[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G02B 1/11 (2006.01)
C08J 7/04 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01143685.9

[45] 授权公告日 2006 年 1 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 1235065C

[22] 申请日 2001.11.13 [21] 申请号 01143685.9

[30] 优先权

[32] 2000.11.13 [33] JP [31] 344928/2000

[32] 2001. 4.25 [33] JP [31] 128157/2001

[71] 专利权人 保谷株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 三石刚史 嘉村齐 新出谦一
武井博基 小林明德 高桥幸弘
渡边裕子

审查员 毛 燕

[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 陈季壮

权利要求书 1 页 说明书 16 页

[54] 发明名称

用于汽相淀积的组合物、使用该组合物形成抗反射膜的方法及其光学元件

[57] 摘要

提供一种用于汽相沉积的组合物，使用该组合物形成抗反期膜的方法及其光学元件。 所形成的抗反射膜具有良好的耐热性，而且其耐热性随着时间降低很少，在较短时间内形成高折射层，而不降低涂层固有的良好的物理特性。 多层抗反射膜中的至少一个高折射层包含氧化铌、氧化锆、氧化钇，和可任选的氧化铝。

1.一种组合物，它包含氧化铌、氧化锆和氧化钇，其中氧化铌的数量为基于组合物总重量的60％至90％，氧化锆的数量为基于组合物总重量的5％至20％，氧化钇的数量为基于组合物总重量的5％至35％。

2. 如权利要求1所述的组合物，它另外还包含氧化铝。

3. 如权利要求2所述的组合物，其中氧化铝的含量为氧化铌、氧化锆和氧化钇总重量的0.3%至7.5%。

4.一种形成抗反射膜的方法，它包含：烧结权利要求1至3中任一所述的组合物，蒸发所产生的氧化物，然后在底材上沉积该蒸汽。

5.如权利要求4所述的形成抗反射膜的方法，其中底材为任选在其上有一层或多层涂层的塑料底材。

6.如权利要求4所述的形成抗反射膜的方法，该方法与一种离子辅助的方法结合。

7.如权利要求5所述的形成抗反射膜的方法，该方法与一种离子辅助的方法结合。

8.一种抗反射膜，它包含有以交替的形式的一层或多层二氧化硅涂层和一层或多层根据权利要求4的方法获得的涂层。

9.如权利要求8的抗反射膜，其中底材为任选在其上有一层或多层涂层的塑料底材。

10.一种光学元件，它具有在塑料底材上形成的硬涂层以及其上形成的权利要求8所述的抗反射膜。

11.如权利要求10所述的光学元件，它选自眼镜的镜片、照相机的镜头、汽车的挡风玻璃和文字处理装置显示器的滤光片。

用于汽相淀积的组合物、使用该组合物形成抗反射膜的方法及其光学元件

技术领域

本发明涉及一种适用于汽相淀积的组合物，和使用该组合物形成抗反射膜的方法，以及一种光学元件。

背景技术

为了提高包含合成树脂的光学元件的表面反射特性，众所周知的是在合成树脂的表面上形成一层抗反射膜。例如，日本待审公开的专利申请№.116003/1981公开了一种具有在CR－39(二甘醇二烯丙基碳酸酯)树脂底材上形成的抗反射膜的光学元件，其中抗反射膜包含具有1.5λ厚度由SiO_2制成的基层，由ZrO_2层和SiO_2层构成的其总厚度约为0.25λ的两层等效膜制成的第一层，由ZrO_2制成的厚度大约为0.50λ的第二层和由SiO_2制成的厚度大约为0.25λ的第三层，它们以这样的顺序在CR－39树脂底材上形成。

然而，当通过汽相淀积在树脂底材上形成抗反射膜时，树脂底材所承受的温度不可能像玻璃底材那样高。因此，就不能说，例如通过汽相淀积在树脂底材上形成的ZrO_2层的耐热性是足够的。另外，ZrO_2层的耐热性容易随着时间而大大降低。其作为整体的抗反射膜的耐热性不好而且容易随时间而大大降低的光学元件，在实际使用中常常出现问题，例如作为眼镜的镜片。这是因为在镜片被安装在镜架之前眼镜的塑料架被加热，热量传递给被安装在镜架上的镜片。由于在热膨胀等等方面的不同，低耐热性的抗反射膜经常开裂。

