

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103508678 B

(45) 授权公告日 2015. 06. 17

(21) 申请号 201210200328. 9

CN 1843999 A, 2006. 10. 11,

(22) 申请日 2012. 06. 14

CN 102153292 A, 2011. 08. 17,

(73) 专利权人 中国科学院理化技术研究所

GB 2424382 A, 2006. 09. 27,

地址 100190 北京市海淀区中关村东路 29
号

审查员 王大龙

(72) 发明人 贺军辉 许利刚

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司

31002

代理人 李柏

(51) Int. Cl.

C03C 17/23(2006. 01)

(56) 对比文件

US 5698266 A, 1997. 12. 16,

权利要求书1页 说明书8页 附图6页

CN 101391776 A, 2009. 03. 25,

CN 102464901 A, 2012. 05. 23,

(54) 发明名称

耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法及耐
磨的含有介孔的增透涂层

(57) 摘要

本发明属于纳米材料制备技术领域,特别涉
及耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法,以及
由该方法获得的耐磨的含有介孔的增透涂层。本
发明以廉价且易取得的普通玻璃片作为基质,以
正硅酸乙酯、氨水、无水乙醇、十六烷基三甲基溴
化铵和水为原料,利用简单的stöber溶液沉积法,
在温度为40~80℃的烘箱中密封反应16~48小
时,然后采用煅烧的方法除去模板剂CTAB,获得
耐磨的含有介孔的增透涂层,涂有该涂层的玻璃
片能耐受6H铅笔的刮痕测试,涂有该涂层的玻璃
片的透光率能从91.3%提高到99.4%。本发明的
耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法简单、成
本低,所得耐磨的增透介孔涂层的性能优越、耐久
性能好、适用范围广等优点。

1. 一种耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法,其特征是,该方法包括以下步骤:

(1) 将 0.06g ~ 0.14g 的十六烷基三甲基溴化铵溶于由 10 ~ 30mL 无水乙醇和 25 ~ 45mL 水配制的混合溶液中,搅拌 5 ~ 10 分钟后,再加入 1 ~ 10 μL 的氨水和 0.02 ~ 0.06mL 的正硅酸乙酯,搅拌得到 Stöber 溶液;

(2) 将清洗干净的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 40℃ ~ 80℃ 的烘箱中密封反应 16 ~ 48 小时,然后取出玻璃片,清洗并烘干,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

(3) 将步骤(2)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为 400℃ ~ 800℃ 下进行煅烧,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征是,所述的清洗干净的玻璃片,其清洗的方法是将玻璃片在去离子水中超声清洗 5 ~ 20 分钟,然后再用氧等离子体清洗;氧等离子体清洗时采用的功率是 84w,氧气流量是 800mL/min,清洗时间是 5 ~ 10 分钟。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征是:所述的搅拌得到 Stöber 溶液的搅拌的时间为 10 ~ 15 分钟。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征是:所述的清洗并烘干是用去离子水清洗玻璃片,用惰性气体吹干,然后放入 100℃ 的烘箱中烘 8 ~ 14 小时。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征是:所述的煅烧的时间为 60 秒 ~ 6 小时。

6. 一种耐磨的含有介孔的增透涂层,其特征是:根据权利要求 1 ~ 5 任意一项所述的制备方法制备得到。

7. 根据权利要求 6 所述的耐磨的含有介孔的增透涂层,其特征是:涂有耐磨的含有介孔的增透涂层的玻璃片能耐受 6H 铅笔的刮痕测试;恒定压力为 7.5N,铅笔与涂层表面成 45°。

耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法及耐磨的含有介孔的增透涂层

技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料制备技术领域,特别涉及耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法,以及由该方法获得的耐磨的含有介孔的增透涂层。

背景技术

[0002] 增透涂层广泛用于太阳能电池等光学器件,来减少表面反射。由于增透涂层介于空气和基底之间,涂层的折射率须介于空气和基底之间才能产生增透效果。理想的单层减反射涂层需要满足下列条件:涂层的光学厚度是 $\lambda/4$,其中 λ 为光学波长; $n_c = (n_a \times n_s)^{0.5}$,其中 n_c 、 n_a 和 n_s 分别表示涂层、空气和基底的折射率[Yoldas, B. E. Appl. Opt. 1980, 19, 1425.]。如果玻璃或者透明材料的折射率 n_s 为1.52,那么涂层的折射率 n_c 需要达到1.23才能达到零反射。然而现实中任何均匀的介质材料都很难达到这个要求,因此通常构建二维或者三维孔状结构来满足这个要求[Hiller J. A., Mendelsohn J. D., Rubner M. F., Nat Mater. 2002, 1, 59–63.]。

