



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102341359 A

(43) 申请公布日 2012. 02. 01

(21) 申请号 201080010828. 5

(74) 专利代理机构 北京东方亿思知识产权代理

(22) 申请日 2010. 03. 08

有限责任公司 11258

(30) 优先权数据

代理人 李剑

09154522. 8 2009. 03. 06 EP

(51) Int. Cl.

(85) PCT申请进入国家阶段日

C07C 17/00 (2006. 01)

2011. 09. 06

B05D 5/06 (2006. 01)

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2010/052909 2010. 03. 08

(87) PCT申请的公布数据

W02010/100285 EN 2010. 09. 10

(71) 申请人 帝斯曼知识产权资产管理有限公司

地址 荷兰海尔伦

(72) 发明人 纳尼·乔格·阿福斯坦

帕斯卡·约瑟夫·保罗·布司肯斯

马尼克斯·鲁伊杰曼斯

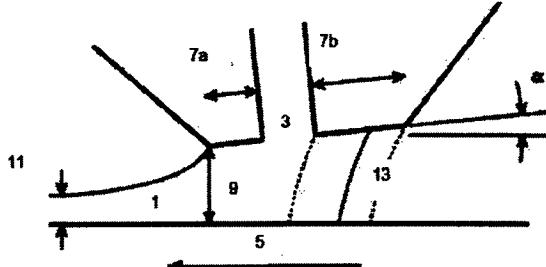
权利要求书 1 页 说明书 16 页 附图 2 页

(54) 发明名称

狭缝模具涂布方法

(57) 摘要

本发明涉及一种将光学涂层涂覆到基材上的方法，所述方法包括如下步骤：(a) 制备含有溶剂组分和成膜组分的光学涂层制剂；(b) 利用模具涂布机通过将所述光学涂层涂覆到基材上而形成被涂基材，其中所述被涂覆的光学涂层在所述基材上形成厚度为 8 μm 至 100 μm 的湿膜；(c) 干燥所述被涂基材，其中所述被涂基材处于基本水平的平面，从而使所述湿膜转换成厚度小于 1 μm 的干膜。所述光学涂层制剂包含，相对于所述光学涂层制剂的总重量，大于 0.3wt% 但不超过 10% 的固体。所述被涂基材可选被固化。



1. 一种将光学涂层涂覆到基材上的方法,所述方法包括如下步骤:
 - a. 制备含有溶剂组分和成膜组分的光学涂层制剂;
 - b. 利用模具涂布机通过将所述光学涂层涂覆到基材上而形成被涂基材,其中所述被涂覆的光学涂层在所述基材上形成厚度为 $8 \mu\text{m}$ 至 $100 \mu\text{m}$ 的湿膜;
 - c. 干燥所述被涂基材,其中所述被涂基材处于基本水平的平面,从而使所述湿膜转换成厚度小于 $1 \mu\text{m}$ 的干膜;以及
 - d. 可选地固化所述被涂基材,其中,所述光学涂层制剂包含,相对于所述光学涂层制剂的总重量,大于 0.3wt\% 但不超过 10\% 的固体。
2. 如权利要求 1 的方法,其中,所述涂层制剂包含不超过 3wt\% 的固体。
3. 如权利要求 1 或 2 的方法,其中,所述成膜组分包含,相对于所述涂层制剂中的固体总重,至少 30wt\% 的纳米颗粒。
4. 如权利要求 3 的方法,其中,所述纳米颗粒包括至少一种无机氧化物或无机氧化物前驱体。
5. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,所述涂层制剂的表面张力在 20 至 73dyn.cm^{-1} 的范围内。
6. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,所述溶剂组分包含的溶剂选自由如下组成的组:甲醇、乙醇、甲基乙基甲酮、丙酮、1-丙醇、2-丙醇或 1-甲氧基丙-2-醇、1-丁醇、2-丁醇、2-甲基-2-丙醇或其组合。
7. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,所述成膜组分包含至少一种低聚化合物或聚合化合物。
8. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,所述狭缝模具包括由位于所述光学涂层的流的上游的上游边缘(7a)和位于所述光学涂层的流的下游的下游边缘(7b)所限定的狭缝间隙(3),其中
 - a. 处于所述狭缝间隙远端的所述下游边缘与所述基材之间的高度(9)为至少 $20 \mu\text{m}$;
 - b. 所述狭缝间隙(3)是所述湿膜厚度的 1.1 至 15 倍。
9. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,所述狭缝模具包括为所述湿膜厚度的至少 1.5 倍的狭缝模具间隙,其与用于稳定所涂覆的光学涂层的上游液珠弯月面的减压装置组合。
10. 如前述权利要求中任意一项的方法,其中,以至少 5 米每秒且小于 100 米每秒的涂布速度涂布所述基材。
11. 一种光学被涂基材,其中,所述基材的至少一侧上至少 0.01m^2 的表面积上涂有含有纳米颗粒和粘结剂的涂层,其中所述涂层具有不超过 1000nm 的厚度并且在所述基材的所述表面积上具有小于 40nm 的厚度公差,所述厚度公差以 $2\times$ 标准偏差表示。
12. 如权利要求 11 的光学被涂基材,其中,所述涂层具有小于 10nm 每米的厚度梯度。
13. 如权利要求 11 或 12 的光学被涂基材,其中,所述光学涂层是抗反射或 UV 涂层。
14. 如权利要求 11 至 13 中任意一项的光学被涂基材,其中,所述光学被涂基材是抗反射的被涂玻璃板或抗反射的被涂塑料基材。
15. 如权利要求 11 至 14 中任意一项的光学被涂基材,其中,所述光学被涂基材形成太阳能板、建筑玻璃、园艺玻璃、图片玻璃、显示器玻璃或 LCD 显示器玻璃的至少一部分。

狭缝模具涂布方法

[0001] 本发明涉及将光学涂层涂覆到基材上的方法及其产品。

[0002] 具有光学功能的被涂基材是已知。具有光学功能的涂层是一种以控制光学性能为目的的涂层，例如抗 UV 涂层和 / 或抗反射涂层。例如，具有光学功能的经涂布的板被用在农用玻璃、园艺用玻璃、太阳能板、图片框玻璃、显示器玻璃（例如博物馆玻璃）、电子显示器玻璃（例如 LCD 显示器玻璃）等等中。光学涂层的原型例子是抗反射涂层。当以几乎垂直角度（5° 偏移）注视玻璃时，未经处理的浮法玻璃板通常表现出约 10% 的强光线反射。这通常降低了基材的功能性并且经常减弱了基材的美观，因而是不期望的。

[0003] 光学涂层通常利用所谓的干涂技术（如溅射或物理气相沉积）或湿涂技术（例如浸涂、喷涂或帘涂）涂覆。

[0004] 在浸涂工艺中，将玻璃板浸入含有涂层流体的容器中，并且以一定速率收回。这个工艺通常用于涂覆光学薄膜。尽管这个工艺比“干”涂技术成本效益更高，但是其存在多个缺点：该工艺涉及大量化学品的处置，涂层被涂覆在玻璃两侧（这对于一些应用来说是不必要的或甚至不利的），涂布速度相对较低（至多 $1\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$ ），涂层表现出由于重力引起的厚度渐变和其他典型的非均匀性（例如由于蒸发的副作用）。