为了解决耐热性的问题，例如，日本待审专利申请№.291502/1990和美国专利USP 5181141公开了一种具有抗反射膜的光学元件，该抗反射膜是由包含Ta_2O_5、ZrO_2和Y_2O_3的汽相淀积膜形成的高折射层，还公开了形成包含Ta_2O_5、ZrO_2和Y_2O_3的汽相淀积膜的汽相淀积组合物。

在日本待审公开专利申请No.291502/1990和USP5,181,141中公开了含有Ta_2O_5、ZrO_2和Y_2O_3的汽相淀积组合物，需要相对长时间形成所需要的抗反射膜，并因此从生产效率方面考虑不令人满意。

特别是在眼镜领域，需要新的涂布有抗反射膜的用于塑料镜片的光学元件，其具有良好耐热性且不随时间而降低。

发明内容

本发明的第一个目的是提供一种光学元件，它包含在低温下必须在其上进行汽相淀积合成树脂底材，而且具有一层形成的抗反射膜的，其中抗反射膜的耐热性良好而且随着时间降低很少。

本发明的第二个目的是提供一种组合物，它适用于汽相淀积而且能够在较短时间内形成高折射层而不会降低高折射层固有的物理特性，以及提供了一种形成抗反射膜的方法。

为了达到上述目的，我们，本发明的发明人刻苦地研究，结果，已经发现，除了氧化锆和氧化钇之外，当氧化铌和任选的氧化铝被加入到用于汽相淀积的常规组合物中，而且当将所产生的组合物用于形成抗反射膜后，就能够得到耐热性好的多层抗反射膜，同时在短时间内就能够形成汽相淀积膜，这样就得出了本发明。

具体地说，本发明的第一方面是涉及一种组合物，它包含氧化铌，氧化锆，氧化钇，和可任选的氧化铝。

本发明的第二方面是涉及一种用于形成抗反射膜的方法，它包括烧结氧化铌、氧化锆、氧化钇和可任选的氧化铝的粉末混合物，蒸发该烧结的材料以形成混合氧化物的蒸汽，然后在底材上沉积混合的氧化物。

本发明的第三方面是涉及一种具有根据上述第二方面的方法在塑料底材上形成的抗反射膜的光学元件。

具体地说，本发明公开了以下内容：

1. 一种组合物，它包含氧化铌、氧化锆和氧化钇，其中氧化铌的数量为基于组合物总重量的 60％至 90％，氧化锆的数量为基于组合物总重量的 5％至 20％，氧化钇的数量为基于组合物总重量的 5％至 35％。

2. 如上款 1 所述的组合物，它另外还包含氧化铝。

3. 如上款 2 所述的组合物，其中氧化铝的含量为氧化铌、氧化锆和氧化钇总重量的 0.3%至 7.5%。

4. 一种形成抗反射膜的方法，它包含：烧结上款 1 至 3 中任一所述的组合物，蒸发所产生的氧化物，然后在底材上沉积该蒸汽。

5. 如上款 4 所述的形成抗反射膜的方法，其中底材为任选在其上有一层

或多层涂层的塑料底材。

6. 如上款 4 所述的形成抗反射膜的方法，该方法与一种离子辅助的方法结合。

7. 如上款 5 所述的形成抗反射膜的方法，该方法与一种离子辅助的方法结合。

8. 一种抗反射膜，它包含有以交替的形式的一层或多层二氧化硅涂层和一层或多层根据上款 4 的方法获得的涂层。

9. 如上款 8 的抗反射膜，其中底材为任选在其上有一层或多层涂层的塑料底材。

10. 一种光学元件，它具有在塑料底材上形成的硬涂层以及其上形成的上款 8 所述的抗反射膜。

11. 如上款 10 所述的光学元件，它选自眼镜的镜片、照相机的镜头、汽车的挡风玻璃和文字处理装置显示器的滤光片。

发明的详细说明

下面将详细地描述本发明。

本发明的组合物是通过烧结包含氧化铌粉末、氧化锆粉末和氧化钇粉末的粉末混合物来制备的，优选粉末混合物包含 Nb_2O_5 粉末、ZrO_2 粉末和 Y_2O_3 粉末，或者粉末混合物包含 Nb_2O_5 粉末、ZrO_2 粉末、Y_2O_3 粉末和 Al_2O_3 粉末，它与通过单独烧结 ZrO_2 来制备用于汽相淀积的常规组合物相比，可在短时间内就形成汽相淀积膜和高的制膜生产率。

本发明中混合这三种组分的原因是，在用电子枪加热时，单独的氧化铌颗粒经常产生飞溅的问题。如果飞溅，就产生细小颗粒附着在镜片底材上的影响，因而产生次品。另外，该薄膜就容易被着色(吸附)。为了提高例如耐酸性和耐碱性的耐化学药品性差的趋势，就混合了多种成分。