[0003] 通常增透涂层采用层层自组装二氧化硅纳米粒子(实心或者介孔)获得,由于其是静电吸附获得的,所以这种方法获得的涂层耐磨性质在实际应用上受到限制,尤其在户外环境中。因而常常需要各种后处理来提高涂层的耐磨性能。二氧化硅空心球也常常用来做增透涂层,通过调控二氧化硅空心球的壁厚与空腔大小,从而能够调控材料的折射率,再用来组装获得高增透的涂层。煅烧,也是常常用来提高涂层的耐磨性质的手段,尽管这种方法获得的涂层耐磨性质仍然不能进行实际应用。

[0004] 因此采用一种简单的方法获得高增透耐磨性能的涂层,成为现在关注的热点问题,Stöbe由于其简单有效,常常在乙醇溶液中合成介孔二氧化硅纳米粒子,本发明采用这种简单的实验方法即Stöber溶液沉积法,即在玻璃表面直接沉积获得涂层,然后经煅烧除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,从而获得高增透耐磨的含有介孔的增透涂层,涂层在可见光或者红外光波段均有良好的增透效果。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供采用简单的Stöber溶液沉积法,从而提供一种耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法,以及由该方法获得的耐磨的含有介孔的增透涂层。

[0006] 本发明的耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法是以正硅酸乙酯(TEOS)、氨水、无水乙醇、十六烷基三甲基溴化铵(CTAB)和水为原料,利用简单的stöber溶液沉积法,在温度为40~80℃的烘箱中密封反应12~48小时;然后采用煅烧的方法除去模板剂CTAB,形成耐磨的含有介孔的增透涂层。所需仪器设备简单、廉价,有望实现工业化。该方法包括以下步骤:

[0007] (1) 将0.06g~0.14g的十六烷基三甲基溴化铵溶于由10~30mL无水乙醇和25~45mL水配制的混合溶液中,搅拌5~10分钟后,再加入1~10μL的氨水和0.02~

0.06mL 的正硅酸乙酯, 搅拌(一般搅拌的时间为 10 ~ 15 分钟) 得到 Stöber 溶液;

[0008] (2) 将清洗干净的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中, 密封后, 将容器移入烘箱中, 在温度为 40°C ~ 80°C 的烘箱中密封反应 16 ~ 48 小时, 然后取出玻璃片, 清洗并烘干(如用去离子水清洗玻璃片, 用惰性气体(如氮气)吹干, 然后放入 100°C 的烘箱中烘 8 ~ 14 小时), 在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0009] (3) 将步骤(2)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中, 在温度为 400°C ~ 800°C 下进行煅烧(一般煅烧的时间为 60 秒~3 小时), 以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵, 在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。

[0010] 所述的清洗干净的玻璃片, 其清洗的方法是将玻璃片在去离子水中超声清洗 5 ~ 20 分钟, 然后再用氧等离子体清洗, 氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间优选是 5 ~ 10 分钟。

[0011] 本发明的耐磨的含有介孔的增透涂层具有良好的耐磨性质, 涂有耐磨的含有介孔的增透涂层的玻璃片能耐受 6H 铅笔的刮痕测试; 恒定压力为 7.5N, 铅笔与涂层表面成 45°。所述的耐磨的含有介孔的增透涂层在可见光或者红外光波段均有良好的增透效果。涂有该涂层的玻璃片的透光率能从 91.3% 提高到 99.4%。

[0012] 本发明的耐磨的含有介孔的增透涂层可以用于玻璃制品上, 包括家庭、公寓以及商业和公共场所建筑的玻璃窗户、玻璃天窗、玻璃幕墙、汽车挡风玻璃、后视镜、后景玻璃、眼镜片等。

[0013] 本发明以廉价且易取得的普通玻璃片作为基质, 采用简单的 Stöber 溶液沉积法, 在温度为 40°C ~ 80°C 的烘箱中密封反应 16 ~ 48 小时, 煅烧后除去模板剂, 获得耐磨的含有介孔的增透涂层。本发明的耐磨的含有介孔的增透涂层的制备方法简单、成本低, 所得耐磨的含有介孔的增透涂层的性能优越、耐久性能好、适用范围广等优点。

[0014] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步的说明。

附图说明

[0015] 图 1. 玻璃片的透光率; 图中的 glass substrate、40°C、60°C、80°C 的线分别对应没有涂层的玻璃片、实施例 1 对应的玻璃片的透光率、实施例 2 对应的玻璃片的透光率、实施例 3 对应的玻璃片的透光率。

[0016] 图 2. 不同沉积时间对应的玻璃片的透光率; 图中的 glass substrate、16 小时、24 小时、32 小时、40 小时和 48 小时的线分别对应没有涂层的玻璃片、实施例 4 对应的玻璃片的透光率、实施例 2 对应的玻璃片的透光率、实施例 5 对应的玻璃片的透光率、实施例 6 对应的玻璃片的透光率、实施例 7 对应的玻璃片的透光率。

