子，coPEN/PETG 的多层红外反射薄膜试样构造有 PETG 外表层。PETG 和类似的无定形聚酯在热和压力的作用下强烈地粘合在 PVC 上，该方法一般在卡片制造中使用。在这种结构中，厚的 PVC 卡片材料可以直接粘合到 IR 阻挡光学薄膜上而不需要额外的粘合剂层。然而，PETG 比 Transilwrap KPTY 或 ZZ 粘合剂硬得多。当对 MOF 进行标准剥离试验时，MOF 立即断裂。

例 7

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘合剂厚度(微米)	粘合剂硬度(MPa)	各侧 MOF 表层厚度(微米)	MOF 底漆和厚度(微米)
coPE N/PE TG	Transilwrap 3/1 ZZ	25	8	12	3M 0.1-0.2

本例的 MOF 使用与例 5 和例 6 相同的聚合物材料 coPET 和 PETG，结构如下：具有两个由交替的微层构成的微层组，每组具有 223 个微层，两组的厚度相差因子 1.16，每组由 2 微米厚的 PETG 边界层（在中间熔化以在两组之间形成 4 微米的间隔）所包围。12 微米的定向 coPEN 层作为表层被共挤出。该 MOF 和卡片叠层体中的 MOF 的光学透射光谱如图 7 中曲线 82 所示。10 个试条的平均剥离力为 22.4N/cm，MOF 没有断裂。

#### 例 8

MOF 结构	粘合剂名称	各侧粘 合剂厚 度（微 米）	粘合 剂硬 度 (M Pa)	各侧 MOF 表 层厚度 (微米)	MOF 底 漆和厚 度（微 米）
coPE N/PE TG	Transilwrap 2/1 ZZ	25	4	12	3M 0.1-0.2

本例对于 MOF 使用与例 7 相同的结构和聚合物材料，但使用适当较软粘合剂。尽管在该 2/1 结构中的 ZZ 粘合剂层应当与 3/1 结构中粘合剂层相同，但在粘合剂硬度值上可以存在批与批之间的不同。10 个试条的平均剥离力为 25.6 Nt/cm，高于例 7 中的平均剥离力。这与该粘合剂较低的测量硬度值相一致。另外，在这些剥离试验中也未发生断裂。

#### 例 9

MOF 结 构	粘 合 剂 名 称	各侧粘 合剂厚 度（微 米）	粘合剂硬 度(MPa)	各侧 MOF 表 层厚度 (微米)	MOF 底 漆和厚 度（微 米）
------------	-----------------	-------------------------	----------------	----------------------------	---------------------------

coPEN/P ETG	Bemis 5214	75	33	0	3M 0.3-0.4
----------------	---------------	----	----	---	---------------

本例的 MOF 使用与例 5 和例 6 相同的结构和材料。尽管该粘合剂不如例 6 中的粘合剂那么硬，但是该粘合剂层的硬度 (33MPa) 与该粘合剂层和底漆层的良好粘合相结合，使得所有试条上的 coPEN/PETG MOF 立即断裂。如果通过改变底漆层类型将该粘合剂与 MOF 的粘合调整至较低的值，则能够减少或消除这里使用的 MOF 的断裂。

例 10

MOF 结构	粘合剂名 称	各侧粘 合剂厚 度 (微 米)	粘合剂 硬 度 ( MPa )	各侧 MOF 表 层厚度 (微米)	MOF 底 漆和厚 度 (微 米)
coPE N/PE TG	Quest PVC 4 (3/1)A	25	19	12	3M 0.1-0.2

本例的 MOF 使用与例 7 和例 8 相同的结构和材料。由稍微软于 Bemis 5214 粘合剂的 Quest3/1 粘合剂制作的卡片叠层体在剥离试验中没有任何 coPEN/PETG MOF 的断裂。这与例 3 形成对比，例 3 中由相同粘合剂制作的 10 个 PET/coPMMA 叠层体中有 5 在剥离试验中断裂。平均剥离力为 9N/cm，这与 MOF 上使用相同底漆层的例 3 中所测得的剥离力相一致。

例 11

MOF 结构	粘合剂名称	各侧 粘合 剂厚	粘 合 剂硬 度	各 侧 MOF 表 层厚 度	MOF 底 漆和厚 度 (微 米)
-----------	-------	----------------	----------------	----------------------	----------------------------

