(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 110832116 B
(45)授权公告日 2023.01.13

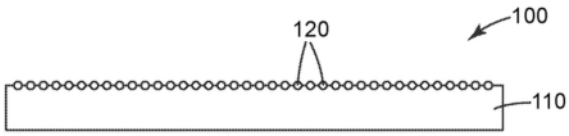
(21)申请号 201880042667.4
(22)申请日 2018.06.27
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110832116 A
(43)申请公布日 2020.02.21
(30)优先权数据
62/526,720 2017.06.29 US
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2019.12.25
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2018/054772 2018.06.27
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2019/003153 EN 2019.01.03
(73)专利权人 3M创新有限公司
地址 美国明尼苏达州
(72)发明人 M·A·克赖顿 M·A·普里奥洛 J·A·格特舍尔 T·J·科贝 O·S·约德姆 B·R·库塞 E·A·范德雷
(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所 11256
专利代理师 李勇 吕小羽
(51)Int.Cl.
C23C 24/02(2006.01)
B05D 1/28(2006.01)
(56)对比文件
TW 200301319 A,2003.07.01
JP 2002069607 A,2002.03.08
GB 0523280 D0,2005.12.21
审查员 刘莉
权利要求书1页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

制品及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种方法，该方法包括将设置在可热软化的膜上的颗粒涂层暴露于经调制的电磁辐射源。该颗粒涂层包含不同的颗粒，所述颗粒彼此不共价键合，并且不保留在除了可热软化的膜之外的粘结剂材料中。还公开了通过该方法制备的制品。



CN 110832116 B

1.一种制备制品的方法,所述方法包括将设置在可热软化的膜上的颗粒涂层暴露于经调制的电磁辐射源,其中所述经调制的电磁辐射源包括闪光灯,其中所述颗粒涂层背离所述经调制的电磁辐射源,并且其中所述颗粒涂层包含松散结合的不同颗粒,所述颗粒彼此不共价键合,并且不保留在除了所述可热软化的膜之外的粘结剂材料中;并且其中所述经调制的电磁辐射源不引起所述可热软化的膜的烧蚀、过度降解或挥发。

2.根据权利要求1所述的方法,其中所述颗粒涂层包含石墨或六方氮化硼中的至少一种。

3.根据权利要求1所述的方法,其中所述颗粒涂层包含至少98重量%的石墨。

4.根据权利要求1所述的方法,其中所述颗粒涂层包括粉末摩擦涂层。

5.根据权利要求1所述的方法,其中所述颗粒涂层根据预先确定的图案暴露于脉冲电磁辐射。

制品及其制备方法

技术领域

[0001] 本公开广义地涉及用于改善颗粒涂层在可热软化的膜上的耐久性的方法,以及可由此制备的制品。

背景技术

[0002] 基底上的某些颗粒(例如石墨)的涂层可通过抵靠诸如例如热塑性膜的基底摩擦包含颗粒的粉末而形成。此类粉末涂层在本文中将称为“粉末摩擦涂层”。粉末摩擦涂层的示例及其形成方法包括公开于美国专利6,511,701 B1(Divigalpitiya等人)中的那些。然而,此类膜通常易于通过诸如用溶剂研磨和/或冲洗的方法来损坏。

发明内容

[0003] 在第一方面,本公开提供了一种方法,该方法包括将设置于可热软化的膜上的颗粒涂层暴露于经调制的电磁辐射源(例如,闪光灯),其中该颗粒涂层包含松散结合的不同颗粒,所述颗粒彼此不共价键合,并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中。

[0004] 通过这种技术,粉末涂层的耐久性得到改善,而替代的加热方法易于损坏(例如翘曲)可热软化的膜。

[0005] 因此,在第二方面,本公开提供了根据本公开的第一方面的方法所制备的制品。

[0006] 在第三方面,本公开提供了一种制品,该制品包括其上设置有颗粒涂层的可热软化的膜,其中该颗粒涂层包含不同的颗粒,所述颗粒彼此不共价键合,并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中,并且其中颗粒涂层的对应于预先确定的图案的至少一部分具有比颗粒涂层的未设置在预先确定的图案内的至少一部分更大的对可见光的透射率。