[0005] 允许以相当于干法工艺的速度将涂层涂覆到基材的一侧的湿法工艺包括喷涂或帘涂。然而，所得涂层通常非常不均匀。在单层反射涂层中，这表现为反射和颜色差异，从而导致被涂制品的美观和功能性下降。

[0006] 在 WO99/42860 中，利用直流溅射或化学气相沉积 (CVD) 涂覆多层抗反射涂层。然后利用狭缝涂布机涂覆保护聚合物层。这项技术的问题在于，需要利用干法技术（例如溅射或 CVD）涂覆若干层光学涂层，并涂覆额外的保护湿层。这项技术很复杂并且就涂布设备成本和运行成本来说很昂贵。

[0007] 在 JP2004-354601 中，用涂料组合物涂布光敏膜，该涂料组合物包含光敏树脂并且具有 10wt% 至 25wt% 的非挥发含量。涂布之后，被涂基材被浸渍到碱性显影液中，以形成所需要的黑色基质。这项技术的问题在于，由于膜中气泡的污染，其只能在小于 200mm/sec 或更低（12 米每分钟或更低）的涂布速度下使用。

[0008] 在 WO07/093342 中，公开了利用狭缝涂布机涂覆抗反射层，其中涉及介于 1 至 $5\mu\text{m}$ 之间的湿膜厚度。尽管这项工艺提供了抗反射涂层，但是就使厚度的变化的最小化以及提高涂覆速度来说仍需要进一步改进。

[0009] 本发明的目的在于提供一种用于将光学涂层涂覆到基材上的湿法工艺及其产品，该工艺及其产品至少部分克服了上述缺陷。

[0010] 在本发明的一个方面中，提供了一种将光学涂层涂覆到基材上的方法，所述方法包括如下步骤：

[0011] a. 制备含有溶剂组分和成膜组分的涂层制剂（优选光学涂层制剂）；

[0012] b. 利用模具涂布机通过将所述光学涂层涂覆到基材上而形成被涂基材，其中所述被涂覆的光学涂层在所述基材上形成厚度为 $1\mu\text{m}$ 至 $100\mu\text{m}$ 的湿膜；

[0013] c. 干燥所述被涂基材，其中所述被涂基材优选处于基本水平的平面，从而使所述

湿膜转换成厚度小于 $1 \mu\text{m}$ 的干膜；以及

[0014] d. 可选地固化所述被涂基材。

[0015] 所述模具涂布机优选为狭缝或裂缝涂布机。

[0016] 对于经济上可行的工艺来说，涂层制剂中的固体含量，相对于涂层制剂的总重量，通常为 0.1wt% 或更大，优选大于 0.3wt%，优选为 0.4wt% 或更大，优选为 0.5wt% 或更大，更优选为 1wt% 或更大。光学涂层制剂中的固体含量优选不大于 10wt%，更优选不大于 7wt%，甚至更优选不大于 5wt%，最优选不大于 3wt%。业已发现较低的固体含量有助于减小被涂基材的涂层中的厚度变化。

[0017] 湿膜厚度优选为 $2 \mu\text{m}$ 至 $80 \mu\text{m}$ ，更优选为 $6 \mu\text{m}$ 至 $70 \mu\text{m}$ ，更优选为 $8 \mu\text{m}$ 至 $60 \mu\text{m}$ ，更优选为 $9 \mu\text{m}$ 至 $50 \mu\text{m}$ ，甚至更优选为 $10 \mu\text{m}$ 至 $40 \mu\text{m}$ ，最优选为 $12 \mu\text{m}$ 至 $30 \mu\text{m}$ 。

[0018] 根据所需要的终端应用，干膜厚度优选小于 800nm，更优选小于 500nm，最优选小于 200nm，甚至更优选小于 150nm，甚至还要更优选小于 100nm。

[0019] 固体优选包含纳米颗粒，因为业已发现，在涂层干燥、优选固化时，纳米颗粒在高溶剂水平下的相互作用对于达到高品质的光学涂层特别有利，但并未完全理解这种相互作用的本质。然而，与有机聚合物相比，具有无机壳的纳米颗粒在溶剂中的分散更困难，因而更难以制备具有低厚度变化水平的相应涂层。

[0020] 应注意，对于相对高的表面积（例如 $> 0.1\text{m}^2$ ，更优选 $> 1\text{m}^2$ ，其中宽度与长度的比值为 0.1 至 10，例如不是细长的条带）而言，预计低固含量由于流动变化而倾向于在这种表面导致较大的分布变化。令人惊讶的是，本发明不是这样。

[0021] 基本上水平的平面被赋予特定目的的含义，因此，基本上水平的平面涵盖了从该水平平面少量偏离但不会显著影响本发明的方法生产均匀的干膜涂层的情况。优选地，从该水平平面的偏离小于 5 度（°），优选小于 3°，更优选小于 1°，甚至更优选小于 0.1°，最优选小于 0.01°。将要理解到，随着溶剂组分从湿膜中去除和干膜粘度的增加，从水平平面的偏离可能更大，但不会显著影响所得干膜或涂层的均匀性。

[0022] 湿膜是涂层领域中使用的术语，其是指，含有溶剂组分和成膜组分的涂层。

[0023] 干膜是涂层领域中使用的术语，其是指，已被干燥且被去除基本上所有溶剂组分之后的湿膜。优选地，干膜包含，相对于所述干膜的总重量，小于 1wt%、更优选小于 0.1wt% 的溶剂。

[0024] 要理解的是，参数范围可由与该参数相关的上下限的所有组合来定义。

[0025] 除非另有声明，所有的%表示全部组合物的重量%。

[0026] 优选地，基材是刚性基材，当在 $1\text{m} \times 1\text{m}$ 样品的边缘处被支撑时，该基材的形状在其自身负荷下呈现自撑状态，因此本发明的方法特别适于加工具有至多 $20 \mu\text{m}$ 或甚至更大厚度变化的基材。

[0027] 出乎意料地发现，通过将光学涂层制剂中的相对较低的固体含量与相对较高的湿膜厚度组合应用，可以以较高精确度控制涂布、干燥、和可选的固化步骤，结果光学被涂基材中显示的光学性质存在很少变化。因此，与使用常规湿涂层涂覆技术制造的被涂基材相比，使用本发明的方法被涂基材的功能性和美观都得到增强。

[0028] 按照惯例，出于与去除溶剂相关的经济原因使湿膜厚度最小化。最小的湿涂层厚度通常由如下决定：减小通过狭缝模具的流速，直到存在完全的液珠失效 (bead failure)、

边缘失效 (edge failure)、珠失效和边缘失效的组合或者涂层宽度显著变窄。实际上,对于本领域技术人员来说,通过增加湿膜的厚度来改善工艺控制是违反常规的,因为在干燥步骤期间去除的溶剂的数量增大导致厚度变化的风险加大。

[0029] 本发明能够以商业上可接受的速度(例如大于5或10米每分钟,优选大于20米每分钟)涂布基材,同时保持湿涂层膜的厚度和干涂层膜的厚度以及所得光学性质很少变化。根据所用基材和涂层制剂的组合,可以实现至多50或100米每分钟或甚至更高的操作速度。

