



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103570248 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 06

(21) 申请号 201210254006. 2

EP 1018657 A1, 2000. 07. 12,

(22) 申请日 2012. 07. 20

CN 1274428 A, 2000. 11. 22,

JP 平 4-119943 A, 1992. 04. 21,

(73) 专利权人 中国科学院理化技术研究所

地址 100190 北京市海淀区中关村东路 29 号

许利刚等. 层层自组装结合后处理制备耐磨超亲水增透纳米粒子涂层. 《化学学报》. 2011, 第 69 卷 (第 22 期), 第 2648-2652 页.

(72) 发明人 贺军辉 姚琳

审查员 陈志君

(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 15/00(2006. 01)

C03C 21/00(2006. 01)

C03B 25/00(2006. 01)

(56) 对比文件

US 5763340 A, 1998. 06. 09,

权利要求书1页 说明书12页 附图9页

(54) 发明名称

增透的防雾玻璃及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及增透的防雾玻璃及其制备方法。本发明的增透的防雾玻璃的制备方法是在恒温酸性气氛中,对各种组分的玻璃片进行有效的刻蚀,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层,以降低玻璃片表面的折射率,达到减反增透的效果,使玻璃片的透光率能从原来的 91% 提高到 99%,所述向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通;然后进行氧等离子体处理和退火处理,从而制备出本发明的增透的防雾玻璃;所述增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的平滑性。本发明的增透的防雾玻璃的表面与水的接触角为 5° ~ 6°,从而可以有效降低水在玻璃表面的张力,使水迅速铺展在玻璃表面并达到防雾的目的。

CN 103570248 B

1. 一种增透的防雾玻璃,其特征是:所述的增透的防雾玻璃是对增透玻璃片进行氧等离子体处理和退火处理后得到的,所述的增透玻璃片是在玻璃片的表面刻蚀有一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为40~100nm的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通;所述的增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的平滑性;

所述的增透的防雾玻璃是由以下具体的制备方法得到的,所述的制备方法包括以下步骤:

(1) 将浓度为0.75mol/L~1.75mol/L的氟硅酸水溶液置于反应容器中,所述的氟硅酸水溶液的体积与反应容器的容积比值为0.04~0.08,然后将清洗干净的玻璃片水平悬于反应容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上反应容器的盖子;将盖上盖子的反应容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,将水热釜放入恒温箱中,在温度为5~20℃下对玻璃片进行刻蚀18~48小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通;刻蚀结束后取出玻璃片,得到增透玻璃片;

(2) 将步骤(1)得到的增透玻璃片置于氧等离子体清洗器中,在400~700V的电压下清洗所述的增透玻璃片,氧气的流量为800~1000mL/min;

(3) 将步骤(2)经氧等离子体处理后得到的增透玻璃片置于马弗炉中,于700℃~720℃下煅烧100~150秒进行退火处理,得到增透的防雾玻璃;所得增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的良好的平滑性。

2. 根据权利要求1所述的增透的防雾玻璃,其特征是:所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为35°~45°。

3. 根据权利要求1所述的增透的防雾玻璃,其特征是:所述的增透的防雾玻璃的表面与水的接触角为5°~6°。

4. 根据权利要求1所述的增透的防雾玻璃,其特征是:步骤(2)所述的清洗的时间为5~8分钟。

增透的防雾玻璃及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料制备技术领域,特别涉及增透的防雾玻璃及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着石化能源的日趋紧张,全球对能源开发的日趋重视,各种新型清洁能源吸引了各国科学家的目光。太阳能是人类取之不尽,用之不竭的可再生能源,太阳能发电成为近些年来研究热点,有望成为未来电力供应的主要支柱。但太阳能电池面临两个关键问题:一是如何提高光电转换效率,二是如何降低太阳能电池大规模应用的成本。近年,科学家经研究发现,在太阳能电池板表面覆盖一层减反射膜,可以减少太阳光反射,增加全光谱的透过,提高太阳能板对太阳光谱的吸收效率,提高短路光电流,从而最大限度的利用光能是提高其光电转换效率的有效方法。随着这些太阳能电池的大面积应用,人们迫切需要研究出一种优异的减反射涂层,能够提高太阳能电池效率。

[0003] 减反射膜在太阳能电池中有着十分重要的作用,包括两个部分:一是玻璃基板上涂覆减反射膜,二是在硅板上涂覆减反射膜。以硅板为例,光在硅表面的反射使光损失高达三分之一,如果在硅表面有一层合适的减反射薄膜,利用薄膜干涉的原理可以使光的反射大为减少,从而达到提高其光电转换效率的目的。单晶硅高效电池的典型代表是斯坦福大学的背面点接触电池、新南威尔士大学的钝化发射区电池(PERL)以及德国 Fraunhofer 太阳能研究所的局域化背场电池等。倒金字塔技术、双层减反射膜技术以及陷光理论的完善是高效太阳能硅电池发展的主要原因。同样,普通玻璃基板的光透光率为90%左右,涂覆减反射膜后可以更加有效的利用各个波长的太阳光。

[0004] 国内研究较多的是无机单层减反膜,如 SiN、SiO₂、Ta₂O₅、TiO₂、Al₂O₃等;国外采用双层减反膜如 MgF₂、ZnS、ZrO₂、TiO₂等有很好的效果。用有机高分子材料作为减反膜,国外已有一些研究性报导,但其光电转换效率还很低。制备减反射膜的方法有自上而下和自下而上两种,自下而上的方法包括层层自组装、提拉、喷涂、旋涂等方法,它们均可构筑具有较高透光率的涂层。但是这种涂层一般具有粘附性和机械强度差等缺点,限制了其在工业上的应用。自上而下的方法包括光刻胶和刻蚀等,但这些方法通常成本较高。

[0005] 玻璃的雾化是指湿气或蒸汽冷凝在玻璃制品表面形成微小水滴。而防雾玻璃(Anti-fogging glass)就是指普通玻璃在经过特殊处理之后,使表面具有超亲水特性,使由于雾化而形成的微小水滴迅速铺平,从而达到不影响镜面成像、能见度和玻璃的透光率的效果。防雾的涂层可分为超疏水和超亲水两类。

[0006] 若该涂层为超疏水性物质,则类似荷叶效应,水滴在涂层的表面滚动角小,能使微小水滴聚集成大水珠。当水珠达到一定尺寸时,会借助其自身重力下滑,或通过外力如风吹、雨刷等方式被除去。该方法效果明显,但是时效性差:由于小水滴的聚集或吹干、蒸发都需要一段时间,水滴会留在玻璃制品上,如棱镜般地影响成像和能见度,而且目前该方法耐久性不理想,无法保证玻璃产品作为耐用消费品的长期使用寿命,从而无法保证真正意义上的自清洁效果。

[0007] 超亲水性涂层则会使小水滴在玻璃表面上的接触角极小并趋近于零度,当水接触到玻璃表面时,迅速在其表面铺展,形成均匀的水膜,表现出超亲水的性质,不会影响镜面成像,同时水层薄对透光率的影响也大为减小,通过均匀水膜的重力下落带走污渍,该方式可以去除大部分污渍。同时利用超亲水的原理,也可以防止小水滴的形成,达到防雾的效果。

[0008] 国外在 20 世纪 60 年代就已经开始了玻璃的防雾研究,在基础研究方面,目前,世界上发达国家均有知名公司在专门从事防雾玻璃的研究开发和制作,如英国 Pilkington 公司、日本 TOTO 公司、美国 PPG 公司、德国 GEA 公司、VTA 公司、UIC 公司等;美国 W. L. Tonar 等人研制的透明复合自清洁防雾玻璃(W. L. Tonar et al. Electrochromic Device Having A Self-cleaning Hydrophilic Coating. United States Patent Application Publication US2001 / 00210066A1, 2001-09-13;K. Toru. Vehicle Mirror. United States Patent US5594585:1997-01-14 ;K. Toru. Anti-fog Element. US5854708:1998-12-29 ; K. Takahama et al. Method of Forming Hydrophilic Inorganic Coating Film And Inorganic Coating Composition. United States Patent Application Publication US2001 / 008696A1, 2001-07-13),是在玻璃基材的表面形成具有催化作用的光催化剂透明涂层,再在光催化剂透明涂层的表面形成具有亲水性的透明多孔无机氧化物(SiO_2 和 Al_2O_3)薄膜。然而这些技术都利用了 TiO_2 光催化特性促使表面达到超亲水,适用条件会受到限制,因为需要有光照的环境才能进行催化作用;而且这种孔状结构表面虽可以提高亲水性,但很容易被难挥发的物质或者纳米尘埃堵住孔口,耐久性不理想。

