



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1694807 B

(45) 授权公告日 2010.05.12

(21) 申请号 03824868.9

(22) 申请日 2003.07.29

(30) 优先权数据

10/269,415 2002.10.11 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2005.04.29

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2003/023446 2003.07.29

(87) PCT申请的公布数据

W02004/033204 EN 2004.04.22

(73) 专利权人 沙伯基础创新塑料知识产权有限

公司

地址 荷兰贝亨奥普佐姆

(72) 发明人 查尔斯·D·亚科范格洛

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

代理人 黄益芬 巫肖南

(51) Int. Cl.

B32B 27/28 (2006.01)

B05D 7/24 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1074923 A, 1993.08.04,

US 2002132408 A1, 2002.09.19,

US 4927704 A, 1990.05.22,

US 5156882 A, 1992.10.20,

US 5262097 A, 1993.11.16,

审查员 张美静

权利要求书 2 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

涂覆在塑料基底上的粘合层

(57) 摘要

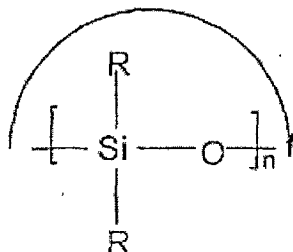
含有塑料基底和等离子体聚合的具有选择性
不饱和的环硅氧烷粘合层的制品及其成型方法。

1. 一种制品,其含有:

塑料基底;和

在所述塑料基底表面上的粘合层,所述粘合层含有等离子体反应的环硅氧烷,所述环硅氧烷具有至少一个连接到硅原子的 C_2-C_{10} 链烯基。

2. 权利要求 1 的制品,其中所述环硅氧烷具有如下结构:



其中每个 R 独立地为氢、甲基或乙基,只要至少一个 R 为 C_2-C_6 链烯基即可;且 n 为 2-8 的整数。

3. 权利要求 2 的制品,其中至少一个 R 为 C_2-C_6 链烯基;且 n 为 3、4 或 5。

4. 权利要求 3 的制品,其中每个 R 为甲基,只要仅有一个 R 为 C_2-C_6 链烯基即可。

5. 权利要求 4 的制品,其中所述链烯基具有末端碳-碳双键。

6. 权利要求 5 的制品,其中所述链烯基为乙烯基;且 n 为 4。

7. 权利要求 1 的制品,其中所述塑料基底含有热塑性或热固性聚合物。

8. 权利要求 6 的制品,其中所述塑料基底选自聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚乙烯醇、聚乙烯醇缩乙醛;聚甲基丙烯酸酯、聚丙烯酸、聚醚、聚酯、聚碳酸酯、纤维素树脂、聚丙烯腈、聚酰胺、聚酰亚胺、聚氯乙烯、含氟树脂和聚砜、丙烯酸聚合物和聚氨酯。

9. 权利要求 1 的制品,其中所述粘合层厚度不低于 10nm。

10. 权利要求 1 的制品,在所述粘合层上还含有一个或多个附加涂层,所述附加涂层为一个或多个 UV 吸收层、一个或多个耐磨层、一个或多个透明导电层、或一个或多个 IR 反射层。

11. 一种制品,其含有:

热固性或热塑性塑料基底;和

在所述基底表面上的粘合层,所述粘合层含有等离子体反应的环硅氧烷,所述环硅氧烷具有一个连接到硅原子的 C_2-C_6 链烯基,所述环硅氧烷为环丙硅氧烷、环丁硅氧烷或环戊硅氧烷。

12. 权利要求 11 的制品,其中所述基底为热塑性;所述环硅氧烷为环丁硅氧烷;和所述链烯基为乙烯基。

13. 一种多层制品,其含有:

聚碳酸酯基底;和

在所述聚碳酸酯基底表面上的粘合层,所述粘合层含有等离子体反应的七甲基(乙烯基)环丁硅氧烷。

14. 成型多层制品的方法,其包含:

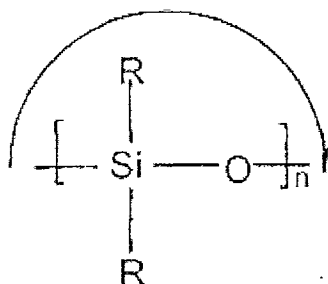
提供塑料基底;和

在所述塑料基底的表面上对环硅氧烷进行等离子体反应以形成粘合层,所述环硅氧烷

具有至少一个连接到硅原子的 C_2-C_{10} 链烯基。

15. 权利要求 14 的方法, 其中所述等离子体反应通过膨胀热等离子体、等离子体增强的化学气相沉积、感应耦合等离子体或电子回旋加速器谐振来进行的。

16. 权利要求 14 的方法, 其中所述环硅氧烷具有如下结构:



