



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112432931 B

(45) 授权公告日 2023. 04. 07

(21) 申请号 202011236903.1

(22) 申请日 2020.11.09

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112432931 A

(43) 申请公布日 2021.03.02

(73) 专利权人 合肥乐凯科技产业有限公司
地址 230041 安徽省合肥市新蚌埠路与沱
河路交叉口

(72) 发明人 李恒 徐倩倩 孙晶晶 刘玉磊
朱用国 万金龙 王槐德

(74) 专利代理机构 北京市炜衡律师事务所
11375
专利代理师 何金花

(51) Int. Cl.
G01N 21/59 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 110036343 A, 2019.07.19
CN 110183112 A, 2019.08.30
JP 2006137078 A, 2006.06.01
KR 20070066237 A, 2007.06.27

安胜姬等.《应用化学实验》. 吉林大学出版社, 2005, 第61-62页.

马越峰等. 光固化粉末涂料涂膜性能研究.《热固性树脂》. 2003, 第第18卷卷 (第第18卷期), 第1-4页.

李恒等. 环氧树脂固化动力学的研究及应用.《玻璃钢/复合材料》. 2013, (第undefined期), 第43-51页.

Heng-Yu Li等. Optical transmission as a fast and non-destructive tool for determination of ethylene-co-vinyl acetate curing state in photovoltaic modules.《PROGRESS IN PHOTOVOLTAICS: RESEARCH AND APPLICATIONS》. 2013, 第187-194页.

C. S. B. Ruiz等. CURE DEGREE ESTIMATION OF PHOTOCURABLE COATINGS BY DSC AND DIFFERENTIAL PHOTOCALORIMETRY.《Journal of Thermal Analysis and Calorimetry》. 2002, 第335-341页.

审查员 李慧君

权利要求书1页 说明书4页 附图2页

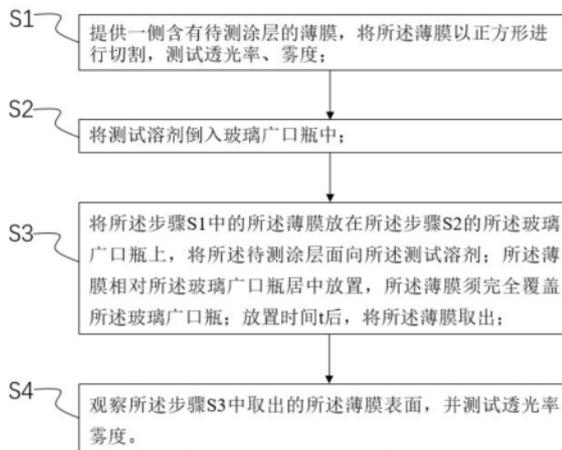
(54) 发明名称

一种薄膜涂层固化度的测试方法

(57) 摘要

本发明公开了一种薄膜涂层固化度的测试方法, 特别涉及背光模组用光学功能薄膜涂层固化度的测试方法, 包括如下步骤: S1, 提供一侧含有待测涂层的薄膜, 将所述薄膜以正方形进行切割, 测试透光率、雾度; S2, 将测试溶剂倒入玻璃广口瓶中; S3, 将所述步骤S1中的所述薄膜放在所述步骤S2中的所述玻璃广口瓶上, 将所述待测涂层面面向所述测试溶剂; 所述薄膜相对所述玻璃广口瓶居中放置, 所述薄膜须完全覆盖所述玻璃广口瓶; 放置时间t后, 将所述薄膜取出; S4, 观察所述步骤S3中取出的所述薄膜表面, 并测试透光率、雾度。本发明提供的测试方法能够定性比较涂层的固化程度, 反映涂层的交联密度和耐老化