添加的氧化锆(ZrO_2)，在减少经常在用电子枪加热单独的氧化铌颗粒的汽相淀积中可以看到的飞溅，和因此产生的膜脱落和杂质的粘附是有效的，而且能够促进获得性能稳定的汽相淀积膜。

添加的氧化钇(Y_2O_3)起到改变在用电子枪加热下通过汽相淀积形成薄膜的氧化物状况的作用，而且在防止发生在通过单独的氧化铌颗粒或氧化铌和氧化锆的混合物颗粒的汽相淀积形成的薄膜上的着色(吸附)是有效的。

本发明中，上述被混合以形成用于汽相淀积组合物的三种组分，都表现出它们各自的作用，而且，另外所形成的抗反射膜的耐热性随着时间降低很少。这样产生了意料不到的作用。

为了获得更好的结果，下面是用于汽相淀积组合物中理想的混合比例。优选的是基于汽相淀积的组合物的总量的基础上，氧化铌(以Nb_2O_5计算)的量是60至90重量%，更优选的是80至90重量%，氧化锆(以ZrO_2计算)的量是5至20重量%，更优选的是5至10重量%，和氧化钇(以Y_2O_3计算)的量是5至35重量%，更优选的是5至10重量%。如果Nb_2O_5的量和/或ZrO_2的量和/或Y_2O_3的量是在优选的范围内，所获得的高折射层将表现出特别有利的吸收特性；如果Y_2O_3的量超过50重量%将进一步使所获得的抗反射膜改善耐酸性。

用于汽相淀积的组合物进一步还包含氧化铝以控制折射系数。

组合物中，氧化铝(以Al_2O_3计算)的量优选是基于Nb_2O_5、ZrO_2和Y_2O_3的总重量的0.3至7.5重量%，更优选的是0.3至2.0重量%。高于优选范围下限的氧化铝的量将在控制折射系数上产生更满意的结果；没有超过优选范围的上限的氧化铝的量将使所获得的抗反射膜具有特别好的耐碱性。不影响由Nb_2O_5、ZrO_2和Y_2O_3产生的涂层特性，氧化铝(Al_2O_3)能够很好地控制涂层的折射系数，而且其在优选范围内的量将表明在这方面是特别有利的。

本发明的用于汽相淀积的组合物还进一步包含例如氧化钽(Ta_2O_5)、氧化钛(TiO_2)之类的其他金属氧化物，而不会降低上述效果。在组合物总重量的基础上其他任何金属氧化物的量优选不超过30重量%，更优选是10重量%。

用于本发明中多层抗反射膜的低折射层，例如，考虑到其耐热性可以使用二氧化硅(SiO_2)膜。

关于它的层结构，抗反射膜包括λ/4－λ/4的两层膜，和λ/4－λ/4－λ/4或λ/4－λ/2－λ/4的三层膜。在本申请的上下文中，λ的值是在450纳米至550纳米的范围内。在本发明中，λ的标准值为500纳米。并不限制于此，抗反射膜还可以是任何其他的四层膜或多层膜。最接近底材的第一低折射层可以是任何已知的两层等效膜，三层等效膜或其他的复合膜。

用于本发明的光学元件的合成树脂底材，例如，可以使用异丁烯酸甲酯均聚物，异丁烯酸甲酯和一种或多种其他单体作为单体成分的共聚物，二甘醇二烯丙基碳酸酯均聚物，二甘醇二烯丙基碳酸酯和一种或多种其他单体作为单体成分的共聚物，含硫共聚物，含卤素共聚物，聚碳酸酯，聚苯乙烯，聚氯乙烯，不饱和聚酯，聚对苯二甲酸乙二醇酯和聚氨基甲酸酯等等。

本发明中为了在合成树脂上形成抗反射膜，最好是以浸渍、旋涂或类似的方法首先在合成树脂表面形成包含有机硅聚合物的硬涂层，然后在硬涂层上形成抗反射膜。典型的用于硬涂层的组合物和涂覆方法在EP1041404中公开。为了提高合成树脂底材和抗反射膜之间的粘附性，耐擦伤性等等，最好是在合成树脂表面和抗反射膜之间，或者在合成树脂底材上形成的硬涂层和抗反射膜之间涂布一基层。该基层可以是例如氧化硅的汽相淀积膜或类似的膜。适用的基层在USP5181141中公开。