[0030] 在本发明的另一方面,提供了一种被光学涂布的基材,其中,所述基材在具有至少 0.01m^2 的表面积的至少一侧上被涂布,其中所述涂层(即干膜)具有不超过 $1\mu\text{m}$,优选不超过500nm,更优选不超过200nm,更优选不超过160nm,甚至更优选不超过150nm,还要甚至更优选不超过140nm,最优选小于100nm的厚度,并且在所述表面积上具有小于25nm、优选小于20nm、最优选小于15nm的平均涂层厚度差异。

[0031] 优选地,所述基材是刚性的。优选地,所述刚性基材由玻璃制成。

[0032] 优选地,所述基材具有至少 0.1m^2 、更优选至少 1m^2 、甚至更优选至少 2m^2 的表面积。光学性质的差异较小的重要性通常随着被涂基材(例如抗反射太阳能电池的防护罩玻璃)的表面积的增大而增强。

[0033] 优选地,涂层具有小于10nm每米、更优选小于5nm每米的厚度梯度。由于干燥步骤在基材处于基本上水平面的情况下进行,所以本发明的光学涂层上基本上未观察到厚度梯度(例如梯度小于1nm每米)。

[0034] 对于本申请的目的,光学涂层是表现出光学功能性质,诸如抗反射性(例如降低反射至少50%,优选至少70%)、光散射性质、UV光阻挡性质(例如减少UV透射至少70%,更优选85%)等等,的涂层。

[0035] 优选地,光学涂层是抗反射涂层或UV涂层。优选地,在基材的整个被涂表面积上,涂层发生最小反射的光学波长的差异小于50nm,更优选小于30nm。涂层的厚度公差($2\times$ 标准偏差,通过最小反射波长的差异确定)优选小于40nm,更优选小于30nm,甚至更优选小于20nm,最优选小于10nm。

[0036] 使涂层上的光学差异最小化增强了光学涂层的功能性和美观性。例如,建筑应用、园艺应用和太阳能能源都依赖于光学涂层的功能性,以高效地、有效地过滤、转化或修正可见辐射和不可见辐射。为了最大程度地利用这点,涂层和基材优选是透明的。

[0037] 在光学涂层是抗反射涂层的实施方式中,基材(例如玻璃)的被涂那侧在显示最低反射的波长下的反射率(利用传统方法测定)为约3%或更低,优选为约2%或更低,更优选为约1%或更低。在425至675nm波长范围内的平均反射率通常为约4%或更低,优选为约3%或更低,甚至更优选为约2%或更低。

[0038] 光反射减小涂层(或抗反射涂层)是一种减少由基材反射的介于425至675nm之间至少一个波长的光(在相对垂直入射角5度处测定)的涂层。测量在被涂基材和未涂基材上实施。优选地,反射的下降率为约30%或更多,优选为约50%或更多,更优选为约70%或更多,甚至更优选为约85%或更多。反射的下降率以百分比表示,其等于 $100\times(\text{被涂基材的反射率}-1/2\times\text{未涂基材的反射率})/(1/2\times\text{未涂基材的反射率})$ 。

[0039] 模具涂布

[0040] 在模具涂布工艺(图1)中,涂层(1)通过重力或在压力下通过狭缝或裂缝(3)被挤压到移动着的基材(5)上。或者,狭缝模具可以以规定速度在基材上移动。基材相对于狭缝模具的速度能够使涂层远远薄于狭缝的宽度或间歇。精确地控制湿膜的均匀性的能力取决于光学涂层制剂、模具狭缝的几何形状以及相对于基材的狭缝位置之间的复杂的相互关系。

[0041] 业已发现对于控制光学涂层的均匀性来说特别重要的参数包括狭缝间隙(3)、边缘厚度(7a, 7b)和涂布间隙(9)。

[0042] 狭缝间隙

[0043] 狹缝间隙(3)优选是湿膜厚度的2至10倍。狭缝间隙厚度低于湿膜厚度会限制涂覆速率,并且更易于发生厚度变化,而狭缝间隙厚度高于湿膜厚度的10倍易于在涂层流中形成漩涡,因而降低涂层品质。优选地,狭缝间隙厚度是湿膜厚度的至少1.5倍,更优选至少2.0倍,更优选2.5倍,甚至更优选至少3倍,甚至更优选至少4倍,还要甚至更优选至少5倍,最优选至少6倍。优选地,最大的狭缝间隙厚度小于湿膜厚度的15倍,更优选小于12倍,甚至更优选小于9倍,甚至更优选小于7倍,更优选小于4倍。为了使膜厚度差异最小化,狭缝间隙优选是固定的。然而,在可供选择的实施方式中,可调节的狭缝间歇可被有利地用于根据特定基材和光学涂层制剂优化涂布条件。

[0044] 边缘厚度

[0045] 下游边缘(7a)的厚度(L_d)优选为3mm或更小,更优选为2mm或更小,更优选为0.90mm或更小,更优选为0.60mm或更小,更优选为0.50mm或更小,甚至更优选为0.40mm或更小,最优选为0.30mm或更小。出于成本原因,边缘厚度为至少0.15mm、优选至少0.20mm是有利的。业已发现, L_d 越小,可操作的涂层间隙(9)越大。上游边缘(7b)的厚度(L_u)优选为5mm或更小,更优选为2mm或更小,更优选为0.90mm或更小,更优选为0.60mm或更小,更优选为0.50mm或更小,甚至更优选为0.40mm或更小,最优选为0.30mm或更小。出于与高精度机械加工相关的成本原因,边缘厚度为至少0.15mm、优选至少0.20mm是有利的。边缘的表面可被设定成相对于水平轴成介于0和30°之间的角 α 。在优选的实施方式中,边缘的表面与基材平行($\alpha = 0^\circ$)。

[0046] 涂布间隙

[0047] 由于一些基材(特别是刚性基材)具有厚度差异,相当大的涂布间隙是有利的。优选地,从狭缝间隙(即最小间隙)的下游和远端的边缘测量的涂布间隙(9)为至少20μm,更优选为至少40μm,更优选为至少60μm,甚至更优选为至少80μm,最优选为至少100μm。优选的是,最大的涂布间隙不超过1000μm以防流动不稳影响涂层品质。

[0048] 在本发明的特定实施方式中,狭缝模具包括由位于光学涂层的流的上游的上游边缘(7a)和位于光学涂层的流的下游的下游边缘(7b)所限定的狭缝间隙(3),其中

[0049] a. 狹缝间隙远端的下游边缘与基材之间的高度(9)为至少20μm;

[0050] b. 狹缝间隙是湿膜厚度(11)的1.1至15倍;以及

[0051] c. 下游边缘(7b)的厚度小于0.90mm。

[0052] 这些特征的这种特定组合对于在刚性基材(例如玻璃)上的应用是尤其优选的。

[0053] 真空

[0054] 优选地,狭缝模具还包含减压装置(例如负压室或真空箱)以便稳定所涂覆的光

学涂层的上游液珠弯月面 (13, bead meniscus)。应用减压装置在较高的涂布速度 (例如至少 10 米每分钟, 更优选至少 12 米每分钟) 下以及在较大的涂布间隙 (例如至少 100 μm) 下特别有利。