性能, 且测试方法快速、准确, 具有可重复性。



CN 112432931 B

1. 一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,包括以下步骤:
 - S1,提供一侧含有待测涂层的薄膜,将所述薄膜以正方形进行切割,测试透光率、雾度;
 - S2,将测试溶剂倒入玻璃广口瓶中;
 - S3,将所述步骤S1中的所述薄膜放在所述步骤S2的所述玻璃广口瓶上,将所述待测涂层面面向所述测试溶剂;所述薄膜相对所述玻璃广口瓶居中放置,所述薄膜须完全覆盖所述玻璃广口瓶;放置时间t后,将所述薄膜取出;
 - S4,观察所述步骤S3中取出的所述薄膜表面,并测试透光率、雾度。
2. 根据权利要求1所述的一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述步骤S1中所述待测涂层包含热固化涂层或者紫外光固化涂层。
3. 根据权利要求1所述的一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述步骤S2中所述玻璃广口瓶瓶口直径D为 $50\text{mm} \leq D \leq 200\text{mm}$;所述步骤S1中切割后所述薄膜的边长L与所述玻璃广口瓶瓶口直径D的关系为 $10\text{mm} \leq L - D \leq 100\text{mm}$ 。
4. 根据权利要求1所述的一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,步骤S2中所述测试溶剂为丁酮或乙酸乙酯中的一种。
5. 根据权利要求1所述的一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述步骤S1中所述待测涂层为热固化涂层时,所述步骤S2中所述测试溶剂为乙酸乙酯。
6. 根据权利要求1所述的一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述步骤S1中所述待测涂层为紫外光固化涂层时,所述步骤S2中所述测试溶剂为丁酮。
7. 根据权利要求1所述的薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述放置时间t为 $1\text{min} \sim 3000\text{min}$ 。
8. 一种薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述测试方法还包括如下步骤:
 - S11,提供一侧含有待测涂层的薄膜,将所述薄膜以正方形进行切割;测试透光率、雾度;
 - S12,将玻璃广口瓶放在水浴锅中,将测试溶剂倒入所述玻璃广口瓶中;
 - S13,将所述步骤S11中所述薄膜放在所述步骤S12中所述玻璃广口瓶上,将所述待测涂层面面向所述测试溶剂;所述薄膜相对所述玻璃广口瓶居中放置,所述薄膜须完全覆盖所述玻璃广口瓶;放置时间t后,将所述薄膜取出;
 - S14,观察所述步骤S13中取出的所述薄膜表面,并测试透光率、雾度。
9. 根据权利要求8所述的薄膜涂层固化度的测试方法,其特征在于,所述步骤S12中所述水浴锅的温度为 $30^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 。

一种薄膜涂层固化度的测试方法

技术领域

[0001] 本发明涉及检测方法,尤其是涉及一种背光模组用光学功能薄膜涂层固化度的测试方法。

背景技术

[0002] 固化度也叫转化率,是指涂层固化反应的程度,反映的是涂层的交联密度,是反映涂层物理性能、机械性能、耐老化性能的重要指标。基于塑料薄膜的涂层材料应用范围越来越广,涂层固化度的测试也显得非常有必要。对于热固化的涂层,用DSC可以进行测定,因为固化反应一般都是放热反应,根据树脂体系完全固化时所放出的总热量和固化后剩余反应热进行测试并计算,就可以计算出固化度。对于紫外光固化涂层,用FT-IR方法可以进行测定,通过测试反应前树脂体系的C=C双键数量和目前涂层的C=C双键数量,即可计算出固化度。这两种测试方法均可以测试出涂层的固化度,但测试基于薄膜的涂层固化度存在着测试步骤复杂、制样困难、结果不准确等问题。目前没有一种快速、方便、定性比较薄膜涂层固化度的检测方法。

发明内容

[0003] 为克服上述缺点,提供一种能准备快捷地检测薄膜涂层固化度,为厂家选择薄膜涂层时提供一种定性比较固化度的测试方法。

[0004] 本发明的目的是通过以下技术措施实现的一种薄膜涂层固化度的测试方法,包括以下步骤:

[0005] S1,提供一侧含有待测涂层的薄膜,将所述薄膜以正方形进行切割,测试透光率、雾度;

[0006] S2,将测试溶剂倒入玻璃广口瓶中;

[0007] S3,将所述步骤S1中的所述薄膜放在所述步骤S2的所述玻璃广口瓶上,将所述待测涂层面向所述测试溶剂;所述薄膜相对所述玻璃广口瓶居中放置,所述薄膜须完全覆盖所述玻璃广口瓶;放置时间t后,将所述薄膜取出;

[0008] S4,观察所述步骤S3中取出的所述薄膜表面,并测试透光率、雾度。

[0009] 作为进一步的技术方案,所述步骤S1中所述待测涂层包含热固化涂层或者紫外光固化涂层。

[0010] 作为进一步的技术方案,所述步骤S2中所述玻璃广口瓶瓶口直径D为 $50\text{mm} \leq D \leq 200\text{mm}$;所述步骤S1中切割后所述薄膜的边长L与所述玻璃广口瓶瓶口直径D的关系为 $10\text{mm} \leq L - D \leq 100\text{mm}$ 。