[0009] 国内的研究虽然起步较晚,但也取得了显著的进展,有关专利和技术成果有上百项,且不断有玻璃防雾剂产品推出。为了避免玻璃制品上形成微小水滴导致雾化,透明性降低,通常采用以下措施:(1) 在玻璃表面喷上一层表面活性剂,以除去沉积在其上的水滴和尘埃;(2) 在玻璃表面涂覆一层有机吸水防雾涂层;(3) 安装加热装置,通过加热蒸发玻璃表面水滴;(4) 安装超声波分散和加热装置,对玻璃表面水滴同时进行分散和加热,达到快速蒸发的目的。然而这些方法都有各自的局限性:方法(1)需定期反复喷刷表面活性剂而显得不便利;方法(2)由于使用有机物质导致玻璃制品耐磨性和耐热性不好;方法(3)中由于加热蒸发水滴通常需 7~10 分钟,时效性差,且需要外加能量,能量消耗大,因而不实用;方法(4)的装置较复杂,元件多,成本高(刘付胜聪,李玉平全国性建材科技期刊—《玻璃》2002 年第 3 期 16~19)。

[0010] 总的来说,虽然增透的防雾玻璃具有良好的应用前景,但是目前的制备方法都存在这样或那样的问题,如减反和防雾效果以及耐久性还不理想。因此研制和开发便利的、耐磨性和耐候性好的、且成本低廉的新型增透的防雾玻璃是十分必要和有意义的。本发明采用气相刻蚀法制备增透层,该方法简单且成本低廉,制备的增透层机械性能良好,通过等离子体清洗和退火赋予刻蚀后的玻璃防雾性能和增强的机械性能。

发明内容

[0011] 本发明的目的之一是提供一种同时具有高的透光率和高的亲水性的增透的防雾玻璃。该玻璃能够具有良好的机械性能。

[0012] 本发明的目的之二是提供目的之一的增透的防雾玻璃的制备方法,该制备方法工艺

简单、原料廉价、成本低、适用范围广。

[0013] 本发明的增透的防雾玻璃是对增透玻璃片进行氧等离子体处理和退火处理后得到的,所述的增透玻璃片是在玻璃片的表面刻蚀有一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通;所述的增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的良好的平滑性。

[0014] 所述的在玻璃片的表面刻蚀有一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层的厚度优选为 40nm ~ 100nm (更优选厚度为 60nm);该多孔结构层极大的提高了原有玻璃片的透光率,使玻璃片的透光率能从原来的 91% 提高到 99%。

[0015] 所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 $35^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 。

[0016] 所述的增透的防雾玻璃的表面与水的接触角为 $5^{\circ} \sim 6^{\circ}$ 。

[0017] 本发明的增透的防雾玻璃,由于氧等离子体的表面处理,使 Si-OH 键代替了 Si-F 键,从而极大的改善了原有玻璃片的亲水性。3 μ L 水珠滴在普通玻璃片的表面,经过 0.5 秒时间的铺展之后,水滴与玻璃片表面的接触角大于 15° ,而 3 μ L 水珠滴在本发明的增透的防雾玻璃的表面,经过 0.5 秒时间的铺展之后,水滴与本发明的增透的防雾玻璃表面的接触角可以降低到 5.8° 。

[0018] 本发明的增透的防雾玻璃的制备方法是在恒温酸性气氛中,对各种组分的玻璃片进行有效的刻蚀,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层,然后进行氧等离子体处理和退火处理,从而制备出本发明的增透的防雾玻璃。

[0019] 本发明的增透的防雾玻璃是采用恒温气相刻蚀的方法进行制备,其制备方法包括以下步骤:

[0020] (1) 将氟硅酸水溶液置于反应容器(使用的反应容器优选是聚四氟乙烯为内胆的反应釜)中,然后将清洗干净的玻璃片水平悬于反应容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上反应容器的盖子;将盖上盖子的反应容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,将水热釜放入恒温箱中,在温度为 $5 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 下对玻璃片进行刻蚀(优选刻蚀的时间为 18 ~ 48 小时),在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层(优选厚度为 40nm ~ 100nm,更优选厚度为 60nm),所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通;刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出反应容器,再从反应容器中取出玻璃片,清洗并将玻璃片吹干,得到增透玻璃片;

[0021] (2) 将步骤(1)得到的增透玻璃片置于氧等离子体清洗器(如功率为 120W 的氧等离子体清洗器)中,在 400 ~ 700V 的电压下清洗所述的增透玻璃片(优选清洗的时间为 5 ~ 8 分钟),氧气的流量为 800 ~ 1000mL/min;

[0022] (3) 将步骤(2)经氧等离子体处理后得到的增透玻璃片置于马弗炉中,于 $700^{\circ}\text{C} \sim 720^{\circ}\text{C}$ 下煅烧 100 ~ 150 秒进行退火处理,得到机械性能良好的增透的防雾玻璃;所得增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的良好的平滑性。

[0023] 所述的氟硅酸水溶液在反应容器中的体积为 20mL ~ 40mL,所述的氟硅酸水溶液的体积与反应容器的容积比值为 0.04 ~ 0.08。

[0024] 所述的氟硅酸的水溶液的浓度为 0.75mol/L ~ 1.75mol/L。

[0025] 本发明在对增透玻璃片进行氧等离子体处理和退火处理后,可进一步提高增透玻璃片的亲水性和机械性能,使其具有良好的增透、防雾性能和耐久性。

[0026] 本发明中所述的玻璃片包括各种成分、各种结构、各种尺寸和各种工艺制备的普通玻璃片。同时也包括特殊成分的玻璃片,如超白玻璃(低铁玻璃)。

[0027] 本发明以廉价且易取得的普通玻璃片作为基片,采用恒温的方法,在氟硅酸挥发产生的酸性气体条件下,对各种组分的玻璃片进行有效刻蚀,通过深度刻蚀,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的多孔结构层,以降低玻璃片表面的折射率,达到减反增透的效果;再进行氧等离子体处理和退火处理,制备出增透的防雾玻璃;氧等离子体处理使刻蚀玻璃的表面与水的接触角从 $35^{\circ} \sim 45^{\circ}$ 降低为 $5^{\circ} \sim 6^{\circ}$,同时具有良好的防雾性能。本发明的制备方法简单、成本低、适用范围广。所制备的增透的防雾玻璃具有高的透光率,最高透光率达到 99%;具有高的亲水性,即 $3 \mu\text{L}$ 水珠滴在本发明的增透的防雾玻璃的表面,经过 0.5 秒时间的铺展之后,水滴与本发明的增透的防雾玻璃的表面的接触角可降低到 5.8° ,从而可以有效降低水在玻璃表面的张力,使水迅速铺展在玻璃表面并达到防雾的目的。铅笔硬度测试表明,所述的增透的防雾玻璃表面的硬度大于或等于 6H,具有良好的机械强度,应用前景广泛。耐久性测试表明,刻蚀后的表面具有良好的耐久性,两个月的户外放置透光率仅降低 2.26%。连续实验测试表明,本发明的刻蚀法具有良好的重复性。

[0028] 本发明的增透的防雾玻璃,可以用于包括家庭、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、家庭浴室镜子、汽车挡风玻璃、后视镜、后景玻璃、眼镜片等。特别适合作为增透太阳能电池封装玻璃和真空太阳能集热管玻璃。

