



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109627996 B

(45) 授权公告日 2020.12.22

(21) 申请号 201811350586.9

C09J 133/08 (2006.01)

(22) 申请日 2018.11.14

C08F 220/18 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C08F 220/20 (2006.01)

申请公布号 CN 109627996 A

C08F 220/14 (2006.01)

(43) 申请公布日 2019.04.16

C08F 220/56 (2006.01)

(73) 专利权人 华南理工大学

C08F 220/54 (2006.01)

地址 510640 广东省广州市天河区五山路  
381号

C08F 226/06 (2006.01)

C08F 226/10 (2006.01)

(72) 发明人 傅和青 王顺 李晓雅

(56) 对比文件

US 2003215630 A1, 2003.11.20

KR 20130051898 A, 2013.05.21

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有  
限公司 44245

CN 103013401 A, 2013.04.03

代理人 向玉芳

审查员 肖淑欣

(51) Int. Cl.

C09J 7/10 (2018.01)

C09J 7/38 (2018.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种触摸屏贴合用高透光率光学透明胶及其合成方法

(57) 摘要

本发明公开了一种触摸屏贴合用高透光率光学透明胶及其合成方法。以重量份数计,高透光率光学透明胶的原料配方包括30-50份(甲基)丙烯酸烷基酯,25-40份(甲基)丙烯酸羟烷基酯,1-3份含N原子极性单体,10-20份交联剂,0.01-0.02份链转移剂,0.5-1份热引发剂。本发明的高透光率光学透明胶之后经过热固化呈现压敏状态,具有初黏力适中,持粘力优异,贴合之后不会发生移位且不易脱落,透光率超过99.5%,雾度值低于0.1%,折射率接近玻璃折射率1.49,且合成方法环境友好。

1. 一种触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:以重量份数计,其原料配方包括30-50份(甲基)丙烯酸烷基酯、25-40份(甲基)丙烯酸羟烷基酯、1-3份含N原子极性单体、10-20份交联剂、0.01-0.02份链转移剂和0.5-1份热引发剂;

所述的交联剂为1,1'-(1,3苯二羰基)-二-(2-甲基氮杂环丙烷);

所述的(甲基)丙烯酸烷基酯为丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸异丙酯、丙烯酸异戊酯、丙烯酸仲丁酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸异冰片酯、丙烯酸2-甲基丁酯、丙烯酸4-甲基-2-戊酯、丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸异辛酯、丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸丁酯中的一种或多种;

所述的(甲基)丙烯酸羟烷基酯为丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯;

所述的含N原子极性单体为N-烷基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二烷基(甲基)丙烯酰胺或N-乙烯基内酰胺;

所有原料在使用前进行脱水处理;所述的脱水处理是指固体原料通过真空烘箱脱水;液态原料通过油浴真空脱水再进行分子筛脱水,若常温下为固态而加热时才呈现液态的可先进行真空油浴加热脱水,再在加热时液态状态下进行分子筛脱水。

2. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于所述的N-乙烯基内酰胺为N-乙烯基吡咯烷酮和N-乙烯基己内酰胺中的一种或多种。

3. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:所述的链转移剂为十二烷基硫醇。

4. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:所述的热引发剂为偶氮二异丁腈。

5. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:所述的原料配方还包括无机填料、反应型或者非反应型增塑剂、热稳定剂、消泡剂、防腐剂和稀释剂中的一种或多种。

6. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:所述的真空烘箱脱水是将固态物质使用前在真空烘箱50-80℃放置12-24h除去水汽;所述油浴真空脱水是控制油浴锅温度高于单体沸点温度0-10℃,脱水时间1-3h,降温。

7. 根据权利要求1所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶,其特征在于:所述的分子筛为天然沸石或合成沸石分子筛,型号有3A、4A、5A、10Z、13Z、Y或钠丝光沸石型分子筛。

8. 权利要求1-7任一项所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶的合成方法,其特征在于包括如下步骤:

1) 将原料中单体和交联剂根据各自的沸点进行真空脱水,油浴锅温度高于单体温度0-10℃,脱水时间1-3h,降温后再将所有单体和溶剂分别用分子筛进行脱水12-36h,移除分子筛后备用,固态物质使用前在真空烘箱50-80℃放置12-24h除去水汽;

2) 加入(甲基)丙烯酸烷基酯、(甲基)丙烯酸羟烷基酯、含N原子极性单体和链转移剂,并加入溶剂,升温至70-90℃;