		度(微 米)	( MP a)	(微米)	米)
PET/c oPM MA	Transilwrap KRTY 1-1	25	未 测 量	12	3M 0.1-0.2

例 11 由例 1 中的包括 MOF 在内的所有材料构成，其中去掉 Transilwrap 产品一侧的粘合剂层。使用一种具有特殊结构的粘合剂层将 PET/coPMMA 产品层压到 PVC 卡片叠层体上，该粘合剂层中 1 密耳的 PET 的只有一侧涂有与 KRTY 1-1-1 产品中相同的 KRTY 粘合剂。1-1-1 结构中涂有 KRTY 的一侧面向 MOF 放置，而 PET 未涂布的一侧面向 PVC。这样生产不出商业上可用的卡片，因为 PVC 与 PET 粘结不好，但是仍然可以制作比例 1 少使用 50% 粘合剂的叠层体，用于测试雾度、透射率和透明度。与所有其它例子相似的是，该叠层体在 285 °F 和 100 PSI 下压制 15 分钟。如下面雾度和透明度表格所示，该雾度降至小于 9%，且透明度增至 97。因为例 1 中 KRTY 1-1-1 叠层体的剥离测试造成 MOF 断裂，所以较薄的粘合剂例如这种 1/1 结构只能造成不太耐用的基于 PET/coPMMA 的 IR 阻挡卡片，其中 1/1 结构可以与在 2/1 或 3/1 ZZ 粘合剂中一样由 PVC 制得。然而，例 7 和例 8 的结果明确表明，通过改变为适当的材料组合，可以制作在剥离试验中不断裂的基于 MOF 的卡片，并且将产生具有优异的耐用性和较低雾度的卡片。还可以预料到的是，较薄的粘合剂在卡片冲压过程中产生较少的边缘起毛。

使用与例 5 和例 6 相似的多层光学薄膜构造更多的叠层体试样，但是其中由 PMMA 代替 PETG。MOF 中的保护性边界层为由 coPEN 制成的；表层也是由 coPEN 制成的，且为 12 微米厚。粘合剂和底漆与例 1 中的相同。在剥离试验中，试样立即断裂。不能得到有意义的测量。

使用得自 BYK Gardner 的 Haze-gard Plus 仪器，在用所有的粘合剂制成的 0.75 mm 厚的卡片叠层体上得到雾度、透射率和透明

度的数值。制造商将透明度参数描述为对“透视质量”的度量。

雾度和透明度数据：

试样	雾度	透射率	透明度	边缘 起毛
Bemis 5214	6.47	84.3	96.2	未测 试
Quest PVC 4(3/1)A	5.32-7.27	83.6-89.2	96.8-98.1	无
Transilwrap ZZ	8.37-12	81.7-86.2	98	低
Transilwrap KRTY 1-1-1	14-41.5	79-83	71.4-93.5	高
Transilwrap KRTY 1-1	8.2-8.9	83-84	97	未测 试
coPEN/PET G MOF w/PVC, 无粘 合剂	6.89	85.4	97	未测 试

下面给出硬度和弹性模量的列表概要。类聚合物氟洛瑞尔也在 X 截面被测试，作为对该测量方法准确度的检查。标称值约为 21 MPa。

粘合剂试 样	自上而下	自上而下	X 截面	X 截面
	平均模量 E (MPa)	硬 度 H (MPa)	平均模量 E (MPa)	硬 度 H (MPa)
Transilwrap 2/1 ZZ	45±20	4±2		
Transilwrap	67±30	8±3	86±10	10±1

3/1 ZZ				
Transilwrap KRTY 1-1-1	129±20	9±2	106±2	5±1
Quest PVC 4(3/1)A	172±40	19±4	198±40	11±2
Bemis 5214	320±10	33±2		
PETG 表层	1960±40	138±3		
氟洛瑞尔 标准物			34	1.33

总结一下，使用较薄的粘合剂层，并且从各种粘合剂中任意选择，可以提高卡片的透明度并减少制造卡片的问题。适当选择 MOF 结构可以保持可接受的物理特性，例如分层强度和通过标准挠曲试验的能力。为了抵消粘合剂变薄的影响，或者可以使 MOF 表层具有更高的抗拉强度，或者可以提高 MOF 层的层间附着力。现有的 IR 薄膜叠层体产品的表层目前约占总薄膜厚度的 30%（每侧 15%）。很难实现其厚度以两倍或更多倍地显著增加，并且在高表层厚度时的表层厚度/薄膜破裂之间的线性关系仍然是未知的。为此，研究了比 PET/丙烯酸系统具有更高附着力的聚合材料组合。确定了与 PET/丙烯酸系统相比，在光学多层薄膜结构中使用 CoPEN/PETG 聚合物对，改善了层间附着力。