[0017] 图 3. 不同沉积时间对应的玻璃片的反射率; 图中的 glass substrate、16 小时、24 小时、32 小时、40 小时和 48 小时的线分别对应没有涂层的玻璃片反射率、实施例 4 对应的玻璃片的反射率、实施例 2 对应的玻璃片的反射率、实施例 5 对应的玻璃片的反射率、实施例 6 对应的玻璃片的反射率、实施例 7 对应的玻璃片的反射率。

[0018] 图 4. 实施例 2 对应的玻璃片耐磨性能测试, 图 4a, 4b 分别表示 5H, 6H 铅笔的刮痕测试的 SEM 像。

[0019] 图 5. 实施例 2 对应的玻璃片的(a)SEM, (b)Cross-SEM 像, (c) 低倍和 (d) 高倍的

TEM 像。

[0020] 图 6. 不同 CTAB 的量对应的玻璃片的透光率 ; 图中的 glass substrate、0.06g、0.08g 和 0.14g 的线分别对应没有涂层的玻璃片, 实施例 8 对应的玻璃片的透光率, 实施例 2 对应的玻璃片的透光率, 实施例 9 对应的玻璃片的透光率。

[0021] 图 7. 沉积有涂层的玻璃片在 700 ~ 750 °C 煅烧 135 秒的透光率, 图中的 glass substrate、coating 分别对应没有涂层的玻璃片, 实施例 11 对应的玻璃片的透光率。

[0022] 图 8. 实施例 11 对应的玻璃片耐磨性能测试, 图 8a, 8b 分别表示 5H, 6H 铅笔的刮痕测试的 SEM 像。

具体实施方式

[0023] 实施例 1

[0024] 耐磨的含有介孔的增透涂层 : 其制备方法包括以下步骤 :

[0025] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵, 然后溶于由 10mL 无水乙醇与 25mL 水配制的混合溶液中, 搅拌 5 ~ 10 分钟后, 再加入 10 μL 的氨水和 0.02mL 的正硅酸乙酯, 搅拌 10 ~ 15 分钟, 制备得到 Stöber 溶液 ;

[0026] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5 ~ 20 分钟, 然后再用氧等离子体清洗, 氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5 ~ 10 分钟 ;

[0027] (3) 将步骤 (2) 清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤 (1) 制备得到的 Stöber 溶液中, 密封后, 将容器移入烘箱中, 在温度为 40 °C 的烘箱中密封反应 24 小时, 然后取出玻璃片, 用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干, 然后放入 100 °C 的烘箱中烘 8 ~ 14 小时, 在玻璃片的表面制备得到增透涂层 ;

[0028] (4) 将步骤 (3) 制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中, 在温度为 500 °C ~ 600 °C 下进行煅烧 3 小时, 以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵, 在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图 1 所示。

[0029] 实施例 2

[0030] 耐磨的含有介孔的增透涂层 : 其制备方法包括以下步骤 :

[0031] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵, 然后溶于由 15mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中, 搅拌 5 ~ 10 分钟后, 再加入 5 μL 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯, 搅拌 10 ~ 15 分钟, 制备得到 Stöber 溶液 ;

[0032] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5 ~ 20 分钟, 然后再用氧等离子体清洗, 氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5 ~ 10 分钟 ;

[0033] (3) 将步骤 (2) 清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤 (1) 制备得到的 Stöber 溶液中, 密封后, 将容器移入烘箱中, 在温度为 60 °C 的烘箱中密封反应 24 小时, 然后取出玻璃片, 用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干, 然后放入 100 °C 的烘箱中烘 8 ~ 14 小时, 在玻璃片的表面制备得到增透涂层 ;

[0034] (4) 将步骤 (3) 制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中, 在温度为 500 °C ~ 600 °C 下进行煅烧 3 小时, 以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵, 在玻璃片的表面

制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图 1、图 2、图 6 所示。带有涂层的玻璃片的反射率如图 3 所示。涂层的耐磨性是以 5H, 6H 的铅笔进行刮痕测试(恒定压力为 7.5N, 铅笔与涂层表面成 45°), 测试结果如图 4a, 4b 中箭头所指的为未完全划破的地方。带有耐磨的含有介孔的增透涂层的玻璃片的 SEM 与 Cross-SEM 如图 5a, 5b 所示, 带有耐磨的含有介孔的增透涂层的玻璃片的 TEM 如图 5c, 5d 所示。

[0035] 实施例 3

[0036] 耐磨的含有介孔的增透涂层 : 其制备方法包括以下步骤 :

[0037] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵, 然后溶于由 25mL 无水乙醇与 45mL 水配制的混合溶液中, 搅拌 5~10 分钟后, 再加入 1 μL 的氨水和 0.06mL 的正硅酸乙酯, 搅拌 10~15 分钟, 制备得到 Stöber 溶液 ;

[0038] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟, 然后再用氧等离子体清洗, 氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5~10 分钟 ;