3) 升温过程中,将引发剂溶解在溶剂中加入;

4) 引发剂滴加完成之后,升温至70-90℃下继续反应4-6h,然后降温至35-50℃,加入交联剂和溶剂的混合物,保持20-40min,降温,得到液体压敏胶;

5) 用涂布机将液体压敏胶涂布在离型膜上,通过烘道,然后贴上另外一层离型膜,形成BAB型OCA光学透明胶。

9. 根据权利要求8所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶的合成方法,其特征在于,所述的溶剂为乙酸乙酯、丙酮或无水乙醇。

## 一种触摸屏贴合用高透光率光学透明胶及其合成方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于光学胶黏剂,具体涉及一种液晶显示屏贴合用高透光率光学透明胶及其合成方法,该透明胶是一种触摸屏贴合用热固化高透光率丙烯酸酯光学压敏胶,属于电子信息技术领域。

### 背景技术

[0002] 目前智能手机和平板市场大都采用直接贴合技术来消除LCM(液晶模组)和接触屏玻璃或薄膜之间的空隙。大多数接触面板厂在进行玻璃贴合时,习惯采用生产效率较高、厚度均一的光学胶带OCA贴合技术,这与OCA的性质关系很大,OCA适用与手机、平板等贴合面较小的情况,生产效率高,尤其是热固化OCA,加热既可固化,制成胶膜,使用方便快捷。

[0003] UV固化OCA需要进行紫外光照射,但由于触控面板边框部分印刷有不透光的油墨,紫外线不能够穿过油墨照射到这些地方,从而产生未固化区域,这些区域即使另外进行侧光源照射也不能确保固化完全,这大大增加了设备成本,降低了生产效率。

[0004] 目前来说,OCA以美国、日本和韩国为主要供应商,美国以3M为主,日本以积水、Nitto、王子、日立、日荣为主,韩国主要是LGH(LG的一个子公司),但这些公司开大的高性能产品基本处于保密状态。

[0005] 中国发明专利申请CN107057612A(2017.08.18)公开了一种高透光率丙烯酸压敏胶及其制备方法,该丙烯酸压敏胶由包括以下重量份数的原料制得:内聚单体0~30份,粘性单体50~75份,功能单体1~10份,邻苯基苯氧乙基丙烯酸酯5~10份,引发剂0.3~0.8份,溶剂100~150份,固化剂含量为0.1wt%~0.5wt%。本发明提供的高透光率丙烯酸酯压敏胶,具有很高的通透性能(透光率 $\geq 93\%$ ),在正常使用处理下没有残胶现象,且剥离强度高,在使用过程中没有脱胶和胶层以及界面破坏的现象,很好地解决解决航空航天、电子电气及LCD、PDP和OLED等光学器件中领域中出现的粘接问题。但该技术所得的压敏胶性能还有待提高,如其透光率只有93%-96%,而目前高端设备所要求的OCA光学胶莫的透光率必须在99%以上,可能因为工艺问题以及缺少特殊单体;其次,该技术所得的压敏胶的初黏力高达10号钢球以上,国际高端OCA胶膜的初黏力一般为6号钢球,初黏力过大严重影响胶膜初次使用,给电子设备行业生产带来极大不便,可能因为胶膜过软,软硬单体配比不当,而且预聚体的分子量和交联程度都不够,分子量过小,初黏力较大。第三该技术所得压敏胶的持粘力过小,为72h以上,而高端胶膜持粘力需要在240h以上,否则使用过程中容易脱落。第四,该现有技术使用了常见的功能单体丙烯酸,该单体酸性较强,当含有此单体的光学胶用在贴合触摸屏等含有电极的光学器件时便会腐蚀电极。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的是克服现有技术存在的问题,提供一种透光率超过99.5%,雾度值低于0.1%,折射率接近玻璃折射率1.49,初黏力适中,持粘力优异的,环境友好的,具有热固化功能的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶及其合成方法。

[0007] 本发明的光学透明胶是热固化形式的,合成的预聚体涂布于离型膜上,形成BAB型夹层结构,其中B为离型膜,A为胶膜。然后经过真空干燥箱,胶膜热固化,使用时,揭开离型膜既可进行屏幕贴合,使用方便。