在本发明中，优选的组合物包括三组分组合物，即氧化铌、氧化锆和氧化钇，也可以是四组分组合物，即氧化铌、氧化锆、氧化钇和氧化铝。

最好是通过混合氧化铌(Nb_2O_5)粉末、氧化锆(ZrO_2)粉末和氧化钇(Y_2O_3)粉末，可任选地，氧化铝(Al_2O_3)粉末和可任选其他金属氧化物的粉末(这些被混合的粉末在下文也可被称为粉末混合物)，而后挤压粉末混合物，接着通过例如电子束的加热而在底材上淀积其蒸汽来制备本发明的组合物。通过挤压和烧结而制备的颗粒形式的烧结材料的使用是更优选的，因为能够减少汽相淀积的时间。粉末混合物中或烧结颗粒中每一种氧化物的含量，可以根据形成的高折射层的所需特性而适当的变化。

如上文中所述，本发明的抗反射膜可以通过烧结包含氧化铌粉末、氧化锆粉末，氧化钇粉末，和可任选的氧化铝粉末和任选的其他金属氧化物粉末的粉

末混合物，产生混合氧化物的蒸汽，接着在底材上沉积所产生的蒸汽而形成的。优选地，形成抗反射膜的方法与离子辅助方法结合。这种离子辅助方法在M.Flinder等人，Society of Vacuum Coater Albuquerque，NM，USA. P.237－241,1995中描述，在这里被引证。

与离子辅助方法结合，膜的形成就产生了各种优点。具体的，当通过用氧离子辅助的汽相淀积而形成的高折射层，能够进一步减少镜片的吸收。当使用氧气和氩气的混合气体的离子辅助方法时，就能够提高耐碱性。优选地，混合气体包含90至95%的氧气和5至10%的氩气。如果氧气的量太小，所形成的膜不能保持其光学特性。使用适当量的氩气，能够提高膜密度。

为了获得本发明中用于汽相淀积的组合物，粉末混合物可以用任何常规的方法被挤压。优选地，例如是在200kg/cm^{2}至400kg/cm^2(从19.6至39.2MPa)的压力下被挤压。烧结温度依赖于组合物组成的成分等而变化，但是可以在例如1000至1400℃的范围。烧结时间变化依赖于烧结温度等等，但一般是在1至48小时的范围内。

本发明的高折射膜可以在通常条件下通过真空蒸发、溅射、离子电镀或类似的任何方法以上述汽相淀积组合物蒸发方法来形成。这些通常的方法在由Leon I. Maissel和Reinhand Glang编辑的《Handbook of Thin Film Technology》中有更详细的描述。也就是，从用于汽相淀积的组合物产生组合物的混合氧化物的蒸汽，而后产生的蒸汽被淀积在底材上。加热合成树脂底材的温度变化依赖于合成树脂的耐热性，但可以是在例如70至85℃的范围内。

根据本发明的方法，即使膜的形成必须是在70至85℃的低温范围内进行的情况下，该温度是考虑到合成树脂底材中的底材在蒸发时的加热温度，也能够获得具有好的耐热性的抗反射膜，该耐热性随着时间几乎不降低。

具有本发明的抗反射膜的光学元件不仅可以被用作眼镜的镜片，而且用于照相机的镜头，汽车的挡风玻璃，文字处理装置的显示器的滤光片等等。

实施例

参考下述实施例将对本发明在详细的描述。在下述的实施例和对比实施例中所制造的具有抗反射膜的光学元件的物理特性，将根据下面所述的测试方法进行测定。

(1)用于汽相淀积的组合物的熔化条件:

根据下述标准检查熔化条件:

UA: 不飞溅。

A: 很少飞溅。

B: 常常飞溅。

C: 一直飞溅。

在本申请的上下文中，“飞溅”是作为确定用于汽相淀积组合物表面情况的参数。

(2) 细小杂质的粘附条件:

在完成汽相淀积后,通过飞溅在汽相淀积中镜片表面上细小颗粒粘附条件的状态是通过肉眼检查和根据下述标准评估确定的。

UA: 没有发现细小杂质。

A: 发现1至5个细小杂质。

B: 发现6至10个细小杂质。

C: 发现11个或更多个细小杂质。

(3)耐碱性测试:

镜片在20℃下被浸入在10重量%的氢氧化钠水溶液中。在30分钟和60分钟之后，检查它们其涂膜是否被剥离下来，镜片的表面是否粗糙。

UA: 几乎没有发现剥离点。

A: 在整个表面上发现最大为0.1毫米的小的剥离点，或发现几个约0.3毫米直径的剥离点。

B: 剥离点的密度高于等级A，较大的剥离点的比例高于等级A。

C: 在表面上到处发现约0.3毫米的剥离点，或小剥离点的密度高。

D: 在表面上到处发现剥离点，表面看起来为白色。所有其他的不比上述差的样品都归于等级D中。

(4)耐擦伤性测试:

用#0000号钢棉摩擦表面而且是在施加1千克的重力的情况下。在摩擦20次后，根据下述标准检查表面情况。

UA: 几乎没有被擦伤。

A: 被轻微擦伤。

B: 擦伤较多。

C: 涂膜隆起。

(5)粘附性测试:

根据JIS－Z－1522，表面被切成具有10×10横切块，用粘合带Cellotape（商标名，由Nichiban Corp.制造)剥离横切块测试三次，计算保留的横切块的数量。

(6)反光率:

使用由Hitachi Ltd.制造的U－3410分光光度计，测量光反射性。

(7)透光率:

使用由Hitachi Ltd.制造的U－3410分光光度计，测量光透射率。

(8)吸光率:

通过从100％中去除反光率和透光率就得到了吸光率。

(9)耐热性测试:

汽相淀积膜形成后立即将抗反射膜的光学元件在烘箱上加热1小时，然后检查它是否裂开。具体的，首先将其在50℃加热60分钟，然后以5℃的间隔(每一间隔持续30分钟)升温，接着读出其裂开的温度。

进一步，汽相淀积膜形成后立即将具有抗反射膜的光学元件暴露在空气中2个月以进行耐热性测试，然后使它们经历相同的耐热性测试和上述评估。

实施例1、实施例4、对比实施例1和对比实施例4:

由二甘醇二丙烯基碳酸酯为主要成分和包含紫外线吸收剂，2-羟基-4-正辛氧基二苯酮以前者与后者的重量比为99.97/0.03构成的塑料镜片(CR－39: 底材A)，制备涂覆抗反射膜的合成树脂底材，其折射系数为1.499。

硬涂层的形成(nd 1.50)

塑料镜片浸入在包含80摩尔％的胶态二氧化硅和20摩尔％的γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷的涂覆溶液中，并在其上固化成一层硬涂层。

在实施例1中，将其上形成了硬涂层的塑料镜片在80℃下加热，在硬涂层上通过真空蒸发(在2×10^{-5}Torr的真空中)形成由二氧化硅构成的基层(具有折射系数1.46和0.4875λ（λ＝500纳米)厚度)。接着，通过加热用于汽相淀积的三组分组合物A(Nb_2O_5: ZrO_2: Y_2O_3＝76: 16.6: 7.4重量％)制备一层膜(具有2.12的折射系数和0.0502λ的厚度)，该组合物是通过混合Nb_2O_5粉末、ZrO_2粉末和Y_2O_3粉末，在300kg/cm^{2}的压力下挤压所得到的混合物，然后用170

毫安的输出电流下的电子枪加热到1300℃时烧结它们而得到的。在其上还形成一层由二氧化硅构成的第一低折射层(具有1.46的折射系数和0.0764λ的厚度)。在第一低折射层上，用汽相淀积组合物A形成一层高折射层(具有2.12的折射系数和0.4952λ的厚度)；接着在其上形成由二氧化硅构成的第二低折射层(具有1.46的折射系数和0.2372λ的厚度)，以获得具有抗反射膜的塑料镜片。低折射层和高折射层都是用与形成基层相同的真空蒸发方式形成的。

在实施例4中，抗反射膜是用与汽相淀积组合物B相同的真空蒸发的方式形成的，汽相淀积的组合物B是通过在汽相淀积组合物A中加入1重量%的三氧化二铝而形成的，汽相淀积组合物B被用于形成高折射层。

在对比实施例1中，通常的ZrO_2蒸汽源被用作形成涂覆在塑料镜片的抗反射膜的高折射层；在对比实施例4中，单独使用氧化铌蒸汽源用于形成它们。

实施例2、实施例5、对比实施例2和对比实施例5:

142重量份的有机硅化合物，即γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷被放置在玻璃容器中，边搅拌边逐滴加入1.4重量份的0.01N的盐酸和32重量份的水。在滴加后，搅拌24小时以获得水解的γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷溶液。在溶液中加入460重量份的氧化锡-氧化锆混合溶胶(在甲醇中分散，具有31.5重量%的总金属氧化物含量和平均颗粒尺寸10至15纳米)，300重量份的乙基溶纤剂，0.7重量份的硅氧烷表面活性剂的润滑剂，和8重量份的乙酰丙酮铝固化剂。混合物被搅拌均匀接着过滤以制备涂覆溶液。