附图说明

[0029] 图 1. 本发明实施例 1 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时,浓度为 0.75mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0030] 图 2. 本发明实施例 2 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时,浓度为 1.50mol/L 的水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0031] 图 3. 本发明实施例 3 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 5°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时,浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0032] 图 4. 本发明实施例 4 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 20°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时,浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0033] 图 5. 本发明实施例 5 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 20mL 时,浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0034] 图 6. 本发明实施例 6 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15°C ,刻蚀时间为 48h,氟硅酸水溶液的体积为 40mL 时,浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0035] 图 7. 本发明实施例 7 中,洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15°C ,

刻蚀时间为 18h, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0036] 图 8. 本发明实施例 8 中, 洁净的空白玻璃的透光率曲线图和当刻蚀温度为 15℃, 刻蚀时间为 48h, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀后玻璃片的透光率曲线图。

[0037] 图 9. 本发明实施例 9 中, 洁净的空白玻璃的透光率曲线图和反射率曲线图, 以及当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 刻蚀时间为 30h 时, 氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃刻蚀后玻璃片的透光率曲线图和反射率曲线图。

[0038] 图 10. 本发明实施例 10 中, a 为当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L、体积为 30mL, 刻蚀温度为 15℃, 不同的刻蚀时间(0 小时、18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时)氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃刻蚀后玻璃片的透光率曲线图; b 为当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 氟硅酸水溶液产生的气体在不同的刻蚀时间(0 小时、18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时)对玻璃刻蚀后玻璃片的最大透光率和水珠与刻蚀后玻璃片的表面的接触角图; c 为 a 图中黑色方框处的放大图。

[0039] 图 11. 本发明实施例 10 中, 当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 经过不同刻蚀时间之后的玻璃片表面的结构的扫描电镜照片; a 图、b 图、c 图、d 图、e 图和 f 图分别为经过 0 小时、18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时刻蚀之后的玻璃片表面结构的扫描电镜照片; g 图为 e 图的放大图片; h 图为 e 图的截面图片。

[0040] 图 12. 本发明实施例 11 中, 当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 刻蚀时间为 30h 时, 氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃的刻蚀; a 图为 3 μL 水珠滴在空白玻璃片的表面, 水滴与玻璃片表面的接触角情况的数码照片; b 图为 3 μL 水珠滴在刻蚀后增透的玻璃片的表面, 水滴与刻蚀后增透的玻璃片表面的接触角情况的数码照片; c 图为 3 μL 水珠滴在增透的防雾玻璃的表面, 水滴与增透的防雾玻璃的表面的接触角情况的数码照片; d 图为增透的防雾玻璃的防雾性能测试, 图中上面为增透的防雾玻璃, 图中下面为空白玻璃。

[0041] 图 13. 本发明实施例 11 对应的玻璃片的耐磨性能测试, a 图表示 6H 铅笔刮痕测试的 SEM 像, b 图表示 6H 铅笔刮痕测试的 SEM 放大图像。

[0042] 图 14. 本发明实施例 12 中, 当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 氟硅酸水溶液产生的气体玻璃刻蚀 24 小时后的得到增透的玻璃片, 经过氧等离子处理 8 分钟, 然后置于马弗炉中于 720℃ 下煅烧 135 秒, 得到增透的防雾玻璃。增透的防雾玻璃片透光率曲线图和户外放置两个月后增透的防雾玻璃片的透光率曲线图。

[0043] 图 15. a 图为本发明实施例 13 中, 当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L, 刻蚀温度为 15℃, 氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时, 氟硅酸水溶液产生的气体对玻璃片刻蚀 30 小时, 不改变氟硅酸水溶液, 每 30 小时换取洁净的玻璃片进行重复刻蚀, 得到增透玻璃片的透光率曲线图; b 图为 a 图黑色方框部分的放大图。

[0044] 图 16. 本发明实施例 14 中,当氟硅酸水溶液的浓度为 1.0mol/L,刻蚀温度为 15℃,氟硅酸水溶液的体积为 30mL 时,氟硅酸水溶液产生的气体对超白玻璃刻蚀 30 小时后的超白玻璃片的透光率曲线图。

具体实施方式

[0045] 实施例 1.

[0046] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 0.75mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 52nm 多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 36.5°。

[0047] 图 1 为经过浓度为 0.75mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在 506nm 波长处的透光率为 91.2%;经过 0.75mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 48 小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为 402nm 波长处的透光率为 95.5%。

[0048] 实施例 2.

[0049] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.50mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 76nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 40.1°。

[0050] 图 2 为经过浓度为 1.50mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在 506nm 波长处的透光率为 91.2%;经过 1.50mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 48 小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为 678nm 波长处的透光率为 95.6%。

[0051] 实施例 3.

[0052] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.00mol/L

L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 5℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 48nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 36.3°。

[0053] 图 3 为经过浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体在 5℃ 下刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在 506nm 波长处的透光率为 91.2%;在 5℃ 下,经过 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 48 小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为 403nm 波长处的透光率为 93.8%。

[0054] 实施例 4.

[0055] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 20℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 70nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 39.6°。

[0056] 图 4 为经过浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在 506nm 波长处的透光率为 91.2%;在 20℃ 下,经过 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 48 小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为 400nm 波长处的透光率为 92.7%。

[0057] 实施例 5.

[0058] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 20mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 20℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 57nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃

片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 $3\mu\text{L}$ 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 39.0° 。

[0059] 图5为经过20mL浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液在 15°C 下产生的气体刻蚀48小时之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在506nm波长处的透光率为91.2%;溶液体积为20mL时,经过 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液在 15°C 下分解产生的气体刻蚀48小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为658nm波长处的透光率为94.9%。

[0060] 实施例6.

[0061] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为500mL的容器中,加入40mL浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为2.5厘米(宽) \times 7.5厘米(长) \times 0.1厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15°C 下对玻璃片进行刻蚀48小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为84nm的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 $3\mu\text{L}$ 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 44.9° 。

[0062] 图6为经过浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在506nm波长处的透光率为91.2%;溶液体积为40mL时,经过 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀48小时后得到的增透玻璃片的最大透光率为630nm波长处的透光率为94.5%。

[0063] 实施例7.

[0064] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为500mL的容器中,加入30mL浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为2.5厘米(宽) \times 7.5厘米(长) \times 0.1厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15°C 下对玻璃片进行刻蚀18小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为40nm的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 $3\mu\text{L}$ 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 35.3° 。

[0065] 图7为经过浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液在 15°C 下产生的气体刻蚀18小时之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在506nm波长处的透光率为91.2%;当刻蚀时间为18小时时,经过30mL浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分

解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 402nm 波长处的透光率为 95.9%。

[0066] 实施例 8.

[0067] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 48 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 100nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 37.0°。

[0068] 图 8 为经过 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液在 15℃ 下产生的气体刻蚀 48 小时之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。未经过刻蚀的洁净的空白玻璃在 506nm 波长处的透光率为 91.2%;当刻蚀时间为 48 小时时,经过 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 578nm 波长处的透光率为 97.6%。

[0069] 实施例 9.

[0070] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 30 小时,在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度为 60nm 的多孔结构层,所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通。刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片上,所述的增透玻璃片的表面与水的接触角为 35.4°。

[0071] 图 9 为洁净的空白玻璃和 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体在 15℃ 下对玻璃片刻蚀 30 小时之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图和反射率曲线图。由图 9 看出,刻蚀后得到的增透玻璃的透光率由 92.1% 提高到 99.0%,反射率由 9% 降低至 0.52%。

[0072] 实施例 10.