上述剥离力与多层光学薄膜的粘合剂层和外表面或表层之间的粘合有关。如果该多层光学薄膜的层间附着力太低，则表层上的力会使其从光学层的其余部分上脱离，从而导致光学薄膜断裂。为了测量光学薄膜层本身的层间附着力值，该薄膜可在两侧上压合到另外的薄膜例如 Transilwrap 3/1ZZ 或 3/1 KRTY 粘合剂薄膜上，同时使 PVC 层面向外部。在层压和切割成试条之后，可以用剃刀刻划这些试条以便切口穿入光学薄膜层中。然后，可以沿切

口弯曲该试条直到其突然折断，沿光学薄膜的各层之间的某边界产生分层。然后可以用所得到的试样进行 90 度或 180 度的剥离力试验。

在制备 coPEN/PETG 多层薄膜中必须注意保证高的层间附着力。尽管 coPEN 和 PETG 是相似的材料，即他们都是共聚酯，且挤出铸片（extruded cast web）具有极高的层间附着力，也必须适当地控制定向条件，以保证成品薄膜也具有相似的层间附着力。该定向过程一般涉及在各面内方向约 3 比 1 或更高的拉伸比。这样造成所有的层厚度，包括相邻层的层间混合区域，以约十倍或更高倍地减少。高折射率的层设计为在定向时也结晶，这也可能影响在单层中的材料的粘合强度。因此，与挤出铸片层间附着力相比，定向薄膜的过程可以导致粘合力降低，该粘合力抵制定向多层薄膜的分层。

已经发现，拉伸之后更高的热定形（退火）温度和更长的热定形时间可以提高定向的 coPEN/共聚酯多层薄膜的层间附着力。可以提高拉伸后的热定形温度，直到薄膜在拉幅机熔化，或变得太脆，以致于该薄膜在退出拉幅机后不能处理为止。对于 PET、PEN 或任何 coPEN，在拉幅机内典型的热定形区域控制温度约为 230°C 到 245°C。依赖于拉伸温度，无热定形或远低于此温度范围的热定形将导致多层薄膜粘合力降低。

总之，已经发现较高的热定形温度和增加的热定形时间可以提高 coPEN/PETG 薄膜的层间附着力，而时间和温度的限制通过观察薄膜的均匀性和力学特性例如热收缩来实验确定。

当稍后再加热到超过其玻璃化转变温度时，定向薄膜一般会收缩。一般通过较高的热定形温度和较长的热定形时间来减少收缩量。如果卡片材料例如厚的 PVC 层具有比光学薄膜更高的收缩量，那么就会在卡片层压中引起问题。于是，当整个叠层体在横向尺度上收缩时，光学薄膜将起皱。这种收缩问题一般可以通过改变卡片处理参数例如加热速率、压机温度和压力以及冷却速率、压力和温度来解决。选择与光学薄膜的收缩率更匹配的 PVC 等级或

其它片材也可以减缓在卡片制造中薄膜起皱的趋势。

### 粘合剂的选择

尽管存在各种各样表现出低雾度的柔软清澈的粘合剂，然而可以在 100 Psi 到 200 Psi 的压力和例如 285°F (141°C) 的高温下使用并与 PVC 和聚酯都粘合得很好，这样的粘合剂的数量相当少。上述的软粘合剂表现出一定的雾度，因此应当以最小厚度使用，以构造具有高透明度和良好卡片冲压特性的卡片。如果使用双侧面结构例如 Transilwrap 3/1zz、2/1zz 或 Quest 3/1 粘合剂，则粘合剂层可以降到最小，如图 6 所示。在此图中，IR 滤光叠层体 70 包含：薄的外 PVC 层 72a、72b(厚度小于 5 密耳，一般 1 到 2 密耳)；粘合剂层 76a、76b；底漆层 78a、78b；以及 MOF 74。最低厚度要求导致需要具有良好层间粘合力的 MOF。

### 可选的材料

MOF 可以包含在由非 PVC 材料制成的卡片内。对粘合剂的要求仍然如上面所述。相对较厚（大于约 10 微米）的柔软（小于 30 MPa）的粘合剂仍然必须与具有相对较高的层间粘合力的 MOF（例如上述 coPEN/PETG 的例子）结合使用。常用于这种卡片的材料为 PETG 和聚丙烯。从上述的例子可以看出，这里所述的与 MOF 粘合的同一粘合剂也将与 PETG 粘合。对于聚丙烯，可能需要底漆层以及适当的表面处理，例如电晕放电。通过由适当的底漆层（例如磺基聚酯或共挤出的 PETG 层）粘合到厚的卡片材料层，也可以使定向聚酯层包含在卡片内，以降低 PVC 含量。此外，图 6 中的 IR 滤光叠层体可以完全由非 PVC 材料组成，但仍然可以与 PVC 或非 PVC 卡片材料一起使用，这取决于卡片制造商的需要或要求。