其中每个 R 独立地为氢、甲基或乙基, 只要至少一个 R 为 C_2-C_6 链烯基即可; 且 n 为 2-8 的整数。

17. 权利要求 16 的方法, 其中至少一个 R 为 C_2-C_6 链烯基, 且 n 为 3、4 或 5。

18. 权利要求 17 的方法, 其中每个 R 为甲基, 只要仅有一个 R 为 C_2-C_6 链烯基即可。

19. 权利要求 18 的方法, 其中所述链烯基具有末端碳-碳双键。

20. 权利要求 19 的方法, 其中所述链烯基为乙烯基; 且 n 为 4。

21. 权利要求 14 的方法, 其中所述塑料基底含有热塑性或热固性聚合物。

22. 权利要求 21 的方法, 其中所述塑料基底选自聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚乙烯醇、聚乙烯醇缩乙醛、聚甲基丙烯酸酯、聚丙烯酸、聚醚、聚酯、聚碳酸酯、纤维素树脂、聚丙烯腈、聚酰胺、聚酰亚胺、聚氯乙烯、含氟树脂和聚砜、丙烯酸聚合物和聚氨酯。

23. 权利要求 11 的方法, 其中所述粘合层沉积至约 200nm- 约 500nm 的厚度。

24. 权利要求 12 的方法, 还包含在所述粘合层上沉积 UV 吸收层, 所述 UV 吸收层含有 ZnO、 TiO_2 或 Ce_2O_3 。

25. 成型多层制品的方法, 其包含:

提供热固性或热塑性塑料基底; 和

在所述基底的表面上对环硅氧烷进行等离子体反应以形成粘合层, 所述环硅氧烷具有一个连接到硅原子的 C_2-C_6 链烯基, 所述环硅氧烷为环丙硅氧烷、环丁硅氧烷、或环戊硅氧烷。

26. 权利要求 25 的方法, 其中所述基底为热塑性, 所述环硅氧烷为环丁硅氧烷, 和所述链烯基为乙烯基。

27. 制造多层制品的方法, 其包含:

提供聚碳酸酯基底; 和

在所述聚碳酸酯基底的表面上使七甲基(乙烯基)环丁硅氧烷进行等离子体反应以形成粘合层。

28. 权利要求 27 的方法, 还包含在所述粘合层上沉积一个或多个耐磨层。

涂覆在塑料基底上的粘合层

技术领域

[0001] 本发明总体上涉及在硅原子上具有至少一个链烯基取代基的环硅氧烷作为塑料基底的粘合层、含有它制品、和制造这种制品的方法。

背景技术

[0002] 已经发现塑料可广泛地用作大量的和不同定位的基底材料。其原因是塑料通常质轻、延展性高且具有高的可见光透过度。某些塑料,例如聚碳酸酯(PC),具有高冲击强度的额外优势。塑料基底的应用包括,但不限于,用作汽车窗、前灯和车身镶板、建筑窗、显示器、太阳能电池和收集器、飞机窗和顶盖、及仪表。在大多数应用中,塑料基底配有一个或多个功能性涂层。例如,汽车窗至少需要紫外线(UV)过滤涂层以保护它们不受阳光暴晒,并需要耐磨涂层以防止它们擦伤。此外,汽车窗需要具有红外(IR)反射涂层用作加热器栅格的透明导电涂层、和/或电镀铬涂层。氧和水的阻隔涂层对于显示器、太阳能电池和双格窗(dual-pane window)是重要的。

[0003] 涂层虽然具有必要的功能,但内在的特性终究被证实对其最终的层状制品往往是不利的。例如,很多涂层具有显著不同于下层塑料基底的模数和热膨胀系数(CTE)。这种性能上的不匹配在热循环和暴露于高湿度或浸于水期间,会在涂层中以及层界面上引起大的应变。这就导致涂层的分层和/或开裂。