[0007] 在第四方面,本公开提供了一种制品,该制品包括其上设置有颗粒涂层的可热软化的膜,其中该颗粒涂层包含不同的颗粒,所述颗粒彼此不化学键合,并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中,并且其中在根据ASTM D6279-15“用于高光泽涂层的摩擦研磨耐磨性的标准测试方法(Standard Test Method for Rub Abrasion Mar Resistance of High Gloss Coatings)”研磨颗粒涂层之后,透射率的变化为最多60%,其中利用浸泡于异丙醇中持续三秒的两英寸正方形摩擦掉色测定器布提供25mm摩擦元件。

[0008] 如本文所用:

[0009] 术语“可见光”是指具有400纳米(nm)至700纳米(nm)波长的电磁辐射。

[0010] 术语“粉末”是指微小颗粒的自由流动的集合。

[0011] 术语“脉冲电磁辐射”是指被调制成为具有增加的强度的一系列离散尖峰的电磁辐射。尖峰可相对于可忽略或为零的电磁辐射的背景水平,或者该背景水平可处于更高的水平,该更高的水平对增加颗粒涂层中颗粒对膜的粘附力基本上无效。

[0012] 术语“可热软化的”是指加热时可软化。

[0013] 术语“颗粒涂层”是指可自由流动或不可自由流动的微小颗粒的涂层。

[0014] 在考虑具体实施方式以及所附权利要求书时，将进一步理解本公开的特征和优点。

附图说明

[0015] 图1为根据本公开的示例性制品100的放大示意性侧视图。

[0016] 图2为实施例9(EX-9)中所用的掩模的数字照片。

[0017] 图3为EX-9中经闪光灯处理的石墨涂覆的膜的数字照片。

[0018] 图4为在用溶剂浸泡的擦拭物研磨之后，EX-9中经闪光灯处理的石墨涂覆的膜的数字照片。

[0019] 应当理解，本领域的技术人员可以设计出许多落入本公开原理的范围内及符合本公开原理的实质的其它修改形式和实施方案。

具体实施方式

[0020] 有利的是，本公开提供了一种使用通过暴露于经调制的电磁辐射源的瞬时加热来增强可热软化的膜上的颗粒涂层(例如，对溶剂研磨)的耐久性的简易方法。

[0021] 现在参见图1，示例性制品100包括其上设置有颗粒涂层120的可热软化的(例如，热塑性)膜110。该颗粒涂层包含不同的颗粒，所述颗粒彼此不共价键合并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中。

[0022] 可通过多种已知方法制备可热软化的膜上的颗粒涂层，该方法包括例如暴露于雾化颗粒云、与粉末床接触、用溶剂基粉末分散型涂料涂覆然后蒸发溶剂、以及/或者使用摩擦方法的粉末的摩擦粘合(抵靠基底摩擦干燥颗粒以形成粉末摩擦的涂层)。摩擦粘合方法的示例可见于美国专利6,511,701 B1(Divigalpitiya等人)、6,025,014(Stango)和4,741,918(Nagybaczon等人)中。其余方法对于本领域的普通技术人员而言是熟悉的。

[0023] 可用的粉末包括能够吸收脉冲电磁辐射的至少一个波长，优选地对应于脉冲电磁辐射的大部分能量的微小松散结合的颗粒。合适的粉末优选地至少基本上不受电磁辐射的影响，而对其强吸收剂是稳健的。希望在不改变粉末颗粒的化学性质的情况下使光(电磁辐射)最大化至热转化产率。

[0024] 合适的粉末包括包含以下物质的粉末：石墨、粘土、六方氮化硼、颜料、无机氧化物(例如，氧化铝、氧化钙、二氧化硅、二氧化铈、氧化锌或二氧化钛)、金属、有机聚合物颗粒(例如，聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯)、碳化物(例如，碳化硅)、阻燃剂(例如，三水合铝、氢氧化铝、氢氧化镁、六偏磷酸钠、有机膦酸盐和磷酸盐及其酯)、碳酸盐(例如，碳酸钙、碳酸镁、碳酸钠)、干燥生物粉末(例如，孢子、细菌)，以及它们的组合。优选地，粉末颗粒具有0.1微米至100微米、更优选地为1微米至50微米、并且更优选地为1微米至25微米的平均粒度，但这不是必须的。石墨和六方氮化硼在许多应用中是尤其优选的。

