



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101384649 B

(45) 授权公告日 2013. 01. 02

(21) 申请号 200780005369. X

(22) 申请日 2007. 02. 02

(30) 优先权数据

11/276, 070 2006. 02. 13 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 08. 13

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2007/002950 2007. 02. 02

(87) PCT申请的公布数据

W02007/094979 EN 2007. 08. 23

(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 约翰·E·邓肯

迈克尔·W·奥'基弗

罗伊·A·奥尔巴克

彼得·M·奥洛夫松

克里斯托弗·R·博耶尔 卢盈裕

夏剑辉

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 郇春艳 郭国清

(51) Int. Cl.

G08J 5/12 (2006. 01)

G02B 5/00 (2006. 01)

G02B 6/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 6926410 B2, 2005. 08. 09, 说明书第 2 栏第 41 - 第 10 栏第 48 行.

CN 1260812 A, 2000. 07. 19, 说明书第 4 页倒数第 7 行 - 第 19 页第 1 行.

CN 1260812 A, 2000. 07. 19, 说明书第 4 页倒数第 7 行 - 第 19 页第 1 行.

审查员 封志强

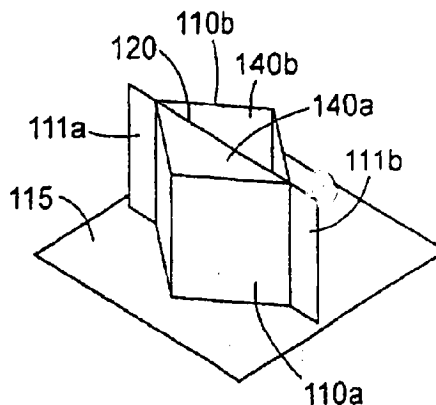
权利要求书 1 页 说明书 26 页 附图 1 页

(54) 发明名称

可固化组合物制成的光学制品

(57) 摘要

本发明提供了可固化组合物, 所述可固化组合物包含具有多个悬垂的和 / 或末端的烯键不饱和的、可自由基聚合官能团的低聚物、可自由基聚合的交联剂和 / 或稀释单体以及光引发剂。所述组合物在固化时不泛黄, 显示出低收缩率和低双折射, 使之适用于多种光学应用, 例如光学透镜、光纤、棱镜、光导、光学粘合剂和光学薄膜。



1. 一种包含固化组合物的光学制品,所述固化组合物包含:
 - a) 50 至 99 重量份的聚(甲基)丙烯酸酯基低聚物,所述聚(甲基)丙烯酸酯基低聚物具有多个悬垂的、可自由基聚合的官能团,且玻璃化转变温度 $\geq 20^{\circ}\text{C}$;
 - b) 1 至 50 重量份的可自由基聚合的交联剂和 / 或稀释单体,以及
 - c) 基于 100 重量份的 a) 和 b), 0.001 至 5 重量份的光引发剂;其中所述低聚物包含聚合的单体单元,所述单体单元包含:
 - i) 50 至 99 重量份的(甲基)丙烯酸酯基单体单元,所述单体单元可均聚成玻璃化转变温度 $\geq 20^{\circ}\text{C}$ 的聚合物;
 - ii) 1 至 50 重量份的单体单元,所述单体单元具有悬垂的、可自由基聚合的官能团;
 - iii) 基于 100 重量份的 i) 和 ii), 小于 40 重量份的单体单元,所述单体单元可均聚成玻璃化转变温度 $< 20^{\circ}\text{C}$ 的聚合物。
2. 根据权利要求 1 所述的光学制品,选自自由光学透镜、光纤、微透镜阵列、光导、波导和光学薄膜组成的组。
3. 根据权利要求 1 所述的光学制品,选自自由棱镜、衍射透镜、微透镜和菲涅耳透镜组成的组。
4. 根据权利要求 1 所述的光学制品,其包含偏振分束器,所述偏振分束器包括:
具有第一表面和至少两个外表面的第一棱镜,具有第一表面和至少两个外表面的第二棱镜,以及具有设置在所述第一和第二棱镜的所述第一表面间的透光轴的偏振层,其中至少一个棱镜包含根据权利要求 1 所述的固化组合物。
5. 根据权利要求 4 所述的光学制品,其中所述偏振层包括多层双折射薄膜。
6. 根据权利要求 4 所述的光学制品,其中所述棱镜显示具有小于 1×10^{-6} 的双折射。
7. 根据权利要求 4 所述的光学制品,其中所述第一或第二棱镜的至少一个所述外表面具有光学功率。

可固化组合物制成的光学制品

技术领域

[0001] 本发明提供含有低聚物的低聚组合物,该低聚物易固化生成光学制品和光学涂层。

背景技术

[0002] 光学材料和光学产品有助于控制光通量和光强度。可用的光学产品实例包括光学透镜(例如菲涅耳透镜)、棱镜、光纤、光管、包括全内反射薄膜的光学薄膜、反光膜和微复制型产品(例如增亮膜和安全产品)。除了别的以外,这些产品的一些实例在美国专利 No. 4, 542, 449、No. 5, 175, 030、No. 5, 591, 527、No. 5, 394, 255 中有所描述。

[0003] 已发现聚合材料在光学制品中有多种用途,并且此类材料被广泛地用来代替由毛玻璃制成的制品,因为聚合材料的重量轻并且制造成本低。碳酸盐聚合物(例如)以良好的透明度、抗变色、高强度和高耐冲击性为特征。然而,单体热聚合物形成聚合物通常伴随着固化过程中的高收缩率(如,收缩 11%至 20%)和延长的固化时间(如,从 5 小时到 16 小时或更长时间)。在用这种材料制造精密光学器件(例如透镜或棱镜)时,高收缩程度会造成困难,尤其是在生产具有较大厚度的制品或者制品的中央和边缘之间厚度差别较大的制品时。延长的固化时间会占用生产设施,并且导致用于成型制品的模具的低效利用。另外,用来聚合单体的热固化循环消耗大量的能量并且不可取地热压模具。

[0004] 光学产品可以由高折射率材料制备,所述材料包括单体,例如高折射率的(甲基)丙烯酸酯单体、卤化单体等,以及光学产品领域内已知的其它此类高折射率单体。请参见(例如)美国专利 No. 4, 568, 445、No. 4, 721, 377、No. 4, 812, 032 和 No. 5, 424, 339。这些聚合物中的一些可以有利地注塑成型,但是这种成型操作导致所得制品具有高双折射,并且可能需要后续的退火步骤。此外,聚(甲基丙烯酸甲酯)聚合物趋于对湿气敏感,并且暴露于水分或湿气中时会发生溶胀,进而导致双折射。

[0005] 几个公开涉及光学涂层,这些光学涂层的厚度通常小于 50.8 微米(2 密耳)。它们未能描述那些组合物的可用性能是否会达到理想平衡,例如生产精密光学部件(例如透镜(包括菲涅耳透镜)和棱镜)所需的低聚合收缩率、低粘度、无着色、高硬度、抗应力开裂、对水分或湿气的敏感性以及低双折射。另外,它们未能提出如何获得可提供性能的理想平衡的树脂,这些性能对提供铸造精密光学制品是可用的。此外,许多聚合组合物通常具有过高的粘度,而不能用于光学浇注用途。

发明内容

[0006] 本发明包括:含有低聚物的可固化组合物,该低聚物具有多个悬垂的烯键不饱和的、可自由基聚合官能团,并且 $T_g \geq 20^\circ\text{C}$ (优选地, $T_g \geq 50^\circ\text{C}$);可自由基聚合的交联剂和/或稀释单体;以及光引发剂。该组合物在固化时不泛黄,表现出低收缩率和低双折射以及低湿敏性,使之适于许多光学应用,包括(但不限于)光学透镜、光纤、棱镜、衍射透镜、微透镜、微透镜阵列、菲涅耳透镜、光导以及光学薄膜和涂层。组合物是低粘度的,因此它可以用

作光学粘合剂以及用于常规的成型操作中,并通过链增长加成工艺增大分子量。此外,制品通过浇注和固化工艺来制备,从而避免了由注塑成型工艺引起的双折射。

[0007] 通常,当包含大量溶剂、单体和活性稀释剂的可固化体系从未固化状态转变为固化状态引起体积的净收缩时,可以引起密度的显著增加。众所周知,收缩可能对精密成型操作(例如,制造光学元件(如透镜)所需的成型操作)造成无法预测的配准问题。收缩还可能对这类光学制品产生残余应力,这可能随后导致光学缺陷,包括高双折射。

[0008] 本发明还提供成型制品(包括光学制品)和制备该制品的方法,在一个实施例中,该方法包括下列步骤:

[0009] (1) 混合组分以形成光学浇注组合物,

[0010] (2) 可选地为该组合物脱气,

[0011] (3) 可选地加该热组合物,

[0012] (4) 将该组合物引入合适的模具中,以及

[0013] (5) 对该组合物进行聚合反应,优选的是光聚反应。

[0014] 本发明通过提供快速固化、无溶剂、可固化组合物来解决工业需要,以制备厚型精密光学器件,例如应用于电子显示器、照相机、双筒望远镜、传真机、条码扫描器和光学通信装置中的具有低双折射的光学透镜、光导、棱镜等。本发明尤其可用于制备棱镜,例如用于光学成像仪系统和光学读取器系统所用偏振分束器(PBS)中的棱镜。在此所用的术语“光学成像仪系统”是旨在包括多种多样的光学系统,可生成图像以供观察者察看。本发明的光学成像仪系统可以用于,例如正面投影或背面投影系统、投影显示器、头配式显示器、虚拟观察器、抬头显示器、光学计算系统、光学相关系统以及其它光学查看和显示系统。

[0015] PBS是把入射光线分成第一偏振分量和第二偏振分量的光学元件。传统PBS的功能是基于光的入射平面的,也就是说由入射光线和偏振面的法线所限定的平面。入射平面也称为反射平面,由反射光线和反射面的法线所限定的平面。基于传统偏振器的操作,光已经被描述为具有两个偏振分量,即p分量和s分量。p分量对应于入射平面内偏振的光。s分量对应于垂直入射平面偏振的光。

[0016] 为了获得光学成像系统中最大的可能效率,低f/#系统是可取的(参见F. E. Doany et al., Projection display throughput; Efficiency of optical transmission and light-source collection, IBM J. Res. Develop. V42, May/July 1998, pp. 387-398(多安尼等人在《IBM研究与发展期刊》1998年5月/7月第42卷第387-398页的文章“投影显示器通过量;光传输和光源收集的效率”)。f/#测量了光学透镜的聚光能力,并定义为:

[0017] $f/\# = f(\text{焦距}) \div D(\text{透镜的直径或通光孔径})$ 。f/#(或F)测量了可用于照亮光学元件的光锥大小。f/#越低,透镜越快,并且可以用于该光学元件的光锥越大。较大的光锥通常意味着更高的光通过量。因此,较快的(较低f/#)照明系统需要能够接受具有较宽入射角范围的光线的偏振分束器。最大入射角 $\Theta_{\text{最大}}$ (光锥的外部光线)可以通过数学方法从f/#推导出来;

[0018] $\Theta_{\text{最大}} = \tan^{-1}((2F)^{-1})$

[0019] 传统的折叠光路光学成像系统已经采用被称为MacNeille(迈克尼尔)偏振器的光学元件。迈克尼尔偏振器利用了存在的布鲁斯特角,在该角度处没有P偏振光从折射率(n)不同的两种介质间的界面反射出来。布鲁斯特角由下列公式给定:

[0020] $\Theta_B = \tan^{-1}(n_1/n_0)$,

[0021] 其中, n_0 是一种介质的折射率并且 n_1 是另一种介质的折射率。当入射光线的入射角达到布鲁斯特角时, 反射光束部分在垂直于入射平面的平面内偏振。透射光束部分在平行于入射平面的平面内优先地 (但不完全) 偏振。为了实现 s 偏振光的有效反射, 迈克尼尔偏振器是由多层薄膜材料构造而成, 该薄膜材料符合所需角度的布鲁斯特角条件。选择薄膜厚度以使得薄膜层对形成四分之一波层叠件。

[0022] 这种构造的优点在于布鲁斯特角条件不取决于波长 (除材料中的分散性外)。然而, 由于仅在一个入射角处严格满足了一对材料的布鲁斯特角条件, 因此迈克尼尔偏振器难于获得广角性能。当入射角偏离该角度时, 会形成光谱非均匀泄露。当薄膜叠堆上的入射角变得比布鲁斯特角更垂直时, 这种泄露尤为严重。正如将在下文中说明的, 相对于每条光线的反射平面, 与利用 p 偏振和 s 偏振相关的折叠式光路投影仪也存在对比度的缺点。

[0023] 通常, 迈克尼尔偏振分束器容纳于玻璃立方体中, 其中偏振分束器薄膜叠堆沿立方体的对角平面施加。通过适当地选择立方体中的玻璃的折射率, 可以构造出这样的偏振分束器, 其使得垂直该立方体表面入射的光以该偏振分束器的布鲁斯特角入射。然而, 立方体的使用导致了某些缺点, 这主要与热应力诱导的双折射的产生有关, 这种双折射降低了组件的偏振性能。即使是昂贵的预退火立方体也可能遭受这种困难。立方体还大大增加了小型系统的重量。

[0024] 据报道, 已经开发了能以与 $f/2.5$ 一样低的 $f/\#$ 在 s 偏振光和 p 偏振光之间进行辨别, 同时在纯 s 偏振和纯 p 偏振之间提供超过 100 : 1 的消光程度的迈克尼尔型偏振分束器。不幸的是, 正如将在下文中解释的, 当迈克尼尔型偏振分束器在折叠光路中用于反射式成像仪时, 由于具有相对于主光线反射平面旋转的反射面的光线的消偏振, 对比度被降低。如下文中所用, 术语“消偏振”旨在描述光线的偏振状态从主光线的偏振状态的偏移。因为投射系统内的光通常以圆锥体形式投射, 大多数光线不完全与主光线平行。消偏振在 $f/\#$ 降低时增加, 并且在随后光从颜色选择薄膜反射时被放大。这种“消偏振级联”已经被一些光学成像系统设计者计算出来, 以有效地限制迈克尼尔型偏振器的 $f/\#$ 为大约 3.3, 由此限制了这些系统的光通过量效率。请参见 A. E. Rosenbluth et al., Contrast properties of reflective liquid crystal lightvalves in projection displays, IBM J. Res. Develop. V42, May/July 1998, pp. 359-386 (罗森布鲁斯等人在《IBM 研究与发展期刊》1998 年 5 月 /7 月第 42 卷第 359-386 页的文章“投射显示器中反射式液晶光阀的对比性能”)。

[0025] 如本文所用:

[0026] “光化学辐射”是指光化学有效辐射和粒子束。光化学辐射包括 (但不限于) 加速粒子, 例如电子束; 以及电磁辐射, 例如微波、红外线辐射、可见光、紫外光、X 射线和伽马射线。该辐射可以是单色或多色、相干或非相干, 并且应该是足够强烈的, 以在用于本发明组合物的光化学辐射可固化组合物中产生大量的自由基。

[0027] “(甲基) 丙烯酰基”是指丙烯酰基和甲基丙烯酰基, 并且包括丙烯酸根、甲基丙烯酸根、丙烯酰胺和甲基丙烯酰胺基团。

[0028] “烯键不饱和基团”包括 (但不限于) 乙烯基、(甲基) 丙烯酰基等。

[0029] “可熔融加工的”用于指这样的低聚体组合物, 该低聚体组合物具有或达到适当低的粘度以用于利用常规的成型或涂覆设备在低于或等于 100°C 的温度下涂覆或成型。

[0030] “光固化”和“光聚反应”在该申请中可以互换使用,以表示光化学辐射诱导的化学反应,其中相对简单的分子结合形成链状或网状大分子。

[0031] “100%固形物”指不含不起反应的物质(例如溶剂)的组合物。

[0032] 辐射能的“透射比”指辐射能穿过材料的通过量。

[0033] “透明性”可以被视为规则透射的程度,并因而是材料的特性,通过该特性可以穿透该材料的薄片看到物体。透明材料可以在不发生显著漫射或散射的情况下透射光。

附图说明

[0034] 图 1 和 2 是本发明工艺的示意图。

具体实施方式

[0035] 本发明提供可固化材料,其包括一种或多种低聚物,优选的是具有多个悬垂的、可自由基聚合的官能团,并且具有的 $T_g \geq 20^\circ\text{C}$ (优选的是 $T_g \geq 50^\circ\text{C}$) 的(甲基)丙烯酸酯低聚物;可自由基聚合的交联剂和/或稀释单体以及光引发剂。低聚物可选自聚(甲基)丙烯酸盐、聚氨酯、聚环氧化合物、聚酯、聚醚、聚硫化物和聚碳酸酯低聚物。

[0036] 在许多实施例中,本发明提供了具有低收缩率、低残余应力和低双折射的可固化材料,该材料是光学透明的且不泛黄,适用于精密光学和电子显示器。

[0037] 由于低聚物的最佳分子量和交联剂和/或活性稀释剂的加载,本发明组合物的收缩率和双折射得到了最大程度的降低。本发明的低收缩率组合物尤其可用于成型应用或任何需要精确成型和/或配准的应用。本发明提供新组合物,该组合物被配制为 100%固形物,通过自由基的方式进行固化并呈现达到或超出本领域现有水平的性能。本发明提供了表现出小于 5%的收缩率,并且优选少于 3%的收缩率的组合物。该组合物的粘度低,并适用于成型工艺,包括精密成型工艺。该组合物在 100°C 或更低的涂敷温度下通常具有小于 20,000 厘泊、小于 15,000 厘泊或小于 10,000 厘泊的粘度。该组合物在 100°C 或更低的涂敷温度下通常具有至少 100 厘泊或至少 500 厘泊的粘度。