[0073] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水

热釜中, 盖上水热釜的盖子并拧紧, 在密封状态下, 把水热釜放入恒温箱中, 在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀, 刻蚀结束后打开水热釜的盖子, 拿出容器, 再从容器中取出玻璃片, 将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净, 并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干), 得到增透玻璃片。

[0074] 所述的刻蚀时间分别为 18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时, 选择不同的刻蚀时间, 氟硅酸水溶液分解产生的气体对玻璃片的刻蚀程度是不同的, 分别在玻璃片的表面刻蚀出一层由玻璃片的表面向玻璃片的内部延伸的厚度分别为 40nm、52nm、60nm、78nm 和 100nm 的多孔结构层, 且所述的向玻璃片的内部延伸的多孔结构层中的相邻的孔与孔相通或不相通; 刻蚀后得到的增透玻璃片具有明显不同的对光的透光率和对水的亲水性。

[0075] 图 10 中的 a 图和 c 图分别为 15℃ 下, 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体在不同刻蚀时间条件下对玻璃片刻蚀之后得到的增透玻璃片的透光率曲线图。当刻蚀时间为 18 小时时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 402nm 波长处的透光率为 95.9%; 当刻蚀时间为 24 小时时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 402nm 波长处的透光率为 98.5%; 当刻蚀时间为 30 小时时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 477nm 波长处的透光率为 99.0%; 当刻蚀时间为 36 小时时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 406nm 波长处的透光率为 98.2%; 当刻蚀时间为 48 小时时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片的最大透光率为 578nm 波长处的透光率为 97.6%。由此可见, 当刻蚀时间为 30 小时, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀后得到的增透玻璃片展示了最高的透光率。

[0076] 图 10 中的 b 图显示: 当 3 μ L 水珠滴在洁净的空白玻璃上, 水珠与空白玻璃片的表面的接触角为 13.94°。当 3 μ L 水珠滴在经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体分别刻蚀了 18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时之后得到的增透玻璃片的表面上, 水珠与增透玻璃片的表面的接触角分别为 35.34°、40.15°、35.36°、37.42° 和 37.01°, 水珠在经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 24 小时之后得到的增透玻璃片的表面上的接触角最大, 在经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 18 小时之后得到的增透玻璃片表面上的接触角最小。

[0077] 在 15℃ 下, 在 30mL 浓度为 1.0mol/L 氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀不同的时间之后得到的增透玻璃片的表面的结构如图 11 所示。a 图、b 图、c 图、d 图、e 图和 f 图分别为经过 0 小时、18 小时、24 小时、30 小时、36 小时和 48 小时刻蚀之后得到的增透玻璃片的表面结构的扫描电镜照片。g 图为 e 图的放大图片; h 图为 e 图的截面图片。

[0078] 从图 10 中的 a 图中可以看到, 空白玻璃的表面十分平滑并且有一些较小且封闭的沟壑状缺陷, 经过 18 小时刻蚀之后得到的增透玻璃片的表面的缺陷打开逐渐变成更大更宽的裂痕。当刻蚀时间延长至 30 小时时, 裂痕更宽更深, 由放大图可以看出, 内部存在多孔的阶层结构。当刻蚀时间再延长至 48 小时时, 更宽的裂痕可以从 f 图中看出。由 h 图看出, 经过 30mL 浓度为 1.0mol/L 氟硅酸水溶液分解产生的气体刻蚀 30 小时之后, 刻蚀出的多孔结构层的厚度为 60nm。

[0079] 实施例 11.

[0080] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 30 小时,刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。所得增透玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的良好的平滑性。

[0081] 将得到的增透玻璃片置于功率为 120W 的氧等离子清洗器中,在电压为 800V 下清洗所述的增透玻璃片 5 分钟,氧气的流量为 800mL/min。然后将经氧等离子体处理后得到的增透玻璃片置于马弗炉中,于 720℃ 下煅烧 135 秒进行退火处理,得到增透的防雾玻璃片。由图 12 的 a 图看出,3 μL 水珠滴在空白玻璃片的表面,水滴与空白玻璃片的表面的接触角为 13.9°。由图 12 的 b 图看出,当 3 μL 水珠滴在增透玻璃片的表面,水滴与增透玻璃片的表面的接触角为 37.01°。由图 12 的图 c 看出,当 3 μL 水珠滴在增透的防雾玻璃片表面,水滴与增透的防雾玻璃片的接触角为 5.8°。

[0082] 将洗净的空白玻璃和增透的防雾玻璃片放入冰箱中,于 -18℃ 下冷冻 4 小时,取出后在室温下进行防雾测试,测试结果如图 12 中的 d 图所示。

[0083] 增透的防雾玻璃片的耐磨性是以 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 13 中的 a 图及 b 图中的箭头所指,铅笔划过后刻蚀的微结构依然存在,增透的防雾玻璃片表面的多孔微结构不会被 6H 铅笔划掉。

[0084] 实施例 12.

[0085] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 24 小时,刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片。

[0086] 将得到的增透玻璃片置于功率为 120W 的氧等离子清洗器中,在电压为 800V 下清洗所述的增透玻璃片 8 分钟,氧气的流量为 800mL/min。然后将经氧等离子体处理后得到的增透玻璃片置于马弗炉中,于 720℃ 下煅烧 135 秒进行退火处理,得到增透的防雾玻璃片;所得增透的防雾玻璃片的表面仍保持玻璃片固有的良好的平滑性。

[0087] 图 14 为将增透的防雾玻璃片放置户外两个月后,用自来水冲洗并用空气吹干后的增透的防雾玻璃片透光率曲线图。放置后的增透的防雾玻璃片的最大透光率为 416nm 波长处的透光率为 96.26%,比未放置前的增透的防雾玻璃片仅降低了 2.26%。说明增透的防雾玻璃片的减反表面具有良好的耐久性。

[0088] 实施例 13.

[0089] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.0mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 30 小时,刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出玻璃片,将玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把玻璃片吹干),得到增透玻璃片 1。

[0090] 不改变容器内的氟硅酸水溶液,迅速将另一片洁净的玻璃片(玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置换掉四脚支架上得到的增透玻璃片 1 并重复上述方法,得到增透玻璃片 2。如此进行八个循环。

[0091] 图 15 为不改变氟硅酸水溶液,所得 8 个增透玻璃片的透光率曲线图。增透玻璃片 1 的最大透光率为 475nm 波长处的透光率为 98.95%,增透玻璃片 2 的最大透光率为 477nm 波长处的透光率为 98.80%,增透玻璃片 3 的最大透光率为 477nm 波长处的透光率为 98.50%,增透玻璃片 4 的最大透光率为 466nm 波长处的透光率为 98.49%,增透玻璃片 5 的最大透光率为 473nm 波长处的透光率为 98.30%,增透玻璃片 6 的最大透光率为 403nm 波长处的透光率为 97.92%,增透玻璃片 7 的最大透光率为 471nm 波长处的透光率为 97.53%,增透玻璃片 8 的最大透光率为 470nm 波长处的透光率为 97.50%。由图 15 可以看出,本发明的制备方法具有良好的重复性。

[0092] 实施例 14.

[0093] 向以聚四氟乙烯材料为内胆的容积为 500mL 的容器中,加入 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液,将洗净的超白玻璃片(超白玻璃片的尺寸为 2.5 厘米(宽)×7.5 厘米(长)×0.1 厘米(厚度))置于四脚支架上;将超白玻璃片连同支架一起放入以聚四氟乙烯为内胆的容器中,超白玻璃片水平悬于容器中氟硅酸水溶液的上方,盖上容器的盖子,将盖上盖子的容器放入水热釜中,盖上水热釜的盖子并拧紧,在密封状态下,把水热釜放入恒温箱中,在温度为 15℃ 下对玻璃片进行刻蚀 30 小时,刻蚀结束后打开水热釜的盖子,拿出容器,再从容器中取出超白玻璃片,将超白玻璃片清洗干净并吹干(可用大量自来水或者蒸馏水冲洗干净,并可用空气压缩机排出的压缩空气把超白玻璃片吹干),得到增透超白玻璃片。

[0094] 图 16 为 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液分解产生的气体对超白玻璃片刻蚀 30 小时之后得到的增透超白玻璃片的透光率曲线图。当刻蚀时间为 30 小时,经过 30mL 浓度为 1.00mol/L 的氟硅酸水溶液产生的气体刻蚀后得到的增透超白玻璃片的最大透光率为 404nm 波长处的透光率为 95.0%,比未刻蚀的超白玻璃提高了 3.5%。