### 选择的术语的词汇表

本申请所用的“卡片”是指，对个人使用足够小的、基本平坦的、薄且硬的制品。实例包括但不限于金融交易卡（包括信用卡、借记卡和智能卡）、身份证件和医疗卡。

本申请所用的“红外”或“IR”是指，波长约为 700 nm 或更

高的电磁辐射。当然这包括但不局限于从大约 700 nm 到大约 2500 nm 的近红外波长。

本申请所用的“多层光学薄膜”（或“MOF”）是指，包含通过相长干涉反射电磁辐射的叠层的薄膜。为了制造、处理和裁减的方便，示例性的多层光学薄膜在组分上可以全部是聚合物。胆甾型反射偏振器和胆甾型反射镜也被认为是本申请所用的多层光学薄膜。

本申请所用的“反射带”是指，具有相对较高的反射率、两侧以具有相对较低反射率的区域作为边界的光谱区域。

本申请所用的“可见光”是指，波长在从约 400 nm 到约 700 nm 范围内的电磁辐射。

本申请所用的“透射可见光的卡片”或“VLT 卡”是指，具有至少一个这样区域的卡片，至少一部分可见光透射通过该区域，优选的是，该区域在 400 nm 到 700 nm 的范围内的平均透射率（用积分球收集通过该卡片向前方向散射的全部光而测得的）至少为 50%，更优选至少为 70%，或者甚至为 80%。注意的是，“透明卡片”的这种定义还包含可以具有相当高的雾度（因此是半透明的）的卡片和被染色或者着色的卡片，例如通过包含染料或颜料，或通过适当放置多层光学薄膜的反射带来染色或者着色的卡片。

这里所述的本申请所用的各种粘合剂的“弹性模量”和“硬度”是指，由后面所述的纳米压痕测试方法测量的性质。使用这种涉及使用微探针的方法，卡片层的模量和硬度可以在其层压之前在其自由表面上测量，或在卡片叠层体的边缘上测量：

背景/过程—在试验之前，将试样安装在直径为 3/4 英寸的铝质圆筒上，该圆筒用作纳米动态接触模式位移平台（Nano DCM translation stage）上的夹具。（Nano Indenter XP 得自 MTS Nano Instruments, Minneapolis, MN, or Berlin Germany）。对于所有的试验，都使用金刚石 Berkovich 探针。标称加载速率设定为 10 nm/s，空间漂移设置值(spatial drift setpoint)设定为最大值 0.3 nm/s。0.05/s 至 1500 nm 深的常数应变率实验在自上而下模式下测试购买到的原样薄膜。测试截面试样至 500 nm 深。通过 400 倍放大率的显示屏

从上而下观察，定位要确实特征的区域。通过 XP 的 400 倍视频放大，局部选择测试区域，以保证被测试的区域对所需试样材料具有代表性，即没有空隙、异物或碎屑。此外，在试验前，通过对熔融石英标准试样进行压痕试验的重复过程，对显微镜光轴与压头轴之间的对准进行检查和校准，其中误差校正由 XP 的软件提供。

纳米压痕硬度测量—通过表面查找功能来定位试样表面，其中具有空气弹簧刚度的探针靠近表面，当遇到表面时其空气弹簧刚度显著地变化。一旦探针遇到表面，就获得探针压在表面上的载荷-位移数据。然后该数据基于下面描述的方法变换成硬度和弹性模量材料性质。在试样的不同区域重复试验，以得到力学特性的统计评估。

“弹性模量”的确定——由载荷-位移数据直接确定的弹性模量是复合模量，即压头-试样力学系统的弹性模量。这些载荷-位移压痕试验的复合模量可由如下公式确定：

$$S = 2\beta \sqrt{\frac{A}{\pi} F}$$

其中，“S”为接触刚度，由 MTS Nano Instrument Continuous-Stiffness-Method 确定，通过求解将周期力的函数

$$f(t, \varpi) = kx + b \frac{dx}{xt} + m \frac{dx^2}{dt}$$

与试样-压头力学系统的系数（即对力函数的位移响应的同相分量和异相分量）联系起来的微分方程，得到同相弹簧常数  $k$ （因而得到刚度-从而得到接触面积）以及异相阻尼系数  $b$ 。该试验默认的激励频率为 75 Hz。

“A”是接触面积 ( $m^2$ )，假设在压痕试验中压痕复制压头的形状。该压头的几何形状由解析几何来建立模型，以使投影面积  $A=h^2+$  更高阶项，其中  $h$  为位移深度，且更高阶项可以根据经验测量。