[0038] 本发明的制品可以具有大于约 0.5 毫米的厚度、双折射(绝对)通常小于 1×10^{-6} ,透光率大于约 85%,优选大于 90%,并且对厚度为 4.8 毫米的样本, CIELAB b^* 小于约 1.5 个单位,优选小于约 1.0 个单位。

[0039] 该组合物通常包含:

[0040] 50 至 99 重量份、优选的是 60 至 95 份并且最优选的是 70 至 95 份的低聚物,其具有多个悬垂的、可自由基聚合的官能团,并且 $T_g \geq 20^\circ\text{C}$ (优选 $\geq 50^\circ\text{C}$);

[0041] 1 至 50 重量份,优选 5 至 40 重量份,并且最优选 5 至 30 重量份的可自由基聚合的交联剂和/或稀释剂单体;

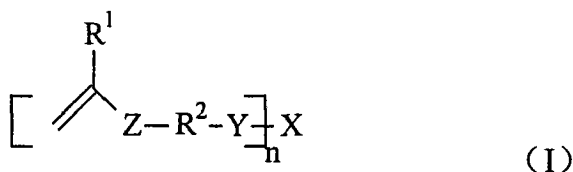
[0042] 以及基于 100 重量份的低聚物和交联剂和/或活性稀释单体,0.001 至 5 重量份,优选 0.001 至 1 重量份,最优选 0.01 至 0.1 重量份的光引发剂。

[0043] 在一些优选实施例中,交联剂包含 1 至 40 重量份,优选的是 1 至 30 重量份,并且最优选的是 1 至 20 重量份。在一些实施例中,所述活性稀释剂的含量为少于 25 重量份,优选少于 15 重量份并且最优选少于 10 重量份。

[0044] 低聚物可选自聚(甲基)丙烯酸盐、聚氨酯、聚环氧化合物、聚酯、聚醚、聚硫化物

和聚碳酸酯低聚物。适用于本发明组合物的低聚物具有大于约 20°C 的玻璃化转变温度, 优选大于约 50°C。可用于该组合物的 (甲基) 丙烯酸酯官能化低聚物可以由下列的通用结构 (I) 表示:

[0045]



[0046] 其中 R^1 是 H 或 CH_3 ;

[0047] Z 为 $\text{—}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{—O—}$ 或 $\text{—}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{—NR}^1\text{—}$

[0048] R^2 是 $(\text{CH}_2)_m$, 其中 m 是 1 至 6;

[0049] $\text{Y} = \text{—}\overset{\text{H}}{\text{N}}\text{—}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{—O—}; \text{—O—}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{—O—}; \text{—O—}\overset{\text{O}}{\parallel}\text{—};$ 或 —O—

[0050] X 是由低聚化单体单元 (即, 低聚物链), 例如聚 (甲基) 丙烯酸酯、聚氨酯、聚环氧化合物、聚酯、聚醚、聚硫化物、聚环氧化合物和聚碳酸酯所得到的多价基; 并且 n 大于或等于 2。可选择具有多个悬垂的或末端的可自由基聚合的基团的低聚物, 以使得低聚物的自由基均聚 (如, 通过光引发或热引发) 而生成聚合物, 该聚合物的玻璃化转变温度达到或超过 20°C, 优选达到或超过 50°C。

[0051] 对于结构 (I) 来说, 其中 n 大于或等于 2, 提供了具有多个悬垂的或末端的 (甲基) 丙烯酸酯基的低聚物。在本发明的某些实施例中, 使用具有 n 的低聚物, 以使得聚合度为 10 至 300, 优选为 15 至 200, 更优选为 20 至 200。优选的是, 化学式 I 定义了 (甲基) 丙烯酸酯化脂族聚氨酯低聚物、(甲基) 丙烯酸酯化脂族聚酯低聚物、(甲基) 丙烯酸酯化脂族环氧树脂低聚物、(甲基) 丙烯酸酯化脂族聚碳酸酯低聚物或 (甲基) 丙烯酸酯化脂族丙烯酸系低聚物。制备这种低聚物的方法是本领域所熟知的, 并且许多可用的可自由基聚合低聚物可商购获得。

[0052] (甲基) 丙烯酸酯化聚氨酯是以异氰酸根扩链的端羟基化多元醇、聚酯或聚醚的多官能团 (甲基) 丙烯酸酯。(甲基) 丙烯酸酯化聚氨酯低聚物可以制备, 例如, 通过二异氰酸酯或其它多价异氰酸酯化合物与多价基多元醇 (包括聚醚和聚酯多元醇) 反应, 生成端异氰酸酯聚氨酯预聚物。聚酯多元醇可以通过多元酸 (如, 对苯二甲酸或马来酸) 与多元醇 (如, 乙二醇或 1,6-己二醇) 反应形成。用来制备丙烯酸酯官能化聚氨酯低聚物的聚醚多元醇可以选自 (例如) 聚乙二醇、聚丙二醇、聚四氢呋喃、聚 (2-甲基-四氢呋喃)、聚 (3-甲基-四氢呋喃) 等。作为另外一种选择, 丙烯酸酯化聚氨酯低聚物 (结构 (II)) 连接的多元醇可以是聚碳酸酯多元醇。

[0053] 随后, 带有羟基的 (甲基) 丙烯酸酯可以与预聚物的末端异氰酸酯基反应。芳族和优选的脂族异氰酸酯都可以用来与聚氨酯反应, 以获得低聚物。用于制备丙烯酸酯化低聚物的二异氰酸酯的例子是 2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、1,3-苯二甲基二异

氰酸酯、1,4- 苯二甲基二异氰酸酯、1,6- 己基二异氰酸酯和异佛乐酮二异氰酸酯等。用于制备丙烯酸酯化低聚物的端羟基丙烯酸酯的例子包括(但不限于)(甲基)丙烯酸-2- 羟基乙酯、2- 羟丙基(甲基)丙烯酸酯、4- 羟基丁基丙烯酸酯、聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯等。

[0054] (甲基)丙烯酸酯化聚氨酯低聚物可以是(例如)丙烯酸酯官能度至少为 2 并且通常小于约 6 的任何聚氨酯低聚物。适用的(甲基)丙烯酸酯化聚氨酯低聚物也可商购获得,例如,可以商品名 PHOTOMER 6008、6019、6184(脂族聚氨酯三丙烯酸酯)得自汉高公司(Henkel Corp)可以商品名 EBECRYL 220(分子量为 1000 的六官能团芳族聚氨酯丙烯酸酯)、EBECRYL 284(用 12% 的 1,6- 己二醇二丙烯酸酯稀释的分子量为 1200 的脂族聚氨酯二丙烯酸酯)、EBECRYL 4830(用 10% 的四乙二醇二丙烯酸酯稀释的分子量为 1200 的脂族聚氨酯二丙烯酸酯)和 EBECRYL 6602(用 40% 的乙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯稀释的分子量为 1300 的三官能团芳族聚氨酯丙烯酸酯)得自 UCB 化学品公司(UCB Chemical);以及可以商品名 SARTOMER CN1963、963E75、945A60、963B80、968 和 983 得自沙多玛公司(宾夕法尼亚州埃克斯顿)(Sartomer Co., Exton, PA.)。

[0055] 作为另外一种选择,丙烯酸酯官能化低聚物可以是聚酯丙烯酸酯低聚物、丙烯酸酯化丙烯酸低聚物、聚碳酸酯丙烯酸酯低聚物或聚醚丙烯酸酯低聚物。适用的丙烯酸酯化丙烯酸低聚物包括(例如)市售产品,例如可得自 UCB Chemicals 公司(乔治亚州士麦那)的 Ebecryl 745 和 1710。可用的聚酯丙烯酸酯低聚物包括得自沙多玛公司(宾夕法尼亚州埃克斯顿)的 CN293、CN294、CN2250、2281 和 2900;以及得自 UCB Chemicals 公司(乔治亚州士麦那)的 EBECRYL 80、657、830 和 1810。适用的聚醚丙烯酸酯低聚物包括得自沙多玛公司(宾夕法尼亚州埃克斯顿)的 CN501、CN502 和 CN551。可用的聚碳酸酯丙烯酸酯低聚物可以按照 US 6451958(沙多玛技术公司(特拉华州威尔明顿)(Sartomer Technology Company Inc., Wilmington, DE))进行制备。

[0056] (甲基)丙烯酸酯化环氧树脂是环氧树脂的多官能团(甲基)丙烯酸酯,例如双酚 A 环氧树脂的(甲基)丙烯酸酯。市售的丙烯酸酯化环氧树脂的例子包括那些可以商品名 EBECRYL 600(分子量为 525 的双酚 A 环氧二丙烯酸酯)、EBECRYL 605(EBECRYL 600 和 25% 的三丙二醇二丙烯酸酯)、EBECRYL 3700(分子量为 524 的双酚 A 二丙烯酸酯)和 EBECRYL 3720H(分子量为 524 的双酚 A 二丙烯酸酯和 20% 的己二醇二丙烯酸酯)得自 UCB Chemical 公司(乔治亚州士麦那);以及可以商品名 PHOTOMER 3016(双酚 A 环氧丙烯酸酯)、PHOTOMER 3016-40R(环氧丙烯酸酯和 40% 三丙二醇二丙烯酸酯的共混物)和 PHOTOMER 3072(改性的双酚 A 丙烯酸酯等)得自汉高公司(新泽西州霍波肯)(Henkel Corp., Hoboken, NJ)的丙烯酸酯化环氧树脂。

