

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

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



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200310124307.4

[45] 授权公告日 2006年9月20日

[11] 授权公告号 CN 1276275C

[22] 申请日 2003.12.26

[21] 申请号 200310124307.4

[30] 优先权

[32] 2002.12.26 [33] JP [31] 378192/2002

[71] 专利权人 HOYA 株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 三石刚史 射水健志 小岛博

嘉村齐 新出谦一

审查员 李 彬

[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 蔡胜有

权利要求书 3 页 说明书 36 页 附图 1 页

[54] 发明名称

具有防反射薄膜的光学元件

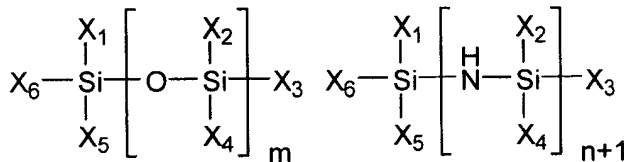
[57] 摘要

本发明提供一种具有塑料基材和通过气相沉积形成的多层防反射薄膜的光学元件，其中，防反射薄膜中至少一层是混合层，该混合层由作为气相沉积原料的至少一种无机物和常温常压下为液体的有机硅化合物和/或在常温常压下为液体、不含硅的有机化合物形成；所述无机物选自二氧化硅，氧化铝，氧化钛，氧化锆，氧化钽，氧化铌，和氧化铈。

1.一种包含塑料基材和通过气相沉积形成的多层防反射薄膜的光学透镜，其中，该防反射薄膜中至少一层是由作为气相沉积原料的下列材料形成的混合层：

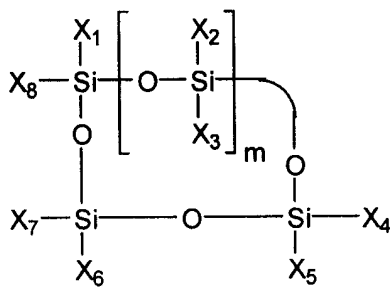
(i)选自二氧化硅，氧化铝，氧化钛，氧化锆，氧化钽，氧化钇，和氧化铈的至少一种无机物，和

(ii)选自(ii-a)任何通式(a)-(d)的有机硅化合物和(ii-b)任何通式(e)-(g)的不含硅的有机化合物的在常温常压下为液体的至少一种化合物：

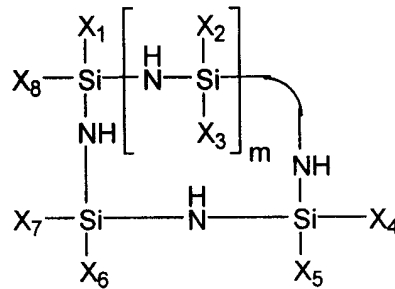


(a)

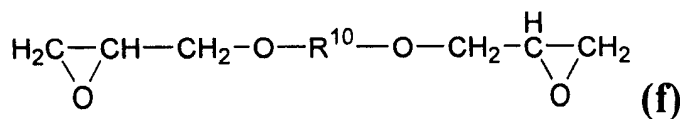
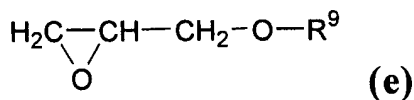
(b)

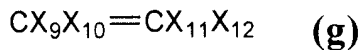


(c)



(d)





其中，

m 和 n 各自独立地表示 0 或更大的整数；并且

$\text{X}_1\text{-X}_8$ 各自独立地表示 H, 饱和或不饱和的 C_{1-6} 烷基, $-\text{OR}^1$, $-\text{CH}_2\text{OR}^2$, $-\text{COOR}^3$, $-\text{OCOR}^4$, $-\text{SR}^5$, $-\text{CH}_2\text{SR}^6$, $-\text{NR}^7_2$, 或 $-\text{CH}_2\text{NR}^8_2$;

其中, $\text{R}^1\text{-R}^8$ 各自独立地表示 H 或饱和或不饱和的 C_{1-6} 烷基,

R^9 为 C_{1-10} 烷基, 其可以包含氮或氧,

R^{10} 为 C_{1-7} 二价烷基, 其可以包含氧, 并且

$\text{X}_9\text{-X}_{12}$ 各自表示 H, C_{1-10} 烷基, 或者具有 1-10 个碳原子并且作为主要成分包含 C, H 以及 O 和 N 中至少之一的有机基团,

并且,

其中有机硅化合物(ii-a)的数均分子量为 48-320, 且不包含硅的有机化合物(ii-b)的数均分子量为 28-320。

2. 权利要求 1 的光学透镜, 其中该混合层通过用分开的气相沉积源同时对材料(i)和(ii)进行气相沉积而形成。

3. 权利要求 2 的光学透镜, 其中, 借助用电子枪的加热而使材料(i)气化, 以及将材料(ii)储存在容器中并通过在容器内的加热而气化。

4. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜, 其中, 该混合层通过离子束辅助沉积而形成。

5. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜, 其中, 材料(ii)通过加热进行气相沉积, 没有添加溶剂。

6. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜, 其中, 材料(ii)在该混合层中

的含量为 0.02-25%重量。

7. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜,其中,在塑料基材和防反射薄膜之间提供由选自 Ni, Ag, Pt, Nb 和 Ti 中至少之一制成的并且厚度为 1-5 纳米的底涂层。

8. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜,其中,该塑料基材包含作为原料的二甘醇二烯丙基碳酸酯。

9. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜,其中,该塑料基材包含由含环硫基的化合物聚合形成的聚合物。

10. 权利要求 1-3 任一项的光学透镜,其中,在塑料基材和防反射薄膜之间,由塑料基材开始,依次提供底漆层和固化层。

具有防反射薄膜的光学元件

技术领域

本发明涉及具有防反射薄膜的光学元件，特别是涉及良好生产率的具有防反射薄膜的光学元件，所述元件不仅具有优异性能如低反射率和高透射率的防反射薄膜，而且具有在塑料基材上优异的耐冲击性，附着性，耐热性，抗磨性和耐碱性。

背景技术

迄今为止，已知有这样的光学元件，其中，在塑料基材上提供其上有无机物气相沉积的防反射薄膜。上述的光学元件具有优异的防反射性能和耐磨性。

然而，具有防反射薄膜的这些光学元件在耐冲击性和耐热性方面尚显不足。作为解决上述问题的方法，例如，已知的是，在塑料基材和防反射薄膜之间制备由有机基材制成的底漆层。同样地，在塑料透镜中，透镜材料的折射率将变高，因此，在市场上提出了具有防反射薄膜和具有 1.70 或更高折射率的塑料透镜材料，所述透镜材料通过用无机物的浸涂和气相沉积而备有底漆层(参见 EP0964019A1(专利文献 1))。