[0025] 在一些实施方案中，颗粒涂层在施加后可基本上由(即，至少98重量％、优选地至少99重量％)粉末颗粒(例如，石墨颗粒)组成，或甚至由粉末颗粒(例如，石墨颗粒)组成。

[0026] 在暴露于电磁辐射之前，该颗粒涂层包含松散结合的不同颗粒，所述颗粒彼此不共价键合，并且不保留在除了可热软化的膜本身之外的粘结剂材料中。

[0027] 该可热软化的膜可包含一种或多种可热软化的(例如，轻度交联的和/或热塑性

的)聚合物。可以适于包含在可热软化的膜中的示例性可热软化的聚合物包括聚碳酸酯、聚酯、聚酰胺、聚酰亚胺、聚氨酯、聚醚酮(PEK)、聚醚醚酮(PEEK)、聚苯硫醚、聚丙烯酸类(例如,聚甲基丙烯酸甲酯)、聚烯烃(例如,聚乙烯、聚丙烯、双轴取向的聚丙烯),以及此类树脂的组合。

[0028] 脉冲电磁辐射可来自能够生成足够的积分通量和脉冲持续时间的任何来源,以实现可热软化的膜的足够加热,从而使颗粒涂层更紧密地结合到其上。至少三种类型的来源可对此目的有效:闪光灯、激光器和快门灯。适当来源的选择将通常受所需的工艺条件(例如,线速度、线宽、光谱输出和成本)的影响。

[0029] 优选地,脉冲电磁辐射使用闪光灯生成。其中氙闪光灯和氪闪光灯是最常见的。两者均在200纳米至1000纳米的波长范围内提供宽的连续输出,然而与在300nm至750nm的波长范围内具有更多相对输出的氙闪光灯相比,氪闪光灯在750nm至900nm的波长范围内具有更高相对输出强度。一般来讲,氙闪光灯对于大多数应用是优选的,尤其是涉及石墨粉末的那些应用。许多合适的氙闪光灯和氪闪光灯可从供应商诸如马萨诸塞州沃尔瑟姆的埃赛力达科技公司(Excelitas Technologies Corp.of Waltham,Massachusetts)和德国哈瑙的贺利氏公司(Heraeus of Hanau,Germany)商购获得。

[0030] 在另一个实施方案中,脉冲电磁辐射可使用脉冲激光器生成。合适的激光器可包括例如准分子激光器(例如,XeF(351nm)、XeCl(308nm)和KrF(248nm))、固态激光器(例如,ruby(694nm))和氮激光器(337.1nm)。

[0031] 在又一个实施方案中,脉冲电磁辐射使用连续光源和快门(优选地用来减少快门的过热的旋转孔/快门)来生成。合适的光源可包括高压汞灯、氙灯和金属卤化物灯。

[0032] 为了达到最大效率,电磁辐射光谱优选地在被粉末颗粒强烈吸收的波长下最强烈,但这不是要求。同样,就反射颗粒而言,电磁辐射光谱优选地在其中粉末为反射最少的光谱区域中最强烈,但这不是要求。

[0033] 优选地,脉冲电磁辐射源能够生成具有高强度(高功率/单位面积)的高积分通量(能量密度),但这不是要求。这些条件确保吸收足够的热量以实现粉末颗粒对膜的增加的粘附力。然而,强度和积分通量的组合不应太大/高以引起可热软化的膜的烧蚀、过度降解或挥发。合适条件的选择在本领域的普通技术人员的能力范围内。

[0034] 为了使不能与粉末颗粒相互作用的可热软化的膜的内部部分的加热最小化,脉冲持续时间优选为短的;例如,小于10毫秒、小于1毫秒、小于100微秒、小于10微秒或甚至小于1微秒,但这不是要求。