[0057] 在一个优选的实施例中,低聚物通常包含聚合的丙烯酰基单体单元,后者包含:

[0058] a) 50 至 99 重量份,优选 60 至 97 重量份,最优选 80 至 95 重量份的(甲基)丙烯酰基单体单元,该(甲基)丙烯酰基单体单元可均聚成玻璃化转变温度 $\geq 20^{\circ}\text{C}$,优选 $\geq 50^{\circ}\text{C}$ 的聚合物,优选的是,(甲基)丙烯酰基单体单元是(甲基)丙烯酸酯单体单元;

[0059] b) 1 至 50 重量份,优选 3 至 40 重量份,最优选 5 至 20 重量份的单体单元,该单体单元具有悬垂的、可自由基聚合的官能团;

[0060] c) 基于 100 重量份的 a) 和 b),小于 40 重量份,优选小于 30 重量份,最优选小于 20 重量份的单体单元,该单体单元可均聚成玻璃化转变温度小于 20°C 的聚合物。

[0061] 第一组分低聚物包含一种或多种高 T_g 的单体, 如果进行均聚, 会生成 $T_g > 20^\circ\text{C}$, 优选 $> 50^\circ\text{C}$ 的聚合物。优选的高 T_g 单体是具有至少 6 个碳原子的单环或二环脂族醇的单官能团 (甲基) 丙烯酸酯和芳香醇的单官能团 (甲基) 丙烯酸酯。脂环族和芳族的基团都可被取代, 例如, 被 C_{1-6} 烷基、卤素、硫、氰基等取代。尤其优选的高 T_g 单体包括 3,5-二甲基金刚烷 (甲基) 丙烯酸酯; (甲基) 丙烯酸异冰片酯; 4-联苯 (甲基) 丙烯酸酯; 苯基 (甲基) 丙烯酸酯; 苄基甲基丙烯酸酯; 以及 2-萘基 (甲基) 丙烯酸酯; 二茂基 (甲基) 丙烯酸酯。也可使用高 T_g 单体的混合物。假如单体可以和包括 (甲基) 丙烯酸酯单体的其余单体聚合, 可以使用任何高 T_g 单体, 包括苯乙烯、乙烯基酯等。然而, 高 T_g 单体通常是丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯。

[0062] 其它高 T_g 单体包括 $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ (甲基) 丙烯酸烷基酯, 例如, 甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯、(甲基) 丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸硬脂酸酯、甲基丙烯酸环己酯、3,3,5-三甲基环己基异丁烯酸酯、甲基丙烯酸四氢糠基酯、甲基丙烯酸烯丙酯、甲基丙烯酸溴乙酯; 苯乙烯; 乙烯基甲苯; 乙烯基酯, 例如丙酸乙烯酯、醋酸乙烯酯、新戊酸乙烯酯和新壬酸乙烯酯; 丙烯酰胺, 例如 N,N-二甲基丙烯酰胺、N,N-二乙基丙烯酰胺、N-异丙基丙烯酰胺、N-辛基丙烯酰胺和叔丁基丙烯酰胺; 以及 (甲基) 丙烯腈。可使用高 T_g 单体的共混物。

[0063] 最优选的高 T_g 单体选自直链、支链、环状、桥环脂族 (甲基) 丙烯酸酯, 例如 (甲基) 丙烯酸异冰片酯、甲基丙烯酸环己酯、3,3,5-三甲基环己基异丁烯酸酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸异丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯、(甲基) 丙烯酸叔丁酯、甲基丙烯酸硬脂酸酯以及它们的混合物, 以满足它们的环境 (热和光) 稳定性。

[0064] 组合物的第一组分低聚物包含一个或多个悬垂基团, 该悬垂基团含有可自由基聚合的不饱和度。优选的悬垂的不饱和基团包括 (甲基) 丙烯酰基、(甲基) 丙烯酰氧基、炔丙基和 (甲基) 丙烯酰胺基。这种悬垂基团可以通过至少两种方法引入聚合物。最直接的方法是在单体单元中包括二 (甲基) 丙烯酸乙酯、二丙烯酸-1,6-己二醇酯 (HDDA) 或双酚 A 二 (甲基) 丙烯酸酯。可用的多不饱和单体包括 (甲基) 丙烯酸烯丙酯、(甲基) 丙烯酸炔丙酯和 (甲基) 丙烯酸丁烯酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯和 2-丙烯酰胺-2,2-二甲基乙酸烯丙酯。

[0065] 利用引入悬垂的、可自由聚合的官能团的“直接方法”时, 可用的官能单体包括具有最多约 36 个碳原子的那些不饱和脂族化合物、脂环族化合物以及芳族化合物, 其包括能够进行自由基加成的官能团, 例如含有碳碳双键的那些基团, 包括乙烯基、乙烯氧基、(甲基) 丙烯酸根、甲基丙烯酰胺以及炔基官能团。

[0066] 可以使用的聚烯属不饱和单体的例子包括 (但不限于) 聚丙烯酸官能团单体, 例如乙二醇二丙烯酸酯、丙二醇二甲基丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、1,6-己二醇二丙烯酸酯、季戊四醇二丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯和季戊四醇四丙烯酸酯以及 1,12-十二烷二醇二丙烯酸酯; 烯属丙烯酸官能单体, 例如甲基丙烯酸烯丙酯、2-烯丙氧羰基氨基甲基丙烯酸酯和 2-烯丙氨基乙基丙烯酸酯; 2-丙烯酰胺-2,2-二甲基乙酸烯丙酯; 二乙烯基苯; 乙烯氧基取代的官能团单体, 例如, 2-(乙烯氧基) 乙基 (甲基) 丙烯酸酯、3-(乙炔氧基)-1-丙烯、4-(乙炔氧基)-1-丁烯和 4-(乙烯氧基) 丁基-2-丙烯酰胺-2,2-二甲

基乙酸酯等。>可用于制备具有悬垂不饱和度的聚合物的可用多不饱和单体以及可用的活性 / 共活性化合物在 U. S. 5, 741, 543 (Winslow (温斯洛) 等) 中有更详细的描述。

[0067] 优选的多不饱和单体是其中不饱和基团表现出不同活性的单体。本领域内的技术人员认识到, 连接到不饱和基团的具体部分会影响那些不饱和基团的相对活性。例如, 如果使用具有相同活性的不饱和基团的多不饱和单体 (如, HDDA), 组合物的过早凝胶化必须通过 (例如) 通入氧气 (该氧气作为自由基清除剂) 来预防。相反, 如果使用具有不同活性的不饱和基团的多不饱和单体, 则在活性较低的不饱和基团 (例如, 乙烯基、烯丙基、乙烯氧基或乙炔基) 发生反应以交联组合物前, 活性较高的基团 (例如, 作为 (甲基) 丙烯酰胺基的 (甲基) 丙烯酸酯基) 优选地被引入聚合物主链中。直接方法通常不是优选的, 因为其难以控制分支和过早凝胶化。

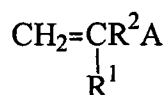
[0068] 将包含可聚合不饱和度的悬垂基团引入第一聚合物的间接但优选的方法是使其包括在聚合物的单体单元中, 一些单体单元包含活性官能团。可用的活性官能团包括 (但不限于) 羟基、氨基 (尤其是仲氨基)、噁唑酮基、噁唑啉基、乙酰乙酰基、羧基、异氰酸根基、环氧基、氮丙啶基、酰卤基和环酞基。这些基团中优选的是羧基、羟基和氮丙啶基。这些悬垂的活性官能团与不饱和化合物进行反应, 该不饱和化合物包含与活性悬垂官能团共活性官能团。当两个官能团反应时, 会生成带有悬垂不饱和度的低聚物。

[0069] 使用引入悬垂的、可自由基聚合官能团的“间接方法”时, 可用的活性官能团包括羟基、仲氨基、噁唑啉基、噁唑酮基、乙酰基、丙酮基、羧基、异氰酸根基、环氧基、氮丙啶基、酰卤基、乙烯氧基和环酞基。如果悬垂的活性官能团是异氰酸根官能团, 则共活性官能团优选地包含仲氨基或羟基。如果悬垂的活性官能团包含羟基, 共活性官能团优选包含羧基、异氰酸根基、环氧基、酞基或噁唑啉基。如果悬垂的活性官能团包含羧基, 共活性官能团优选包含羟基、氨基、环氧基、异氰酸酯基或噁唑啉基。最通常的情况是, 反应发生在通过置换或缩合机理进行反应的亲核和亲电官能团之间。