[0008] 1) 利用丙烯酸羟烷基酯中亲水羟基的作用,配合大分子量交联剂,使胶膜中仅有的微量水汽均匀分散,不会形成浊点,从而再次提高透光率和降低雾度,大分子量的交联剂具有较大的折射率,在很大程度上提高透光率(高折射率会与基材折射率更相近,减少光线损失);本发明所得胶膜,这几项重要的光学性能指标远远好于目前国内光学透明胶。

[0009] 2) 水汽对胶膜透光率和雾度影响很大,在透光率达到90%以上时,体系中少量的水汽时影响体系透光率和雾度的重要原因;本发明先将原料进行了预脱水处理,脱去绝大部分水汽,极大的减少体系中本来就很少但却对透光率和雾度有很大影响的水分,脱水之后能够极大提高胶膜的透光率和降低雾度。

[0010] 3) 持粘力和初黏力是一对相对立的性能,较小的分子量,交联程度,使得胶膜内聚强度不够,因而持粘力过小;本发明利用含极性N原子的单体,并使用大分子量的交联剂1,1'-(1,3苯二羰基)-二-(2-甲基氮杂环丙烷)(双酰胺),N原子具有强极性,使得预聚体中分子链之间相互作用增强,最终使得胶膜分子量适中,交联程度很高,而且软硬单体配比适当,因而初黏力适中,持粘力优异。

[0011] 本发明目的通过如下技术方案实现:

[0012] 一种触摸屏贴合用高透光率光学透明胶:以重量份数计,其原料配方包括30-50份(甲基)丙烯酸烷基酯,25-40份(甲基)丙烯酸羟烷基酯,1-3份含N原子极性单体,10-20份交联剂,0.01-0.02份链转移剂,0.5-1份热引发剂;

[0013] 所述的交联剂为1,1'-(1,3苯二羰基)-二-(2-甲基氮杂环丙烷);

[0014] 所述的(甲基)丙烯酸烷基酯为丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸异丙酯、丙烯酸异戊酯、丙烯酸仲丁酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸异冰片酯、丙烯酸2-甲基丁酯、丙烯酸4-甲基-2-戊酯、丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸异辛酯、丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸异冰片酯和甲基丙烯酸丁酯中的一种或多种;

[0015] 所述的(甲基)丙烯酸羟烷基酯为丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸羟乙酯和甲基丙烯酸羟丙酯;

[0016] 所述的含N原子极性单体为N-烷基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二烷基(甲基)丙烯酰胺或N-乙烯基内酰胺;

[0017] 所有原料在使用前进行脱水处理。

[0018] 为进一步实现本发明目的,优选地,所述的N-乙烯基内酰胺为N-乙烯基吡咯烷酮和N-乙烯基己内酰胺中的一种或多种;

[0019] 优选地,所述的链转移剂为十二烷基硫醇。

[0020] 优选地,所述的热引发剂为偶氮二异丁腈。

[0021] 优选地,所述的原料配方还包括无机填料、反应型或者非反应型增塑剂、热稳定剂、消泡剂、防腐剂和稀释剂中的一种或多种。

[0022] 优选地,所述的脱水处理是指固体原料通过真空烘箱脱水;液态原料通过油浴真空脱水再进行分子筛脱水,若常温下为固态而加热时才呈现液态的可先进行真空油浴加热脱水,再在加热时液态状态下进行分子筛脱水。

[0023] 优选地,所述的真空烘箱脱水是将固态物质使用前在真空烘箱50-80℃放置12-24h除去水汽;所述油浴真空脱水是控制油浴锅温度高于单体沸点温度0-10℃,脱水时间1-3h,降温。

[0024] 优选地,所述的分子筛为天然沸石或合成沸石分子筛,型号有3A、4A、5A、10Z、13Z、Y或钠丝光沸石型分子筛。

[0025] 所述的触摸屏贴合用高透光率光学透明胶的合成方法,包括如下步骤:

[0026] 1) 将原料中单体和交联剂根据各自的沸点进行真空脱水,油浴锅温度高于单体温度0-10℃,脱水时间1-3h,降温后再将所有单体和溶剂分别用分子筛进行脱水12-36h,移除分子筛后备用,固态物质使用前在真空烘箱50-80℃放置12-24h除去水汽;

[0027] 2) 加入(甲基)丙烯酸烷基酯、(甲基)丙烯酸羟烷基酯、含N原子极性单体和链转移剂,并加入溶剂,升温至70-90℃;