[0039] (3) 将步骤 (2) 清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤 (1) 制备得到的 Stöber 溶液中, 密封后, 将容器移入烘箱中, 在温度为 80°C 的烘箱中密封反应 24 小时, 然后取出玻璃片, 用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干, 然后放入 100°C 的烘箱中烘 8~14 小时, 在玻璃片的表面制备得到增透涂层 ;

[0040] (4) 将步骤 (3) 制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中, 在温度为 500°C~600°C 下进行煅烧 3 小时, 以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵, 在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层, 带有涂层的玻璃片的透光率如图 1 所示。

[0041] 实施例 4

[0042] 耐磨的含有介孔的增透涂层 : 其制备方法包括以下步骤 :

[0043] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵, 然后溶于由 15mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中, 搅拌 5~10 分钟后, 再加入 3 μL 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯, 搅拌 10~15 分钟, 制备得到 Stöber 溶液 ;

[0044] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟, 然后再用氧等离子体清洗, 氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5~10 分钟 ;

[0045] (3) 将步骤 (2) 清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤 (1) 制备得到的 Stöber 溶液中, 密封后, 将容器移入烘箱中, 在温度为 60°C 的烘箱中密封反应 16 小时, 然后取出玻璃片, 用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干, 然后放入 100°C 的烘箱中烘 8~14 小时, 在玻璃片的表面制备得到增透涂层 ;

[0046] (4) 将步骤 (3) 制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中, 在温度为 500°C~600°C 下进行煅烧 3 小时, 以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵, 在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图 2 所示 ; 带有涂层的玻璃片的反射率如图 3 所示。

[0047] 实施例 5

[0048] 耐磨的含有介孔的增透涂层 : 其制备方法包括以下步骤 :

[0049] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵, 然后溶于由 15mL 无水乙醇与 35mL 水配制

的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 5 μ L 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0050] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w,氧气流量是 800mL/min,清洗时间是 5~10 分钟;

[0051] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 60℃ 的烘箱中密封反应 32 小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入 100℃ 的烘箱中烘 8~14 小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0052] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为 500℃~600℃ 下进行煅烧 3 小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图 2 所示,带有涂层的玻璃片的反射率如图 3 所示。

[0053] 实施例 6

[0054] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0055] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由 15mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 7 μ L 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0056] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w,氧气流量是 800mL/min,清洗时间是 5~10 分钟;

[0057] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 60℃ 的烘箱中密封反应 40 小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入 100℃ 的烘箱中烘 8~14 小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0058] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为 500℃~600℃ 下进行煅烧 3 小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图 2 所示。带有涂层的玻璃片的反射率如图 3 所示。

[0059] 实施例 7

[0060] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0061] (1) 称量 0.08g 十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由 15mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 10 μ L 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0062] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w,氧气流量是 800mL/min,清洗时间是 5~10 分钟;

[0063] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 60℃ 的烘箱中密封反应 48 小时,然后取出玻

璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入100℃的烘箱中烘8~14小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0064] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为500℃~600℃下进行煅烧3小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图2所示。带有涂层的玻璃片的反射率如图3所示。

[0065] 实施例8

[0066] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0067] (1) 称量0.06g十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由15mL无水乙醇与45mL水配制的混合溶液中,搅拌5~10分钟后,再加入5μL的氨水和0.04mL的正硅酸乙酯,搅拌10~15分钟,制备得到Stöber溶液;

[0068] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗5~20分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是84w,氧气流量是800mL/min,清洗时间是5~10分钟;

[0069] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的Stöber溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为60℃的烘箱中密封反应24小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入100℃的烘箱中烘8~14小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0070] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为500℃~600℃下进行煅烧3小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图6所示。

[0071] 实施例9

[0072] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0073] (1) 称量0.14g十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由25mL无水乙醇与35mL水配制的混合溶液中,搅拌5~10分钟后,再加入5μL的氨水和0.04mL的正硅酸乙酯,搅拌10~15分钟,制备得到Stöber溶液;

[0074] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗5~20分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是84w,氧气流量是800mL/min,清洗时间是5~10分钟;

[0075] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的Stöber溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为60℃的烘箱中密封反应24小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入100℃的烘箱中烘8~14小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0076] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为500℃~600℃下进行煅烧3小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率如图6所示。

[0077] 实施例10

[0078] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0079] (1) 称量0.14g十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由25mL无水乙醇与35mL水配制

的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 5 μL 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0080] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5~10 分钟;

[0081] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 60℃ 的烘箱中密封反应 24 小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入 100℃ 的烘箱中烘 8~14 小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0082] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为 400~500℃ 下进行煅烧 6 小时,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率透光率为 96.4%,涂层具有良好的耐磨性质。

[0083] 实施例 11

[0084] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0085] (1) 称量 0.14g 十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由 25mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 5 μL 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0086] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5~10 分钟;