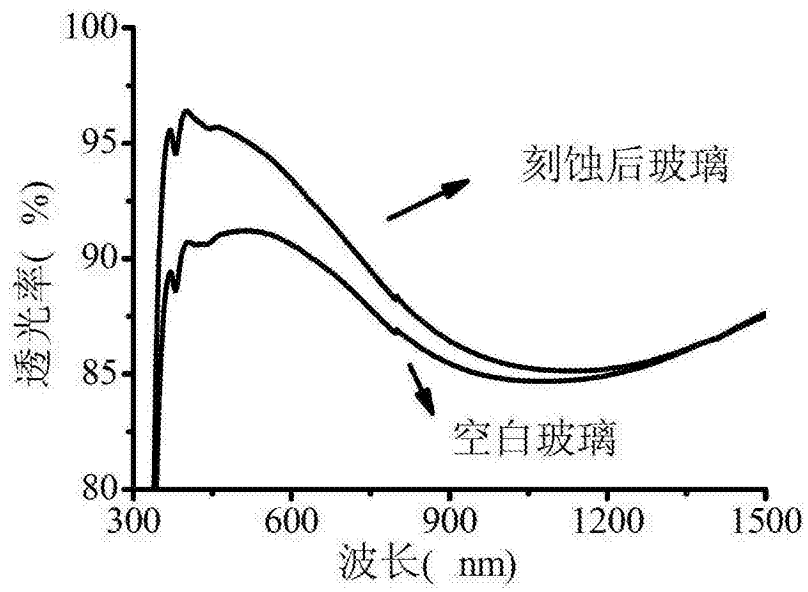


图 1

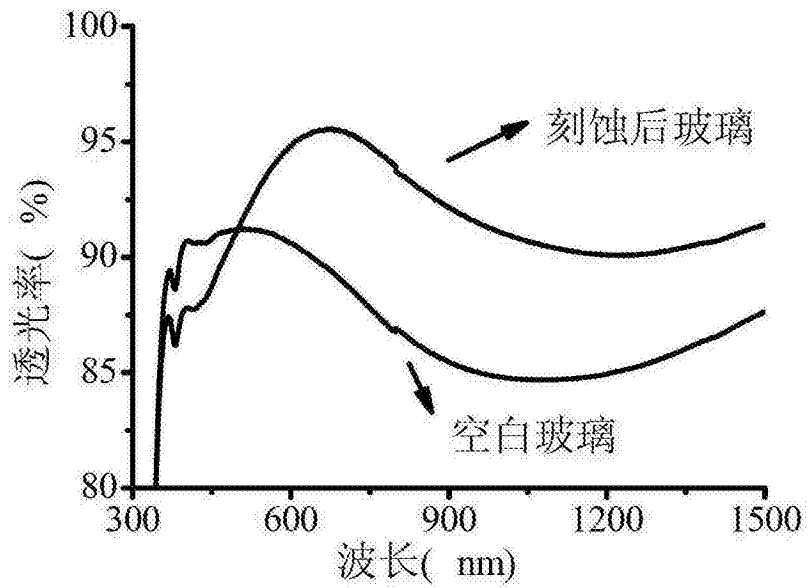


图 2

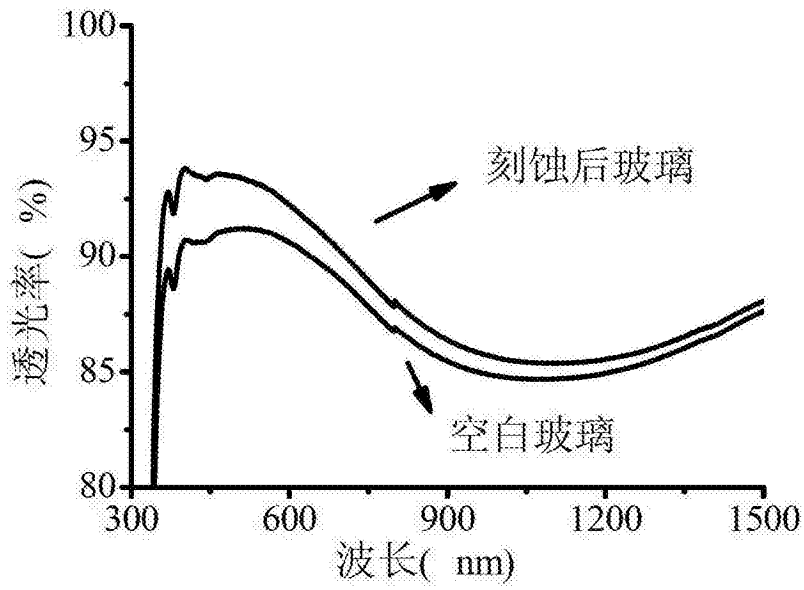


图 3

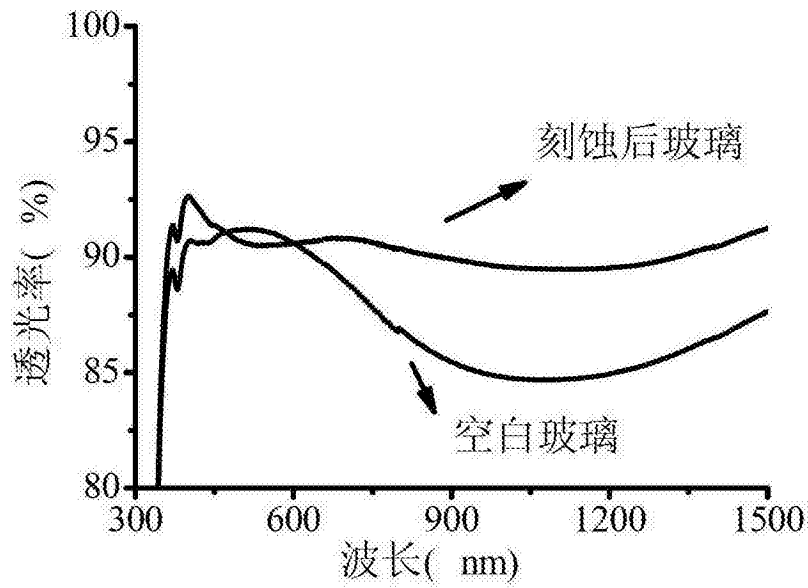


图 4