[0028] 3) 升温过程中,将引发剂溶解在溶剂中加入;

[0029] 4) 引发剂滴加完成之后,升温至70-90℃下继续反应4-6h,然后降温至35-50℃,加入交联剂和溶剂的混合物,保持20-40min,降温,得到液体压敏胶;

[0030] 5) 用涂布机将液体压敏胶涂布在离型膜上,通过烘道,然后贴上另外一层离型膜,形成BAB型OCA光学透明胶。

[0031] 优选地,所述的溶剂为乙酸乙酯(EA)、丙酮或无水乙醇。

[0032] 本发明原料中,引发剂为固态,其余物质绝大多数为液态,但部分单体在室温下为固态的,油浴加热后呈现液体,熔点一般都不高,最多60℃左右,所以不用担心温度高会对分子筛有影响。比较特殊的是,链转移剂十二烷基硫醇(NDM)是液态,实施例中用量极少(1-2滴,重量0.1g),而且纯度很高,基本上无法再进一步脱水,因此可不通过油浴真空脱水和分子筛脱水,用前放在烘箱即可,实际应用中如果用量较大可以通过油浴真空脱水。

[0033] 与现有技术相比,本发明具有如下优点和有益效果:

[0034] 1) 利用丙烯酸羟烷基酯中亲水羟基的作用,配合大分子量交联剂,使胶膜中仅有的微量水汽均匀分散,不会形成浊点,从而再次提高透光率和降低雾度,大分子量的交联剂具有较大的折射率,在很大程度上提高透光率(高折射率会与基材折射率更相近,减少光线损失);本发明所得胶膜透光率超过99.5%,雾度值低于0.1%,折射率接近玻璃折射率1.49,这几项重要的光学性能指标远远好于目前国内光学透明胶。

[0035] 2) 水汽对胶膜透光率和雾度影响很大,在透光率达到90%以上时,体系中少量的水汽时影响体系透光率和雾度的重要原因;本发明先将原料进行了预脱水处理,脱去绝大部分水汽,极大的减少体系中本来就很少但却对透光率和雾度有很大影响的水分,脱水之后能够极大提高胶膜的透光率和降低雾度。

[0036] 3) 持粘力和初黏力是一对相对立的性能,较小的分子量,交联程度,使得胶膜内聚强度不够,因而持粘力过小;本发明利用含极性N原子的单体,并使用大分子量的交联剂1, 1'-(1,3-苯二羰基)-二-(2-甲基氮杂环丙烷)(双酰胺),N原子具有强极性,使得预聚体中分子链之间相互作用增强,最终使得胶膜分子量适中,交联程度很高,而且软硬单体配比适当,因而初黏力适中,持粘力优异。

[0037] 4) 本发明中用到的单体和溶剂本发明的光学胶是热固化的,设备简单,制成胶膜之后使用方便。

[0038] 5) 本发明制成的胶膜是压敏胶,初粘力适中,贴合时不会产生位移,贴合工艺与现有工艺类似,不需要增加新的设备。

[0039] 6) 本发明的胶膜在进行贴合工艺之后,还能够进行进一步的固化,大大增强了粘接强度,保证不会脱落。

[0040] 7) 本领域现有技术经常使用功能单体丙烯酸,此单体酸性较强,当含有此单体的光学胶用在贴合触摸屏等含有电极的光学器件时便会腐蚀电极。本发明利用含极性N原子的单体替代丙烯酸作为功能单体,完全没有影响胶膜的力学性能,而且使得制得的胶膜不会因为含有酸性单体而腐蚀电极,很好的解决了本领域生产中原料的腐蚀性问题。

[0041] 8) 现有技术经常使用过氧化物作为引发剂,过氧化物长时间放置会发生严重黄边,严重影响外观,透光率和雾度等光学性能;本发明配方不使用过氧化物作为引发剂,可以真正做到超高透光率和超低雾度。

### 具体实施方式

[0042] 为更好地理解本发明,下面将结合实施例对本发明做进一步的说明,但本发明的实施方式不限如此。

[0043] 本发明中BA为丙烯酸丁酯,HEA为丙烯酸羟乙酯,IBOMA为甲基丙烯酸异冰片酯,MMA为甲基丙烯酸甲酯,MA为丙烯酸甲酯,NVP为N-乙基吡咯烷酮,NVC为N-乙基己内酰胺,NDM为十二烷基硫醇,EA为乙酸乙酯,AIBN为偶氮二异丁腈。