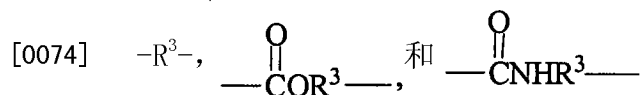
[0070] 可用的共活性化合物的代表性实例包括 (甲基) 丙烯酸羟烷基酯, 例如, (甲基) 丙烯酸-2-羟基乙酯、(甲基) 丙烯酸-4-羟基丁酯和 (甲基) 丙烯酸-2-(2-羟乙氧基) 乙酯; (甲基) 丙烯酸氨烷基酯, 例如 (甲基) 丙烯酸-3-氨基丙酯和 4-氨基苯乙烯; 噁唑啉基化合物, 例如 2-乙烯基-1,3-噁唑啉-5-酮和 2-丙烯基-4,4-二甲基-1,3-噁唑啉-5-酮; 羧基取代化合物, 例如 (甲基) 丙烯酸和 (甲基) 丙烯酸-4-羧苄酯; 异氰酸酯基取代化合物, 例如 (甲基) 丙烯酸异氰酸基乙酯和 (甲基) 丙烯酸-4-异氰酸根合环己酯; 环氧取代化合物, 例如 (甲基) 丙烯酸缩水甘油酯; 氮丙啶基取代化合物, 例如 N-丙烯酰氮丙啶和 1-(2-丙烯基)-氮丙啶; 以及丙烯酰卤化物, 例如 (甲基) 丙烯酰氯。

[0071] 优选的官能团单体具有通式

[0072]



[0073] 其中, R^1 是氢、 C_1 至 C_4 烷基或苯基, 优选氢或甲基; R^2 是单键或二价连接基团, 该二价连接基团将烯属不饱和基团连接至可聚合的或活性官能团 A 并且优选包含最多 34 个 (优选最多 18 个, 更优选最多 10 个) 碳原子以及可选的氧原子和氮原子, 并且当 R^2 不是单键时, 其优选选自



[0075] 其中, R^3 是含 1 至 6 个碳原子的亚烷基、含 5 至 10 个碳原子的五元或六元环烷基或亚烷基氧化烯, 其中每个亚烷基包括 1 至 6 个碳原子或是含 6 至 16 个碳原子的二价芳基基团; 并且 A 是能够自由基加成至碳-碳双键的官能团, 或者是能够与共活性官能团反应以引入可自由基聚合官能团的活性官能团。

[0076] 应该了解的是, 在第一组成低聚物的以上描述的内容中, 具有可由自由基引发聚合的基团的烯键不饱和单体是这样选择, 以使得其与交联剂和活性稀释剂可由自由基引发聚合。官能团之间的反应通过由组分间烯键不饱和基团的自由基型加成反应形成共价键来提供交联。在本发明中, 悬垂官能团通过加成反应来进行反应, 其中没有副产物分子产生, 并且示例性的反应对通过这种优选方式进行反应。

[0077] 如果可固化组合物要用高温进行处理, 并且已经使用了引入悬垂不饱和度的直接方法, 一定要注意不要活化那些悬垂基团并引起过早的凝胶化。例如, 可保持相对较低的热熔融加工温度, 并且可在混合物中添加聚合抑制剂。因此, 如果要用加热来加工组合物, 则上述间接方法是引入悬垂不饱和基团的优选方法。

[0078] 低聚物可选地还包括玻璃化转变温度较低的 (甲基) 丙烯酸烷基酯或酰胺, 该 (甲基) 丙烯酸烷基酯或酰胺可均聚成 T_g 小于 20°C 的聚合物。可用于本发明的 (甲基) 丙烯酸烷基酯单体包括含有 C_1 - C_{20} 烷基的直链、环状和支链烷基酯异构体。由于考虑到玻璃化转变温度和侧链结晶度, 优选的玻璃化转变温度较低的 (甲基) 丙烯酸烷基酯含有 C_1 - C_8 烷基。可用的 (甲基) 丙烯酸烷基酯的具体例子包括: 丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丙酯、丙烯酸丁酯、(甲基) 丙烯酸异戊酯、(甲基) 丙烯酸正己酯、(甲基) 丙烯酸正庚酯、(甲基) 丙烯酸正辛酯、(甲基) 丙烯酸异辛酯、(甲基) 丙烯酸-2-乙基己酯、(甲基) 丙烯酸异壬酯和 (甲基) 丙烯酸癸酯。最优选的 (甲基) 丙烯酸酯包括丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丁酯、(甲基) 丙烯酸异辛酯、(甲基) 丙烯酸-2-乙基己酯、丙烯酸环己酯。玻璃化转变温度较低的 (甲基) 丙烯酸烷基酯以这样的量进行添加, 该量使得所得的低聚物的 T_g 为 20°C 或更高。一般来讲, 这种具有低玻璃化转变温度的单体以 40 重量份或更少的量进行使用, 优选使用 30 重量份或更少, 最优选使用 20 重量份或更少。

[0079] 低聚物的理论 T_g 可以进行计算, 例如, 用 Fox 公式, $1/T_g = (w^1/T_g^1 + w^2/T_g^2)$, 其中 w^1 和 w^2 是指两组分的重量分数, 并且 T_g^1 和 T_g^2 是指两组分的玻璃化转变温度, 如 (例如) L. H. Sperling, "Introduction to Physical Polymer Science", 2nd Edition, John Wiley & Sons, New York, p. 357 (1992) (斯佩林在《物理聚合物科学导论》第二版, 纽约约翰·威利父子出版公司, 第 357 页 (1992)) 和 T. G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc., 1, 123 (1956) (福克斯在《美国物理学会通报》, 1, 123 (1956) 发表的文章) 中所描述的。通过使用组成单体的玻璃化转变温度, 并对低聚物中组成单体的重量分数进行估算, 可以算出所得低聚物的玻璃化转变温度。本领域中的技术人员将理解, Fox 公式可以用于含有两种以上组分的体系。

[0080] 低聚物可以在链转移剂存在的情况下通过合并引发剂和单体, 利用自由基聚合技术进行制备。在该反应中, 链转移剂把一个增长链上的活性位点转移到另一分子上, 该分子

则开始一条新链,从而使聚合度可以得到控制。所得低聚物的聚合度可以是 10 至 300,优选 15 至 200,更优选 20 至 200。已发现,如果聚合度过高,则组合物的粘度会过高并且不易进行可熔融加工。反之,如果聚合度过低,如果聚合程度太低,则固化的组合物的收缩率过大,并导致固化的化合物中的双折射高。

[0081] 当聚合本文所述的单体时可以使用链转移剂以控制所得的低聚物的分子量。适用的链转移剂包括卤代烃(如,四溴化碳)和硫化物(如,月桂硫醇、丁硫醇、乙硫醇和 2-巯基乙醚、巯基乙酸异辛酯、叔十二硫醇、3-巯基-1,2-丙二醇)。可用的链转移剂的量取决于低聚物的期望分子量和链转移剂的类型。基于单体的总重量,通常链转移剂的使用量为约 0.1 份至约 10 份;优选 0.1 至约 8 份;并且更优选约 0.5 份至约 6 份。

[0082] 用于这种低聚反应的适用引发剂包括(例如)热引发剂和光引发剂。可用的热引发剂包括偶氮化合物和过氧化物。可用的偶氮化合物的例子包括 2,2'-偶氮二(2,4-二甲基戊腈),(Vazo 52,可从杜邦公司商购获得);2,2'-偶氮二(异丁腈),(Vazo 64,可从杜邦公司商购获得);2,2'-偶氮二(2-甲基丁腈),(Vazo 67,可从杜邦公司商购获得);1,1'-偶氮二(氰基环己烷),(Vazo 88,可从杜邦公司商购获得);1,1'-偶氮二(1-环己烷-1-腈),(V-40,可从和光纯药工业株式会社(Wako Pure Chemical Industries,Ltd.)商购获得);以及二甲基-2,2'-偶氮二-(2-异丁酸酯),(V-601,可从和光纯药工业株式会社商购获得)。可用的过氧化物的例子包括过氧化苯甲酰;二叔戊基过氧化物、过氧化苯甲酸叔丁酯、2,5-二甲基-2,5-二-(叔丁基过氧基)己烷、2,5-二甲基-2,5-二-(叔丁基过氧基)己烷-3,月桂酰过氧化物和叔丁基过氧化特戊酸酯。可用的有机氢过氧化物包括(但不限于)诸如叔戊基过氧化氢和叔丁基过氧化氢之类的化合物。

[0083] 可用的光引发剂包括安息香醚,例如安息香甲醚和安息香丁醚;苯乙酮衍生物,例如 2,2-二甲氧基-2-苯基-苯乙酮和 2,2-二乙氧基苯乙酮;以及酰基膦氧化物衍生物和酰基膦衍生物,例如二苯基-2,4,6-三甲基苯甲酰膦氧化物、异丙氧基(苯基)-2,4,6-三甲基苯甲酰膦氧化物和二甲基新戊酰膦酸酯。在这些物质中,优选的是 2,2-二甲氧基-2-苯基-苯乙酮。通常每 100 重量份单体的引发剂使用量为 0.001 至 5 重量份。