然而，在专利文献 1 等等中披露的底漆层是通过在塑料基材上涂布底漆液，为固化而对底漆溶液进行加热，然后在其上气相沉积防反射薄膜而提供的，因此，可能发生的是，底漆层的膜厚度变得不均匀。同样地，就专利文献 1 中披露的底漆层而言，由于底漆层是在大气中

提供的，而防反射薄膜是在真空中提供的，因此，将涉及这样的问题，以致使外来杂质易于进入到防反射薄膜和底漆层之间，以及使得制备最终产品需要花费很长的时间。

同样地，所述光学元件在表面耐磨性方面存在着问题，该元件包含折射率为 1.70 或更高、作为基材的塑料透镜材料，并且具有前述底漆层和以该基材为基础提供至其上的、由无机气相沉积物组成的防反射薄膜。

发明概要

为解决前述问题，业已完成了本发明，并且本发明的目的在于提供良好生产率的、具有防反射薄膜的光学元件，所述元件不仅具有有优异性能如低反射率和高透射率的防反射薄膜，而且具有在塑料基材上优异的耐冲击性，附着性，耐热性，抗磨性和耐碱性。

为了解决上述问题，本发明者进行了广泛深入的研究。结果发现，通过在防反射薄膜的构成层的至少一层中提供包含无机物和有机物的混合层，可获得具有防反射薄膜的光学元件，且该元件具有优异的抗磨性，耐冲击性，附着性，耐热性和耐碱性；由此完成了本发明。

因此，本发明涉及具有塑料基材和通过气相沉积形成的多层防反射薄膜的光学元件，其特征在于，防反射薄膜中的至少一层是由作为气相沉积原料的至少一种无机物和常温常压下为液体的有机硅化合物和/或在常温常压下为液体的不含硅的有机化合物形成的混合层；所述无机物选自二氧化硅，氧化铝，二氧化钛，氧化锆，氧化钽，氧化钽，和氧化铌。

附图简述

图1示出了：显示本发明中薄膜成型装置的简图。其中，各参考号的含义如下

- 1:光学膜厚监测仪
- 2:基材
- 3:用于固定基材的圆顶帽
- 4:有机物质的进口 A
- 5:有机物质的进口 B
- 6:蒸发源
- 7:射频(RF)离子枪
- 8:离子化气体的进口
- 9:与排气系统的连接部分
- 10:与外部单体加热(气化)装置的连接部分

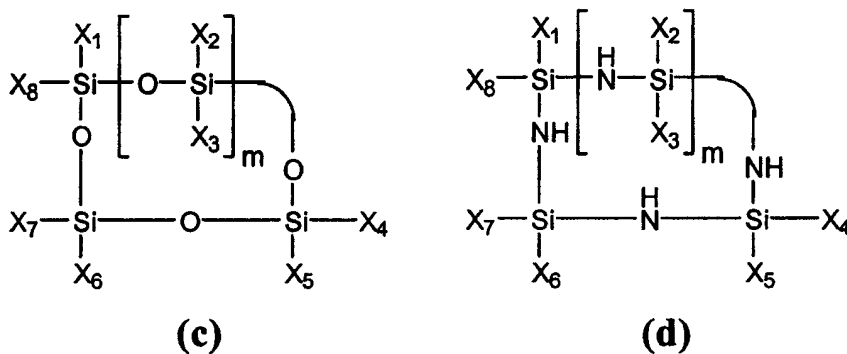
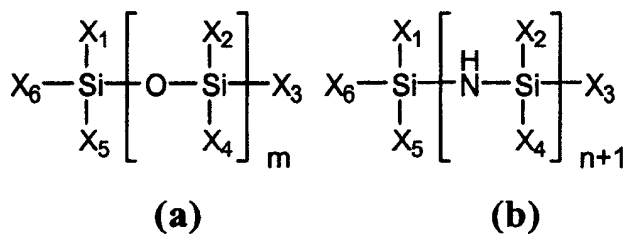
发明详述

本发明的防反射薄膜通过气相沉积而形成。另外，为了获得良好的薄膜强度和附着性，优选的是，所述防反射薄膜通过离子束辅助沉积而形成。对于除混合层以外的防反射薄膜的其它薄膜构成层没有特别的限制。然而，为了获得良好的物理性能如防反射作用，优选的是，分别具有作为低折射率层的 SiO_2 层或 SiO_2 和 Al_2O_3 的混合层和作为高折射率层的 Nb_2O_5 层或 TiO_2 层。

在本发明中，用于混合层的无机物为选自二氧化硅，氧化铝，氧化钛，氧化锆，氧化钽，氧化钇，和氧化铌的至少一种。这些无机物可以单独使用或混合使用。在使用多种无机物的情况下，它们可以进行物理混合，或者可以是复合氧化物的形式，具体地如 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ，等等。

在本发明中，作为用于混合层的有机物质，考虑到对薄膜厚度的控制和气相沉积速率的控制，使用在常温常压下为液态的有机硅化合物和/或在常温常压下为液体的、不含硅的有机化合物。

作为有机硅化合物，优选的是，例如具有由下列通式(a)-(d)任一一个表示的结构的化合物。



在通式(a)-(d)中， m 和 n 各自独立地表示 0 或更大的整数； X_1 - X_8 各自独立地表示氢，具有 1-6 碳原子的饱和或不饱和的烃基， $-\text{OR}^1$ 基团， $-\text{CH}_2\text{OR}^2$ 基团， $-\text{COOR}^3$ 基团， $-\text{OCOR}^4$ 基团， $-\text{SR}^5$ 基团， $-\text{CH}_2\text{SR}^6$ 基团， $-\text{NR}^7$ 基团，或 $-\text{CH}_2\text{NR}^8$ 基团；且 R^1 - R^8 各自表示氢或 1-6 碳原子的饱和或不饱和烃基。 X_1 - X_8 可以是前述任意的官能团，并且它们可以都是相同的官能团，或者其一部分或全部可以彼此不同，对此没有任何限制。