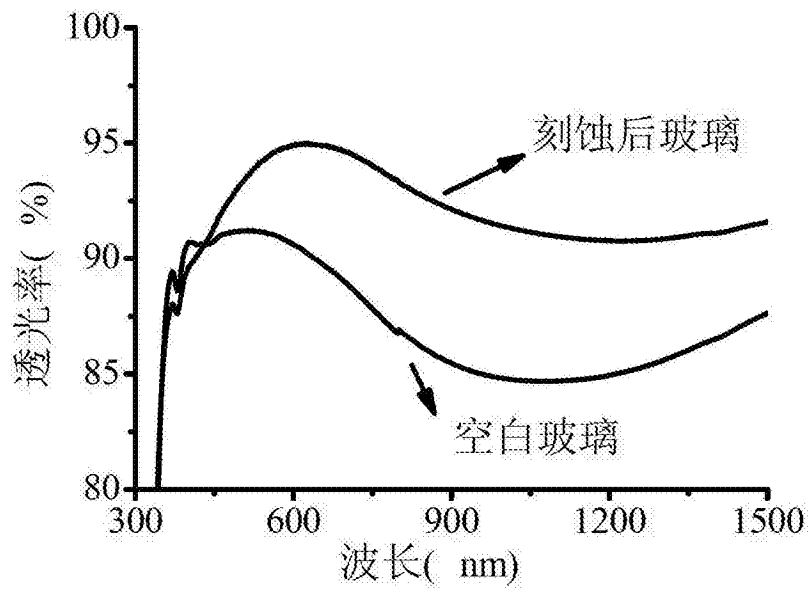


图 5

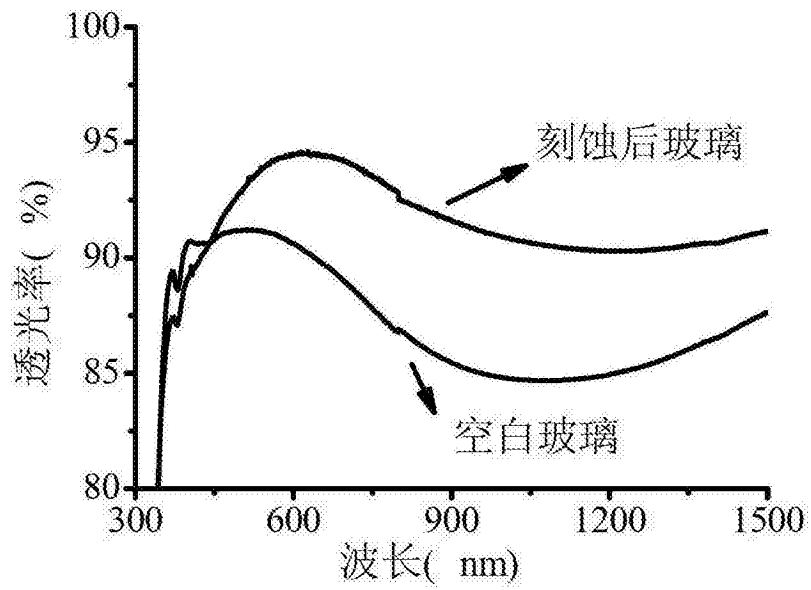


图 6

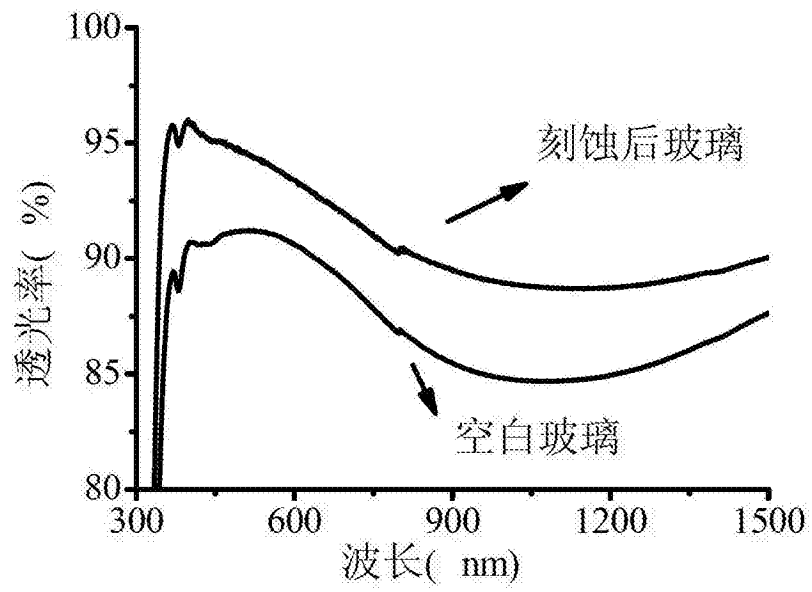


图 7

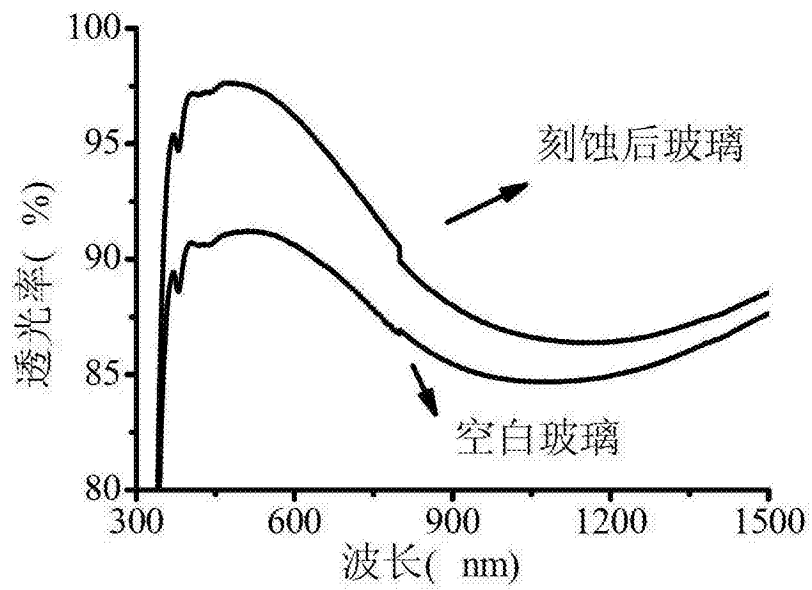


图 8