[0055] 在特定实施方式中, 狹缝模具包括为湿膜厚度的至少 1.1 倍、更优选 2.0 倍、更优选 3 倍、更优选 4 倍、更优选 5 倍、甚至更优选至少 6 倍的狭缝模具间隙, 其优选与用于稳定所涂覆的光学涂层的上游液珠弯月面的减压装置组合。这些特征的这种组合使得能提高涂布速度同时保持所需要的涂层厚度和功能性的均匀性。

[0056] 基材

[0057] 适当的基材包括任何平坦的、清洁的无孔表面。基材优选具有小于涂布间隙一半、更优选 100 μm 、更优选 50 μm 、更优选 30 μm , 更优选小于 20 μm 的厚度差异。基材的厚度差异越小, 光学干膜涂层的厚度差异就越小。适当的刚性基材包括玻璃 (例如硼硅酸盐玻璃、钠钙玻璃、玻璃陶瓷、硅酸铝玻璃), 陶瓷, 金属片 (例如铝、不锈钢、钢), 塑料 (例如 PET、PC、TAC、PMMA、PE、PP、PVC 和 PS) 或复合材料。适当的柔性基材包括, 基于聚合物或纤维素的膜, 包括其层压物。

[0058] 光学涂层制剂

[0059] 用在本发明中的光学涂层制剂优选是含有纳米尺寸的颗粒和粘结剂的成膜组分以及溶剂组分 (包括溶剂或稀释剂)。

[0060] 纳米尺寸的颗粒

[0061] 优选地, 纳米尺寸的颗粒包括至少一种金属氧化物或氟化物, 或者金属氧化物或氟化物的前驱体。更优选地, 纳米尺寸的颗粒包括至少一种无机物或金属的氧化物, 或者无机物或金属的氧化物的前驱体。

[0062] 优选地, 金属氧化物或金属氧化物前驱体形成所述成膜组分的至少 30wt%, 更优选至少 40wt%, 甚至优选至少 50wt%, 还要甚至更优选至少 60wt%, 最优选至少 70wt%。

[0063] 适当颗粒的实例是包括氟化锂、氟化钙、氟化钡、氟化镁、二氧化钛、氧化锆、锑掺杂的氧化锡、氧化锡、氧化铝和二氧化硅的颗粒。优选地, 金属氧化物是氧化铝或二氧化硅。优选地, 颗粒包含二氧化硅, 更优选地, 颗粒包含至少 60wt%、甚至更优选至少 80wt%、最优选至少 90wt% 的二氧化硅。

[0064] 对于非球形颗粒, 颗粒尺寸 g 被定义为 $0.5 \times (\text{长度} + \text{宽度})$; 对于球形颗粒, 颗粒尺寸 g 被定义为半径。优选地, 平均颗粒尺寸 g 为 500nm 或更小, 更优选为 250nm 或更小, 更优选为 125nm 或更小, 更优选为 100nm 或更小, 最优选为 50nm 或更小。优选地, 平均颗粒尺寸为 5nm 或更大, 更优选为 7nm 或更大, 最优选为 10nm 或更大。颗粒的尺寸可以通过如下测定: 使颗粒的稀悬浮液铺展在表面上, 然后通过使用显微镜技术 (优选扫描电子显微镜 SEM 或原子力显微镜 AFM) 测量单个颗粒的尺寸。优选地, 平均颗粒尺寸通过测量 100 个单个颗粒的尺寸来测定。

[0065] 在优选的实施方式中, 使用具有金属氧化物壳的聚合物纳米颗粒。优选地, 具体的聚合物核尺寸 $g_{\text{核}}$ 大于 5nm, 更优选大于 7nm, 最优选大于 10nm。优选地, 具体的聚合物核尺寸小于 500nm, 更优选小于 250nm, 更优选小于 125nm, 更优选小于 100nm, 最优选小于 50nm。

[0066] 在另一优选的实施方式中, 使用中空的金属氧化物纳米颗粒。优选地, 具体的空穴尺寸大于 5nm, 更优选大于 7nm, 最优选大于 10nm。优选地, 具体的空穴尺寸 $g_{\text{空穴}}$ 大于 5nm,

更优选大于7nm，最优选大于10nm。优选地，特定聚合物的核尺寸小于500nm，更优选250nm，更优选125nm，更优选小于100nm，最优选小于50nm。

[0067] 光学涂层制剂的粘度取决于光学涂层制剂中的涂层和溶剂组分以及具体的固体含量。优选地，光学涂层制剂的粘度为约0.2mPa.s或更大，优选1.0mPa.s或更大，甚至更优选约2.0mPa.s或更大。通常，粘度为约100mPa.s或更小，优选约10mPa.s或更小，更优选约6.0mPa.s或更小，甚至更优选约3.0mPa.s或更小。

[0068] 粘度可以采用Ubbelohde PSL ASTM IP no1(型号27042)测量。

[0069] 光学涂层制剂的表面张力优选在 $20\text{--}73\text{dyn}\cdot\text{cm}^{-1}$ 的范围内、更优选在 $22\text{--}40\text{dyn}\cdot\text{cm}^{-1}$ 、甚至更优选在 $24\text{--}30\text{dyn}\cdot\text{cm}^{-1}$ 的范围内。较低的表面张力对于能够使涂层在基材表面上容易地形成膜来说是理想的。

[0070] 光学涂层制剂优选具有牛顿特性，结果粘度在狭缝模具涂布机的操作中所经历的剪切速度变化下基本上恒定。

[0071] 粘结剂

[0072] 涂层优选包含粘结剂，其主要作用是使颗粒保持附着并粘附在基材上。优选地，粘结剂包括至少一种低聚化合物或聚合化合物。优选地，粘结剂与颗粒和基材形成共价键。出于这个目的，粘结剂在固化之前优选包含具有烷基或烷氧基的无机化合物，但是其他化合物也是适宜的。此外，粘结剂优选本身聚合形成连续的聚合网络。

[0073] 在本发明的一个实施方式中，涂层的粘结剂基本上由无机粘结剂组成，因为这种涂层显示良好的机械性质以及对基材的粘附性，从而导致例如高耐穿刺性、高耐刮性和良好的耐磨性。

[0074] 无机粘结剂优选包括一种或多种无机氧化物，例如二氧化硅和氧化铝。粘结剂优选是将颗粒和基材共价连接的交联的无机材料。

[0075] 无机粘结剂可以在未反应的粘结剂（例如烷氧基硅烷、烷基硅酸盐、硅酸钠、硝酸铝或仲丁氧化铝）的交联反应和加热之后产生。作为烷氧基硅烷，优选使用三烷氧基硅烷和四烷氧基硅烷。优选地，使用乙基硅酸盐粘结剂。由于加热步骤，这些硅化合物和铝化合物分别转化成二氧化硅和氧化铝。

[0076] 在另一实施方式中，粘结剂是有机涂料，其中颗粒带有反应性有机基团，并且可选地存在其他涂层材料，其具有与颗粒上的反应性基团起反应的基团。这个实施方式在基材是有机的并且无法承受高达400°C的烘烤温度的情况下是优选的。在一个实施方式中，颗粒上的反应性基团是（甲基）丙烯酸酯基，其他涂层材料上的反应性基团是烯属不饱和的，优选（甲基）丙烯酸酯基。适当涂层的实例在WO2004/104113中有所描述。