[0004] 已经开发出一些解决这一问题的方法。一种方法是通过使用分层的界面使基底和涂层之间具有贴合性。例如,美国专利 4927704 公开了通过等离子体增强的化学气相沉积(PECVD)形成分层界面,从而提供贴合性。在该方法中,使用乙烯基三甲基硅烷(VTMS)或六甲基二硅氧烷(HMDSO),且从基底的性能到涂层的性能逐层不同。该方法虽然有所帮助,但只是在沉积速度慢的方法中使用才有效。为了降低成本,高沉积速度的方法在工业上是受欢迎的,但这种方法经济上是不可取的。

[0005] 另一种试图获得贴合性的方法是使用单粘合层。例如,美国专利 5154582 公开了美国专利 4224378 描述的通式 $R_n^1SiZ_{(4-n)}$ 和美国专利 4242381 描述的 $R^2Si(OH)_3$ 的有机硅氧烷的使用。在这些预期的特定化合物中包括六甲基二硅氮烷(HMDZ)、HMDSO、VTMS 和辛甲基环丁硅氧烷(D4)。

[0006] 在美国专利 5718967 中,公开了一种层压材料,其中第一粘合促进层为二甲氧基二甲基硅烷(DMDMS)、甲基三甲氧基硅烷、四甲氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、二乙氧基二甲基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、三乙氧基乙烯基硅烷、四乙氧基硅烷、二甲氧基甲基苯基硅烷、苯基三甲氧基硅烷、3-环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、二乙氧基甲基苯基硅烷、三(2-甲氧基乙氧基)乙烯基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、二甲氧基二苯基硅烷、四甲基二硅氧烷(TMDSO)、HMDSO、HMDZ 和四甲基硅氮烷的等离子体聚合的有机硅聚合物。

[0007] 虽然进行了这些努力,但仍需要提供有改善贴合性的粘合层用来获得更有效的热循环和水解稳定性。

[0008] 发明概述

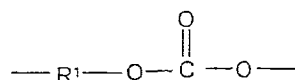
[0009] 本发明涉及包含塑料基底和在所述塑料基底表面上的粘合层的制品,所述粘合层含有等离子体反应的环硅氧烷,所述环硅氧烷具有至少一个连接到硅原子的 C_2-C_{10} 链烯基;及其成型方法。在一个实施方式中,环硅氧烷为七甲基(乙烯基)四硅氧烷。

[0010] 发明详述

[0011] 塑料基底:

[0012] 对于塑料基底没有限制,包括含有热塑性聚合物和热固性聚合物的那些。只是举例来说,该基底,一般含有聚合物树脂。例如,基底可以含有聚碳酸酯。适于成型基底的聚碳酸酯是本领域公知的且通常含有下式的重复单元:

[0013]



[0014] 其中 R^1 为用于聚合物生成反应的二羟酚的二价芳香族基团(例如,2,2-双(4-羟苯基)-丙烷基团,又称双酚 A);或有机多羧酸(例如,对苯二甲酸、间苯二甲酸、六氢化邻苯二甲酸、己二酸、癸二酸、十二烷二酸等)。这些聚碳酸酯树脂为芳香族碳酸酯聚合物,其可以通过一个或多个二羟酚与碳酸酯前体(例如光气、卤代甲酸酯或碳酸酯)的反应来制备。在本发明中可以用作塑料基底的聚碳酸酯的一个例子为 **LEXAN®**,由 General Electric Company 制造。

[0015] 芳香族碳酸酯聚合物可以通过本领域公知的方法进行制备,这些方法例如在美国专利 3,161,615;3,220,973;3,312,659;3,312,660;3,313,777;3,666,614;3,989,672;4,200,681;4,842,941;和 4,210,699 中进行了描述。

[0016] 该塑料基底还可以含有聚酯碳酸酯,其可以通过碳酸酯前体、二羟酚和二羧酸或其成酯衍生物进行反应来制备。聚酯碳酸酯的例子,在美国专利 4,454,275;5,510,448;4,194,038;和 5,463,013 中进行了描述。

[0017] 塑料基底还可以含有热塑性或热固性材料。适宜的热塑性材料的例子包括聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚醋酸乙烯酯、聚乙烯醇;聚乙烯醇缩乙醛、聚甲基丙烯酸酯、聚丙烯酸、聚酯、聚碳酸酯、纤维素树脂(cellulose resin)、聚丙烯腈、聚酰胺、聚酰亚胺、聚氯乙烯、含氟树脂和聚砒。适宜的热固性材料的例子包括环氧和脲蜜胺。