[0035] 为了在连续制造工艺中实现高线速度,不仅脉冲电磁辐射应优选地是强的,而且暴露区域优选地是大的,并且脉冲重复率优选地是快的(例如,100Hz至500Hz)。

[0036] 有利地,可根据预先确定的图案(例如,参见图2)将经调制的电磁辐射引导穿过具有透射区域和非透射区域的掩模。因此,颗粒涂层的暴露区域可变得比颗粒涂层的未暴露区域对可见光更透明(参见图3)。在任选的显影步骤(例如,用溶剂浸泡的擦拭物进行轻微研磨)之后,颗粒涂层根据预先确定的图案保持在暴露区域中,同时在未暴露(即,遮挡)区域中基本上或完全移除颗粒涂层(参见图4)。

[0037] 本公开的选择实施方案

[0038] 在第一实施方案中,本公开提供了一种方法,该方法包括将设置于可热软化的膜

上的颗粒涂层暴露于经调制的电磁辐射源，其中该颗粒涂层包含松散结合的不同颗粒，该颗粒彼此不共价键合，并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中。

[0039] 在第二实施方案中，本公开提供了根据第一实施方案所述的方法，其中该颗粒涂层包含石墨或六方氮化硼中的至少一种。

[0040] 在第三实施方案中，本公开提供了根据第一或第二实施方案所述的方法，其中该颗粒涂层基本上由石墨组成。

[0041] 在第四实施方案中，本公开提供了根据第一至第三实施方案中任一项所述的方法，其中该经调制的电磁辐射源包括闪光灯。

[0042] 在第五实施方案中，本公开提供了根据第一至第三实施方案中任一项所述的方法，其中该经调制的电磁辐射源包括脉冲激光器。

[0043] 在第六实施方案中，本公开提供了根据第一至第三实施方案中任一项所述的方法，其中该颗粒涂层包括粉末摩擦涂层。

[0044] 在第七实施方案中，本公开提供了根据第一至第六实施方案中任一项所述的方法，其中将该颗粒涂层根据预先确定的图案暴露于脉冲电磁辐射。

[0045] 在第八实施方案中，本公开提供了根据第一至第七实施方案中任一项所述的方法制备的制品。

[0046] 在第九实施方案中，本公开提供了一种制品，该制品包括其上设置有颗粒涂层的可热软化的膜，其中该颗粒涂层包含不同的颗粒，该颗粒彼此不共价键合，并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中，并且其中该颗粒涂层的对应于预先确定的图案的至少一部分具有比颗粒涂层的未设置在预先确定的图案内的至少一部分更大的对可见光的透射率。

[0047] 在第十实施方案中，本公开提供了根据第九实施方案所述的制品，其中该颗粒涂层包含石墨或六方氮化硼中的至少一种。

[0048] 在第十一实施方案中，本公开提供了根据第九或第十实施方案所述的制品，其中该颗粒涂层基本上由石墨组成。

[0049] 在第十二实施方案中，本公开提供了根据第九至第十一实施方案中任一项所述的制品，其中该可热软化的膜包含聚对苯二甲酸乙二醇酯。

[0050] 在第十二实施方案中，本公开提供了根据第九至第十一实施方案中任一项所述的制品，其中该可热软化的膜包含聚对苯二甲酸乙二醇酯。

[0051] 在第十三实施方案中，本公开提供了根据第九至第十二实施方案中任一项所述的制品，其中该预先确定的图案包括电路迹线。

[0052] 在第十四实施方案中，本公开提供了根据第九至第十三实施方案中任一项所述的制品，其中该颗粒涂层的未设置在预先确定的图案内的至少一部分包括粉末摩擦涂层。

[0053] 在第十五实施方案中，本公开提供了一种制品，该制品包括其上设置有颗粒涂层的可热软化的膜，其中该颗粒涂层包含不同的颗粒，该颗粒彼此不化学键合，并且不保留在除了该可热软化的膜之外的粘结剂材料中，并且其中在根据ASTM D6279-15“用于高光泽涂层的摩擦研磨耐磨性的标准测试方法”研磨颗粒涂层之后，透射率的变化为最多60％，其中利用浸泡于异丙醇中持续三秒的两英寸正方形摩擦掉色测定器布提供25㎜摩擦元件。