[0087] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的 Stöber 溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为 60℃ 的烘箱中密封反应 24 小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入 100℃ 的烘箱中烘 8~14 小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0088] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为 700~750℃ 下进行煅烧 135 秒(相当于玻璃的钢化过程),以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率为 99.4%,如图 7 所示。涂层具有良好的耐磨性质,5H,6H 的铅笔划痕测试(恒定压力为 7.5N, 铅笔与涂层表面成 45°)结果如图 8a,8b 所示,测试结果为耐磨的含有介孔的增透涂层没有被划破。

[0089] 实施例 12

[0090] 耐磨的含有介孔的增透涂层:其制备方法包括以下步骤:

[0091] (1) 称量 0.14g 十六烷基三甲基溴化铵,然后溶于由 25mL 无水乙醇与 35mL 水配制的混合溶液中,搅拌 5~10 分钟后,再加入 5 μL 的氨水和 0.04mL 的正硅酸乙酯,搅拌 10~15 分钟,制备得到 Stöber 溶液;

[0092] (2) 将普通玻璃片浸入到去离子水中超声清洗 5~20 分钟,然后再用氧等离子体清洗,氧等离子体清洗时采用的功率是 84w, 氧气流量是 800mL/min, 清洗时间是 5~10 分钟;

[0093] (3) 将步骤(2)清洗干净后的玻璃片浸入到容器中的步骤(1)制备得到的Stöber溶液中,密封后,将容器移入烘箱中,在温度为60℃的烘箱中密封反应24小时,然后取出玻璃片,用去离子水清洗玻璃片后采用氮气吹干,然后放入100℃的烘箱中烘8~14小时,在玻璃片的表面制备得到增透涂层;

[0094] (4) 将步骤(3)制备得到的表面有增透涂层的玻璃片放入马弗炉中,在温度为750~800℃下进行煅烧60秒,以除去模板剂十六烷基三甲基溴化铵,在玻璃片的表面制备得到耐磨的含有介孔的增透涂层。带有涂层的玻璃片的透光率为97.0%,涂层具有良好的耐磨性质,能耐受6H的铅笔进行刮痕测试(恒定压力为7.5N,铅笔与涂层表面成45°),测试结果为耐磨的含有介孔的增透涂层没有被划破。