[0011] 作为进一步的技术方案,步骤S2中所述测试溶剂为丁酮或乙酸乙酯中的一种。

[0012] 作为进一步的技术方案,所述步骤S1中所述待测涂层为热固化涂层时,所述步骤S2中所述测试溶剂为乙酸乙酯。

[0013] 作为进一步的技术方案,所述步骤S1中所述待测涂层为紫外光固化涂层时,所述

步骤S2中所述测试溶剂为丁酮。

[0014] 作为进一步的技术方案,所述放置时间 t 为1min~3000min。

[0015] 作为进一步的技术方案,所述测试方法还包括如下步骤:

[0016] S11,提供一侧含有待测涂层的薄膜,将所述薄膜以正方形进行切割;测试透光率、雾度;

[0017] S12,将玻璃广口瓶放在水浴锅中,将测试溶剂倒入所述玻璃广口瓶中;

[0018] S13,将所述步骤S11中所述薄膜放在所述步骤S12中所述玻璃广口瓶上,将所述待测涂层面向所述测试溶剂;所述薄膜相对所述玻璃广口瓶居中放置,所述薄膜须完全覆盖所述玻璃广口瓶;放置时间 t 后,将所述薄膜取出;

[0019] S14,观察所述步骤S13中取出的所述薄膜表面,并测试透光率、雾度。

[0020] 作为进一步的技术方案,所述步骤S12中所述水浴锅的温度为30℃~100℃。

[0021] 有益效果

[0022] 本发明利用测试溶剂对薄膜待测涂层的诱导作用,能快速使待测涂层表面产生析出物,通过对比析出的时间和薄膜透光率及雾度变化,来对待测涂层固化度进行快速检测和对比。本发明操作简单,设备简单,检测人员可独立操作,检测重复性好,工作效率高,可适用于薄膜基材的各种涂层材料,应用范围广,为定性比较薄膜涂层固化度提供有效的依据。

附图说明

[0023] 图1为本发明一种薄膜涂层固化度的测试方法步骤;

[0024] 图2为本发明涂层固化度测试的示意图;

[0025] 图中:1、玻璃广口瓶;2、薄膜;3、待测涂层;4、测试溶剂;S1~S4、步骤。

具体实施方式

[0026] 下面对本发明做进一步详细说明。

[0027] 参见图1和图2,一种薄膜涂层固化度的测试方法,包括以下步骤:

[0028] S1,提供一侧含有待测涂层3的薄膜2,将所述薄膜2以正方形进行切割,测试透光率、雾度;

[0029] S2,将测试溶剂4倒入玻璃广口瓶1中;

[0030] S3,将所述步骤S1中的所述薄膜2放在所述步骤S2的所述玻璃广口瓶1上,将所述待测涂层3面向所述测试溶剂4;所述薄膜2相对所述玻璃广口瓶1居中放置,所述薄膜2须完全覆盖所述玻璃广口瓶1;放置时间 t 后,将所述薄膜2取出;

[0031] S4,观察所述步骤S3中取出的所述薄膜2表面,并测试透光率、雾度。

[0032] 本发明的所述薄膜2是以高分子薄膜为基材,在其中一个面上设置有所述待测涂层3。背光模组中常用的功能膜包括扩散膜、增亮膜、反射膜、硬化膜等,它们都是以PET为基材,至少其中一面设置有涂层,涂层的固化方式通常是热固化和紫外光(UV)固化两种。因为涂层的固化方式不同、涂层中低聚物的官能度不同、配方组分不同,那么涂层最终的交联密度也会不同,所以针对不同的涂层,采用的所述测试溶剂4不同。热固化涂层的交联密度相对较低,测试溶剂选用渗透性相对较弱的乙酸乙酯,紫外光固化涂层交联密度相对较高,测

试溶剂选用渗透性相对较强的丁酮。

[0033] 为保证待测薄膜2相对于玻璃广口瓶1居中放置,并且待测薄膜2须完全覆盖玻璃广口瓶1,待测薄膜2的边长L与玻璃广口瓶1瓶口直径D的关系为 $10\text{mm} \leq L-D \leq 100\text{mm}$ 。玻璃广口瓶的杯口处比较圆滑均匀,不含有倾液嘴,能够保证挥发的溶剂均匀地与待测涂层接触。待测薄膜2须完全覆盖玻璃广口瓶1是为了使待测薄膜2与广口瓶瓶口1具有一定的密封性,挥发的溶剂能够完全作用在待测涂层3表面。不同的待测涂层3需要测试的时间不同,放置时间t的范围为1min~3000min。根据现有测试数据,若放置时间太短,则溶剂的作用效果不明显,即待测涂层3变化不明显;若放置时间太长,则待测涂层3会完全破坏涂层,雾度变化太大,比较不出区别。进一步,若需要减少测试时间,可将玻璃广口瓶1放在水浴锅中,加快溶剂的挥发,将加快待测涂层3的析出速度,特别针对一些交联度高、析出时间较长的涂层。步骤S12中水浴锅的温度范围为 $30^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 。水浴锅温度太低,则促进挥发的效果不明显,水浴锅温度太高,则挥发的溶剂在待测涂层3表面聚集形成液滴,导致膜面出现液滴痕迹,造成测试误差。