由 R^1 - R^8 表示的、具有 1-6 碳原子的烃基的具体例子包括：甲基，乙基，正-丙基，异丙基，正-丁基，异丁基，戊基，己基，乙烯基，

烯丙基, 乙炔基, 苯基, 环己基, 丙炔基, 和异丙烯基。

由通式(a)表示的化合物的具体例子包括: 三甲基硅醇, 二乙基硅烷, 二甲基乙氧基硅烷, 羟甲基三甲基硅烷, 甲氧基三甲基硅烷, 二甲氧基二甲基硅烷, 甲基三甲氧基硅烷, 巯基甲基三甲氧基硅烷, 四甲氧基硅烷, 巯基甲基三甲基硅烷, 氨基甲基三甲基硅烷, 二甲基二甲氧基硅烷, 乙炔基三甲硅烷, 二乙酰氧基甲基硅烷, 烯丙基二甲基硅烷, 三甲基乙烯基硅烷, 甲氧基二甲基乙烯基硅烷, 乙酰氧基三甲基硅烷, 三甲氧基乙烯基甲硅烷, 二乙基甲硅烷, 乙基三甲硅烷, 乙氧基三甲硅烷, 二乙氧基甲硅烷, 乙基三甲氧基硅烷, 二甲氨基三甲硅烷, 二(二甲氨基)甲硅烷, 苯基硅烷, 二甲基二乙烯基硅烷, 2-丙炔氧基三甲硅烷, 二甲基乙氧基乙炔基硅烷, 二乙酰氧基二甲硅烷, 烯丙基三甲硅烷, 烯丙氧基三甲硅烷, 乙氧基二甲基乙烯基硅烷, 异丙氧基三甲硅烷, 烯丙基氨基三甲硅烷, 三甲基丙基硅烷, 三甲基异丙基硅烷, 三乙基硅烷, 二乙基二甲基硅烷, 丁基二甲硅烷, 三甲基丙氧基硅烷, 三甲基异丙氧基硅烷, 三乙基硅醇, 二乙氧基二甲基硅烷, 丙基三甲氧基硅烷, 二乙氨基二甲基硅烷, 二(乙氨基)二甲基硅烷, 二(二甲氨基)二甲基硅烷, 三(二甲氨基)硅烷, 甲基苯基硅烷, 甲基三乙烯基硅烷, 二乙酰氧基甲基乙烯基硅烷, 甲基三乙酰氧基硅烷, 烯丙氧基二甲基乙烯基硅烷, 二乙基甲基乙烯基硅烷, 二乙氧基甲基乙烯基硅烷, 二(二甲氨基)甲基乙烯基硅烷, 丁基二甲基羟基甲硅烷, 1-甲基丙氧基三甲硅烷, 异丁氧基三甲硅烷, 丁氧基三甲硅烷, 丁基三甲氧基硅烷, 甲基三乙氧基硅烷, 异丙氨基甲基三甲基硅烷, 二乙基氨基三甲硅烷, 甲基三(二甲氨基)硅烷, 二甲基苯基硅烷, 四乙烯基硅烷, 三乙酰氧基乙烯基硅烷, 四乙酰氧基硅烷, 乙基三乙酰氧基硅烷, 二烯丙基二甲基硅烷, 1,1-二甲基丙炔氧基三甲硅烷, 二乙氧基二乙烯基硅烷, 丁基二甲基乙烯基硅烷, 二甲基异丁氧基乙烯基硅烷, 乙酰氧基三乙基硅烷, 三乙氧基乙烯基硅烷, 四乙基硅烷, 二甲基二丙基硅烷, 二乙氧基二乙基硅烷, 二甲基二丙氧基硅烷, 乙基三乙氧

基硅烷, 四乙氧基硅烷, 甲基苯基乙烯基硅烷, 苯基三甲硅烷, 二甲基羟甲基苯基硅烷, 苯氧基三甲硅烷, 二甲氧基甲基苯基硅烷, 苯基三甲氧基硅烷, 苯胺基三甲硅烷, 1-环己烯氧基三甲硅烷, 环己基氧基三甲硅烷, 二甲基异戊氧基乙烯基硅烷, 烯丙基三乙氧基硅烷, 三丙基硅烷, 丁基二甲基-3-羟丙基硅烷, 己氧基三甲硅烷, 丙基三己氧基硅烷, 己基三甲氧基硅烷, 二甲基苯基乙烯基硅烷, 苯甲酸三甲基甲硅烷基酯, 二甲基乙氧基苯基硅烷, 甲基三异丙烯氧基硅烷, 甲氧基三丙基硅烷, 二丁氧基二甲硅烷, 甲基三丙氧基硅烷, 二(丁氧基)二甲硅烷, 二乙烯基甲基苯基硅烷, 二乙酰氧基甲基苯基硅烷, 二乙基甲基苯基硅烷, 二乙氧基甲基苯基硅烷, 三异丙氧基乙烯基硅烷, 2-乙基己基氧基三甲基硅烷, 戊基三乙氧基硅烷, 二苯基硅烷, 苯基三乙烯基硅烷, 三乙基苯基硅烷, 苯基三乙氧基硅烷, 四烯丙基氧基硅烷, 苯基三(二甲氧基)硅烷, 四丙氧基硅烷, 四异丙氧基硅烷, 二苯基甲基硅烷, 二烯丙基甲基苯基硅烷, 二甲基二苯基硅烷, 二甲氧基二苯基硅烷, 二苯基乙氧基甲硅烷, 三戊基氧基硅烷, 二苯基二乙烯基硅烷, 二乙酰氧基二苯基硅烷, 二乙基二苯基硅烷, 二乙氧基二苯基硅烷, 二(二甲氧基)二苯基硅烷, 四丁基硅烷, 四丁氧基硅烷, 三苯基硅烷, 二烯丙基二苯基硅烷, 三己基硅烷, 三苯氧基乙烯基硅烷, 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷, 五甲基二硅氧烷, 六甲基二硅氧烷, 1,3-二甲氧基四甲基二硅氧烷, 1,3-二乙炔基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷, 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷, 1,3-二乙氧基四甲基二硅氧烷, 六乙基二硅氧烷, 和 1,3-二丁基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷。

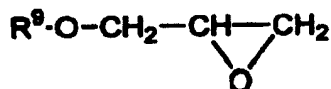
通式(b)化合物的例子包括: 六甲基二硅氧烷, 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷, 和 1,1,3,3-四甲基二硅氧烷。

通式(c)化合物的例子包括: 六甲基环三硅氧烷, 1,1,3,3,5,5-六甲基环三硅氧烷, 六乙基环三硅氧烷, 1,3,5,7-四甲基环四硅氧烷, 和八甲基环四硅氧烷。

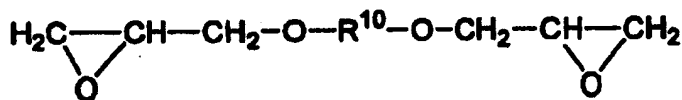
通式(d)化合物的例子包括：1,1,3,3,5,5,7,7-八甲基环四硅氮烷。

考虑到对混合薄膜中有机组分以及其薄膜本身强度的控制，这些有机硅化合物的数均分子量优选从 48 到 320，特别优选从 48 到 249。

其次，作为构成混合层的、不含硅的有机化合物，优选的是：在侧链或其末端含有活性基团并且包含碳和氢作为主要成分的有机化合物，或者是包含双键的有机化合物。具体地说，优选使用由通式(e)-(g)表示的化合物。