硬涂层的形成

塑料镜片底材(由Hoya Corporation制造的用于眼镜的塑料镜片，EYAS(商标名)具有1.60的折射系数-底材B)，用碱性水溶液进行预处理，而后浸入在涂覆溶液中。在被浸入到其中后，镜片底材以20厘米/分钟的拉出速率被取出。然后，塑料镜片在120℃时被加热2小时以形成硬涂层B。

另外，如下面的表中所示，形成5层的抗反射膜来生产塑料镜片，在实施例2中汽相淀积组合物A被用于形成第二和第四层高折射层；在实施例5中汽相淀积组合物B被用于形成抗反射膜；在对比实施例2中通常的ZrO_2蒸汽源用于形成抗反射膜；在对比实施例5中单独的氧化铌蒸汽源用于形成抗反射膜。

实施例3、实施例6、对比实施例3和对比实施例6:

100重量份的有机硅化合物，即将γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷放置在玻

璃容器中，通过搅拌加入1.4重量份的0.01N的盐酸和23重量份的水。在添加后，搅拌24小时以获得水解的γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷溶液。另一方面，200重量份的无机颗粒物质，由氧化钛、氧化锆和氧化硅为主要成分构成的颗粒的混合溶胶(在甲醇中分散，具有20重量%的总固体含量和平均颗粒尺寸为5至15纳米，其中，核心颗粒中钛/硅的原子比例是10，外壳与内核的重量比为0.25，根据日本待审公开专利申请№.270620/1988能够制备这种溶胶)，与100重量份的乙基溶纤剂，0.5重量份的硅氧烷表面活性剂的润滑剂，和3.0重量份的乙酰丙酮铝固化剂混合。将所产生的混合物加入水解的γ-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷并充分搅拌。过滤制备涂覆溶液。

硬涂层的形成

塑料镜片底材(由Hoya Corporation制造的用于眼镜的塑料镜片，Teslalid(商标名)具有1.71的折射系数－底材C)，用碱性水溶液进行预处理，而后浸入在涂覆溶液中。在被浸入到其中后，镜片底材以20厘米/分钟的拉出速率被取出。然后，塑料镜片在120℃时被加热2小时以形成硬涂层C。

另外，如下面的表中所示，形成7层的抗反射膜来生产塑料镜片，在实施例3中汽相淀积组合物A用于形成第二、第四和第六层高折射膜；在实施例6中汽相淀积组合物B用于形成抗反射膜；在对比实施例3中通常的ZrO_2蒸汽源用于形成抗反射膜；在对比实施例6中单独的氧化铌蒸汽源用于形成抗反射膜。

表1表示塑料镜片底材，硬涂层，汽相淀积组合物和抗反射膜构成层的厚度，以及在实施例和对比实施例中物理特性的数据。

在所有的实施例和在单独使用氧化铌形成抗反射膜的高折射层的对比实施例4和6中，用离子预处理底材，离子辅助高折射层的形成。实际上，在离子预处理和离子辅助过程中，都使用氧气。在离子预处理中，加速电压为150伏，电流为100毫安，暴露时间为60秒；在离子辅助过程中，加速电压为100伏，加速电流为100毫安。在对比实施例1至3中，其中使用通常的ZrO_2蒸汽源形成抗反射膜的高折射层，没有用离子对底材进行预处理，高折射层的形成没有离子的辅助。