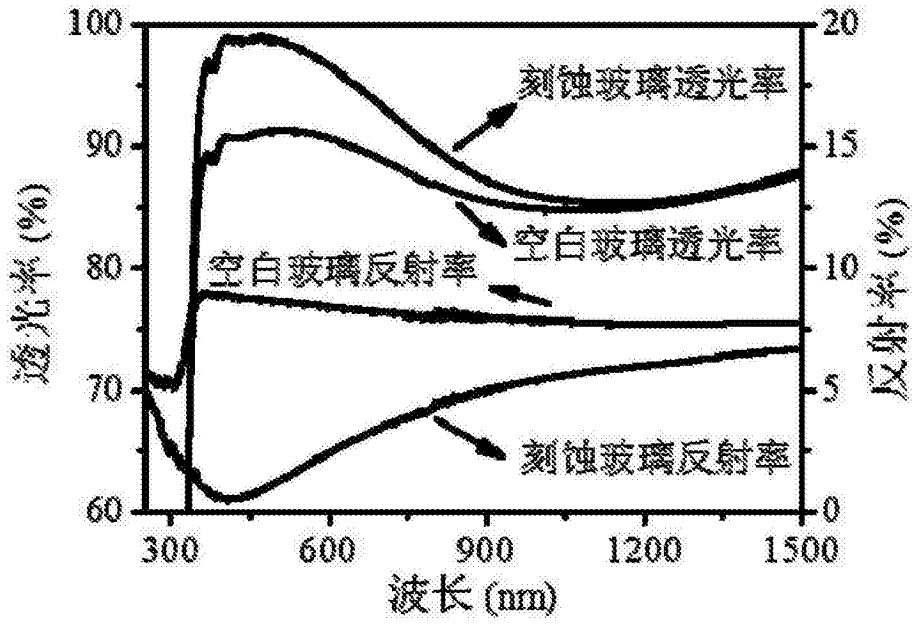


图 9

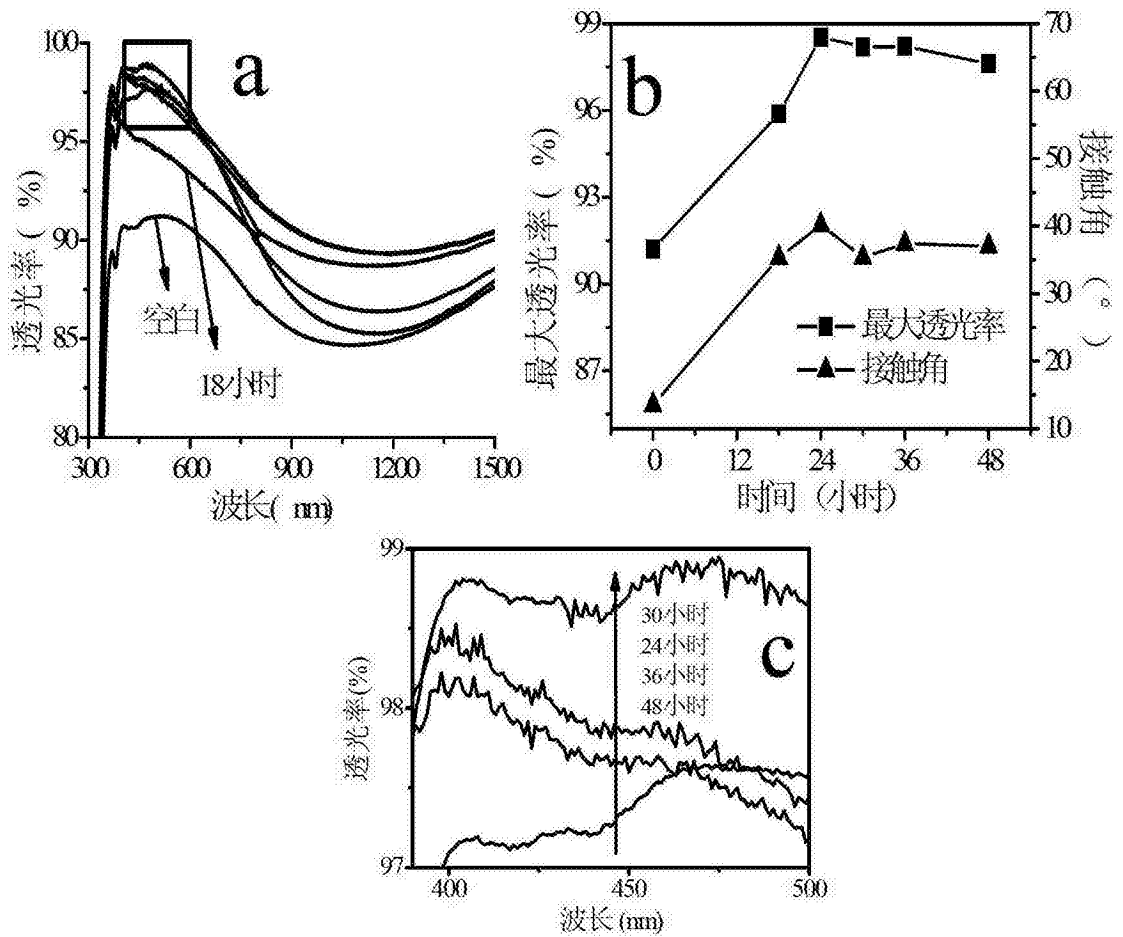


图 10

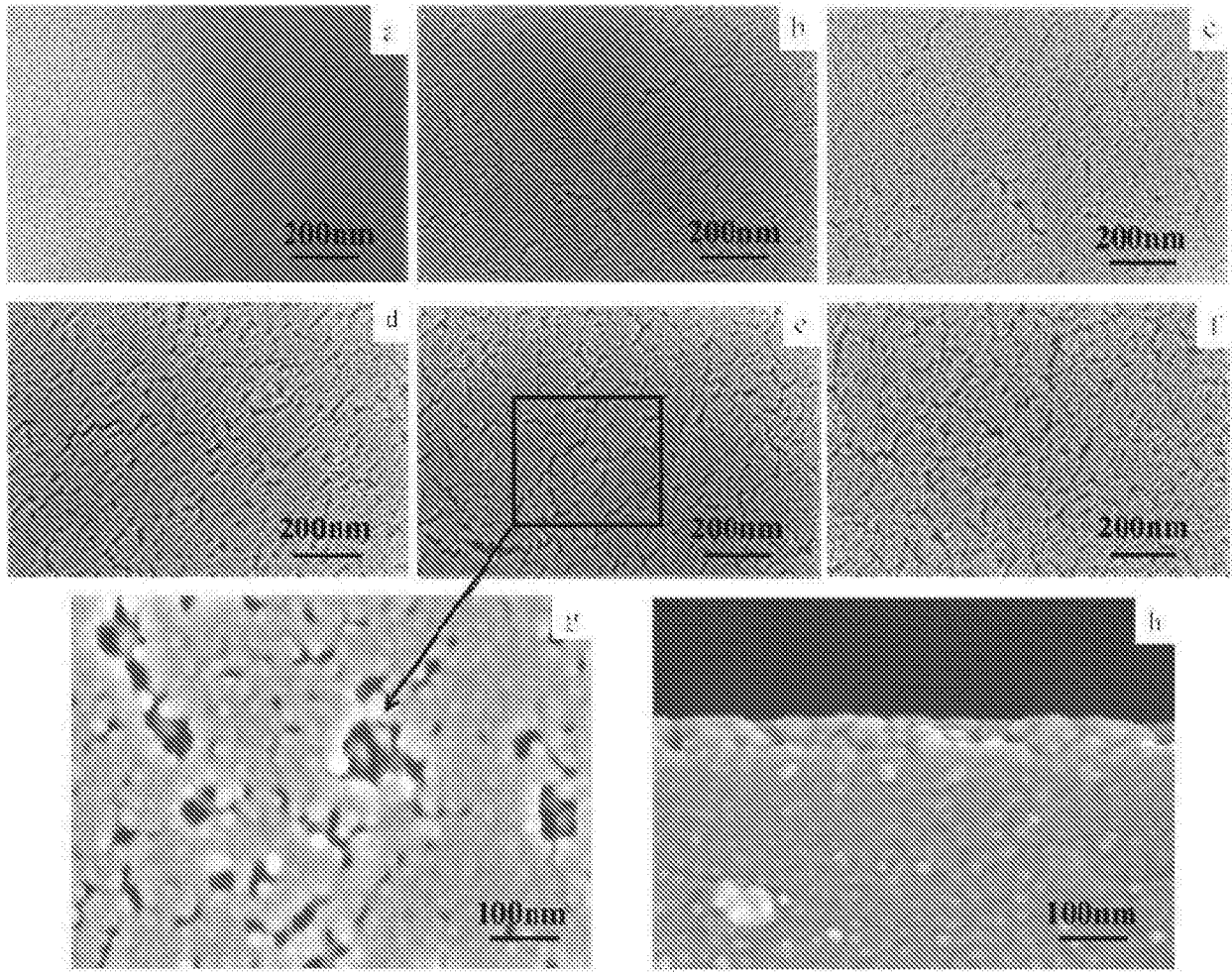


图 11

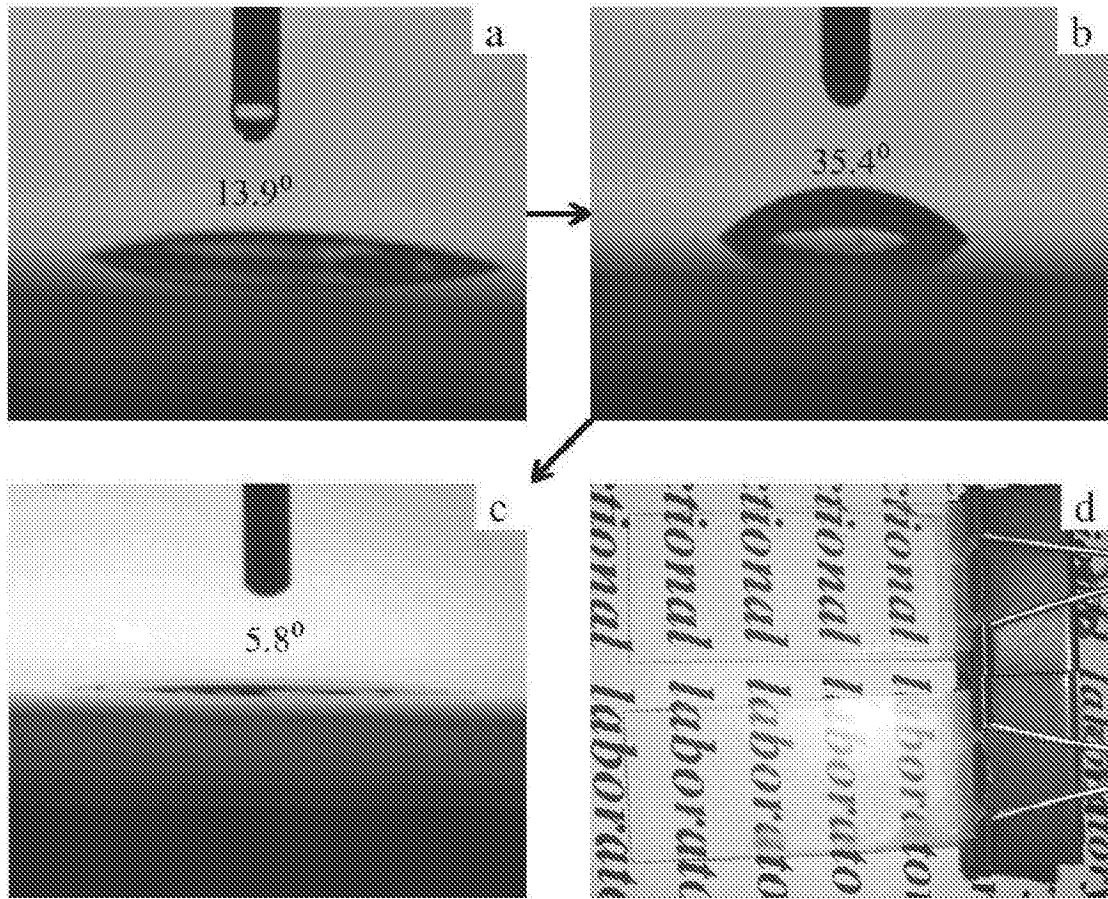


图 12