... (e)



... (f)



在通式(e)和(f)中，R⁹表示具有 1-10 碳原子的烃基，它们可以包含氮或氧，并且 R¹⁰表示具有 1-7 碳原子的二价烃基，它们可以包含氧；而在通式(g)中，X⁹-X¹²各自表示氢，具有 1-10 碳原子的烃基，或具有

1-10 碳原子、且包含碳和氢作为主要成分并且另外还包含作为主要成分的氧和氮至少之一的有机基团。

通式(e)化合物的具体例子包括：甲基缩水甘油醚，丁基缩水甘油醚，2-乙基己基缩水甘油醚，癸基缩水甘油醚，硬脂基缩水甘油醚，烯丙基缩水甘油醚，苯基缩水甘油醚，对仲丁基苯基缩水甘油醚，对叔丁基苯基缩水甘油醚，2-甲基辛基缩水甘油醚，缩水甘油，和三羟甲基丙烷聚缩水甘油醚。通式(f)化合物的具体例子包括：新戊二醇二缩水甘油醚，甘油二缩甘油醚，丙二醇二缩水甘油醚，三聚丙烯乙二醇二缩水甘油醚，聚丙二醇二缩水甘油醚，1,6-己二醇二缩水甘油醚，乙二醇二缩水甘油醚，二甘醇二缩水甘油醚，和聚乙二醇二缩水甘油醚。

通式(g)化合物的具体例子包括：乙烯基吡咯烷酮，乙烯基吡啶，甲基丙烯酸甲酯，甲基丙烯酸乙酯，甲基丙烯酸苯甲基酯，甲基丙烯酸正-丁基酯，甲基丙烯酸异丁酯，甲基丙烯酸二甲氨基乙酯，甲基丙烯酸，甲基丙烯酸缩水甘油酯，醋酸乙烯酯，和苯乙烯。

同时，考虑到对混合薄膜中有机组分以及其薄膜强度控制，由前述通式(e)-(g)表示的化合物的数均分子量优选从 28 到 320，特别优选从 28 到 249。

在本发明中，形成混合层时，作为形成有机硅化合物和/或不包含硅的有机化合物的薄膜的方法，优选的是，利用分开的气相沉积源，使无机物和有机物同时进行气相沉积，从而形成如图 1 所示的薄膜。

另外，考虑到气相沉积速率的控制，优选的是，对其中储存有机物的外部容器进行加热并减压，从而将有机物供入一室中，并利用氧气和/或氢气，通过离子束辅助沉积而形成薄膜。

另外，在本发明中，有机物在常温常压下为液体并且能够通过直接加热而进行气相沉积，无需利用溶剂。

如图 1 所示，为了改善耐冲击性和耐磨性，恰好在无机物气相沉积源之上提供有机物进口将是有效的，并且优选的是分别从下部提供有机硅化合物，并从上部提供不含硅的有机化合物。

外部容器的加热温度随有机物蒸发温度而改变，但是，考虑到获得合适的气相沉积速率，优选设置在 30-200℃，更优选从 50-150℃。

在本发明中，尤其是在考虑到对物理性能良好的改善作用时，混合层中有机物薄膜的含量优选从 0.02%重量至 25%重量。

在本发明中，就在塑料基材上形成的多层防反射薄膜的构成而论，以至少一层的薄膜构成使用混合层。

在多层防反射薄膜中，可以任意层中形成混合层。另外，可以形成多层混合层。为了获得特别优异的耐冲击性，优选的是，在最接近透镜基材的位置和/或最远离透镜基材的位置提供混合层。另外，为了获得特别优异的附着性，优选的是，通过离子束辅助沉积形成混合层。

在离子束辅助沉积中，就输出而论，考虑到获得良好的反应，特别优选的是，加速电压在 50-700V 的范围内，且加速电流在 30-250mA 的范围内。作为用于进行离子束辅助沉积的离子化气体，考虑到在薄膜形成期间的反应性和防止氧化，优选使用氩气(Ar)或氩和氧的混合气体。

另外，在本发明的光学元件中，为了改善附着性，可提供在形成混合层时具有催化作用的金属制成的层作为防反射薄膜下面的底涂

层, 所述金属例如为选自镍(Ni), 银(Ag), 铂(Pt), 铌(Nb), 和钛(Ti)的至少之一。考虑到能够赋予更好的耐冲击性, 特别优选的底涂层是由铌制成金属层。

在将前述金属层用作底涂层的情况下, 通常将改善光学元件的耐冲击性。

另外, 虽然对底涂层的薄膜厚度没有特别的限制, 但考虑到获得具有良好耐冲击性和透射率的透镜, 优选的是在 1-5 纳米的范围内。

对用于本发明的塑料基材没有特别的限制。其例子包括: 甲基丙烯酸甲酯均聚物, 甲基丙烯酸甲酯和至少一种其它单体的共聚物, 二甘醇二烯丙基碳酸酯均聚物, 二甘醇二烯丙基碳酸酯和至少一种其它单体的共聚物, 含硫共聚物, 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, 聚氨酯, 聚硫氨酯, 和由含环硫基(epithio)的化合物制成的聚合物。

含环硫基的化合物的例子包括: 链状有机化合物, 如二(β -环硫丙基硫基)甲烷, 1,2-二(β -环硫丙基硫基)乙烷, 1,3-二(β -环硫丙基硫基)丙烷, 1,2-二(β -环硫丙基硫基)丙烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-2-(β -环硫丙基硫代甲基)丙烷, 1,4-二(β -环硫丙基硫基)丁烷, 1,3-二(β -环硫丙基硫基)丁烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-3-(β -环硫丙基硫代甲基)丁烷, 1,5-二(β -环硫丙基硫基)戊烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-4-(β -环硫丙基硫代甲基)戊烷, 1,6-二(β -环硫丙基硫基)己烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-5-(β -环硫丙基硫代甲基)己烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-2-[(2- β -环硫丙基硫代乙基)硫基]乙烷, 和 1-(β -环硫丙基硫基)-2-[[2-(2- β -环硫丙基硫代乙基)硫代乙基]硫基]乙烷。

另外, 还有所罗列的支链有机化合物, 如四(β -环硫丙基硫代甲基)