[0018] 本领域还公知,丙烯酸聚合物为另一种可以形成塑料基底的材料。丙烯酸聚合物可以由单体制备,这些单体例如丙烯酸甲酯、丙烯酸、甲基丙烯酸、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸环己基酯等。还可以使用取代的丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯,例如丙烯酸羟乙基酯,丙烯酸羟丁基酯,丙烯酸 2-乙基己基酯和丙烯酸正丁酯。

[0019] 还可以使用聚酯来形成塑料基底。聚酯是本领域公知的,可以通过有机多羧酸(例如,苯二甲酸、六氢化邻苯二甲酸、己二酸、马来酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、癸二酸、十二烷二酸等)或它们的酸酐与含有伯或仲羟基的有机多元醇(例如,乙二醇、丁二醇、新戊二醇和环己烷二甲醇)的聚酯化作用来制备。

[0020] 聚氨酯是可用来形成塑料基底的另一类材料。聚氨酯是本领域公知的,其一般通过聚异氰酸酯和多元醇的反应来制备。可用的聚异氰酸酯的例子包括六亚甲基二异氰酸酯、甲苯二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯,和这些二异氰酸酯的缩二脲和三异氰脲酸酯。

可用的多元醇的例子包括低分子量脂肪族多元醇、聚酯多元醇、聚醚多元醇、脂肪醇等。

[0021] 其它可形成基底的材料例子包括丙烯腈-丁二烯-苯乙烯、VALOX® (聚苯二甲酸丁二醇酯, 由 General Electric Co. 生产)、XENOY® (LEXAN® 和 VALOX® 的共混物, 由 General Electric Co. 生产) 等。在本发明的各种实施方式中, 基底含有清澈的聚合材料, 例如聚碳酸酯 (PC) (由 General Electric Company 销售, 商标为 Lexan®)、聚酯碳酸酯 (PPC)、聚醚砜 (PES) (由 Amoco 销售, 商标为 Radel®)、聚醚酰亚胺 (PEI 或聚酰亚胺) (由 General Electric Company 销售, 商标为 Ultem®) 和丙烯酸类。

[0022] 塑料基底可以用常规方法来形成,例如通过注射模塑、挤出、冷成型、真空成型、吹塑、压模、转移模塑、热成型等。制品可以为任意形状且不需为最终的商品,即,其可以为能够切割或剪切(sized)或机械成型为最终制品的片材或膜。基底可以透明或不透明。基底可以为刚性或柔性。也可以预期是上述材料相互之间的共混物,及与添加剂例如填料、增塑剂、染色剂(tint)、着色剂等的共混物。

[0023] 优选的基底由聚碳酸酯形成。这里所用的术语聚碳酸酯还包括聚碳酸酯与其它材料例如聚酯和抗冲改性剂的共混物。

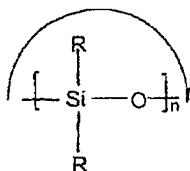
[0024] 如本领域人员所知道的,用作基底的塑料的选择和基底自身的厚度是设定制品用途的函数。基底的厚度没有限定,一般不低于0.05mm;在其他实践中,厚度为约4mm-约6mm。

[0025] 粘合层：

[0026] 粘合层(BL)含有等离子体反应的环硅氧烷,其中所述环硅氧烷具有至少一个连接到硅原子的C₂-C₁₀链烯基。在一个实施方式中,环硅氧烷可以为未取代的;在另一个实施方式中,其可以为以一个或多个C₁-C₃低级烷基的有机基取代,即环硅氧烷可以由一个或多个甲基、乙基、丙基和/或异丙基或其组合进行取代。在具体实践中,环硅氧烷的结构为环三聚体(或环丙硅氧烷);环四聚体(或环丁硅氧烷);或环五聚体(或环戊硅氧烷)。至少一个具有2-10个碳原子的链烯基直接连接到环硅氧烷的硅原子上。在具体实施方式中,仅有一个这种链烯基被这样连接。对于链烯基具有3个或多个碳原子的实施方式中,双键可以位于该部分中的任意位置。在另一个实施方式中,这里的链烯基具有末端碳-碳双键。链烯基的例子包括乙烯基、烯丙基、己烯基等。

[0027] 本发明预期的具体的环硅氧烷具有如下结构,但并不限于此结构:

[0028]



