



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112680120 B

(45) 授权公告日 2022.05.17

---

(21) 申请号 202011625697.3	C09J 11/06 (2006.01)
(22) 申请日 2020.12.31	C09J 11/04 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 112680120 A	(56) 对比文件 CN 1995252 A, 2007.07.11 CN 103694903 A, 2014.04.02 CN 108463525 A, 2018.08.28 US 5045397 A, 1991.09.03
(43) 申请公布日 2021.04.20	
(73) 专利权人 杭州电子科技大学 地址 310018 浙江省杭州市下沙高教园区2 号大街	审查员 刘金秋
(72) 发明人 聂秋林	
(74) 专利代理机构 杭州君度专利代理事务所 (特殊普通合伙) 33240 专利代理师 朱亚冠	
(51) Int. Cl. C09J 4/04 (2006.01) C09J 11/08 (2006.01)	

---

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种光学元件加工用材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开一种光学元件加工用材料及其制备方法。本发明包括  $\alpha$ -氰基丙烯酸酯、乙酰柠檬酸三酯、磷酸三(2-正丁氧乙基)酯、三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)、纤维素、气相二氧化硅、单宁酸、邻苯二甲酸酐。本发明采用了支链结构以及络合能力的溶剂,溶剂比例高,同时降低  $\alpha$ -氰基丙烯酸酯固化速度及固化应力,所得光学元件加工用材料具有粘度低、PV值小、粘结强度适当的特点,适合光学元件加工的粘结。

1. 一种光学元件加工用材料,其特征在于包括以下重量份数的原料:

$\alpha$ -氰基丙烯酸酯	20~50 份重量份数
乙酰柠檬酸三酯	30~40 份重量份数
磷酸三(2-正丁氧乙基)酯	15~25 份重量份数
三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	2~7 份重量份数
纤维素	2~5 份重量份数
气相二氧化硅	0.5~1 份重量份数
单宁酸	0.1~0.5 份重量份数
邻苯二甲酸酐	0.4~1.5 份重量份数。

2. 根据权利要求1所述的一种光学元件加工用材料,其特征在于所述的 $\alpha$ -氰基丙烯酸酯为 $\alpha$ -氰基丙烯酸乙酯或 $\alpha$ -氰基丙烯酸甲氧基酯中一种。

3. 根据权利要求1所述的一种光学元件加工用材料,其特征在于所述的乙酰柠檬酸三酯为乙酰柠檬酸三丁酯或乙酰柠檬酸三乙酯中的一种。

4. 根据权利要求1所述的一种光学元件加工用材料,其特征在于所述的纤维素为醋酸纤维素或醋酸丁酸纤维素中的一种。

5. 权利要求1-4所述的一种光学元件加工用材料的制备方法,其特征在于将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65~75℃,氮气保护搅拌均匀后即得。

## 一种光学元件加工用材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于光学精密加工技术领域,具体是一种光学元件加工用材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 光学玻璃元件由于其具有的独特物理、化学性能,如高硬度、好的光学透明度、各种折射率、同质性好等特性,广泛应用于晶体管、集成电路、印刷线路板等半导体器件与投影机、望远镜、光学显微镜等光学仪器。由于光学元件产品性能的需要,往往要对玻璃磨砂面进行严格的抛光加工,在抛光加工过程中需要将待加工的玻璃固定在不锈钢模具上。特别是一些高端的光学元件要求光学玻璃的镜面面形高精度,其PV值 $\leq 0.1\lambda$ 。然而抛光加工过程中用胶粘剂粘结固定,由于收缩应力的产生导致光学玻璃镜面面形精度的PV值增大。故而需要一种保持光学玻璃镜面面形精度PV值 $\leq 0.1\lambda$ 的胶粘剂。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是针对现有技术的不足,提供了一种光学元件加工用材料。

[0004] 本发明光学元件加工用材料的原料和配比(重量份数)如下:

$\alpha$ -氰基丙烯酸酯	20~50 份重量份数
乙酰柠檬酸三酯	30~40 份重量份数
磷酸三(2-正丁氧乙基)酯	15~25 份重量份数
三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	2~7 份重量份数
[0005] 纤维素	2~5 份重量份数
气相二氧化硅	0.5~1 份重量份数
单宁酸	0.1~0.5 份重量份数
邻苯二甲酸酐	0.4~1.5 份重量份数

[0006] 所述的 $\alpha$ -氰基丙烯酸酯为 $\alpha$ -氰基丙烯酸乙酯或 $\alpha$ -氰基丙烯酸甲氧基酯中一种;

[0007] 所述的乙酰柠檬酸三酯为乙酰柠檬酸三丁酯或乙酰柠檬酸三乙酯中的一种;

[0008] 所述的纤维素为醋酸纤维素或醋酸丁酸纤维素中的一种。

[0009] 本发明还提供上述光学元件加工用材料的制备方法,该方法具体步骤如下:

[0010] 将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65~75 $^{\circ}\text{C}$ ,氮气保护搅拌均匀后即得到光学元件加工用材料。

[0011] 本发明采用了支链结构以及络合能力的溶剂,溶剂比例高,同时降低 $\alpha$ -氰基丙烯酸酯固化速度及固化应力,所得光学元件加工用材料具有粘度低、收缩应力小、粘结强度适当的特点,适合光学元件加工的粘结。