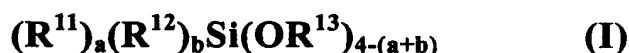
甲烷, 1,1,1-三(β -环硫丙基硫代甲基)丙烷, 1,5-二(β -环硫丙基硫基)-2-(β -环硫丙基硫代甲基)-3-硫代戊烷, 1,5-二(β -环硫丙基硫基)-2,4-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3-硫代戊烷, 1-(β -环硫丙基硫基)-2,2-二(β -环硫丙基硫代甲基)-4-硫代己烷, 1,5,6-三(β -环硫丙基硫基)-4-(β -环硫丙基硫代甲基)-3-硫代己烷, 1,8-二(β -环硫丙基硫基)-4-(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6-二硫代辛烷, 1,8-二(β -环硫丙基硫基)-4,5-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6-二硫代辛烷, 1,8-二(β -环硫丙基硫基)-4,4-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6-二硫代辛烷, 1,8-二(β -环硫丙基硫基)-2,4,5-三(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6-二硫代辛烷, 1,8-二(β -环硫丙基硫基)-2,5-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6-二硫代辛烷, 1,9-二(β -环硫丙基硫基)-5-(β -环硫丙基硫代甲基)-5-[(2- β -环硫丙基硫代乙基)硫代甲基]-3,7-二硫代壬烷, 1,10-二(β -环硫丙基硫基)-5,6-二[(2- β -环硫丙基硫代乙基)硫基]-3,6,9-三硫代癸烷, 1,11-二(β -环硫丙基硫基)-4,8-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6,9-三硫代十一烷, 1,11-二(β -环硫丙基硫基)-5,7-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6,9-三硫代十一烷, 1,11-二(β -环硫丙基硫基)-5,7-[(2- β -环硫丙基硫代乙基)硫代甲基]-3,6,9-三硫代十一烷, 和 1,11-二(β -环硫丙基硫基)-4,7-二(β -环硫丙基硫代甲基)-3,6,9-三硫代十一烷, 以及在这些化合物中在环硫化基团中的至少一个氢被甲基取代所得到的化合物。

另外, 还有罗列的环状脂族有机化合物, 如 1,3-或 1,4-二(β -环硫丙基硫基)环己烷, 1,3-或 1,4-二(β -环硫丙基硫代甲基)环己烷, 二[4-(β -环硫丙基硫基)环己基]甲烷, 2,2-二[4-(β -环硫丙基硫基)环己基]丙烷, 二[4-(β -环硫丙基硫基)环己基]硫化物, 2,5-二(β -环硫丙基硫代甲基)-1,4-二噻烷, 和 2,5-二(β -环硫丙基硫代乙基硫代甲基)-1,4-二噻烷, 以及在这些化合物中的环硫化基团中至少一个氢被甲基取代的化合物; 和芳族有机化合物, 如 1,3-或 1,4-二(β -环硫丙基硫基)苯, 1,3-或 1,4-二(β -环硫丙基硫代甲基)苯, 二[4-(β -环硫丙基硫基)苯基]甲烷, 2,2-二[4-(β -环硫丙基硫基)苯基]丙烷, 二[4-(β -环硫丙基硫基)苯基]硫化物, 二[4-(β -环硫丙基硫基)苯基]砒, 和 4,4'-二(β -环硫丙基硫基)联

苯, 以及在这些化合物中的环硫化基团中至少一个氢被甲基取代的化合物。

本发明的光学元件在塑料基材和底涂层之间可以有固化涂膜。

作为固化涂膜, 通常使用包含金属氧化物胶体微粒和由下面通式(I)表示的有机硅化合物的组合物。



在该式中, R^{11} 和 R^{12} 各自独立地表示选自如下的有机基团: 1-8 碳原子的烷基, 2-8 碳原子的烯基, 6-8 碳原子的芳基, 1-8 碳原子的酰基, 卤素, 环氧丙氧基, 环氧基, 氨基, 苯基, 巯基, 甲基丙烯酰氧基, 和氰基; R^{13} 表示选自如下的有机基团: 1-8 碳原子的烷基, 1-8 碳原子的酰基, 和 6-8 碳原子的苯基; 并且 a 和 b 各自独立地表示 0 或 1 的整数,

金属氧化物胶体微粒的包括: 氧化钨(WO_3), 氧化锌(ZnO), 氧化硅(SiO_2), 氧化铝(Al_2O_3), 氧化钛(TiO_2), 氧化锆(ZrO_2), 氧化锡(SnO_2), 氧化铍(BeO), 和氧化锑(Sb_2O_5)。这些金属氧化物胶体微粒可以单独使用或以其两种或多种的混合物使用。

就用于制备固化涂膜的涂布液而言, 该涂布液可通过传统上已知的方法来制备。如果希望的话, 为了在涂布时改善湿润性并改善固化涂膜平滑度, 还可包含固化促进剂和各种有机溶剂和表面活性剂。另外, 可添加紫外线吸收剂, 抗氧化剂, 光稳定剂, 抗老化剂, 等等, 只要涂布组合物和固化涂膜的物理性能不受影响。

通过热风干燥或活性能射线照射使涂布组合物进行固化, 并且对

于固化条件，合适的是，优选用 70-200℃，特别优选用 90-150℃ 的热风进行固化。顺便提一句，活性能射线的例子包括远红外线，并且能够将加热所致的损害抑制在低水平。

另外，对于在基材上形成包含涂布组合物的固化薄膜的方法，可以列举的是在基材上对涂布组合物进行涂布的方法。作为涂布方法，可应用通常采用的方法，如浸涂，旋涂，和喷涂。在这些方法中，考虑到轮廓不均匀度，浸涂和旋涂是特别优选的。

另外，为了保证塑料基材和底涂层之间的附着性或设计成使得气相沉积物质初期形成薄膜状态的均一化，可以使固化涂膜表面经受离子化气体的处理。对于通过离子枪的预处理的离子化气体，可使用氧气，氩气(Ar)，等等。就输出而论，考虑到获得良好的附着性和耐磨性，特别优选的是，加速电压在 50-700V 的范围内，且加速电流在 50-250mA 的范围内。

在本发明中，不拒绝如上面引用的专利文献 1 中所述的，在塑料基材和防反射薄膜之间提供由有机化合物组成的底漆层。为了更进一步改善耐冲击性，可以在塑料基材和防反射薄膜之间或在塑料基材和固化涂膜之间提供：由作为原料的有机化合物制成的底漆层。

底漆层的例子包括：形成氨基甲酸酯基薄膜的层，所述薄膜由作为原料的聚异氰酸酯和多元醇制成。聚异氰酸酯的例子包括：通过各种方法使二异氰酸六亚甲基酯，二异氰酸 4,4'-环己基甲酯，和二异氰酸苯二甲基酯的若干个分子连接所得到的加合物，以及用乙酰乙酸，丙二酸，甲基乙基酮肟等等对异氰脲酸酯，脲基甲酸酯，缩二脲，或碳二亚胺进行封闭而得到的物质。另一方面，多元醇的例子包括聚酯，聚醚，聚己内酯，聚碳酸酯，和聚丙烯酸酯，这些物质在每一个分子中各自具有多个羟基。