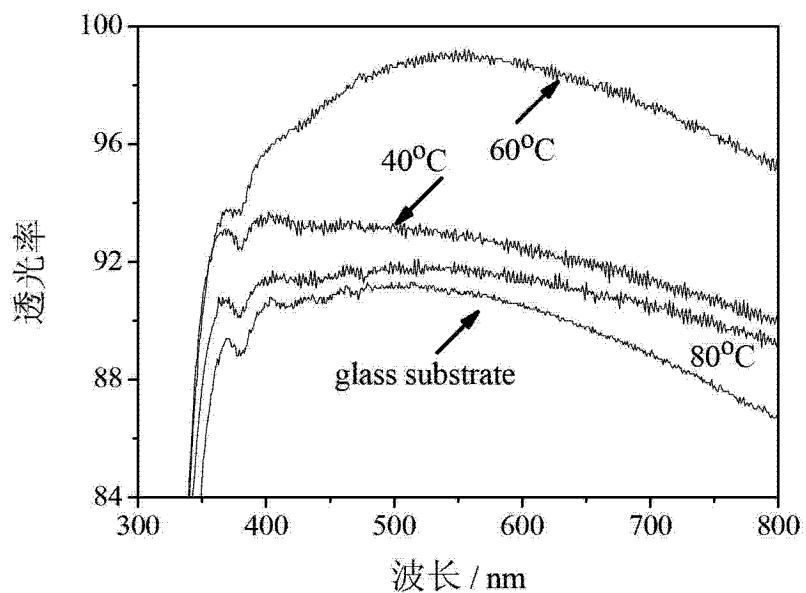


图 1

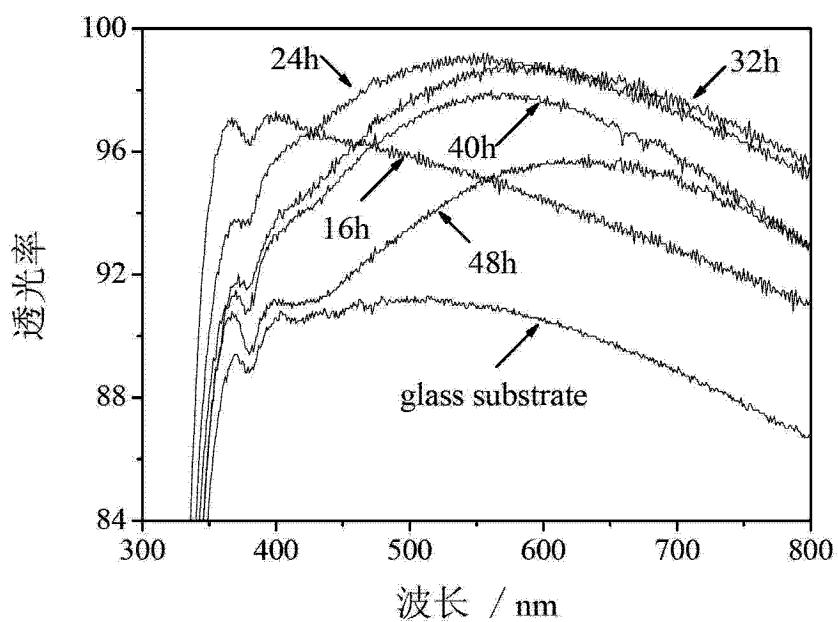


图 2

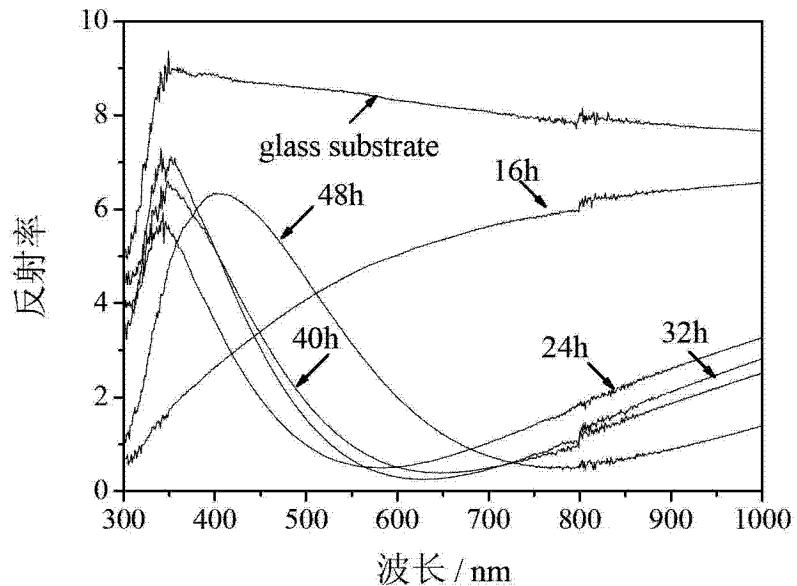