[0077] 根据粘结剂的化学性质，许多溶剂是可用的。溶剂的适当实例包括水、非质子有机溶剂和醇类。

[0078] 在一个实施方式中，使用无机粘结剂和有机溶剂，更优选地，溶剂是水和醇的混合物。优选地，最终涂层中的颗粒的wt%，基于100%的固含量，大于50wt%，优选大于60wt%，最优选大于70wt%。固体的浓度是在将涂料组合物涂覆到基材上以及随后的干燥步骤和如果需要的固化步骤之后不会蒸发的所有组分的浓度。

[0079] 涂料组合物可以包含用于催化前躯体向粘结剂的转化的化合物。在烷氧基硅烷或乙基硅酸盐粘结剂作为前躯体的情况下，优选使用酸（例如乙酸）作为催化剂。催化剂优

选在即将涂覆涂料组合物之前添加到其中。在可 UV 固化材料的情况下,通常使用光敏性引发剂作为催化剂。

[0080] 溶剂

[0081] 对于有机粘结剂而言,优选全有机溶剂体系,但是可以存在一些水。适当溶剂的实例包括 1,4- 二氧杂化己烷、丙酮、氯仿、环己烷、二乙基乙酸酯、丙醇、乙醇、甲醇、丁醇、甲基乙基甲酮、甲基丙基甲酮、四氢呋喃、甲苯和四氟异丙醇。优选的溶剂是甲醇、甲基乙基甲酮、异丙醇、1- 甲氧基丙 -2- 醇或醚(例如二乙基醚)。

[0082] 本发明的优点之一是涂层对湿气不敏感。因此,被涂基材不需储存在湿度可控的环境中,其中例如 30% 至 80% 的湿度变化是可接受的。此外,无机涂层对涂布和固化之间的时间延迟也不敏感。可 UV 固化的有机涂层通常在涂覆之后直接固化,但这也不重要。

[0083] 优选地,涂料组合物以这样的厚度被涂覆到基材上,结果最终导致干燥或固化后的厚度为约 20nm 或更大,优选为约 50nm 或更大,更优选为约 90nm 或更大。优选地,干燥或固化之后的涂层厚度(干膜厚度)将为 500nm 或更小,优选为约 200nm 或更小,优选为约 180nm 或更小,更优选为约 160nm 或更小,甚至更优选为约 140nm 或更小。

[0084] 在本方法的一个实施方式中,在玻璃进行回火之前,对玻璃板施加涂层涂覆。回火在普通的玻璃板中引入内应力,结果如果玻璃板破裂那么其碎成小片。回火方法是本领域技术人员已知的,其通常包括将玻璃加热至约 700 °C。本发明涂层的一个优点在于,它可能耐受回火。因此,固化和回火工艺可以在一个步骤中实施。

[0085] 在本发明的一个实施方式中,涂层在玻璃板制造商的生产线上以(半)连续方式涂覆,然后在对玻璃回火的同时使该涂层固化。

[0086] 通过如下非限制性实施例进一步阐述本发明。

[0087] 操作

[0088] 本发明的优选目的是获得一种在基材上具有一致厚度和光学性质的涂层。为了实现这个目的,可以在涂布、干燥和固化期间使用本领域已知的适当精度,以防光学涂层在被涂覆到基材上时流动以及移动变化。

[0089] 涂布步骤

[0090] 在操作过程中,将光学涂层制剂加料,通过模具涂布,优选使用适当的无脉冲泵。光学涂层制剂行进通过狭缝模具,并且通过上游模具边缘和下游模具边缘所限定的狭缝间隙离开。与光学涂层制剂接触的模具部件的表面粗糙度(由 R_a 定义) 优选小于 0.05 微米。在一个实施方式中,光学涂层制剂被放置在移动的基材之上,其中光学涂层制剂的流动速率决定了所沉积的湿膜层的厚度。狭缝模具优选被放置在基材上方或下方,使得基材和所沉积的涂层保持在基材上水平的平面上。更优选地,狭缝模具被放置在基材上方。在一些实施方式中,狭缝模具被放置在基材的使基材处于倾斜或垂直位置的那侧。这种结构优选在涂布柔性基材时使用,其中柔性基材的定向可以在涂覆涂层之后立刻重新定向至基本上水平的平面,使得干燥工艺基本上在水平的平面上实施。

[0091] 通常,基材的至少一侧需要被涂布,例如在图片或太阳光电池基材胶合至基材(例如玻璃)的另一侧的情况下。在本发明的另一实施方式中,基材的两侧被涂布(例如涂布抗反射涂层)。这可以通过涂布基材的两侧来实现。这还可以通过如下实现:层压两块一侧被涂布的基材,从而未被涂布的那侧彼此层压到一起。优选的是,使用的基材的两个最

外侧都具有光学涂层。然而，也可以组合不同技术以获得各种功能性。其他有益的功能性包括防雾、防污、防粘、自清洁、光滑、抗静电、低发散性（诸如低散热性）涂层，等等。

[0092] 干燥步骤

[0093] 湿膜层包括湿润部分和干燥部分。湿润部分优选包含非反应性溶剂和 / 或稀释剂，它们从湿膜中挥发从而形成含有光学涂层制剂中的固体或成膜组分的干膜。蒸发在基材处于水平平面时发生，以避免由于重力效应而在干膜中发展形成厚度梯度。

[0094] 本发明的方法可以涂覆一个以上的涂层膜，其中中间干燥在每个涂层涂覆之后进行。在一些实施方式中，中间干燥和固化在涂覆一些层或所有层之后进行。

[0095] 干燥步骤优选在环境条件（例如 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 和小于 50% 相对湿度）下进行，但是也可以使用高温（例如高于 40°C ，更优选高于 50°C ）以缩短总干燥时间。本领域技术人员可以根据要蒸发的溶剂或稀释剂确定精确的干燥条件。

[0096] 干膜厚度差异是在优选至少 0.5 米半径、更优选至少 1 米半径（或其等价尺寸）的圆形区域中以在近似相同间隔的各点处进行至少 5 次、优选 10 次分析确定的最大厚度与最小厚度的差异，其优选小于 80nm、更优选小于 50nm、更优选小于 30nm、更优选小于 25nm、甚至更优选小于 20nm、最优选小于 10nm。在被涂基材面积小于半径为 1 米的圆形的面积的实施方式中，在整个可得到的被涂表面积上确定厚度和功能差异。干膜厚度差异可以利用任何适当的装置来确定，诸如以光谱形式（反射法或椭圆光度法）或者通过电子显微镜直接观察断裂表面。对于抗反射涂层而言，可以通过计算观察到最小反射值时的波长的差异来计算厚度差异。

[0097] 固化步骤

[0098] 优选地，在基本上除去湿润部分之后，可以对光学涂层膜进行固化。固化可以利用各种技术进行，包括热固化、UV 固化、电子束固化、激光诱导固化、 γ 辐射固化、等离子体固化、微波固化及其组合。