对于 Berkovich 压头，“ $\beta$ ”=1.034

“F”为复合模量[GPa]。

则，从下式得到试样材料的弹性模量 (E)

$$1/F = (1-u^2)/K + (1-v^2)/E$$

其中，

“ $u$ ” =0.07，为金刚石压头的泊松比，

“ $K$ ” =1141 GPa，为金刚石压头的弹性模量，

“ $v$ ” 为试样的泊松比（这里假定这些试样的泊松比约为 0.4）。

“硬度” —— 硬度定义为试样开始塑性流动的阈值接触应力，以千兆帕或兆帕表示。它可以表示为：

$$H=P/A$$

其中，

“ $H$ ” 为硬度[GPa]，

“ $P$ ” 为塑性流动所必需的载荷，

“ $A$ ” 为塑性接触面积。

在不脱离本发明的范围和实质的情况下，对本发明进行各种修改和改变，对本领域的技术人员来说是显而易见的，并且应当理解，本发明不局限于本文所述的示例性实施例。

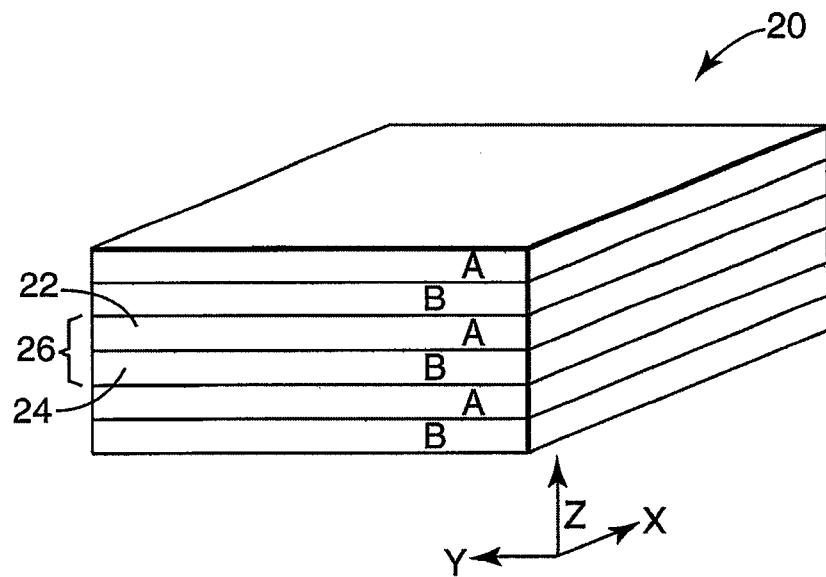


图 1

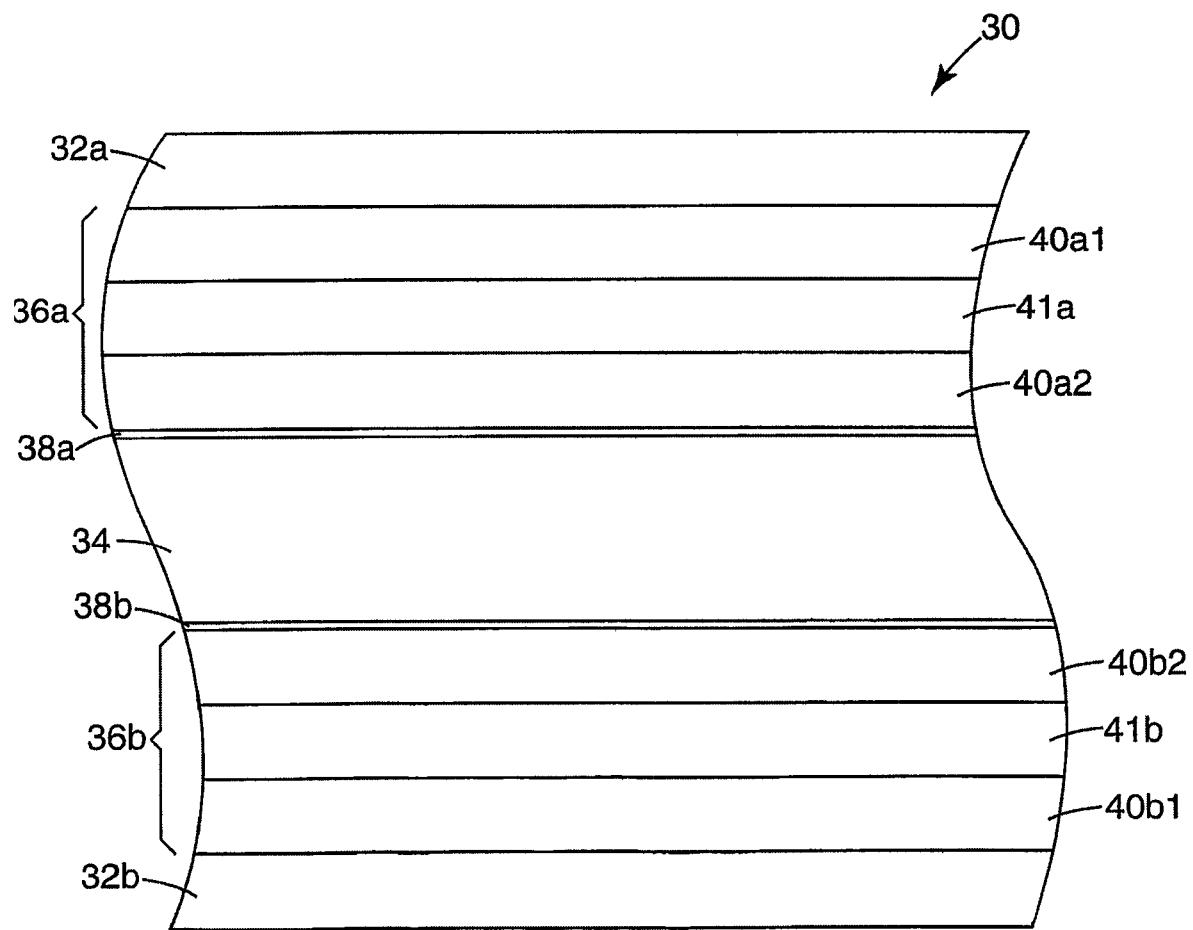


图 2

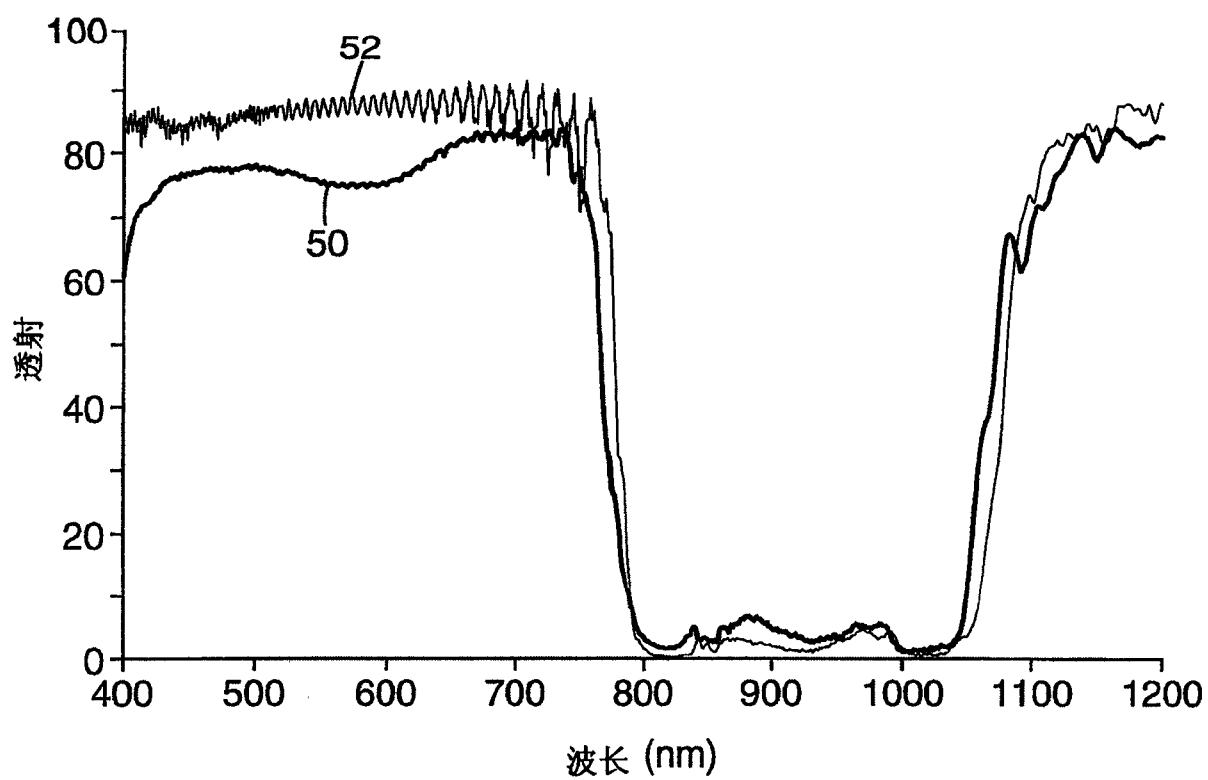


图 3