## 具体实施方式

[0012] 下面结合具体实施例对本发明做进一步说明。

[0013] 本发明光学元件加工用材料的原料和配比(重量份数)如下:

$\alpha$ -氰基丙烯酸酯	20~50 份重量份数
乙酰柠檬酸三酯	30~40 份重量份数
磷酸三(2-正丁氧乙基)酯	15~25 份重量份数
三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	2~7 份重量份数
[0014] 纤维素	2~5 份重量份数
气相二氧化硅	0.5~1 份重量份数
单宁酸	0.1~0.5 份重量份数
邻苯二甲酸酐	0.4~1.5 份重量份数

[0015] 所述的 $\alpha$ -氰基丙烯酸酯为 $\alpha$ -氰基丙烯酸乙酯或 $\alpha$ -氰基丙烯酸甲氧基酯中一种;

[0016] 所述的乙酰柠檬酸三酯为乙酰柠檬酸三丁酯或乙酰柠檬酸三乙酯中的一种;

[0017] 所述的纤维素为醋酸纤维素或醋酸丁酸纤维素中的一种。

[0018] 上述光学元件加工用材料的制备方法,该方法具体步骤如下:

[0019] 将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65~75℃,氮气保护搅拌均匀后即得到磨砂玻璃抛光固定用胶粘剂。

[0020] 以下实施例采用的性能测试如下:

[0021] 1. 拉伸剪切强度测试

[0022] 按照国家标准GB/T7124-2008“胶粘剂拉伸剪切强度的测定(刚性材料对刚性材料)”,根据本项目的实际使用情况,采用采用长×宽×厚为76.2mm×25.4mm×1.2mm的玻璃试片用作本发明胶粘剂进行粘结(粘结搭接长度10mm)。玻璃试片两头分别用长×宽×厚为80mm×25.4mm×2mm的钢片与玻璃搭接并用环氧胶粘合(搭接长度20mm,搭接面都与玻璃间的搭接面在同一平面上),待环氧胶完全固化后夹住钢片进行拉伸剪切强度测试。

[0023] 2. 脱胶时间测定:

[0024] 采用长×宽×厚为76.2mm×25.4mm×1.2mm的玻璃试片用作本发明胶粘剂进行完整粘结。5小时后将玻璃置于丙酮溶剂中,记录玻璃分离脱开的时间。

[0025] 3. 玻璃镜面检测面形精度PV值:参考国家标准《GB/T 2831-2009光学零件的面形偏差》,检测脱开分离玻璃。

[0026] 实施例1

	$\alpha$ -氰基丙烯酸乙酯	20 份重量份数
	乙酰柠檬酸三乙酯	40 份重量份数
	磷酸三(2-正丁氧乙基)酯	25 份重量份数
[0027]	三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	7 份重量份数
	醋酸纤维素	5 份重量份数
	气相二氧化硅	1 份重量份数
	单宁酸	0.5 份重量份数
	邻苯二甲酸酐	1.5 份重量份数

[0028] 将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65℃,氮气保护搅拌均匀后即得到光学元件加工用材料。按照实施例设立5组,其性能见表1:

[0029] 表1.

序号	拉伸剪切强度 (MPa)	脱胶时间 (小时)	PV值 ( $\lambda$ )
1	11.5	4.6	0.07
2	11.0	4.3	0.08
3	10.6	5.2	0.07
4	10.2	6.2	0.04
5	10.6	6.0	0.05

[0031] 实施例2

	$\alpha$ -氰基丙烯酸甲氧基酯	50 份重量份数
	乙酰柠檬酸三丁酯	30 份重量份数
[0032]	磷酸三(2-正丁氧乙基)酯	15 份重量份数
	三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	2 份重量份数
	醋酸丁酸纤维素	2 份重量份数
	气相二氧化硅	0.5 份重量份数
	单宁酸	0.1 份重量份数
[0033]	邻苯二甲酸酐	0.4 份重量份数

[0034] 将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65℃,氮气保护搅拌均匀后即得到光学元件加工用材料。按照实施例设立5组,其性能见表2:

[0035] 表2.

序号	拉伸剪切强度 (MPa)	脱胶时间 (小时)	PV值 ( $\lambda$ )
1	10.5	4.6	0.06
2	10.2	5.3	0.07
3	10.5	6.2	0.06

4	11.2	5.2	0.04
5	10.8	6.0	0.04

[0037] 实施例3

$\alpha$ -氰基丙烯酸甲氧基酯 35 份重量份数

乙酰柠檬酸三丁酯 35 份重量份数

磷酸三(2-正丁氧乙基)酯 20 份重量份数

三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯) 5 份重量份数

[0038]

醋酸纤维素 3 份重量份数

气相二氧化硅 0.8 份重量份数

单宁酸 0.2 份重量份数

邻苯二甲酸酐 1.0 份重量份数

[0039] 将上述各组分按量依次加入到不锈钢反应釜中,加热65℃,氮气保护搅拌均匀后即得到光学元件加工用材料。按照实施例设立5组,其性能见表3:

[0040] 表3.

序号	拉伸剪切强度 (MPa)	脱胶时间 (小时)	PV值 ( $\lambda$ )
1	11.0	4.5	0.06
2	10.2	5.2	0.09
3	11.5	6.0	0.05
4	10.2	5.8	0.04
5	10.5	6.2	0.07

[0043] 上述实施例并非对于本发明的限制,本发明并非仅限于上述实施例,只要符合本发明要求,均属于本发明的保护范围。