[0084] 组合物还包含交联剂,该交联剂具有多个悬垂的、烯键不饱和、可自由基聚合的官能团。可用的交联剂具有大于 1 的平均官能度(每个分子的烯键不饱和、可自由基聚合官能团的平均个数),并且优选大于或等于 2。选择官能团,以使得能与第一组成低聚物上悬垂的、烯键不饱和的、可由自由基引发聚合的官能团聚合。可用的官能团包括所述的用于第一组分低聚物的官能团,并且包括(但不限于)乙烯基、乙烯氧基、(甲基)丙烯酰基和炔属官能团。

[0085] 可用的交联剂具有以下通式:



[0087] 其中,Z是可自由基聚合的官能团,例如碳-碳双键,n大于1,R是n价的有机基。优选R为n价的脂族烷基,该烷基可以是直链或支链的。

[0088] 这种交联剂的例子包括: C_2-C_{18} 亚烷基烯二醇二(甲基)丙烯酸酯、 C_3-C_{18} 亚烷基三醇三(甲基)丙烯酸酯,例如 1,6-己二醇二(甲基)丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯、丙氧基化三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(例如 CD501,得自 Sratomer Co.,Exton,PA(宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司)、三甘醇二(甲基)丙烯酸酯、季戊四醇三(甲基)丙

烯酸酯和三丙二醇二(甲基)丙烯酸酯和双三羟甲基丙烷四丙烯酸酯、聚烷基二醇二甲基丙烯酸酯(例如 Bisomer™EP100DMA, 得自 Cognis Co. (科宁) 公司)。为了便于混合, 优选的交联剂在应用温度下不是固体物质。

[0089] 根据本发明, 组合物可包含至少一种活性稀释剂。活性稀释剂可用来调节组合物的粘度。因而, 活性稀释剂可以都是低粘度单体, 该单体包含至少一种暴露在光化学辐射下时能够聚合的官能团。例如, 可使用乙烯基活性稀释剂和(甲基)丙烯酸酯单体稀释剂。

[0090] 活性稀释剂中的官能团可以与用于可固化(甲基)丙烯酸低聚物的官能团相同。优选的是, 存在于活性稀释剂中的辐射固化官能团能够与辐射固化低聚物中的辐射固化官能团共聚。活性稀释剂通常具有不超过约 550 的分子量或室温下小于约 500 兆帕·秒的粘度(按 100% 稀释剂进行测量)。

[0091] 活性稀释剂可包含具有(甲基)丙烯酰基或乙烯基官能团和 C₁-C₂₀ 烷基部分的单体。这种活性稀释剂的实例子是(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸异丙酯、(甲基)丙烯酸叔丁酯、(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸异冰片酯、(甲基)丙烯酸异辛酯、(甲基)丙烯酸-2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸硬脂酸酯、(甲基)丙烯酸苯氧基乙酯、(甲基)丙烯酸苄酯等。低挥发性(甲基)丙烯酸烷酯, 例如(甲基)丙烯酸异冰片酯、(甲基)丙烯酸-2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸异辛酯、(甲基)丙烯酸硬脂酸酯、(甲基)丙烯酸苯氧基乙酯和(甲基)丙烯酸苄酯, 是优选的活性稀释剂。

[0092] 活性稀释剂优选以这样的量加入, 该量使得按照本文所述测试方法进行测量时, 固化组合物的收缩率不超过约 5%, 优选不超过约 3%。已发现活性稀释剂的合适用量小于约 25 重量份, 优选约 0 至约 15 重量份, 并且更优选约 0 至约 10 重量份。优选的是, 活性稀释剂和交联剂的总量小于 40 重量份。

[0093] 可以合并组合物的组分并用光引发剂固化。光引发剂提高了可固化组合物的固化速率和转化率, 但是(较厚涂层或成型制品的)固化深度可能受到不利影响, 因为光引发剂可能会削弱穿透样本厚度的透射光。光引发剂的使用量小于 1.0 重量%, 优选小于 0.1 重量%, 最优选小于 0.05 重量%。

[0094] 可以使用常规的光引发剂。实例包括二苯甲酮、苯乙酮衍生物, 例如 α -羟烷基苯酮、安息香烷基醚和联苯酰缩酮、单酰基膦氧化物和双酰基膦氧化物。优选的光引发剂是 2,4,6-三甲基苯甲酰苯亚膦酸乙酯(Lucirin TPO-L)(可得自 BASF, Mt. Olive, NJ(新泽西州蒙特利物的巴斯夫)公司)、2-羟基-2-甲基-1-苯基丙-1-酮(IRGACURE 1173™, Ciba Specialties(汽巴精化有限公司))、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮(IRGACURE 651™, 汽巴精化有限公司)、苯基双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)氧化膦(IRGACURE 819, 汽巴精化有限公司)。其它适用的光引发剂包括巯基苯并噻唑、巯基苯并噻唑和六芳基双咪唑。通常, 光引发剂的混合物会提供合适的性能平衡。

[0095] 然后, 可以将该组合物施加至所需的基底上或者加至模具上, 并暴露在光化学辐射(例如紫外光)中。组合物可以暴露在任何形式的光化学辐射(例如可见光或紫外线辐射)中, 但是优选暴露于紫外线 A(320 至 390nm) 或者紫外线 B(395 至 445nm) 辐射。一般来讲, 光化学辐射量应足以形成尺寸稳定的非粘性固体。一般来讲, 固化本发明组合物所需的能量范围为约 0.2 至 20.0 J/cm²。

[0096] 光聚反应可以采用任何合适的光源来实现,这些光源包括碳弧光、低压、中压或高压汞蒸汽灯、旋流等离子弧灯、氙闪光灯、紫外发光二极管和紫外光激光器。在许多应用中,使用 LED 光源或阵列来实现固化可能是可取的。这种 LED 光源可以实现更快的固化,并且在固化过程中提供较少热量给组合物。一种适用的 LED 光源是 808 系列的 Norlux 大面积阵列(可得自 Norlux, Carol Stream, IL(伊利诺伊州开罗斯奇姆的诺鲁克斯公司))。

[0097] 制备低聚物的优选方法是通过绝热聚合方法(参见,例如 U. S. 5, 986, 011(Ellis(埃利斯))或 U. S. 5, 753, 768(埃利斯))完成。在这种聚合反应中,可以低水平地使用聚合引发剂,以减少因引发剂片段引入聚合物中而产生的颜色。此外,在绝热聚合的过程中,一方面由于引发剂用量低,并且另一方面由于温度伴随聚合反应升高,可以对条件进行选择,以使得在聚合反应过程中或聚合反应结束时引发剂基本上完全被消耗。采用引入悬垂的、可自由基聚合官能团的“间接方法”(如本文所述)使所有热聚合引发剂有利地消耗,可防止或减少在低聚物官能化步骤中不需要的聚合和交联。此外,在成型和进一步的固化前,无显著的热引发剂的痕迹存在可以有利地提高储存和运输期间官能化低聚物的稳定性。

[0098] 绝热聚合方法包括以下步骤:

[0099] (a) 在批式反应器中提供本发明的低聚物组合物;

[0100] (b) 除去该混合物中的氧气,其中步骤 (b) 可选地可以与步骤 (c) 至少部分地交叠;

[0101] (c) 将所述混合物加热至足够高的温度,以从至少一种自由基热引发剂产生足够的引发剂自由基,从而引发聚合反应;

[0102] (d) 使所述混合物在基本绝热条件下聚合以生成至少部分聚合的混合物;

[0103] (e) 可选地将所述混合物加热,以从还未产生引发剂自由基的一些或全部的任何引发剂中产生自由基,然后使所述混合物在基本绝热的条件下聚合以生成进一步聚合的混合物;以及

[0104] (f) 可选地重复步骤 (e) 一次或多次。

[0105] (g) 可选地重复步骤 (a) 至 (e) 一次或多次,并且在重复之间进行冷却。

[0106] 如果在一个绝热聚合反应步骤中,单体所具有的反应热使得难以在不会过热的情况下达到预期的向低聚物的转变,这时可以使用步骤 (g)。步骤 (a) 至 (e) 的多次重复、每次重复之间冷却至适当温度这一过程以及随后一次或多次重复中的进一步绝热聚合可能有利于将最终的聚合温度控制到期望的水平。这可以防止因聚合反应的热量而引起的聚合物降解所导致的泛黄。

[0107] 通过适当地选择步骤 (a) 中的引发剂及其用量,并且可选地采用步骤 (g),向低聚物的转变可以被有利地控制到足够高的水平,以便提供具有低收缩率、低残余应力和低双折射的可固化材料。此外,在某些情况下,接下来可以进行活性稀释剂的官能化和加成反应,同时在同一反应设备中尽量减少最终可固化制剂的污染和氧化。

[0108] 用于制备本发明的光学产品的组合物和方法适用于多种需要光学元件的应用,这类光学元件包括(例如)光学透镜(例如菲涅耳透镜)、棱镜、光学薄膜(例如高折射率薄膜、非翘曲和低双折射薄膜)、微复制型薄膜(例如全内反射薄膜),或增亮薄膜、平面薄膜、多层薄膜、反光片、光纤或光管等等。这种光学产品可用于光学组件、光学投影系统(例如