[0099] 涂层可被涂覆成单层，或者可以涂覆多层，其中在涂覆下一涂层之前将各层干燥或半干燥，优选固化。

实施例

[0100] 方法

[0101] 目测涂层品质

[0102] 在对被涂玻璃板进行光谱测量之前，利用工业 TL 灯 (OSRAM L Coolwhite 18W/840) 对样品进行目测。参照太阳能防护板应用判断涂层均匀性，因此，如果（蓝色）反射颜色的差异是可接受的，那么该涂层当被层压到（蓝色的）太阳能电池上时将不会影响功率输出效率并且将是不可见的。业已发现蓝色反射颜色的可接受差异相当于平均涂层厚度的 $2 \times$ 标准偏差小于 40nm，优选小于 30nm，甚至更优选小于 20nm。

[0103] 光谱检测涂层品质

[0104] 对于每个实验，根据上述方法对 2 块 $820 \times 600\text{mm}$ 的玻璃片进行涂布和固化。在 10 个形成表 1 所述栅格图案（尺寸为 4cm^2 ）的等距点上测定每块玻璃片的光反射。利用 UV-VIS 光谱仪（来自 Shimadzu，型号 UV-2401(PC)）结合型号 200-63687 的光谱反射单元在从 400-800nm 内测量反射，其中样品尺寸的开口直径为 15mm，入射角偏离法线 5° 。

[0105] 表 1 :每块玻璃片的检测位置的定义 (820×600mm)

[0106]

玻璃片的位置号	距离玻璃片顶部的距离	距离玻璃片左侧的距离
1	155	300
2	195	150
3	195	450
4	300	365
5	420	150
6	420	300
7	420	450
8	535	230
9	660	170
10	660	430

[0107] 厚度差异 :

[0108] 干涂层厚度根据下式由光学测量的反射最小值的位置得到 :

[0109] 干膜厚度 = 所测量的反射最小值的位置 [nm] 除以 (4× 涂层的折射指数)

[0110] 利用折射指数 (利用已知方法被测定为 1.3) 计算所有涂层的干涂层厚度。例如, 如果反射最小值被证实在 720nm 处, 那么干涂层厚度为 $720 / (4 \times 1.3) = 138$ 微米。

[0111] 测定固含量

[0112] 通过如下测定未经稀释的制剂 (4g) 的固含量 : 在 105°C、200mbar 减压的烘箱中去除溶剂 1 小时或者直到实现恒重。

[0113] 所用设备

[0114] 利用 Mathis AG, CH-8156, Oberhasli/Zürich, Switzerland 制造的型号 BA 18709 的涂布机进行涂布。在这台机器上, 涂布尺寸为 820(L) × 600mm(W) 的玻璃片。

[0115] 该设备上安装有狭缝模具, 型号 TSE#215, 在 TSE Trailer AG, CH-4853 Murgenthal, Switzerland 制造。该狭缝模具具有如下特性 :

[0116] ● 500mm 宽的狭缝模具

[0117] ● 下部模具板的 AAA- 精度水平, 粗糙度 :Ra :0.01, Rt :0.35

[0118] ● 双腔室设计, 被优化用于低粘度 / 低固体的 2-丙醇 / 水涂层制剂

[0119] ● 55 微米的外部狭缝间隙

[0120] ● 双腔室真空箱 (也由 TSE Trailer AG 提供)

[0121] ● 上游边缘长度 :2mm

[0122] ● 下游边缘长度 : 0.5mm

[0123] ● 上游边缘与下游边缘的角度 : 90°

[0124] 安装有在线不锈钢过滤器 (10 微米筛网尺寸) 的型号 mzl-7259-hs sEx 的泵系统 (来自 HNP Mikrosysteme GmbH, Germany) 与来自 Endress-Hauser, Switzerland 的型号 Promass A 的流量计组合使用, 以将涂层溶液加料到狭缝模具中。

[0125] 材料

[0126] 基材 :

[0127] 所用玻璃是来自 Guardian 的 2mm 厚的浮法玻璃。这个尺寸的玻璃片通常显示总共 25-35 微米的平度差异。该玻璃上的被涂面积为 650 (L) x 500mm (W)。

[0128] 涂料组合物 :

[0129] 涂料组合物包含利用胶乳 (得自 DSM NeoResins BV) 和四甲氧基硅烷根据 WO2009/030703 第 6 页第 8-29 行公开的方法生产的核壳纳米颗粒。所得硅石与胶乳的重量比为 4 : 1, 其中硅石壳 - 胶乳核的纳米颗粒具有如下性质 :

[0130]

用 2-丙醇稀释后的 pH	5.7
胶乳在水中的颗粒尺寸 (通过 DLS 测定)	86 nm
核壳颗粒在水中的颗粒尺寸 (通过 DLS 测定)	108 nm
核壳颗粒在 2-丙醇中的颗粒尺寸 (通过 DLS 测定)	147 nm
多分散性	<0.1
等电点	4-5
干燥后的核壳颗粒尺寸 (通过 TEM 测定)	75 nm
干燥后的壳厚度 (通过 TEM 测定)	13 nm

[0131] 然后, 添加硝酸至 pH 为 2。该颗粒尺寸被稳定在 115nm 至少两周。

[0132] 配制低固体和高固体的储备溶液 (表 1), 由这些溶液, 通过用 2-丙醇 (IPA) 进一步稀释得到具有各种固含量的涂料组合物

[0133] 表 2. 涂层制剂的组成% wt

[0134]

组成	低固体	高固体
胶乳 (NeoCryl XK-30)	0.7	2.9
硅石	2.8	9.1
IPA	85.5	46.6
水	11.0	41.4

[0135] 该涂层制剂的表面张力为约 25dyn • cm⁻¹。

[0136] 方法

[0137] 使用上述涂布装置以 2 至 20 米每分钟的速度将薄膜涂覆到玻璃基材上。在涂层涂覆之后，将被涂基材在环境条件 (22°C 和 14–29% 的相对湿度) 下干燥至少 5 分钟。随后，将被涂基材在 450°C 的烘箱 (由 Nabertherm 制造的 N500/65HA) 中热固化 1 小时。由室温至 450°C 的温度升高过程花费约 1 小时，冷却至 70°C 花费至少 4 小时。该固化过程将硅石涂布的胶乳纳米颗粒转换成中空的硅石纳米颗粒，其中胶乳核在固化过程期间热降解。

[0138] 研究了如下与涂层品质 (通过反射率下降和可视外观来确定) 相关的涂布参数。

[0139] ● 湿膜厚度

[0140] ● 涂布间隙与湿膜厚度之比

[0141] ● 涂布速度

[0142] 然而，实验条件中的一些导致不稳定的涂层弯月面。对于这些实验条件，对狭缝模具形成真空上游从而实现稳定的涂层弯月面。对于这些实验，特别涉及真空辅助的使用。所有其他实验在没有真空辅助的条件下进行。测试重复两次。涂布操作在 22°C 的室温和 15–29% 的相对湿度下进行。

[0143] 结果

[0144] 实施例 1

[0145] 表 3a&3b 中的实验结果表明，可采用非常稀的涂层制剂实现利用 200 微米或更大的涂布间隙生产的均匀涂层。在 200 微米或更大的涂布间隙下，固含量优选低于 1.5% (w/w)。

[0146] 所有涂层在 8m/min 的涂布速度下制备。

[0147] 在涂布间隙 / 湿膜厚度之比 > 15 的实验 (对比实验 C、F、G、I、J、K、L) 中，得到不稳定的涂料液珠 (弯月面)，从而导致涂层厚度非常不均匀或甚至导致涂层中出现未涂布的区域。真空辅助 (至 -40mbar) 的使用不能抑制这种现象。