[0054] 在第十六实施方案中，本公开提供了根据第十五实施方案所述的制品，其中该颗

粒涂层包括粉末摩擦涂层。

[0055] 在第十七实施方案中，本公开提供了根据第十五或第十六实施方案所述的制品，其中该颗粒涂层的对应于预先确定的图案的至少一部分具有比颗粒涂层的未设置在预先确定的图案内的至少一部分更大的对可见光的透射率。

[0056] 通过以下非限制性实施例，进一步示出了本公开的目的和优点，但在这些实施例中引用的具体材料及其量以及其它条件和细节不应视为对本公开的不当限制。

[0057] 实施例

[0058] 除非另有说明，否则实施例及本说明书的其余的部分中的所有份数、百分比、比等均以重量计。用于实施例中的所有试剂均获自或购自一般化学品供应商，例如密苏里州圣路易斯的西格玛-奥德里奇公司(Sigma-Aldrich Company,Saint Louis,Missouri)，或者可通过常规方法合成。

[0059] 实施例中使用的材料

[0060]

名称	描述
Melinex PET	聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)膜，125 微米厚，玻璃化转变温度(T_g)为 76 ℃，以 MELINEX ST505 聚酯膜获自弗吉尼亚州切斯特的杜邦帝人膜公司(DuPont Tejin Films, Chester Virginia)
Bare PET	PET 膜，2-mil，（51 微米）厚度
MICRO 850	石墨粉末，3 微米至 5 微米粒度，13m^2/g 表面积，0.088ohm·cm 电阻率，以 MICRO850 石墨获自宾夕法尼亚州基坦宁的阿什伯里石墨研磨公司(Ashbury Graphite Mills, Inc., Kittanning, Pennsylvania)
异丙醇(IPA)	溶剂，获自威斯康星州密尔沃基的奥德里奇化学公司(Aldrich Chemical Company Milwaukee, Wisconsin)

[0061] 用于将石墨涂覆于基底上的一般方法

[0062] 为了制备下文所述的实施例和比较例，将石墨涂层施加到PET膜上，方法是将少量的MICRO850置于PET膜上。然后使用配备有羊毛抛光帽的WEN 10PMC 10英寸(25.8-cm)随机轨道涂蜡机/抛光器(伊利诺斯州埃尔金的WEN产品公司(WEN Products,Elgin,Illinois))抵靠该膜摩擦石墨。通过使用四点探针和/或透光率测量表面电阻率，来测定沉积在PET膜上的石墨涂层的相对量。

[0063] 对于实施例EX-1至EX-12和比较例CEX-A至CEX-C，使用得自德国韦泽尔的BYK添加剂和仪器公司(BYK Additives and Instruments,Wesel,Germany)的HAZE-GARD PLUS雾度计来测量可见光透射率。

[0064] 对于实施例EX-6至EX-8，使用得自俄亥俄州托莱多的EDTM公司(EDTM,Inc,Toledo,Ohio)的RC2175 R-CHEK表面电阻率计来测量表面电阻率。

[0065] 对于比较例CEX-D至CEX-L，使用得自佛罗里达州但尼丁的海洋光学公司(Ocean Optics,Dunedin,Florida)的Flame-T-XR1-ES分光光度计来测量透光率。将这些透射率测量值记录在325nm至1000nm的波长范围内并取平均值。

[0066] 如果期望较厚的涂层，则施加更多的石墨，并且重复涂覆步骤。

[0067] 用于测定耐久性的一般方法

[0068] 测试根据下文所述的实施例和比较例制备的样品的耐久性(涂层的恢复力)。

[0069] 使用得自纽约州北托纳旺达的泰伯工业公司(Taber Industries,North Tonawanda,New York)的5750型线性研磨机来评估石墨涂覆的膜样本的耐久性。对于CEX-