另外，为了改善底漆薄膜的折射率，在该底漆层中可包含金属氧化物微粒如氧化钛微粒。

尤其是，通过在塑料基材中提供由含环硫基化合物制成的且折射率从约 1.68 到 1.76 的底漆层，并且另外再提供本发明的防反射薄膜，甚至当基材的中心厚度小时，都有可能获得具有优异耐冲击性，附着性和耐磨性的光学元件。

就光学元件中底漆层和固化层的构成而论，优选的是，从塑料基材开始，依次在塑料基材和防反射薄膜之间提供底漆层和固化层。

实施例

下面将参考实施例对本发明进行具体的描述，但这并不构成对本发明的限制。

顺便提一句，在实施例和对比例中获得的光学元件的物理性能用下列方法进行评估。

物理性能的评估

(1)光透射率:

以在其两个表面上具有防反射薄膜的塑料透镜作为示例，该塑料透镜的光透射率 Y_1 用日立分光光度计 U-3410 进行测量。

(2)光反射率:

以在其两个表面上具有防反射薄膜的塑料透镜作为示例，该塑料透镜的光反射率 Y_2 用日立分光光度计 U-3410 进行测量。

(3)耐冲击性:

制备透镜屈光度为 0.00D 并且透镜中心厚度(以下简称“CT”)为 1.0 毫米或 2.0 毫米的透镜，并使之经受 FDA(食品与药品管理局)中规定的落球测试，并通过“O”表示合格，通过“×”表示不合格。顺便提一句，所述球的重量为 14 克。此外，连续进行落球测试，直至透镜被破坏为止，由此确定的强度作为最大负荷。

(4)附着性:

利用切刀在塑料透镜的表面上准备 100 个 1mm×1mm 的单元，将玻璃纸胶带(由 Nichiban Co., Ltd.制造)粘附至这些单元上，然后一下子将胶带剥离，由此根据保留单元的数量对附着性进行评估。在表中，列出了每 100 个单元保留的单元数量。

(5)抗磨性:

由钢丝绒(规格: #0000, 由 Nippon Steel wool Co., Ltd.制造)对塑料透镜的表面进行 10 次的摩擦，同时施加 1 千克力/平方厘米的负载，并根据下列判断标准，根据表面状态进行评估。

UA: 基本上没有磨损。

A: 出现一些细小的磨损。

B: 出现一些细小的磨损和一些深的磨损。

C: 出现大量细小的磨损和大量深的磨损。

D: 薄膜基本上被剥离掉。

(6)耐热性:

在烘箱中对塑料透镜进行 1 小时的加热, 以 5℃ 到 60℃ 的速率升温, 由此测量形成裂缝时的温度。

(7)耐碱性:

将塑料透镜浸在 20℃、10% 的 NaOH 水溶液中为时 1 小时, 并根据下列判断标准, 根据表面状态进行评估。

UA: 塑料透镜基本上没有变化。

A: 在若干部分发现点状薄膜剥离。

B: 发现整个透镜都出现点状薄膜剥离。

C: 发现整个透镜都出现点状薄膜剥离, 并且若干部分发现平面膜剥离。

D: 发现基本上整个地薄膜剥离。

(8)Bayer 值的测量:

利用摩擦测试仪, BTE™@Abrasion Tester(由 Colts Laboratories, USA)和浊度值分析仪(由 Murakami Color Research Laboratory 制造), 根据浊度值相对于标准透镜的改变的差测量 Bayer 值。

试样号和测量方法

(1)制备三个标准透镜(CR39 基材)和三个试样透镜。

(2)测量在磨损试验之前的浊度值。

(3)利用 BTE™@Abrasion Tester(借助沙进行 600 次表面往复运动)对耐磨性能进行测试。

(4) 测量的在磨损试验之后浊度值。

(5)计算 Bayer 值(三个透镜的平均值)。在此 Bayer 值指的是[(标准透镜浊度值改变)/(试样透镜浊度值改变)]。

所用的塑料透镜基材

(1)基材 A: 折射率 1.50, 中心厚度 2.0 毫米且透镜屈光度 0.00 的二甘醇二烯丙基碳酸酯。

(2)基材 B: 折射率 1.71,中心厚度 1.0 毫米且透镜屈光度 0.00 的 EYRY 基材(由含环硫基的化合物制成、Hoya Corporation 的商品名)。

涂布组合物 A 的制备

在玻璃容器中, 对包含 90 重量份胶态氧化硅(SNOWTEX-40, 由 Nissan Chemical Industries, Ltd.制造), 81.6 重量份作为有机硅化合物的甲基三甲氧基硅烷, 176 重量份 γ -环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷, 2.0 重量份 0.5N 的盐酸, 20 重量份乙酸, 和 90 重量份水的液体在室温下搅拌 8 小时, 然后在室温搁置 16 小时以获得水解溶液。向该溶液中添加 120 重量份异丙醇, 120 重量份正-丁醇, 16 重量份乙酰丙酮铝, 0.2 重量份硅酮基表面活性剂, 和 0.1 重量份紫外线吸收剂, 并在室温对该混合物搅拌 8 小时, 然后在室温下进行 24 小时熟化(ripened), 以获得涂布液体。由该涂布组合物得到的固化薄膜在下文中有时称为“硬涂层 A”。

涂布组合物 B 的制备

向玻璃容器中添加 1,045 重量份 γ -环氧丙氧基丙基(三甲氧基)硅烷和 200 重量份 γ -环氧丙氧基丙基甲基(二乙氧基)硅烷, 然后在搅拌的同时向其中添加 299 重量份 0.01 摩尔/升盐酸。在清洁室中, 在 10℃ 搅拌持续一天一夜, 从而获得硅烷水解产物。

在另一容器中, 将 4,018 重量份甲基溶纤剂和 830 重量份异丙醇添加至 3,998 重量份主要由氧化钛, 氧化锆和二氧化硅组成的复合微粒溶胶(分散于甲醇中, 总固含量: 30%重量, 平均粒度: 5-8 微米)中, 并进行搅拌混合。另外, 将 4 重量份硅酮基表面活性剂(由 Nippon Unicar Co., Ltd.制造的“L-7001”)和 100 重量份乙酰基丙酮铝添加至该混合物中。用与前述相同的方式, 在清洁室中, 在 10℃ 搅拌持续一天一夜。将该反应混合物与上述水解产物混合, 然后再对该混合物搅拌一天一夜。尔后, 使该反应混合物通过 3 微米的过滤器过滤, 以获得硬涂层液 B。由该涂布组合物得到的固化薄膜在下文中有时称为“硬涂层 B”。