[0034] 本发明测试方法的原理是通过有机溶剂对涂层进行诱导,利用渗透压和极性原理,涂层中未参与反应的低聚物、小分子、添加剂等会从涂层中迁移到涂层表面,形成一层析出物。涂层的固化程度越高,涂层的交联密度越高,涂层中未参与反应的低聚物、小分子、添加剂更难以迁移到涂层表面,需要的时间越长。相反,涂层的固化度越低,涂层中未参与反应的低聚物、小分子、添加剂更容易迁移到涂层表面,需要的时间越短,析出物越多,雾度变化值越大。通过比较涂层析出的时间、涂层析出后的雾度变化来比较涂层的固化程度。

[0035] 表1薄膜测试前后透光率和雾度数据

项目	透光率 (%)	雾度 (%)	测试溶剂	测试时间 (min)	测试后透光率 (%)	测试后雾度 (%)
薄膜 A	90.67	5.12	丁酮	30	90.2	5.47
薄膜 A	90.67	5.12	丁酮	120	89.42	6.71
薄膜 A	90.67	5.12	丁酮	1440	88.84	8.59
薄膜 B	91.08	7.43	丁酮	30	89.68	7.98
薄膜 B	91.08	7.43	丁酮	120	86.45	10.33
薄膜 B	91.08	7.43	丁酮	1440	84.9	15.67

[0036] 从表1可以看出,薄膜A、B在进行溶剂诱导测试后,因为涂层有析出,透光率都会降低、雾度都会升高,且随着时间的增加,这种规律变化越明显。比较薄膜A、薄膜B在相同测试时间情况,透光率的变化值和雾度的变化值,薄膜B的变化值大于薄膜A的变化,说明薄膜B在溶剂诱导后涂层析出程度更重,即涂层的交联密度低,涂层的固化度相对较低。

[0037] 表2薄膜测试前后透光率和雾度数据

项目	透光率 (%)	雾度 (%)	测试溶剂	测试时间 (min)	测试后透光率 (%)	测试后雾度 (%)
[0039] 薄膜 C	88.59	70.28	乙酸乙酯	5	87.25	72.18
薄膜 C	88.59	70.28	乙酸乙酯	30	86.15	76.44
薄膜 C	88.59	70.28	乙酸乙酯	240	84.56	82.69
薄膜 D	89.27	58.21	乙酸乙酯	5	88.45	59.48
薄膜 D	89.27	58.21	乙酸乙酯	30	88.61	60.32
薄膜 D	89.27	58.21	乙酸乙酯	240	88.17	64.27

[0040] 从表2可以看出,薄膜C、D在进行溶剂诱导测试后,因为涂层有析出,透光率都会降低、雾度都会升高,且随着时间的增加,这种规律变化越明显。比较薄膜C、薄膜D在相同测试时间情况,透光率的变化值和雾度的变化值,薄膜C的变化值大于薄膜D的变化,说明薄膜C在溶剂诱导后涂层析出程度更重,即涂层的交联密度低,涂层的固化度相对较低。

[0041] 以上是对本发明一种薄膜涂层固化度的测试方法进行了阐述,用于帮助理解本发明,但本发明的实施方式并不受上述实施方式的限制,任何未背离本发明原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。