[0044] 本发明中的光学胶预聚体采用涂膜器均匀涂在离型膜上,再盖上另一层离型膜,形成BAB型胶膜,其中B是指离型膜,A是指光学胶膜,然后经真空干燥箱进行热固化,使用时,撕下离型膜即可进行贴合。

[0045] 透光率的测试使用Lambda950型紫外-可见分光光度计,测试时膜厚度为50um。折光率的测试使用阿贝折射仪,雾度的测试采用雾度计。初粘力测试使用型号为CZY-G的初粘力测试仪,持粘力测试使用型号为CZY-GS的持粘力测试仪,180°剥离力测试使用万能拉力机,膜宽25mm。

[0046] 实施例1 (E1):原料配方见表1

[0047] 表1实施例1原料配方表

[0048]

原料	BA	HEA	IBOMA	NVP	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10

[0049] 原料预处理:丙烯酸丁酯(BA)、丙烯酸羟乙酯(HEA)、甲基丙烯酸异冰片酯(IBOMA)、N-乙基吡咯烷酮(NVP)和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水1h,油浴锅温度与各自沸点相同,然后将单体(BA、HEA、IBOMA、NVP)、交联剂双酰胺和溶剂乙酸乙酯(EA)再进行3A型分子筛吸附脱水12h,十二烷基硫醇(NDM)与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置12h待用。

[0050] 将预处理后BA、HEA、IBOMA、NVP和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为60r/min,油浴锅加热,逐渐升温至70℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗中,待烧瓶内温度达到70℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约1h。结束后,取下温度计和聚四

氟乙烯恒压漏斗, 加装氮气保护装置, 氮气流速为20mL/s, 保持油浴锅70℃继续反应6h。然后, 将烧瓶内温度降至35℃, 滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约20min滴加完成, 继续反应20min, 降温出料。

[0051] 实施例2 (E2): 原料配方见表2

[0052] 表2实施例2配方表

原料	BA	HPA	MMA	NMMA	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10

[0054] 原料预处理: BA、丙烯酸羟丙酯 (HPA)、甲基丙烯酸甲酯 (MMA)、N-甲基甲基丙烯酰胺 (NMMA) 和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水2h, 油浴锅温度比各自沸点高5℃, 然后将BA、HPA、MMA、NMMA、双酰胺、EA、丙酮和无水乙醇再进行4A型分子筛吸附脱水12h, 十二烷基硫酸醇 (NDM) 与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置12h待用。

[0055] 将预处理后BA、HPA、MMA、NMMA和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中, 再加入55gEA, 实验装置配有数显功能的机械搅拌, 冷凝装置和温度计, 转速为90r/min, 油浴锅加热, 逐渐升温至80℃ (温度计显示温度)。升温过程, 将AIBN溶解在丙酮中, 再加入剩余EA, 形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液, 摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗中, 待烧瓶内温度达到80℃开始滴加引发剂溶液, 此引发剂溶液滴加过程约1.5h。结束后, 取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗, 加装氮气保护装置, 氮气流速为20mL/s, 保持油浴锅80℃继续反应5h。然后, 将烧瓶内温度降至40℃, 滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约30min滴加完成, 继续反应30min, 降温出料。

[0056] 实施例3 (E3): 原料配方见表3

[0057] 表3实施例3配方表

原料	BA	HEMA	M	N,N-DMMA	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10

[0059] 原料预处理: BA、甲基丙烯酸羟乙酯 (HEMA)、丙烯酸甲酯 (MA)、N,N-二甲基甲基丙烯酰胺 (N,N-DMMA) 和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水3h, 油浴锅温度比各自沸点高5℃, 然后将BA、HEMA、MA、N,N-DMMA、双酰胺、EA、丙酮和无水乙醇再进行5A型分子筛吸附脱水36h, 十二烷基硫酸醇 (NDM) 与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置24h待用。

[0060] 将预处理后BA、HEMA、MA、N,N-DMMA和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中, 再加入55gEA, 实验装置配有数显功能的机械搅拌, 冷凝装置和温度计, 转速为120r/min, 油浴锅加热, 逐渐升温至90℃ (温度计显示温度)。升温过程, 将AIBN溶解在丙酮中, 再加入剩余EA, 形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液, 摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗, 待烧瓶内温度达到90℃开始滴加引发剂溶液, 此引发剂溶液滴加过程约2h。结束后, 取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗, 加装氮气保护装置, 氮气流速为20mL/s, 保持油浴锅90℃继续反应4h。然后, 将烧瓶内温度降至45℃, 滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约40min滴加完成, 继续反应30min, 降温出料。