A、CEX-B、EX-1至EX-9和CEX-D至CEX-L，将线性研磨机上的25mm平头用得自金百利克拉克(Kimberly-Clark)并用异丙醇饱和的L40 WYPALL通用擦拭物覆盖。然后使用5750线性研磨机使膜经受60次循环/分钟的研磨持续总共一分钟，其中在头部上的总质量载荷为350g。根据ASTM D6279-15“用于高光泽涂层的摩擦研磨耐磨性的标准测试方法”(宾夕法尼亚州West Conshocken的ASTM国际公司(ASTM International，West Conshocken，Pennsylvania))，评估了CEX-C和EX10至EX12的耐久性，其中利用浸泡于异丙醇中持续三秒的两英寸(5.1cm)正方形摩擦掉色测定器布提供25mm摩擦元件。摩擦掉色测定器布购自宾夕法尼亚州West Pittson的Testfabrics公司(Testfabrics，Inc.West Pittson，Pennsylvania)。摩擦掉色测定器布符合ASTM D3690-02(2009)“用于乙烯基涂覆和氨基甲酸酯涂覆的室内装饰织物-室内的标准性能规范(Standard Performance Specification for Vinyl-Coated and Urethane-Coated Upholstery Fabrics—Indoor)”的规范。在耐久性测试之前和之后测量石墨涂覆的膜样本的透射率。所有透射率测量值均表示至少3次测量的平均值。

[0070] 所有报告的透射率的变化百分比均由以下公式计算：

[0071] $$\Delta T(\%) = \frac{T_C - T_{研磨}}{T_C - T_{膜}} x100$$

[0072] 其中$T_{膜}$为下面的聚合物膜的透射率，T_C为在已施加涂覆和处理之后的同一膜的透射率，并且$T_{研磨}$为在经受所需次数的研磨循环之后的涂层的透射率。膜的透射率值通常为约92±5％，这取决于所用基底的质量。较小的透射率的变化(ΔT，％)指示原始膜上的碳的总份数的较高保留。

[0073] 实施例EX-1至EX-12和比较例CEX-A至CEX-C

[0074] CEX-A至CEX-C和EX-1至EX-12通过使如上文所述制备的石墨涂覆的PET基底膜经受强脉冲光(IPL)照射来制备。在IPL的所有情况下，所使用的来源为SINTERON S-2100 Xe闪光灯，其配备有得自马萨诸塞州威明顿的氙气公司(Xenon Corporation，Wilmington，Massachusetts)的C型灯泡。

[0075] 对于CEX-A和EX-1，基底为Bare PET。将EX-1置于闪光灯下，其中石墨涂覆的表面朝上，并且以1Hz的脉冲速率和0.4J/cm^2的能量密度处理十次。

[0076] CEX-B按照与CEX-A相同的方式制备，不同的是基底为Melinex PET。

[0077] EX-2按照与EX-1相同的方式制备，不同的是基底为Melinex PET，并且以1Hz的脉冲速率和0.3J/cm^2的能量密度处理5次。

[0078] EX-3和EX-4按照与EX-2相同的方式制备，不同的是以1Hz的脉冲速率以及0.5J/cm^2(EX-3)和1.0J/cm^2(EX-4)的能量密度处理该膜1次。

[0079] EX-5的制备类似于EX-4，不同的是将膜翻转，使得石墨涂覆的表面背离闪光灯灯泡。

[0080] 下表1报告了IPL对Bare PET和Melinex PET的影响。

[0081] 表1

[0082]

实施例	IPL脉冲	能量密度/脉冲，J/cm^2	ΔT，％
CEX-A	0	0	100.0
EX-1	10	0.4	13.3

CEX-B	0	0	98.3
EX-2	5	0.3	29.9
EX-3	1	0.5	20.9
EX-4	1	1.0	10.5
EX-5	1	1.0	5.4

[0083] EX-6至EX-8通过用不同量的石墨涂覆三个单独的Bare PET片材来制备，以获得对于每个实施例的不同表面电阻率值。将EX-6至EX-8置于闪光灯下，其中石墨涂覆的表面朝上，并且以1Hz的脉冲速率和0.4J/cm^2的能量密度处理十次。下表2以％为单位报告了透射率的变化ΔT。