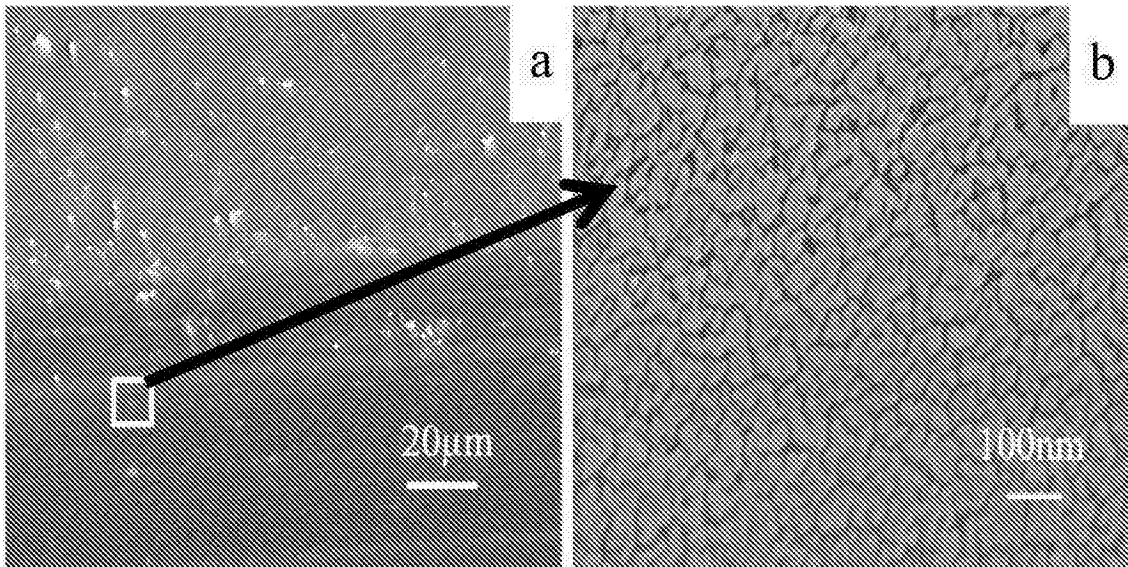


图 13

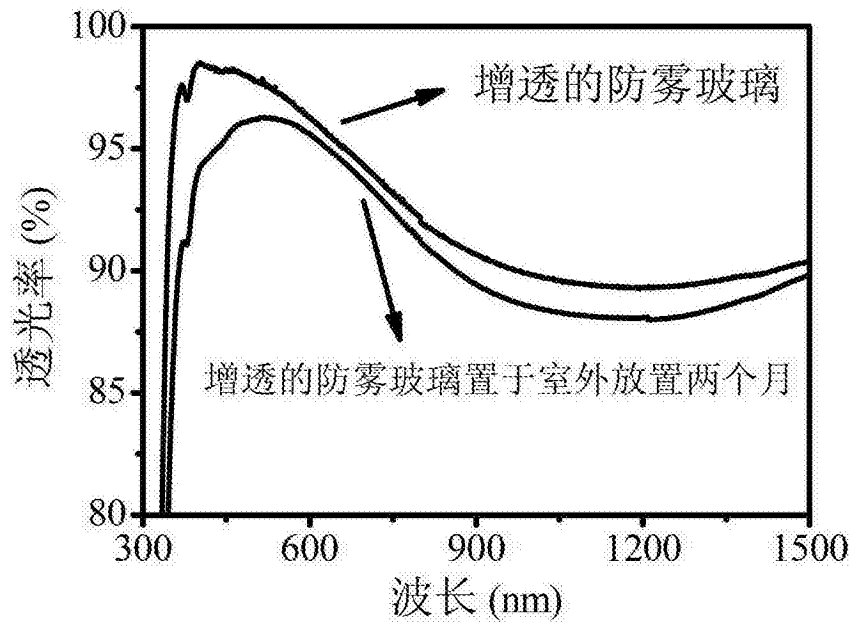


图 14

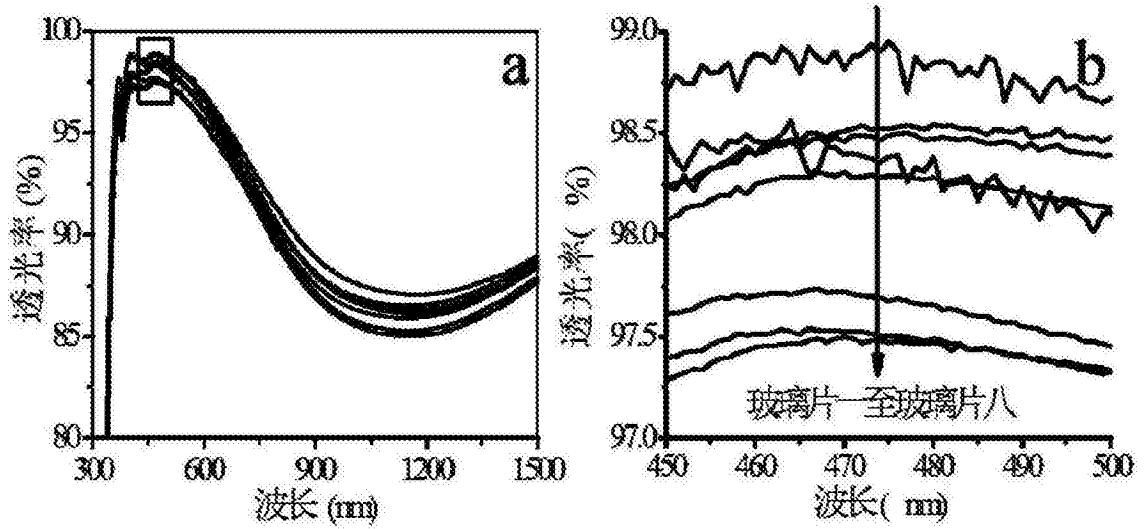


图 15

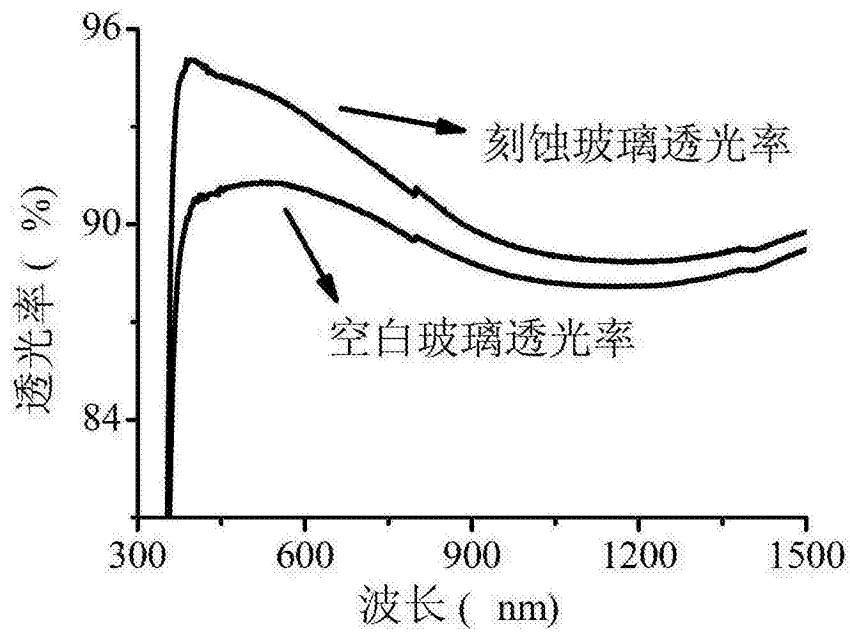


图 16