[0061] 实施例4 (E4): 原料配方见表4

[0062] 表4实施例4配方表

原料	BA	HPMA	IBOMA	NVC	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10



质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10
------	----	----	---	---	-----	----	-----	---	---	----

[0064] 原料预处理:BA、甲基丙烯酸羟丙酯 (HPMA)、甲基丙烯酸异冰片酯 (IBOMA)、N-乙烯基己内酰胺 (NVC) 和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水2h,油浴锅温度比各自沸点高10℃,然后将BA、HPMA、IBOMA、NVC、双酰胺、EA、丙酮和无水乙醇再进行10Z型分子筛吸附脱水24h,十二烷基硫酸醇 (NDM) 与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置24h待用。

[0065] 将预处理后BA、HPMA、IBOMA、NVC和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为150r/min,油浴锅加热,逐渐升温至80℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗,待烧瓶内温度达到80℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约2h。结束后,取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗,加装氮气保护装置,氮气流速为20mL/s,保持油浴锅80℃继续反应5h。然后,将烧瓶内温度降至50℃,滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约30min滴加完成,继续反应40min,降温出料。

[0066] 对比例1 (CE1):原料配方见表5

[0067] 表5对比例1原料配方表

原料	BA	MA	NVP	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	40	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10

[0069] 原料预处理:BA、MA、NVP和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水3h,油浴锅温度比各自沸点高10℃,然后将BA、MA、NVP、双酰胺、EA、丙酮和无水乙醇再进行3A型分子筛吸附脱水36h,十二烷基硫酸醇 (NDM) 用量极少,可与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置24h待用。

[0070] 将预处理后BA、MA、NVP和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为60r/min,油浴锅加热,逐渐升温至70℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗,待烧瓶内温度达到70℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约1h。结束后,取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗,加装氮气保护装置,氮气流速为20mL/s,保持油浴锅70℃继续反应6h。然后,将烧瓶内温度降至45℃,滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约20min滴加完成,继续反应30min,降温出料。

[0071] 对比例2 (CE2):原料配方见表6

[0072] 表6对比例2配方表

原料	BA	HEA	MA	NMMA	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	8	10

[0074] 以上原料不经过预处理。

[0075] 将配方表中BA、HEA、MA、NMMA和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为90r/min,油浴锅加热,逐渐升温至80℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗,待烧瓶内温度达到80℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约1.5h。结束后,取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗,加装氮气保护装置,氮气流速为20mL/s,保持油浴锅80℃继续反应5h。然后,

将烧瓶内温度降至30℃,滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约30min滴加完成,继续反应30min,降温出料。

[0076] 对比例3(CE3):原料配方见表7

[0077] 表7对比例3配方表

原料	BA	HPA	MMA	NDM	EA	AIBN	丙酮	双酰胺	无水乙醇
质量/g	20	20	5	2d	70	0.4	4	8	10

[0079] 原料预处理:BA、HPA、MMA和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水2h,油浴锅温度比各自沸点高5℃,然后将BA、HPA、MMA、双酰胺、EA、丙酮和无水乙醇再进行4A型分子筛吸附脱水24h,十二烷基硫酸醇(NDM)与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置24h待用。

[0080] 将预处理后BA、HPA、MMA和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为120r/min,油浴锅加热,逐渐升温至80℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗,待烧瓶内温度达到80℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约1.5h。结束后,取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗,加装氮气保护装置,氮气流速为20mL/s,保持油浴锅80℃继续反应5h。然后,将烧瓶内温度降至40℃,滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约30min滴加完成,继续反应20min,降温出料。

[0081] 对比例4(CE4):原料配方见表8

[0082] 表8对比例4配方表

原料	BA	HEMA	IBOMA	NVP	NDM	EA	AIBN	丙酮	无水乙醇
质量/g	20	20	5	1	0.1	70	0.4	4	10

[0084] 原料预处理:BA、HEMA、IBOMA、N,N-DMMA和交联剂双酰胺在使用前进行真空脱水3h,油浴锅温度与各自沸点相同,然后将BA、HEMA、IBOMA、NVP、EA、丙酮和无水乙醇再进行5A型分子筛吸附脱水36h,十二烷基硫酸醇(NDM)与偶氮二异丁腈AIBN在真空烘箱放置24h待用。