[0029] 其中每个R独立地为氢、甲基或乙基,只要至少一个R为C₂-C₁₀链烯基即可,且n为2-8的整数。

[0030] 在本发明实践的一个实施方式中,至少一个 R 为 C₂-C₆ 链烯基 ;且 n 为 3、4 或 5。在本发明实践的另一个实施方式中,每个 R 为甲基,只要仅有一个 R 为 C₂-C₆ 链烯基,例如,乙烯基,且 n 为 4。在本发明的一个具体实施方式中,环硅氧烷为七甲基(乙烯基)环丁硅氧烷(乙烯基-D4)。

[0031] 可以通过本领域已知的等离子体沉积法,将环硅氧烷粘合层施加到塑料基底,例

如通过等离子体增强的化学气相沉积 (PECVD) (如美国专利 6,420,032 所述),通过感应耦合等离子体 (ICP)、电子回旋加速器谐振 (ECR) 等,或通过膨胀热等离子体 (ETP),特别是在线 (in-line)ETP (如共同所有的 (commonly-owned) 美国专利 6,397,776 所述)。在沉积环硅氧烷之前,以已知的方式清洁塑料基底,例如通过如异丙醇的醇溶剂来进行清洗。

[0032] 粘合层的厚度取决于为上述制品设定用途的塑料基底和性质。对于设定的用途没有限定,包括优选作为交通工具窗,例如轿车、卡车、摩托车、拖拉机、船或飞机窗的那些用途。基底还可以包括显示屏,例如电视屏、LCD 屏、计算机监视器屏、等离子体显示屏或用于计算机监视器的强光防护。这些屏幕涂以 UV 吸收层和 IR 反射层以利于防止屏幕变黄和防止显示器内电子组件受 UV 照射和热的破坏。基底还可以包括电子器件基底,例如太阳能电池或液晶显示器 (LCD) 基底。对粘合层的厚度没有限定,通常不低于 10nm。在各种实践中,粘合层厚度为约 20nm- 约 100nm。对于其它实践,粘合层厚度为约 200nm- 约 500nm。

[0033] 在粘合层已通过等离子体反应沉积后,根据需要,可以在其上面涂覆其它涂层。例如,可以涂覆一个或多个 UV 吸收层,通常是但不必须是金属氧化物。优选的金属氧化物,只是举例来说,包括本领域已知的氧化锌 (ZnO)、掺杂的氧化锌例如铟掺杂氧化锌 (IZO) 和铝掺杂氧化锌 (AZO)、二氧化钛 (TiO₂)、氧化铈 (Ce₂O₃) 等。其它涂层包括透明导电涂层,其由本领域已知的材料例如氧化铟锡 (ITO)、氧化锡 (SnO₂) 等形成。

[0034] 在又一个实践中,可以任选地使用一个或多个耐磨涂层,例如,这种涂层可以涂覆在 UV 吸收层上。这里的耐磨层包括本领域已知的那些,例如由等离子体反应形成的那些和氧化的有机硅材料例如 D4、HMDSO、TMDSO 等。

[0035] 还可以任选地使用 IR 反射涂层。如本领域已知的,这些包括但不限于金属例如银 (Ag) 和铝 (Al),和 IR 反射氧化物例如 ITO;且包括多层叠例如,但不限于,TiO₂/Ag/TiO₂; ZnO/Ag/ZnO; IZO/Ag/IzO; 和 AZO/Ag/AZO 及其组合。

[0036] 本发明通常是用于任何需要在塑料基底上使用涂层的应用。更具体地说,其可用作粘合层,用于例如汽车窗、前灯和车身镶板、建筑窗、显示器、太阳能电池和收集器、飞机窗和顶盖及仪表。最特别的应用为汽车上釉。

[0037] 下列实施例仅用于说明而不是限定本发明的范围。

实施例

[0038] 在聚碳酸酯 (PC) 基底上的七甲基 (乙烯基) 环丁硅氧烷 (乙烯基 -D4) 的等离子体反应可用作 UV 过滤和耐磨涂层的粘合层,以改善它们对热循环的耐受力和水解稳定性。在如美国专利 6,397,776 所描述的在线结构中,使用膨胀热等离子体 (ETP) 进行所有沉积。每一层使用分离的 ETP。用异丙醇清洗 PC 片材、冲洗、风干,然后在 80-100°C 真空中烘过夜。将基底置于负载锁定 (loadlock) 的支架上,一般抽气至 1mT,然后放入在线涂布机中。通过一系列 ETP 的转移来涂覆基底。一般地,第一站为红外 (IR) 加热器,用以在粘合层沉积前将 PC 的表面温度提高到所需的水平。