投影电视)以及显示器和其它包括光学组件的装置中。本发明的光学产品包括目前由毛玻璃制备的制品,或注塑制品。

[0109] 这类制品可具有约 0.5mm 或更大的厚度,并且可以由本发明的可固化组合物制备而成,该可固化组合物是通过在合适的器皿中以任何方便的顺序混合低聚物、交联剂和/或活性稀释剂以及光引发剂而制成的。连续混合直到组合物的组分呈单相。厚度为 25mm 的制品已采用本发明的组合物和固化方法获得。

[0110] 使用时,组合物优选地用小于约 3.33kPa(25 托)的真空或通过使薄膜中的组合物流过合适的边界来进行脱气。可选地使用约 0.19MPa 至 39.22MPa(2 至 400Kg/cm²) 的压力将脱气后的组合物引入与想要制备的制品形状相对应的模具中。此类模具通常由塑料、玻璃或金属或它们的组合制成。

[0111] 在一个实施例中,可以将可固化组合物施加至具有所需形状的模具表面上或施加至对应所需光学制品的模具元件(例如透镜)上。进入模具或模具元件的可固化组合物的体积可以通过使橡皮扫帚滑过整个模具表面来控制。可固化组合物的量还可以通过其它已知的涂层技术(例如通过使用辊子)进行施加。如果需要,可通过加热来降低组合物的粘度,并提供更有效的成型。正如所述,本发明的许多实施例是可熔融加工的,即在小于或等于 100℃ 的温度下具有或获得合适的低粘度以进行涂覆或成型。

[0112] 模具元件可被完全填充或可被部分填充。如果可光聚合的组合物是 100% 固体、不会收缩的可固化材料,则可固化组合物会保持与模具元件一样的形状。然而,如果可光聚合的组合物在硬化时收缩,则液体会收缩,造成不可靠的配准并引起光学缺陷。优选的是,可光聚合的组合物包含固化过程中收缩率小于约 5 体积%(并且优选小于约 3%)的物质。

[0113] 为了引发光聚反应,将模具进行填充并放在光化学辐射源(例如高能量紫外光源)下方,该辐射源具有一定的持续性和强度,使得模具暴露在此辐射下能基本完成(大于 80%)模具中所含组合物的聚合反应。如果需要,可以采用滤光器来排除可能对活性组分或光聚合反应产生不利影响的波长。光聚反应可以经由该可固化组合物的暴露表面,或经由“透过模具”来实现,所述的“透过模具”是通过适当选择在实现聚合所必需的波长下具有所需透射的模具材料而得到。

[0114] 光引发能源发出光化学辐射,即,波长为 700 纳米或更短的辐射,该辐射能够直接或间接地生成可引发本发明的光学浇注树脂进行加成聚合和链增长聚合的自由基。优选的光引发能源发出紫外线辐射,即,波长处于约 180 和 460 纳米之间的辐射,包括光引发能源,例如碳弧光、低压、中压或高压汞蒸汽灯、旋流等离子弧灯、氙闪光灯、紫外发光二极管和紫外光激光器。尤其优选的紫外光源是可得自 XenonCorp, Wilburn, MA(马萨诸塞州威尔伯恩的思朗公司)的氙闪光灯,例如 RC-600、RC-700 和 RC-747 型脉冲紫外光-可见光固化系统;以及 LED 源,例如 Norlux 808 系列大面积阵列(可得自伊利诺伊州开罗斯奇姆的诺鲁克斯公司)。虽然并非优选,但可固化组合物也可以使用如前所述的常规热引发剂。

[0115] 在一些实施例中,光学产品可能包括一个或多个特征,例如平面或曲面(包括凸面或凹面)、或复制表面或微复制表面(例如菲涅耳透镜),这些特征均可通过本发明的组合物和合适模具获得。具有结构的制品可以以多种形式构造,包括那些包括多个棱柱结构的形式,所述的棱柱结构具有一系列交替的尖端和凹槽。这种薄膜的实例是 BEF,其具有尖端和凹槽对称的规则重复样式。其它实例包括的样式中,尖端和凹槽不对称,并且其中尖端

和凹槽之间的尺寸、取向和距离是不一致的。可用作增亮膜的具有表面结构的制品的几个实例在 U. S. 5, 175, 030 (Lu (卢) 等人) 和 U. S. 5, 183, 597 (卢) 中有所描述。

[0116] 根据卢和卢等的描述, 具有结构的光学产品可以这样的方法制备, 该方法包括以下步骤: (a) 制备可聚合组合物; (b) 将该可聚合组合物沉积到负母板的微结构化成型表面上, 沉积的量刚好足以填满该母板的模槽; (c) 通过在预成型基座和该母板之间移动该可聚合组合物填充模槽预成型基座和该母板其中至少一个是柔性的; (d) 固化该组合物。该母板可以是金属, 例如镍, 镀镍铜或镀镍黄铜, 或者可以是在聚合条件下稳定的, 并且优选具有允许将聚合的材料从该母板干净的移出的表面能的热塑性材料。

[0117] 在优选的实施例中, 光学制品包括偏振分束器, 其中, 入射光被分为可以用于图像显示系统的第一和第二基本偏振态光束。如图 1 所示, 分束器包括第一棱镜 (60a)、第二棱镜 (60b) 和设置在其间的具有透光轴的偏振层 (20)。至少一个棱镜包括即时固化组合物。每个棱镜具有与偏振层相重合的第一表面, 以及两个或多个外表面。如本文所用, 术语“棱镜”是指一种光学元件, 该光学元件控制穿过偏振层的入射光的角透射以及光透出制品的角特性。棱镜可以是规则的多边形 (例如三棱镜), 或者可能具有一个或多个可将光学功率赋予制品的结构 (例如曲面), 或微复制型结构 (例如微透镜 (及其阵列) 或菲涅耳透镜)。此外, 棱镜可能还包括镜面元件, 例如一个或多个表面上的蒸汽沉积金属涂层。还可以想到这些元件的组合, 例如另外还有衍射元件 (例如微透镜或微透镜阵列) 的曲面, 或有镜面元件的曲面。

[0118] 虽然被描述成包括两个三棱镜 (参见图 1 和 2), 但是该棱镜可以任何合适的形状设置在偏振层的一个或两个侧面上, 以达到 PBS 的预期目的。在一些实施例中, 第一和第二棱镜的一个或多个外表面 (即与偏振层不相邻的表面之一) 可能是弯曲的 (或是凸的或是凹的), 或者可能包括结构化表面, 例如菲涅耳透镜表面。这种曲面为偏振光分束器提供光学功率, 即它们可以会聚或发散透过其的光。透镜或反射镜会聚或发散光的程度常常等于装置的焦距的倒数。

[0119] 此外, 一个或多个第一表面 (即与偏振层相邻的表面) 可能是弯曲的或微复制型的。例如, 第一棱镜可能具有凸型第一表面, 并且第二棱镜可能具有匹配的凹型第一表面, 其间设置有偏振层。而且, 第一和第二棱镜的一个或多个外表面 (即与偏振层不相邻的表面之一) 可能具有完全或部分反射性; 即包括蒸汽沉积金属涂层。

[0120] 根据本发明构造的示例性 PBS 中的反射偏振层包括线性反射偏振器, 该偏振器具有透光轴。在一个实施例中, 偏振层可以是线栅偏振器, 如 Schnabel et al., “Study on Polarizing Visible Light by Subwavelength-Period Metal-Stripe Gratings”, *Optical Engineering* 38(2), pp. 220-226, February 1999 (施纳贝尔等人在《光学工程》38(2), 第 220-226 页, 1999 年 2 月的“通过亚波长周期金属带光栅使可见光偏振的研究”) 中所述, 该文的相关部分在此以引用的方式并入本文。线栅偏振器是由涂覆在玻璃或其它透明基底上的非常细的平行金属线或金属带的阵列组成。当与入射波长相比宽度和间距较小时, 线材阵列有效地使入射光发生偏振。用于线栅阵列的常见金属包括金、银和铝以及本领域已知的其它金属。

[0121] 在一个实施例中, 偏振光分束器可以包括具有第一表面和至少两个外表面的第一棱镜, 具有第一表面和至少两个外表面的第二棱镜, 以及设置在第一和第二棱镜的第一表

面之间的线栅偏振器。优选的是,包括基底(例如玻璃)的线栅偏振器借助于光学粘合剂粘结到第一表面上。不那么优选的是,线栅被设置(例如通过蒸汽沉积技术)在其中一个所述第一表面之上,并且粘结到第二棱镜上。

[0122] 线栅偏振器吸收小部分所接收的光。这会在基底中产生热量,因而不是优选的。例如,5-10%的光被铝条以与铝反射镜面相同的方式吸收。由于线栅偏振器的性能对金属带的几何稳定性敏感,基底内因热膨胀引起的微小变化可降低偏振器的性能。