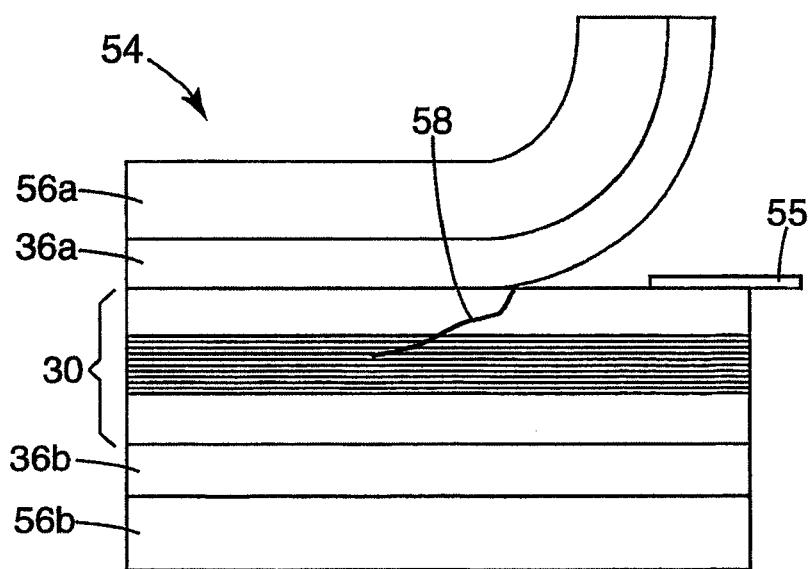


图 4

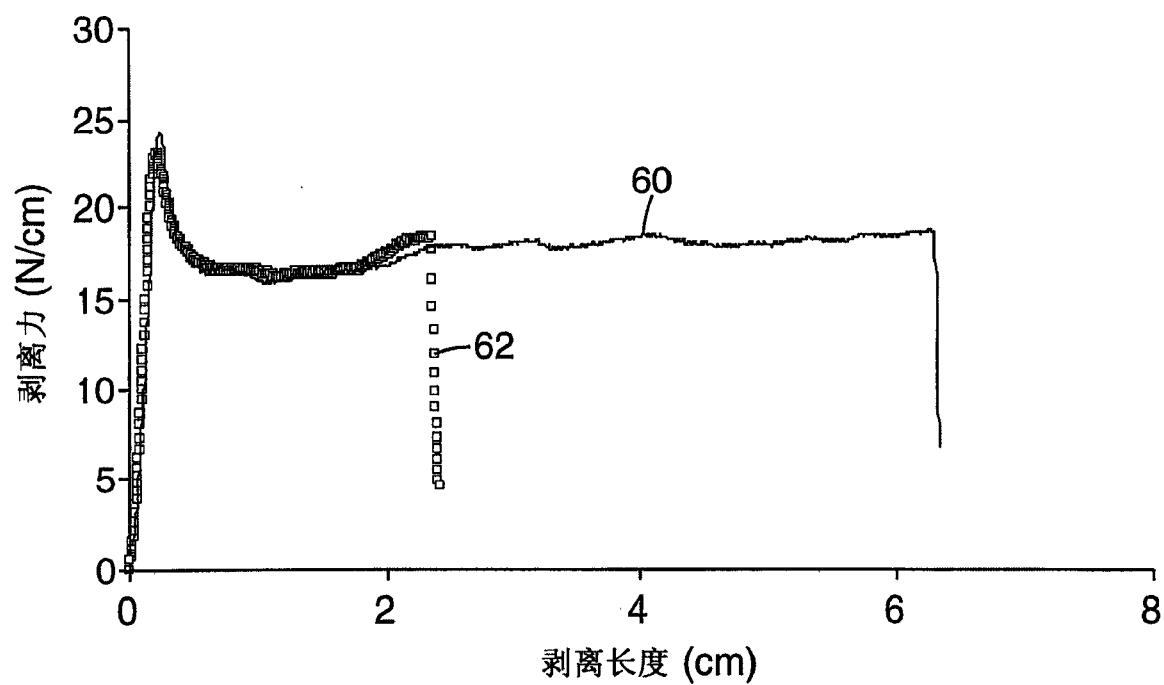


图 5

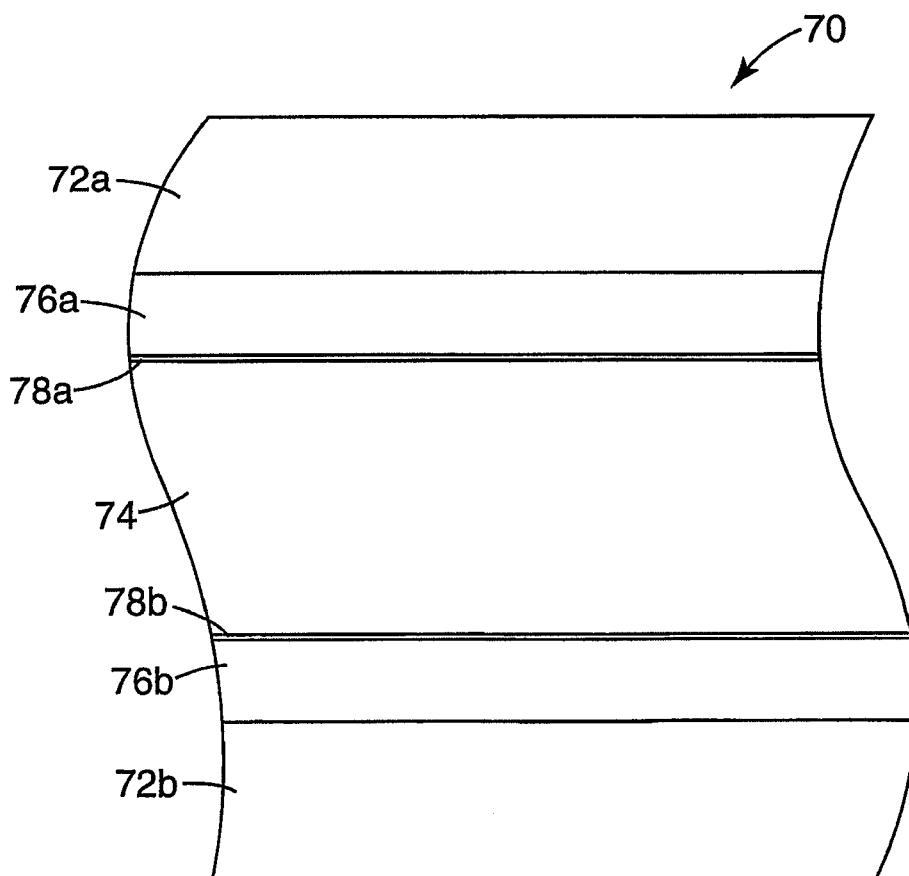


图 6

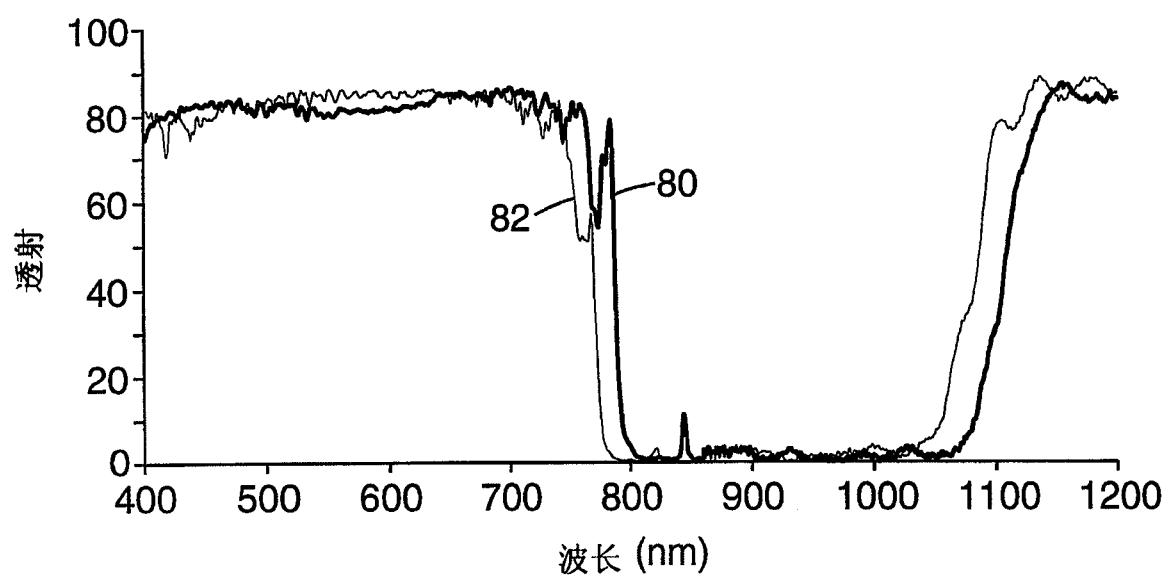


图 7