图 3

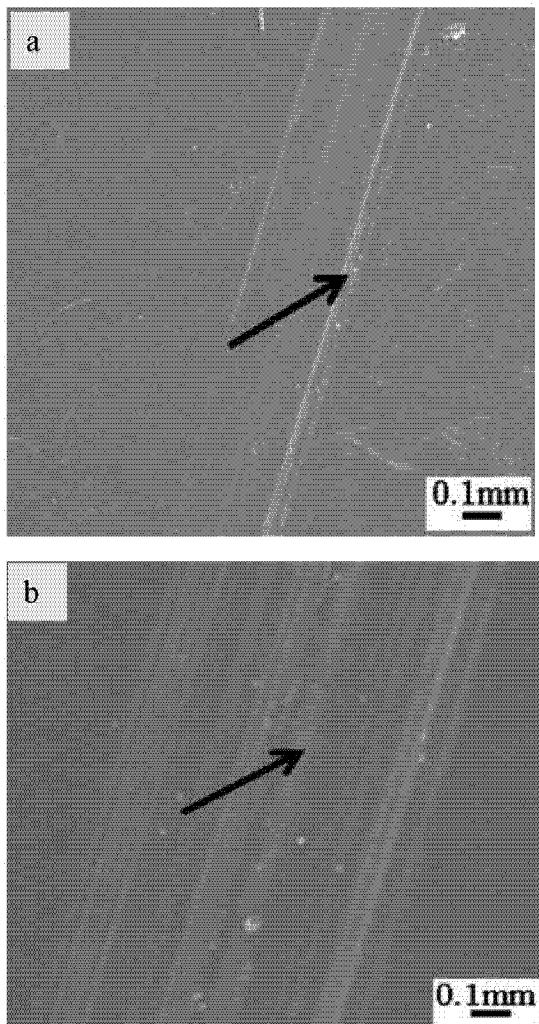


图 4

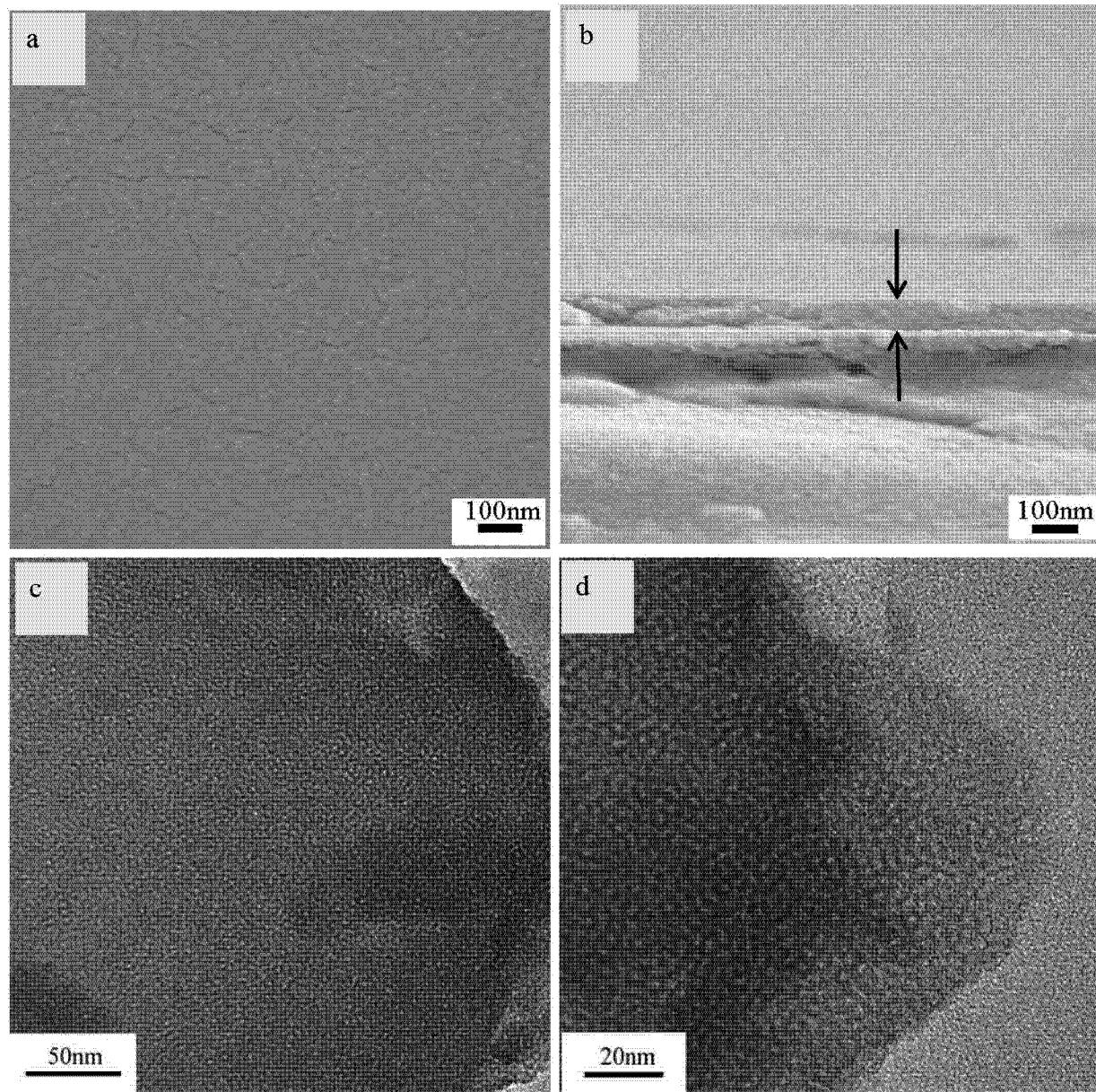


图 5