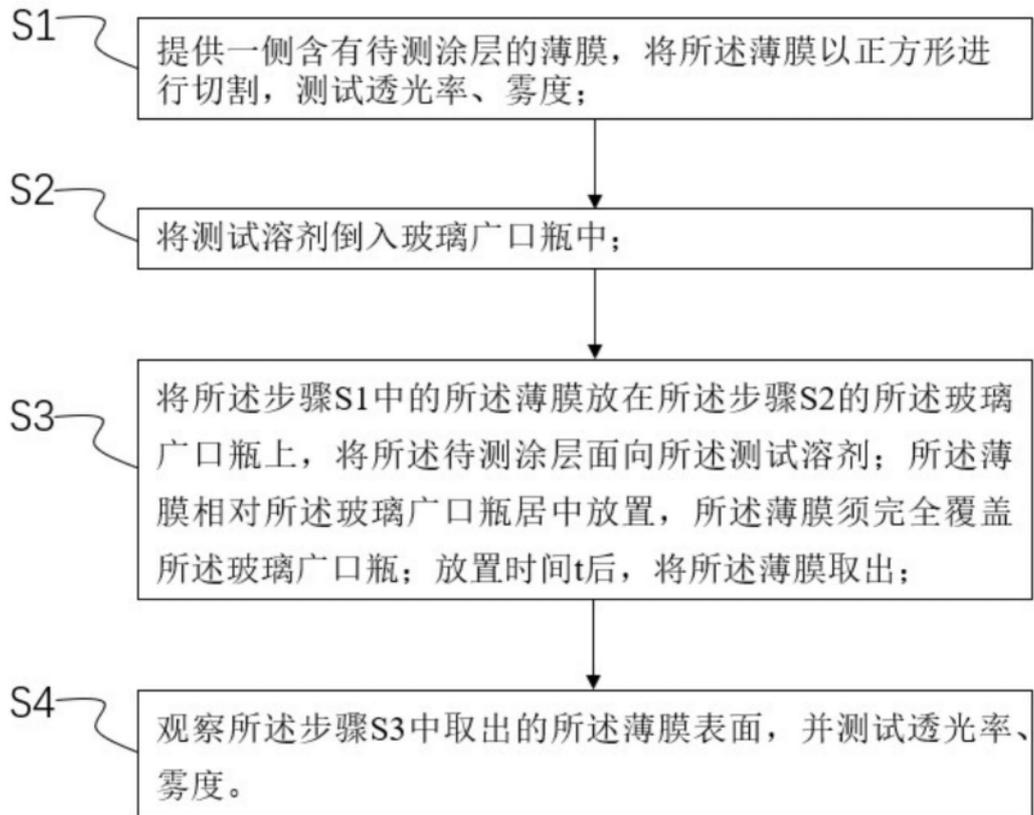


图1

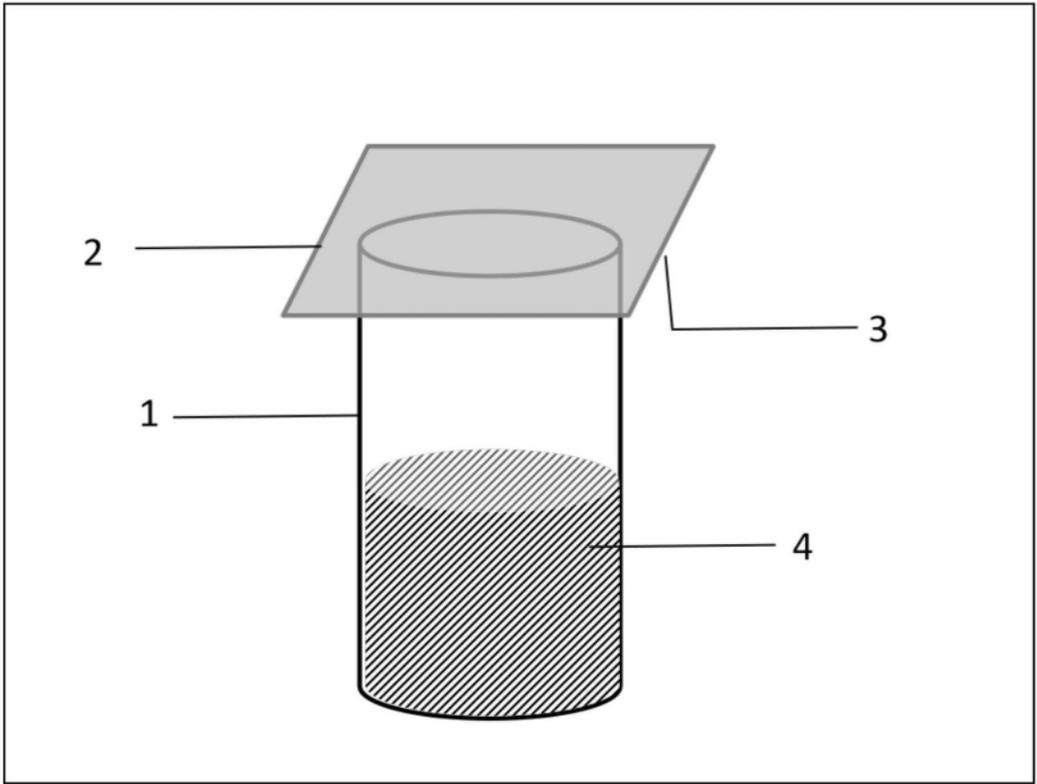


图2