固化薄膜的形成

将用碱性水溶液预处理过的塑料透镜基材 A 或 B 浸入前述涂布液中, 并在完成浸渍之后, 以 20 厘米/分钟的上升速率提升。在 120℃ 对得到的塑料透镜加热 2 小时, 从而形成固化的薄膜(硬涂层 A 或硬涂层 B)。

离子枪处理

在下表所示的离子加速电压, 照射时间和气体气氛的条件下, 通

过离子枪对固化薄膜进行离子照射。

具有混合薄膜的防反射薄膜的形成

在表 1 所示的条件下，将包含第一层至第七层的防反射薄膜形成在离子照射的硬涂层 A 或硬涂层 B 上，从而获得塑料透镜。

顺便提一句，在将条件设置成基本上同时进行气相沉积的情况下，混合层是用图 1 所示装置，通过无机物的气相沉积和有机物质的气相沉积的二元气相沉积而形成的。在有机物质的气相沉积中，在外部加热容器中使有机物质气化，然后利用气阀和质量流量控制器将其引入气相沉积装置中。在形成混合层时，在氢气和氧气混合气体的气氛下采用离子束辅助沉积。另外，在表中的符号“-”表示：该层通过常用的真空沉积形成，没有利用离子束辅助沉积。在该表中，M1，CM1 和 CM2 分别表示无机物，有机硅化合物，和不含硅的有机化合物。

在表中所述的有机化合物的细节如下所述。

(1)Epolite 70P(丙二醇二缩水甘油醚，分子量：约 188,由 Kyoisha Chemical Co., Ltd.制造)

(2)LS:1370(二乙氧基二甲基硅烷，分子量：148.3,由 Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.制造)

(3)Epiol P200(聚丙二醇缩水甘油醚，平均分子量：约 304,由 NOF Corporation 制造)

顺便提一句，在实施例 5, 6, 9 和 10 及对比例 3 和 4 中，在基材和固化涂膜之间提供底漆层。底漆层的形成方法如下所述。

底漆层的形成

对由 6.65 重量份聚酯型多元醇(Desmophene A-670,Sumitomo Bayer Urethane Co., Ltd.的商品名), 6.08 重量份嵌段型聚异氰酸酯(BL-3175,Sumitomo Bayer Urethane Co., Ltd.的商品名), 0.17 重量份作为固化促进剂的二月桂酸二丁锡, 0.17 重量份作为匀平剂的氟基匀平剂(Fluorad FC-430,Sumitomo 3M Limited 的商品名), 和 95.71 重量份作为溶剂的双丙酮醇组成的混合物进行彻底搅拌, 直至该混合物变均匀为止。将得到的液体底漆涂布至通过浸涂(举升速率: 24 厘米/分钟)用碱性水溶液预处理的基材透镜上, 然后在 100℃加热固化 40 分钟, 从而形成厚度为 2-3 微米的底漆层。

实施例 1-10 和对比例 1-4:

根据表 1-1 至 1-14 所示的构成将防反射薄膜提供至基材上, 并对物理性能进行评估。结果列于表 2 中。顺便提一句, 符号“ λ ”表示光的波长。

表 1-1: 防反射薄膜的构成

实施例 1		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
用于预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.438 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0505 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.110 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1357 λ	-
第五层	薄膜厚度: 0.0689 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1357 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.271 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-2:防反射薄膜的构成

实施例 2		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
用于预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.488 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.055 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.115 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1427 λ	-
每五层	薄膜厚度: 0.0740 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.128 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.275 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-3: 防反射薄膜的构成

实施例 3		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	
	离子枪的设定值	
第一层	薄膜厚度: 0.438 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	薄膜厚度: 0.035 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.110 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	薄膜厚度: 0.1320 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0689 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	薄膜厚度: 0.1220 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.271 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-4: 防反射薄膜的构成

实施例 4		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	
	离子枪的设定值	
第一层	薄膜厚度: 0.488 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	薄膜厚度: 0.035 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.115 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	薄膜厚度: 0.1421 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0740 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	薄膜厚度: 0.1184 λ 折射率: 2.13 M1: Nb ₂ O ₅ CM1: LS:1370 5 sccm CM2: Epiol P200 5 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.275 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM1: LS:1370 20 sccm CM2: Epiol P200 50 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-5:防反射薄膜的构成

实施例 5		
塑料透镜基材	基材 B	
硬涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.5452 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1001 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.1094 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1497 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2892 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

CM1 & CM2: 通过 N₂ 标准化的 FMC 而设定的值

表 1-6: 防反射薄膜的构成

实施例 6		
塑料透镜基材	基材 B	
硬涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.5680 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 100 V 加速电流: 70 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.0908 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0992 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.158 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2902 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

CM1 & CM2: 通过 N₂ 标准化的 FMC 所设定的值

表 1-7: 防反射薄膜的构成

实施例 7		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	
	离子枪的设定值	
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.5452 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1001 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.1094 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1497 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2892 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-8: 防反射薄膜的构成

实施例 8		
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.5680 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 100 V 加速电流: 70 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.0908 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0992 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.158 λ	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2902 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-9: 防反射薄膜的构成

实施例 9		
塑料透镜基材	基材 B	
硬涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 5 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.561 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1001 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 5 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0974 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1497 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2892 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

CM1 & CM2: 通过 N₂ 标准化的 FMC 所设定的值

表 1-10:防反射薄膜的构成

	实施例 10	
塑料透镜基材	基材 B	
硬 涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0534 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0319 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 5 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第三层	薄膜厚度: 0.575 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.0908 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 5 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第五层	薄膜厚度: 0.0952 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.158 λ 折射率: 2.21 CM2: Epolite 70P 5 sccm	加速电压: 450 V 加速电流: 180 mA O ₂ : 20 sccm
第七层	薄膜厚度: 0.2902 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂ + Al ₂ O ₃ CM2: Epolite 70P 20 sccm	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

CM1 & CM2:通过 N₂ 标准化的 FMC 所设定的值

表 1-11: 对比防反射薄膜

	对比例 1	
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.438 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0505 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.110 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1357 λ	-
每五层	薄膜厚度: 0.0689 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1357 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.271 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-

表 1-12: 对比防反射薄膜

	对比例 2	
塑料透镜基材	基材 A	
硬涂层	层 A	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.511 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.055 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.115 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1427 λ	-
第五层	薄膜厚度: 0.0740 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.128 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.275 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 1-13:对比防反射薄膜