[0084] 表2

[0085]

实施例	初始表面电阻率，Ω/平方	ΔT，%
EX-6	250	14.5
EX-7	564	22.3
EX-8	975	23.4

[0086] 对于EX-9，涂覆有石墨的基底为Bare PET。在暴露于IPL之前，铬/玻璃图案化光掩模(图2中所示)位于闪光灯与石墨之间。与掩模直接相邻的区域表示为未掩蔽区域，而位于掩模下方的区域被屏蔽以避免经受IPL并且被表示为掩蔽区域。另外，光掩模包括具有近似约250微米的宽度或具有近似约500微米的宽度的铬层中的线性形状开口。这展示了这些涂层被图案化的能力，其中掩模的开口部分代表用于改善颗粒保留的所需图案。表3报告了IPL对掩蔽的和未掩蔽的(图案化的)石墨涂覆的PET的颗粒保留的影响。

[0087] 图3示出了所得图案，其具有位于开口下方的部分和掩蔽部分。图4示出了在经受如上所述的研磨之后的所得图案，其中位于开口下方的部分保持涂覆有碳并且掩蔽部分由于研磨而缺乏碳。

[0088] 表3

[0089]

EX-9	ΔT，%
掩蔽	99.3
未掩蔽	15.0

[0090] 对于CEX-C至EX-10而言，基底为Bare PET。将EX-10置于闪光灯下方，其中石墨涂覆的表面朝上，并且以1Hz的脉冲速率和0.4J/cm^2的能量密度处理十次。

[0091] EX-11以与EX-10相同的方式制备，不同的是用不同量的石墨涂覆该膜以获得比EX-10更高的表面电阻率值。

[0092] EX-12以与EX-10相同的方式制备，不同的是基底为Melinex PET，并且以1Hz的脉冲速率和0.3J/cm^2的能量密度处理5次。

[0093] 下表4以％为单位报告透射率的变化ΔT。

[0094] 表4

[0095]

实施例	IPL脉冲	能量密度/脉冲，J/cm^2	ΔT，%
CEX-C	0	0	79.4
EX-10	10	0.4	5.9

EX-11	10	0.4	11.1
EX-12	5	0.3	8.2

[0096] 比较例CEX-D至CEX-L

[0097] 对于CEX-D至CEX-L,如上文所述用石墨涂覆若干个Bare PET片材,并使其经受几种不同的方法以诱导颗粒保留。

[0098] 对于CEX-D至CEX-F,由温控热枪(司登利电子热枪,型号HL 2010E,3482型,得自明尼苏达州布卢明顿的司登利美国公司(Steinel America Inc.,Bloomington,Minnesota))使石墨涂覆的Bare PET膜经受吹热。在热枪设置在II级的情况下,喷嘴的一端位于膜表面上方并垂直于膜表面2英寸(约5cm),该膜表面在每一端处用胶带固定到台式机,并且将热量施加到膜持续给定量的时间。

[0099] 对于CEX-G至CEX-J,使用电子束系统(得自马萨诸塞州威明顿的能源科学公司(Energy Sciences,Inc.,Wilmington,Massachusetts)的型号CB-300电子束系统)来实施,使石墨涂覆的Bare PET膜经受电子束照射。将涂覆的PET样本胶粘在移动的PET幅材上,并且在110keV的电压下通过电子束处理器传送。改变施加到阴极的幅材速度和电子束电流以确保递送目标剂量。

[0100] 对于CEX-K至CEX-L,使用实验室拉伸机(得自德国锡格斯多夫的Brückner Maschinenbau公司(Brückner Maschinenbau GmbH&Co.KG,Siegsdorf,Germany)的Brückner Maschinenbau,型号Karo IV双轴拉伸机)使石墨涂覆的Bare PET膜经受双轴应变。将机器的烘箱设置为150℃,并且将样品置于烘箱中持续5分钟,然后以1%/秒的恒定速率进行双轴拉伸。