[0085] 将预处理后BA、HEMA、IBOMA、NVP和NDM按照配方所给量加入500ml四口烧瓶中,再加入55gEA,实验装置配有数显功能的机械搅拌,冷凝装置和温度计,转速为150r/min,油浴锅加热,逐渐升温至90℃(温度计显示温度)。升温过程,将AIBN溶解在丙酮中,再加入剩余EA,形成浓度约为0.021g/mL的引发剂溶液,摇匀加入聚四氟乙烯恒压滴液漏斗,待烧瓶内温度达到90℃开始滴加引发剂溶液,此引发剂溶液滴加过程约2h。结束后,取下温度计和聚四氟乙烯恒压漏斗,加装氮气保护装置,氮气流速为20mL/s,保持油浴锅90℃继续反应4h。然后,将烧瓶内温度降至45℃,滴加双酰胺和无水乙醇混合的溶液。约40min滴加完成,继续反应20min,降温出料。

[0086] 测试胶膜光学和力学性能测试光学性能时,将预聚体涂膜于离型膜上,真空干燥箱中热固化,然后转移至光学玻璃上利用Lambda950型紫外-可见分光光度计进行透光率的测试,阿贝折射仪进行折射率的测试、雾度计进行雾度的测试。固化后膜厚为50μm。

[0087] 进行力学性能测试时,将预聚体涂膜于PET膜上,真空干燥箱中80℃,热固化5min,进行初粘力、持粘力和180°剥离力的测试。初黏力测试时按照GBT4852-2002压敏胶粘带初粘性试验方法(滚球法),持粘力测试按照GBT4851-1998压敏胶粘带持粘性试验方法,剥离力测试按照GBT2792-1998压敏胶粘带180°剥离强度试验方法。

[0088] 光学和力学性能测试结果如下表9:

[0089] 表9各胶膜光学性能测试结果

[0090]

项目	透光率T%	雾度H%	折光率R
E1	99.5	0	1.487
E2	99.6	0.1	1.488
E3	99.5	0	1.486
E4	99.5	0.1	1.488
CE1	97.3	0.5	1.480
CE2	95.6	0.8	1.478
CE3	99.5	0.1	1.488
CE4	99.6	0	1.486

[0091] 从表9的测试结果可以看到,实施例所有配方制备的光学胶膜的透光率都在99.5%以上,雾度值也都在0.1%以下,折光率接近玻璃1.49的折光率,因此,这些配方生产的光学胶膜的光学性质满足目前任何行业的要求。这主要是因为原料的预处理将体系的水汽降到很低,再加上含羟基单体的使用时体系仅有的水汽均匀分散不形成浊点,对光学性能的提升作用很大。而对比例1和2透光率较低,雾度相对较高以及折射率相对较低,从配方中观察分析,推断对比例1是由于缺少丙烯酸羟烷基酯,体系中无羟基,无法使得微量水汽均匀分散,因而形成浊点,使得透光率降低而雾度升高。对比例2由于原料没有经过预脱水处理,体系水汽较多,对胶膜光学性能影响很大。

[0092] 从表10力学性能测试结果可以看出,所有实施例的胶膜的初粘力都不大,数值适中,满足行业需求,而这也正是国际高端OCA光学胶膜的初黏力理想数值。这主要是软硬单体配比适中、含N原子的极性单体用量得当以及双酰胺交联剂的使用使得聚合物分子量及交联程度适中。而对比例中3和4初黏力分别高达11和12,而持粘力太小,剥离强度也不足,这主要是因为配方中缺少含N原子的极性单体,分子链间相互作用太弱,或是缺少交联剂,预聚物交联程度过低,分子量小,内聚强度不够,初黏力大而持粘力太小且剥离强度不足。

[0093] 表10各样品力学性能测试结果

项目	初粘力 T/球号	持粘力 H/h	180° 剥离力 P/N.25mm <sup>-1</sup>
[0094] E1	6	>240	15.8
E2	6	>240	15.3
E3	7	>240	15.2
E4	6	>240	15.6
CE1	7	>240	14.9
[0095] CE2	6	>240	15.1
CE3	12	<24	10.8
CE4	11	<24	10.6

[0096] 对于本领域的技术人员来说,在本发明的原理下,可以对上述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。