[0148] 令人惊讶地，涂布间隙 / 湿膜厚度之比的范围远远大于文献所报道的。例如，美国专利 5925432 记载了，这个比值应当为约 1–3 并且不应超过比值 5 (第 8 页第 31 行)。

[0149] 表 3a&3b 还表明了，在本发明范围内的涂布间隙 / 湿膜厚度之比导致涂层具有良好的涂布均匀性。对于所有实验来说，涂层厚度公差的 95% 概率区间 ($2 \times$ 标准偏差或 2σ) 在 4 至 18nm 的范围内。随着涂布间隙 / 湿膜厚度之比增大超过 15，涂层厚度的差异由于涂层涂覆工艺期间的弯月面不稳定而剧烈增大。

[0150] 我们已经观察到，非常低的固含量 (0.3% 固体，对比实验 H 和 M) 导致不太均匀的涂层。此外，非常低的固含量导致在涂层那侧的不可接受水平的蒸发效果 (条痕)。这些条痕可能是由 marangoni 效应引起的 (由于醇的蒸发比水要快而引起表面张力的局部差异)。厚湿膜 (> 100 微米) 的干燥要花费 5 分钟以上，这对于生产效率具有不利影响，并且引起涂层的蒸发效果不太好 (条痕) 以及均匀性不佳。

[0151] 另一方面，高固含量 (> 10%) 导致模具开口阻塞 / 堵塞，从而导致在基材上的涂层流 (弯月面断线)。高固含量的另一个缺点是湿膜厚度必需很薄 (< 5 微米)。与薄湿膜厚度相关，涂布间隙需要减小至 < 50 微米以获得稳定的涂层弯月面。< 50 微米的涂布间隙不太好，因为发现玻璃基材的厚度 / 平度差异为 25–40 微米 (对于 820×600mm 的 2mm 厚浮法玻璃片)。对于具有较大厚度差异或扭曲 (warpage) 的较大玻璃板而言，需要较大的涂布间隙。

[0152] 所有涂层沿着被涂长度显示非常恒定的涂层厚度。这已在目测和光谱评估中得到证实了。作为实例，实验 9（三角形参照点）和实验 10（方形参照点）的光谱测量结果示于图 2 中。在 500mm 的被涂距离上没有可见的涂层厚度的上升或下降趋势。这表明，采用本发明的涂布方法获得涂层厚度不具有有效梯度（例如小于 10nm、优选小于 5nm 每米被涂长度）是可行的。

[0153]

表 3a

Exp. #	固含量 [% w/w]	涂布间隙 [μm]	湿膜厚度 [μm]	涂布间隙/ 湿膜厚度	真空辅助	平均厚度 涂层厚度	2σ涂层方差 (nm)	目测
A	<u>12.0</u>	30	<u>3.8</u>	8.0	直至所测试的-15mbar	不稳定的弯月面	失败	
B	8.0	30	<u>3.8</u>	8.0	直至所测试的-41mbar	不稳定的弯月面	失败	
C	<u>12.0</u>	50	<u>2.5</u>	<u>20.0</u>	无	不稳定的弯月面	失败	
D	5.0	50	<u>7.8</u>	6.4	无	118	14	失败
1	5.0	50	8.4	5.9	-4mbar	126	11	失败
2	5.0	50	11.3	4.4	无	121	11	通过
3	3.2	50	12.5	4.0	无	143	6	通过
4	2.1	50	18.8	2.7	无	138	7	通过
5	1.6	50	25.0	2.0	无	137	5	通过
6	1.1	50	35.0	1.4	无	126	12	通过
E	5.0	100	<u>7.2</u>	13.9	-3mbar	不稳定的弯月面	失败	
7	5.0	100	8.4	11.9	-3mbar	126	11	通过
8	3.2	100	12.5	8.0	无	141	8	通过
9	2.1	100	18.8	5.3	无	137	4	通过
10	1.6	100	25.0	4.0	无	138	8	通过
11	1.1	100	35.0	2.9	无	116	16	通过

[0154]

表 3b

Exp. #	固含量 [% w/w]	涂布间隙 [μm]	湿膜厚度 [μm]	涂布间隙/ 湿膜厚度	真空辅助	平均厚度	2σ 涂层方差 (nm)	目测
F	3.2	200	12.5	<u>16.0</u>	无	不稳定的弯月面	失败	
G	3.2	200	12.5	<u>16.0</u>	直至所测试的-40mbar	不稳定的弯月面	失败	
12	2.1	200	18.8	10.7	无	138	6	通过
13	1.6	200	25.0	8.0	无	138	8	通过
14	1.1	200	35.0	5.7	无	120	6	通过
H	0.3	200	<u>131.3</u>	1.5	无	128	44	失败
I	2.1	300	17.5	<u>17.1</u>	无	不稳定的弯月面	失败	
J	2.1	300	17.5	<u>17.1</u>	-5 mbar	不稳定的弯月面	失败	
K	2.1	300	17.5	<u>17.1</u>	-10 mbar	不稳定的弯月面	失败	
L	2.1	300	17.5	<u>17.1</u>	-14 mbar	不稳定的弯月面	失败	
15	1.6	300	21.3	14.1	无	127	8	通过
16	1.1	300	32.5	9.2	无	112	18	通过
M	0.3	500	<u>131.3</u>	3.8	无	117	40	失败

[0155] 实施例 2

[0156] 这个实施例表明,与未被涂布的相同类型的玻璃相比,被涂层的反射率下降。在表

4所表示的涂布实验中,测定了425至675nm波长范围内的平均反射率,并且表示在表4中。(在玻璃被涂侧425-675nm之间的反射率的平均下降率)。

[0157] 表4表明,在被涂层上所获得的反射率的下降率介于46.5%和76.9%之间,其中较大的反射下降率与较低的固体含量相关联。未被涂布的玻璃的各个侧面反射4.9%的425-675nm之间的光线(所测定的总反射率9.8%的一半)。仅被涂侧的反射率通过如下计算:减去未被涂布侧的4.9%的反射率。已经观察到,被涂侧的反射率已经下降到2.3%至3.8%。预计,太阳能电池的透光率以及由此的功率输出效率,与含有传统玻璃的太阳能电池相比,增加类似百分比(2-4%)。

[0158] 表4

[0159]

实验	制剂描述	平均反射率 425-675 nm [%]	仅被涂侧的反射率 425-675 nm [%]	被涂侧 425-675 nm 的反射率下降率[%]
参照	未涂玻璃	9.8	-	-
22	3.2%固体	7.5	2.6	46.5
23	2.1%固体	6.8	1.9	60.8
24	1.6%固体	6.9	2.0	58.9
25	1.1%固体	6.4	1.5	70.0
26	3.2%固体	7.5	2.6	47.0
27	2.1%固体	6.8	1.9	60.3
28	1.6%固体	7.1	2.2	55.2
29	1.1%固体	6.0	1.1	76.7
30	2.1%固体	6.9	2.0	58.5
31	1.6%固体	7.1	2.2	54.4
32	1.1%固体	6.0	1.2	76.3
33	1.1%固体	6.0	1.1	76.9