表1

表1-1

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6
塑料镜片底材	底材A	底材B	底材C	底材A	底材B	底材C
硬涂层	层A	层B	层C	层A	层B	层C
汽相淀积的第一层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.4875	SiO_2 0.0947	SiO_2 0.0908	SiO_2 0.3871	SiO_2 0.0426	SiO_2 0.0727
汽相淀积的第二层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.0502	组合物A 0.0348	组合物A 4044	组合物B 0.052	组合物B 0.0498	组合物B 0.0226
汽相淀积的第三层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0764	SiO_2 0.5839	SiO_2 0.5839	SiO_2 0.022	SiO_2 0.0227	SiO_2 0.033
汽相淀积的第四层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.4952	组合物A 0.132	组合物A 0.5809	组合物B 0.5204	组合物B 0.5004	组合物B 0.5402
汽相淀积的第五层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.2372	SiO_2 0.0691	SiO_2 0.1297	SiO_2 0.2572	SiO_2 0.0781	SiO_2 0.1097
汽相淀积的第六层组合物的厚度(λ)			组合物A 0.1747			组合物B 0.0226
汽相淀积的第七层组合物的厚度(λ)			SiO_2 0.2853			SiO_2 0.2527
汽相淀积组合物的熔解条件	UA	UA	UA	UA	UA	UA
细小颗粒的粘附	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐碱性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐擦伤性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
脱粘附性	100	100	100	100	100	100
反光率Y(%)	0.458	0.48	0.5	0.476	0.561	0.486
透光率Z(%)	99.01	99.223	99.289	99.002	99.23	99.301
吸光率，100-Y-Z(%)	0.532	0.297	0.211	0.522	0.209	0.213
耐热性(℃)	100	100	100	100	100	100
放置在空气中2个月后的耐热性(℃)	85	85	85	80	80	80

表2

表1-2

	对比实施例1	对比实施例2	对比实施例3	对比实施例4	对比实施例5	对比实施例6
塑料镜片底材	底材A	底材B	底材C	底材A	底材B	底材C
硬涂层	层A	层B	层C	层A	层B	层C
汽相淀积的第一层组合物的厚度(λ)	SiO_2 1.2444	SiO_2 0.3625	SiO_2 0.561	SiO_2 0.3871	SiO_2 0.0426	SiO_2 0.0727
汽相淀积的第二层组合物的厚度(λ)	ZrO_2 0.0635	ZrO_2 0.0636	ZrO_2 0.0637	Nb_2O_5 0.0518	Nb_2O_5 0.0598	Nb_2O_5 0.0126
汽相淀积的第三层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0587	SiO_2 0.0588	SiO_2 0.0589	SiO_2 0.022	SiO_2 0.0227	SiO_2 0.033
汽相淀积的第四层组合物的厚度(λ)	ZrO_2 0.4204	ZrO_2 0.4205	ZrO_2 0.4206	Nb_2O_5 0.5129	Nb_2O_5 0.5044	Nb_2O_5 0.5329
汽相淀积的第五层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.253	SiO_2 0.2531	SiO_2 0.2832	SiO_2 0.2572	SiO_2 0.0781	SiO_2 0.1097
汽相淀积的第六层组合物的厚度(λ)			ZrO_2 0.4206			Nb_2O_5 0.0526
汽相淀积的第七层组合物的厚度(λ)			SiO_2 0.253			SiO_2 0.2527
汽相淀积组合物的熔解条件	UA	UA	UA	B	B	B
细小颗粒的粘附	UA	UA	UA	B	B	B
耐碱性	UA到A	UA	UA	UA到A	UA到A	A
耐擦伤性	UA到A	UA	UA	UA	UA	UA
膜粘附性	98	99	98	100	100	100
反光率Y(%)	0.476	0.476	0.476	1.025	1.442	1.352
透光率Z(%)	99.002	99.002	99.002	97.568	96.89	97.063
吸光率, 100-Y-Z(%)	0.522	0.522	0.522	1.407	1.668	1.585
耐热性(℃)	85	85	85	85	85	85
放置在空气中2个月后的耐热性(℃)	50	50	60	80	80	80

如表1所示，在实施例1至6中使用本发明汽相淀积组合物A和B防止飞溅，和稳定沉积。因此，没有在镜片表面发现通过飞溅有细小颗粒的粘附，因

此获得优异的薄光学膜。

在表 1 中还显示，使用本发明汽相淀积的组合物 A 或 B 的实施例 1 至 6 涂覆有抗反射膜的塑料镜片，与在对比实施例 1 至 6 中获得的涂覆有抗反射膜的塑料镜片相比，都具有较好耐热性，而且它们的耐热性随时间基本不变化。

实施例 7 至实施例 18:

以在实施例 1 至 6 中相同的方式但是没有离子辅助，在表 2 和表 3 中的条件下形成抗反射膜，而且测试它们的特性。尽管没有离子辅助，获得了如在表 2 和表 3 中所示的良好的物理特性。