[0101] 表5至表7总结了热枪(表5)、电子束(表6)和双轴拉伸(表7)暴露对颗粒保留的影响(ΔT,%,平均归一化的透射率的变化)。对于热枪,还施加了大于232℃的输出和/或持续长于10分钟的输出,但发现这导致两种情况:聚合物的过度热降解或用于制造的不现实的处理条件。对于双轴拉伸,还施加了大于5%的拉伸,但发现这导致了造成膜断裂的聚合物的过度张力。

[0102] 表5

[0103]

实施例	温度,℃	持续时间,分钟	ΔT,%
CEX-D	232	1	90.4
CEX-E	232	5	89.1
CEX-F	232	10	81.3

[0104] 表6

[0105]

实施例	剂量,MRad	ΔT,%
CEX-G	2.5	90.0
CEX-H	5	88.9
CEX-I	10	91.3
CEX-J	20	90.4

[0106] 表7

[0107]

实施例	温度,℃	%拉伸	ΔT,%

CEX-K	150	0	92
CEX-L	150	5	93.8

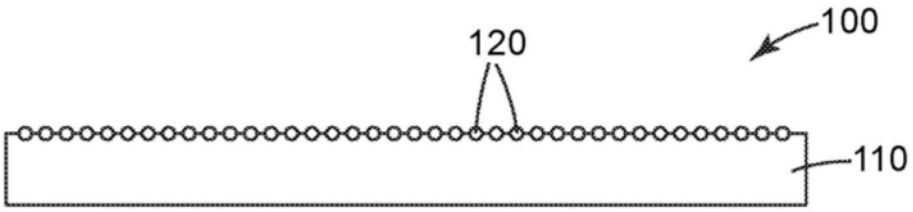


图1

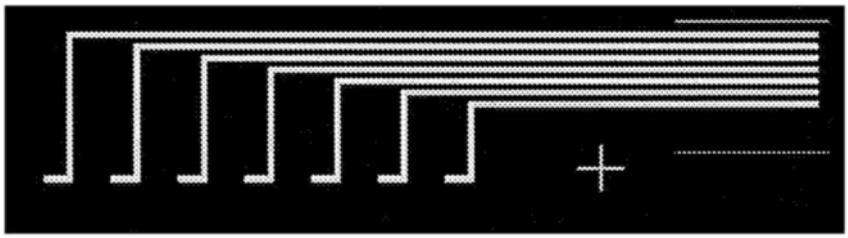


图2

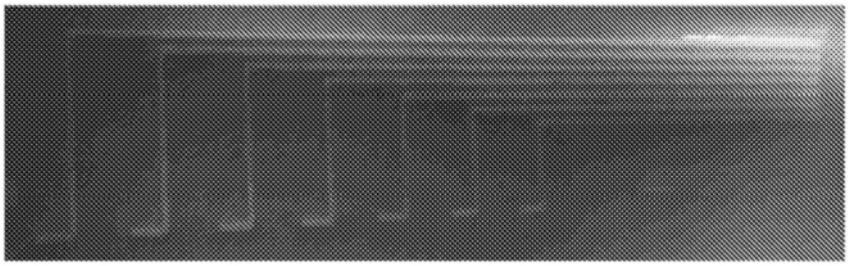


图3

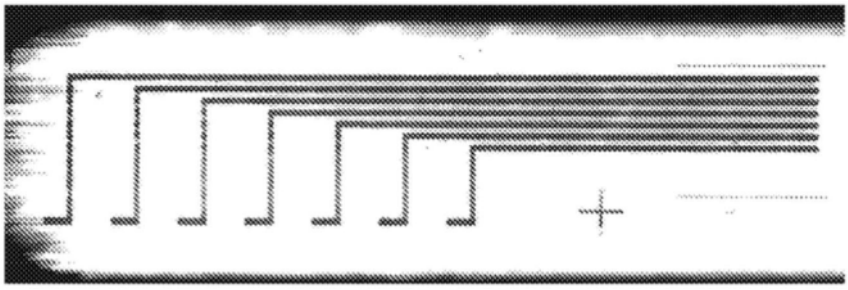


图4