[0160] 实施例3

[0161] 在这个实施例中,研究了在被涂长度上涂层厚度差异以及潜在的涂层厚度梯度与玻璃被涂侧的反射率的关系。

[0162] 表5表明了,涂层厚度与这个涂布方法的涂布速度无关,这与其他涂布技术(即浸涂)相反。此外,对于所研究的涂布速度(2-20m/min)而言,未观察到涂层梯度,而涂层梯度是浸涂技术所固有的性质缺陷。

[0163]

表 5

Exp #.	固含量 [% w/w]	涂布间隙 [μm]	湿膜厚度 [μm]	涂布间隙/ 湿膜厚度 比	涂布速度 [m/min]	平均 反射率 最小值 [%]	反射率 最小值的 25 [%]	平均层 厚度 [nm]	涂层厚度 2x STDDEV [nm]	目测
17	2.1	100	17.5	5.7	2	1.01	0.20	131	8	通过
18	2.1	100	17.5	5.7	5	0.87	0.12	124	10	通过
19	2.1	100	17.5	5.7	8	0.44	0.22	137	5	通过
20	2.1	100	17.5	5.7	10	0.26	0.13	127	6	通过
21	2.1	100	17.5	5.7	20	0.84	0.19	130	11	通过

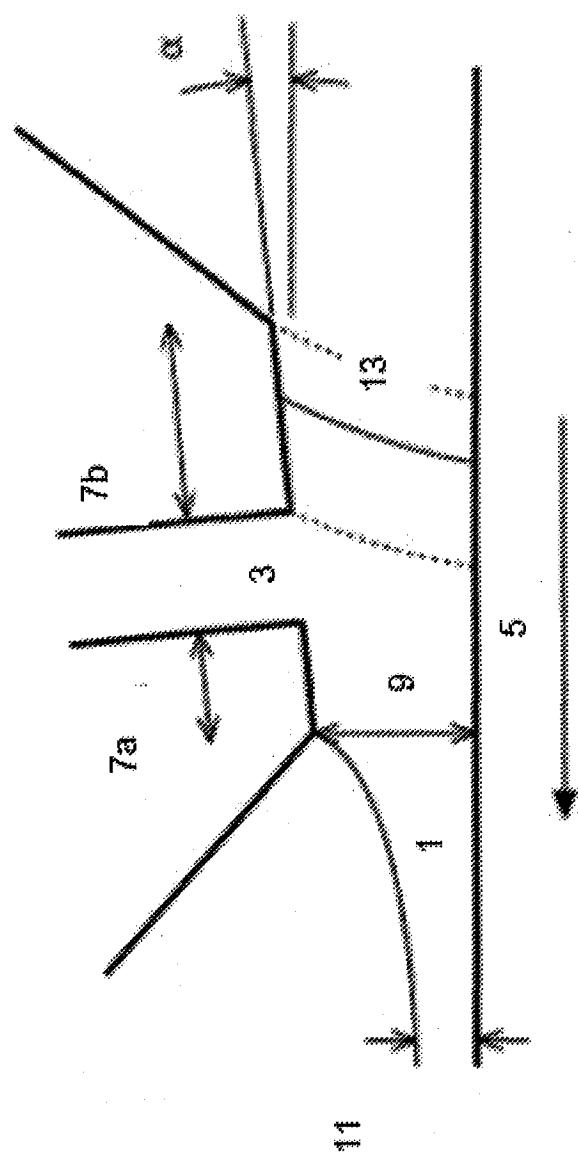


图 1

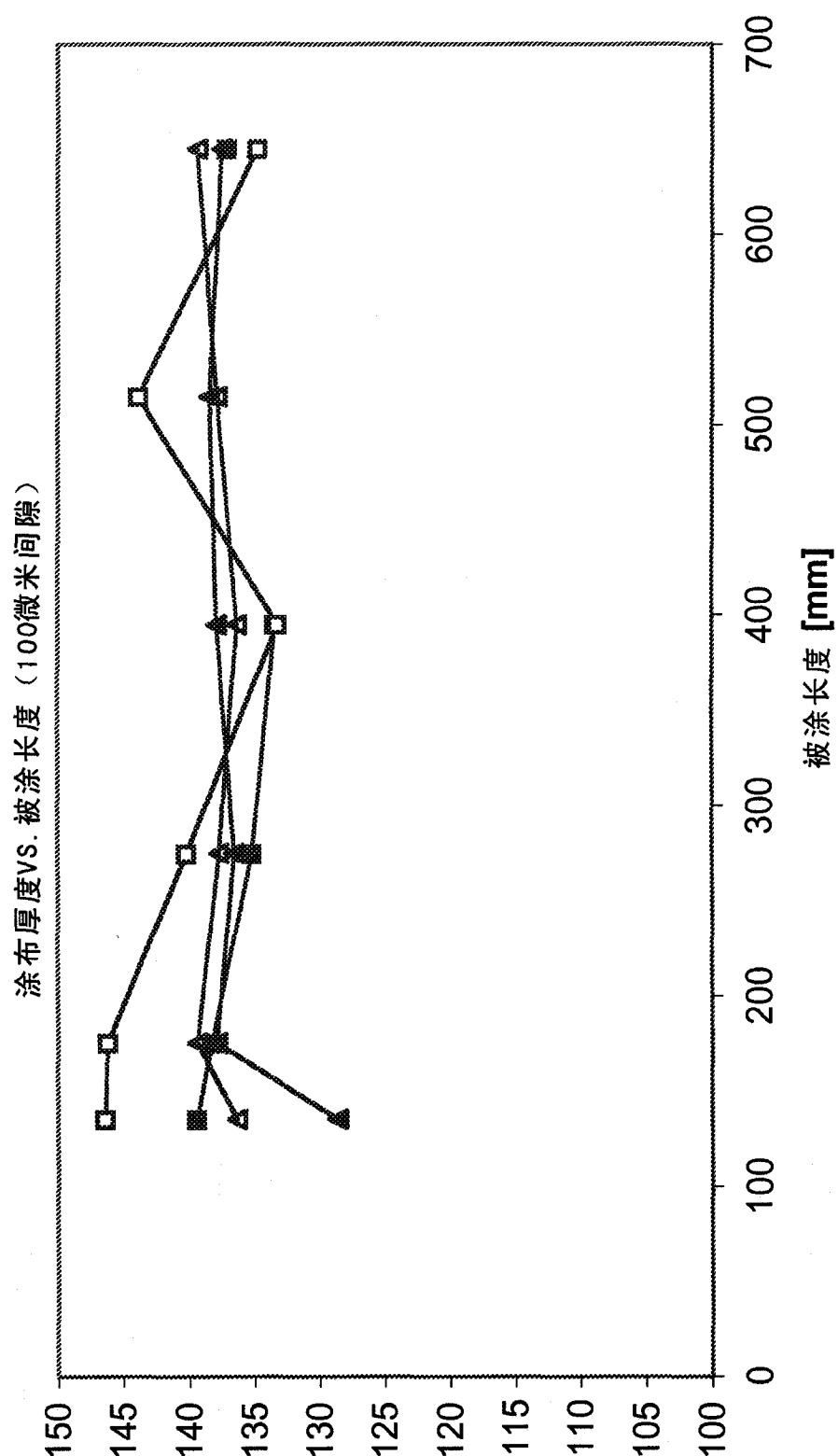


图 2