	对比例 3	
塑料透镜基材	基材 B	
硬涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间)	
所用气体	氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质, 薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0539 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0325 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.560 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.107 λ	-
第五层	薄膜厚度: 0.115 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1394 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.289 λ 折射率: 1.471 M1: SiO ₂	-

表 1-14:对比防反射薄膜

	对比例 4	
塑料透镜基材	基材 B	
硬涂层	层 B (底漆层位于透镜基材和层 B 之间)	
预处理的离子枪 设置条件 所用气体	加速电压: 400 V, 加速电流: 170 mA 60 秒(处理时间) 氧气 10 sccm + 氩气 10 sccm	
	所用物质,薄膜厚度	离子枪的设定值
第一层	薄膜厚度: 0.0539 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第二层	Nb ₂ O ₅ : 0.0325 λ	-
第三层	薄膜厚度: 0.572 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第四层	Nb ₂ O ₅ : 0.1025 λ	-
第五层	薄膜厚度: 0.108 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm
第六层	Nb ₂ O ₅ : 0.1402 λ	-
第七层	薄膜厚度: 0.291 λ 折射率: 1.468 M1: SiO ₂	加速电压: 200 V 加速电流: 120 mA O ₂ : 10 sccm Ar: 10 sccm

表 2: 薄膜性能的评估

实施例 ¹⁾	LR ²⁾ Y ₁ %	LT ³⁾ Y ₂ %	耐冲击性	附着性	耐磨性	耐热性	耐碱性	Bayer 值
E-1	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 28 g at max.	100/100	UA	95 °C	UA	10.0
E-2	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 28 g at max.	100/100	UA	95 °C	UA	10.0
E-3	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 36 g at max.	100/100	UA	95 °C	UA	11.0
E-4	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 368 g at max.	100/100	UA	95 °C	UA	11.0
E-5	0.82 %	99.0 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g at maximum	100/100	UA	100 °C	UA	12.0
E-6	0.82 %	99.0 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g at maximum	100/100	UA	100 °C	UA	12.0
E-7	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 36 g	100/100	UA	95 °C	UA	12.5
E-8	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: O, 36 g	100/100	UA	95 °C	UA	12.5
E-9	0.82 %	99.0 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g	100/100	UA	105 °C	UA	12.0
E-10	0.82 %	99.0 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g	100/100	UA	105 °C	UA	12.0
CE-1	1.0 %	98.8 %	CT=2.0, FDA: X	100/100	UA	70 °C	UA	3.0
CE-2	0.82 %	99.0 %	CT=2.0, FDA: X	100/100	UA	80 °C	UA	5.5
CE-3	1.0 %	98.8 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g	100/100	UA	80 °C	UA	2.7
CE-4	1.0 %	98.8 %	CT=1.0, FDA: O, 100 g	100/100	UA to A	85 °C	UA	3.5

表 2 中的附注:

- 1) E=实施例, CE=对比例
- 2) LR=光反射率
- 3) LM=光透射率

将实施例 1-4,7 和 8 的结果与对比例 1 和 2 的结果进行对比, 并将实施例 5, 6, 9 和 10 的结果与对比例 3 和 4 的结果进行对比. 与对比例 1 和 2 的结果相比, 实施例 1-4,7 和 8 的结果显示出了良好的耐冲击性.

另外，与对比例 3 和 4 的结果相比，实施例 5, 6, 9 和 10 的结果显示出了良好的 Bayer 值。

本发明的光学元件不仅具有优异性能如低反射率和高透射率的防反射薄膜，而且具有在塑料基材上优异的耐冲击性，附着性，耐热性，抗磨性和耐碱性；并且具有良好的生产率。

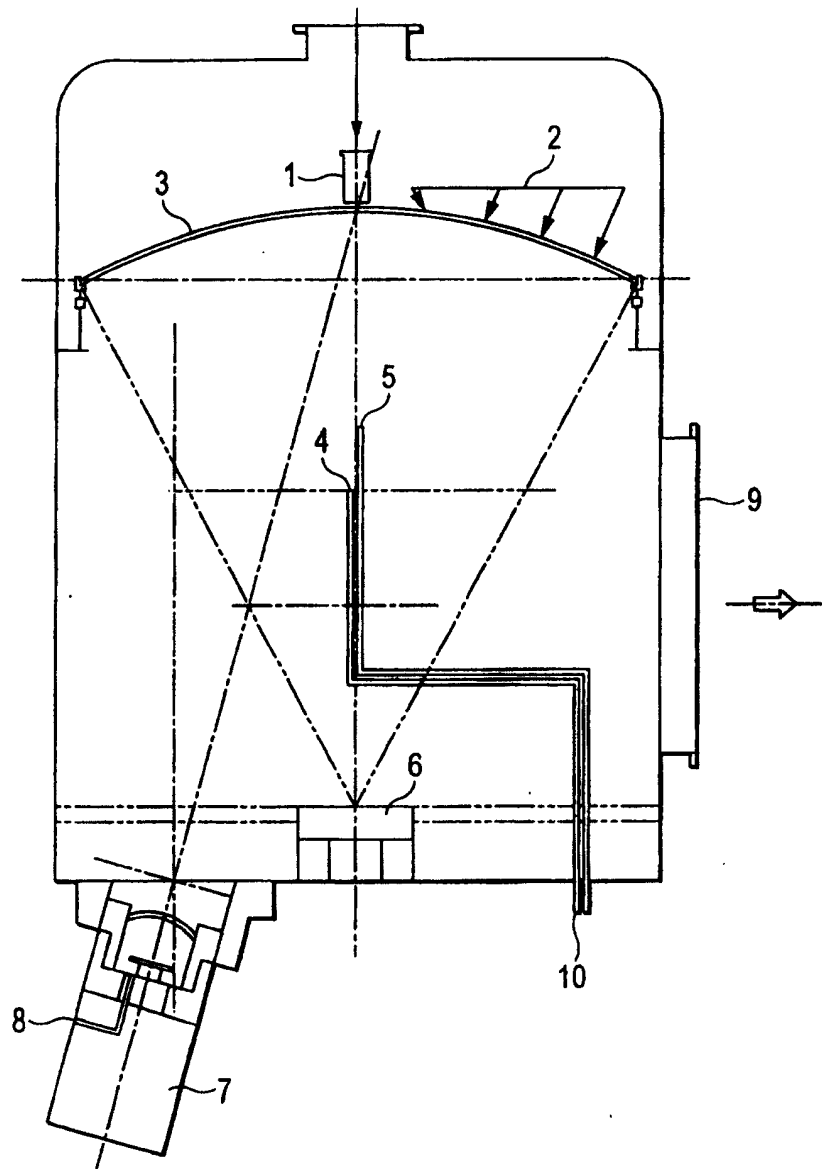


图1