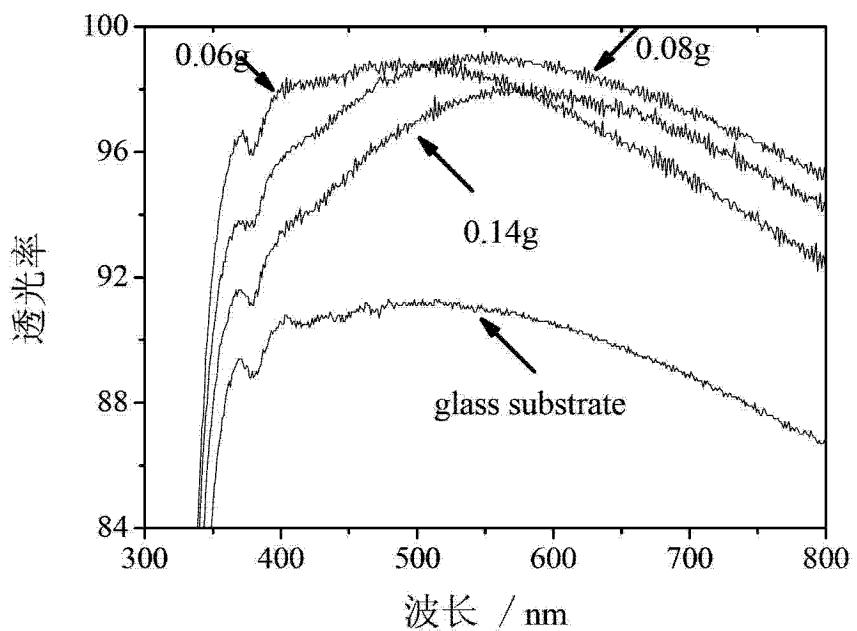


图 6

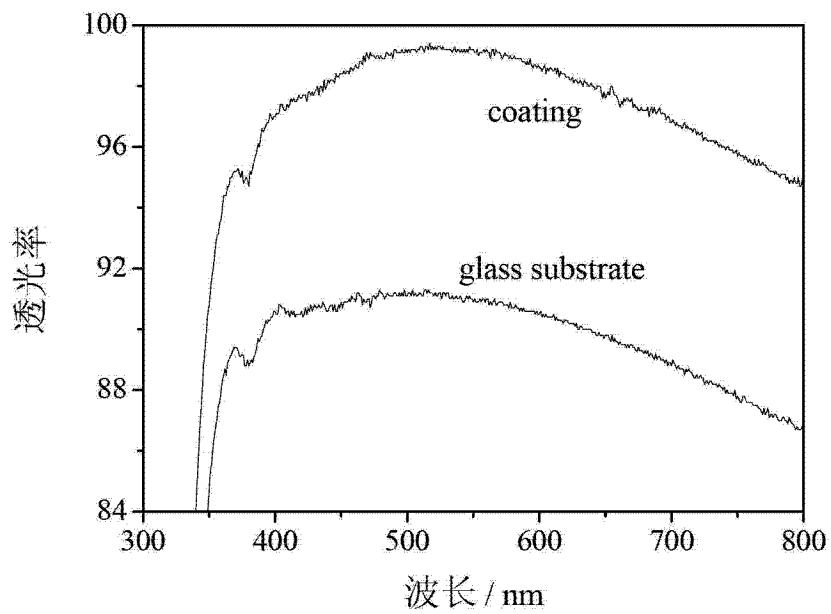


图 7

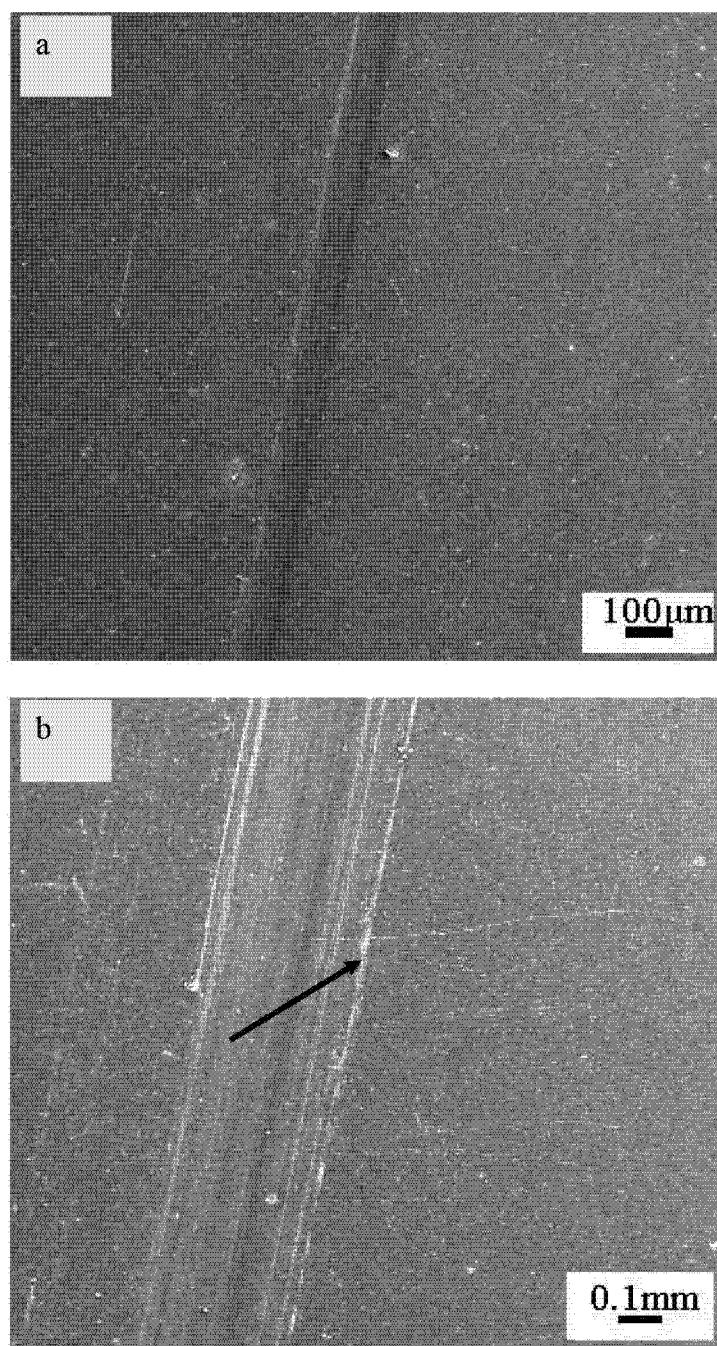


图 8