在表中，λ 表示光的波长，λ = 500 纳米。

表3

表2

	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	实施例11	实施例12
塑料镜片底材	底材A	底材B	底材C	底材A	底材B	底材C
硬涂层	层A	层B	层C	层A	层B	层C
汽相淀积的第一层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0971	SiO_2 0.4728	SiO_2 0.0843	SiO_2 0.0501	SiO_2 0.4728	SiO_2 0.0843
汽相淀积的第二层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.01	组合物A 0.0759	组合物A 0.0379	组合物B 0.0382	组合物B 0.0759	组合物B 0.0379
汽相淀积的第三层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.5783	SiO_2 0.0455	SiO_2 0.5031	SiO_2 0.6107	SiO_2 0.0455	SiO_2 0.5031
汽相淀积的第四层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.0533	组合物A 0.4209	组合物A 0.065	组合物B 0.0625	组合物B 0.4209	组合物B 0.065
汽相淀积的第五层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0681	SiO_2 0.2315	SiO_2 0.0456	SiO_2 0.072	SiO_2 0.2315	SiO_2 0.0456
汽相淀积的第六层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.4777		组合物A 0.4362	组合物B 0.5104		组合物B 0.4362
汽相淀积的第七层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.2365		SiO_2 0.2347	SiO_2 0.2511		SiO_2 0.2347
汽相淀积组合物的溶解条件	UA	UA	UA	UA	UA	UA
细小颗粒的粘附	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐碱性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐擦伤性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
膜粘附性	100	100	100	100	100	100
反光率Y(%)	0.86	0.85	0.86	0.86	0.85	0.86
透光率Z(%)	99.01	99.01	99	99.002	99.02	99
吸光率, 100-Y-Z(%)	0.13	0.14	0.14	0.138	0.13	0.14
耐热性(℃)	100	100	100	100	100	100
放置在空气中2个月后的耐热性(℃)	85	85	85	85	85	85

表4

表3

	实施例13	实施例14	实施例15	实施例16	实施例17	实施例18
塑料镜片底材	底材A	底材B	底材C	底材A	底材B	底材C
硬涂层	层A	层B	层C	层A	层B	层C
汽相淀积的第一层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.459	SiO_2 0.4568	SiO_2 0.0698	SiO_2 0.801	SiO_2 0.6121	SiO_2 0.1123
汽相淀积的第二层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.0458	组合物A 0.0549	组合物A 0.0407	组合物A 0.032	组合物A 0.0465	组合物A 0.0287
汽相淀积的第三层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0809	SiO_2 0.0671	SiO_2 0.5275	SiO_2 0.102	SiO_2 0.1004	SiO_2 0.5762
汽相淀积的第四层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.14	组合物A 0.1194	组合物A 0.1179	组合物A 0.143	组合物A 0.16	组合物A 0.1035
汽相淀积的第五层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.0597	SiO_2 0.0543	SiO_2 0.0873	SiO_2 0.0584	SiO_2 0.0519	SiO_2 0.1017
汽相淀积的第六层组合物的厚度(λ)	组合物A 0.172	组合物A 0.1658	组合物A 0.1731	组合物A 0.1603	组合物A 0.1685	组合物A 0.1484
汽相淀积的第七层组合物的厚度(λ)	SiO_2 0.2795	SiO_2 0.2673	SiO_2 0.2839	SiO_2 0.287	SiO_2 0.2911	SiO_2 0.309
汽相淀积组合物的熔解条件	UA	UA	UA	UA	UA	UA
细小颗粒的粘附	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐碱性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
耐擦伤性	UA	UA	UA	UA	UA	UA
膜粘附性	100	100	100	100	100	100
反光率Y(%)	0.84	0.84	0.92	0.8	1.02	1.05
透光率Z(%)	99.01	99	98.9	99	98.74	98.7
吸光率, 100-Y-Z(%)	0.15	0.16	0.18	0.2	0.24	0.25
耐热性(℃)	100	110	100	100	110	100
放置在空气中2个月后的耐热性(℃)	85	95	85	85	95	85

上面表中组合物A和组合物B是指用组合物A或组合物B制成的涂层。

本申请的实施例描述了本发明的优选实施方案。然而，具有实施例的组合

物之间组合比例的组合物也是优选的。同样地，具有实施例中公开的那些厚度之间的厚度的抗反射膜也是优选的。最后，具有实施例中公开的那些涂层结构之间的结构的光学元件也是优选的。

本发明的优点

从上述的实施例中明显地得出，本发明能够获得具有抗反射膜和良好的耐热性的光学元件，其耐热性随着时间基本不变化，而且汽相淀积必须是在低温下在合成树脂底材上进行加工的。

另外，使用本发明的组合物和根据本发明的用于形成抗反射膜的方法，能够在较短的时间内形成高折射层，而且其固有的良好物理特性完全没有降低。本发明的组合物和方法确保了高工作效率。