[0039] 对使用各种有机硅氧烷形成相似的粘合层进行比较,例如辛甲基环丁硅氧烷 (D4)、二甲基二甲氧基硅烷 (DMDMS)、乙烯基三甲基硅烷 (VTMS) 和四甲基二硅氧烷 (TMDSO)。比较的标准是通过测试划格带 (cross hatch tape) (使用具有 1 巴 (B)-5 巴 (B) 单元的额定体系的 ASTM1044) 或张力测试而测定的对 PC 的初始粘合力,在 65°C 的水中浸渍

3 天后的粘合力 (“WS adh”), 及 -50 至 135℃ 的 10 次热循环后的粘合力或开裂。

[0040] 通过在由 PC/BL/UV 吸收层和 4 个耐磨层的 6 层体系上重复这些测试来对作为粘合层的涂层的性能进行评价。UV 吸收层含有如美国专利 6, 420, 032 所述的 ZnO。每个耐磨层都由等离子体聚合和氧化的 D4 构成。表 1 比较了这些 BL 材料的性能。对于初始粘合力 and 在水中浸渍后的粘合力, 组件的性能标记为“P-adh”和“P-WS adh”。在热循环期间, 所有研究的材料具有良好的层叠贴合性, 从而使 6 层组件在热循环测试后, 没有降低粘合力或发生开裂。对于单独涂层和 6 层结构的粘合层, 关键区别为初始沉积时的粘合力 and 在水中浸渍后的粘合力。如表 1 所显示的, 对于单独涂层和 6 层结构的粘合层, V-D4 具有优异的初始粘合力 and 在水中浸渍后的粘合力。对于 V-D4, 在水中浸渍前、后, 对总计 34 个样品进行评价。初始平均粘合力 and 标准偏差为 3377 和 1617, 且在水中浸渍后为 2838 和 1243, 表示在水中浸渍后没有统计上的显著变差。

[0041] 对该组件还进行热循环后 and 在水中浸渍后的划格测试 (5 巴粘合力)。对一些样品还进行 6 天的浸渍。为了进一步强化粘合层, 将 PC 涂层的厚度从 100 增加到 600nm。对于 V-D4, 没有观察到性能上的区别。在比较中, 没有乙烯基的 D4 具有极低的粘合力, 即使是极薄的涂层, 在水中浸渍后粘合力也降低了。约 300nm 或更厚的涂层在水中浸渍后失效。在水中浸渍 3 天, 具有薄 D4 粘合层的组件其粘合力的典型值降低至 2-3 巴, 且几个 1 巴的样品自发地层离。DMDMS 的性能稍优于初始粘合力改善的 D4, 即 1787 绝对压强 (Psia), 但水浸性能差, 即 316 绝对压强 (Psia)。D4 组件的性能通常为具有良好初始粘合力但水浸性能差, 典型值为 2-3 巴, 而几个具有自发层离的样品为 1 巴。VTMS 具有良好的初始粘合力但水浸性能也差。然而, 在水浸期间, 大多数具有 VTMS 粘合层的组件在浸水后自发层离。TMDSO 具有差的初始粘合力且水浸性能差。V-D4 粘合层的其它特性在于 PC 基底不需要经等离子体处理, 从而省去了一个处理步骤及相关成本。

[0042] 而且, 对于加入氧的等离子体的实践, 本发明的实践提供了改善的坚固性。例如, 在迄今为止的实践中, 当加氧到等离子体中时, 使用例如 D4 或 DMDMS 作为硬层, 较薄的涂层厚度 (例如大约 300nm) 就发生层离。相反地, 本发明, 例如非限定地具体 V-D4 作为粘合层时, 即使在较厚的涂层 (例如 600nm) 中, 也可以向等离子体中加入约 0.2 升每分钟 (LPM) 至约 0.06LPM 的添加氧, 同时保持粘合力。

[0043] 表 1

[0044]

粘合层材料的比较					
材料	粘合力	WS adh	最大厚度	P-adh	P-WS adh
	绝对压强, 或 巴	绝对压强, 或 巴	nm	绝对压强, 巴	绝对压强, 巴
V-D4	3377	2838	>600	5 巴	5 巴
D4	197	84	<300	5 巴	2-3 巴
DMDMS	1878	316	<300	5 巴	2-3 巴
VTMS	2000	5 巴	<400	5 巴	1-2 巴
TMDSO	300	4 巴	----	5 巴	0 巴