[0123] 在另一个实施例中,偏振层可以包括设置在一个或两个棱镜的第一表面上的一对无机薄膜材料的交替重复层。这对薄膜材料包括一种低折射率材料和一种高折射率材料。选择所述折射率(被称为 MacNeille(迈克尼尔)对)以使得对于光束的给定入射角来说,p 偏振光的反射系数(r_p)在每个薄膜界面处均基本上为零。 r_p 为零时的角度被称为布鲁斯特角,并且将布鲁斯特角和折射率数值关联的公式称为迈克尼尔条件。s 偏振光的反射系数(r_s)在每个薄膜界面处不为零。因此,当加入更薄的薄膜层时,s 偏振光的总反射率增加,而 p 偏振光的反射率基本上保持为零。因而,非偏振光束(在薄膜叠堆上方入射)的一些或所有 s 偏振分量被反射,然而基本上所有的 p 偏振分量被透射。

[0124] 在一个实施例中,一对无机薄膜材料的重复层(光学叠堆)被设置在棱柱的第一表面上,并且粘结到第二棱镜的第一表面上,例如用光学粘合剂,以形成偏振分束器。偏振分束器包括至少一套成对的材料交替层,该交替层相互比较分别具有较低和较高的折射率。选择层的厚度,使得就入射准直光束的波长来说,每一层低折射率和高折射率材料符合四分之一波长的标准。棱镜材料的光学性质和复合光学叠堆的性质都结合起来,将入射光束分成两个偏振分量。

[0125] 适用于薄膜的材料包括在所关注光谱内透明(呈现低吸收率)的任何材料。对宽波段的可见光来说,适用的薄膜材料有二氧化硅($n = 1.45$),非晶态氢化氮化硅($n = 1.68-2.0$);二氧化钛($n = 2.2-2.5$);氟化镁($n = 1.38$);冰晶石(Na_3AlF_6 , $n = 1.35$);硫化锌($n = 2.1-2.4$);氧化锆($n = 2.05$);氧化钪($n = 2.0$);和氮化铝($n = 2.2$)。

[0126] 几种薄膜沉积技术可以用于将复合光学叠堆沉积到棱镜上,包括热蒸发和电子束蒸发以及离子束溅射和磁控溅射。然而,热蒸发和电子束蒸发应提供良好的薄膜质量和足够高的沉积速率,以达到可接受的生产速率。更重要的是,低折射率薄膜,例如氟化镁和冰晶石,可以通过这种方法沉积。电子束沉积常被用于涂层工业的高折射率材料,例如二氧化钛、氧化锆、氧化钪以及氮化铝。

[0127] 优选的是,偏振层可以是多层光学薄膜。在本发明的实施例中,适合用作偏振薄膜的反射偏振薄膜的实例包括反射偏振器,该偏振器包括双折射材料(由明尼苏达州圣保罗的 3M 公司制造),例如 U. S. 5, 882, 774(Jonza(乔扎)等人);U. S. 6, 609, 795(Weber(韦伯)等人)和 U. S. 6, 719, 426(Magari11(麦格里尔)等人)中所描述的那些。适于偏振薄膜 20 的反射偏振薄膜还包括聚合反射偏振薄膜,该聚合反射偏振薄膜包括多层不同的聚合材料。例如,偏振薄膜可包括第一层和第二层,其中第一层和第二层的聚合材料是不同的,并且第一层和第二层中至少一层是双折射的。在本发明的一个实施例中,偏振薄膜可包括具有不同聚合材料的第一和第二交替层的多层叠堆,如 U. S. 6, 609, 795(韦伯等人)中所公开的。适于制备多层反射偏振器的其它材料在(例如)美国专利 No. 5, 882, 774(乔扎等人)和美国专利 No. 6, 609, 795(韦伯等人)中列出。在本发明的另一个实施例中,可以使用多

个反射偏振薄膜。

[0128] 适用的反射偏振薄膜通常特征在于：沿着薄膜平面内第一方向，第一和第二聚合材料之间具有较大的折射率差值，并且沿着薄膜平面内第二方向（垂直于第一方向），第一和第二聚合材料之间具有较小的折射率差值。在一些示例性实施例中，反射偏振薄膜的特征还在于：沿着薄膜的厚度方向，第一和第二聚合材料之间（如，具有不同聚合材料的第一层和第二层之间）具有较小的折射率差值。拉伸方向（即 x 方向）上第一和第二聚合材料之间适用的反射率差值范围的例子为约 0.15 至约 0.20。非拉伸方向（即 y 方向和 z 方向）上的折射率对于给定的材料或层来说期望在彼此的约 5% 范围以内，并且在不同材料或相邻层的相应非拉伸方向的约 5% 以内。

[0129] 选择用于示例性多层偏振薄膜各层的聚合材料可以包括表现低水平吸光率的材料。例如，聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 显示具有小于 1.0×10^{-5} 厘米⁻¹ 的吸光系数。因此，对于包括 PET 并且厚度为约 125 微米的反射偏振薄膜来说，算出的吸光率为约 0.000023%，是类似线栅偏振器吸光率的约 1/200,000。

[0130] 由于用于 PBS 的偏振器被暴露在极高的光密度下（这可能导致偏振器故障），因此低吸光率是可取的。例如，吸收型偏振薄膜吸收了所有具有不必要的偏振的光。这产生了显著的热量。因此，需要具有高热导率的基底（例如兰宝石）将热量导离偏振薄膜。此外，基底被暴露在高热量负载下，这在基底中相应地产生了热致双折射。基底中的热致双折射降低了光学系统（例如图像显示系统）的对比度和对比均匀性。因此，只有几种材料可以用于带有传统 PBS 的基底（如，兰宝石、石英、含铅玻璃和陶瓷）。

[0131] 本发明提供多层制品，其包括多层光学薄膜和光学薄膜的一个或两个主表面上的固化光学涂层。提供这种涂层，可保护多层光学薄膜不受环境应力影响，并增加其强度和刚度。多层制品可以通过提供多层光学薄膜，用可固化组合物涂覆多层光学薄膜的至少一个主表面并进行固化来制备。在另一个实施例中，可以借助于光学粘合剂将分开制备的包含可固化组合物的薄膜附接至多层光学薄膜的一个或两个主表面上，这在本文中将进一步描述。

[0132] 本发明提供了制备偏振光分束器的方法。该方法包括将可固化组合物导入合适的模具中，并固化组合物，以形成棱镜。模具可以呈任何合适的构型，其一个或多个表面可以是弯曲的。然后，可用任何光学粘合剂（例如，本领域内已知的光学粘合剂）将偏振层粘结、粘附或附连到所得的棱镜上。在一个实施例中，可以将第一棱镜粘结到偏振层的第一表面上，再将第二棱镜粘结到偏振层的暴露表面上。在另一个实施例中，第一棱镜和第二棱镜同时被粘结到偏振层的相对表面上。

[0133] 可用的光学粘合剂基本上不含吸收紫外线的发色团，例如扩链的芳族结构或共轭双键。可用的粘合剂包括，例如：NOA61，一种紫外线固化硫醇烯基粘合剂，可得 Norland, Cranbury, N. J.（新泽西州克林伯利的自络览公司）；Loctite 系列（如，3492, 3175）UV 固化丙烯酸系粘合剂，可得自 Henkel Loctite Corp., Rocky Hill, Conn（康涅狄格州洛基希尔的汉高乐泰公司）；OP 系列（如，21, 4-20632, 54, 44）UV 固化丙烯酸系粘合剂，可得自 Dymax Corporation, Torrington, Conn（康涅狄格州托灵顿的戴马士公司）。

[0134] 一种可用的粘合剂包括如已公布的美国专利申请 No. 20040202879 (Xia (夏) 等人) 中所述的那些粘合剂，该粘合剂包含至少一种带有酸基或碱基官能团的聚合物（这种

官能团可形成压敏粘合剂),带有酸基或碱基官能团并且重均分子量大于 100,000 的高 T_g 聚合物,以及交联剂;其中压敏粘合剂和高 T_g 聚合物上的官能团引起酸碱相互作用,从而形成相容化共混物。粘合剂组合物在温度为 80℃,相对湿度为 90%的条件下,于烘箱中加速老化约 500 小时后,粘合剂混合物是半透明的或视觉上澄清的。

[0135] 另一种可用的粘合剂包括微结构化粘合剂,该粘合剂包括具有微结构化表面的压敏粘合剂连续层,其中该微结构化表面包括一系列结构,并且其中这些结构的侧向纵横比为约 0.1 至约 10,其中这些特征的间隔纵横比为约 1 至 1.9,并且其中每个结构具有约 2.5 至约 375 微米的高度。这种粘合剂在美国专利 No. 5,650,215、6,123,890、6,315,851、6,440,880 和 6,838,150(分别为 Benson(本森)等人)中有所描述。

[0136] 其它可用的粘合剂包括 Soken™1885PSA(可从 Soken Chemical&Engineering Co., Ltd, Japan(日本综研化学株式会社)商购获得)、NEAPSA(如已公布的 U. S. 20040202879(卢等人)中实例 1 所述)、LensBond™Type C59(热固化苯乙烯基粘合剂,可得自 Summers Optical, Hatfield, Pa.(宾夕法尼亚州哈特菲尔德的萨默斯光学公司)(EMSAcquisition(EMS 收购公司)的子公司)) 和 NOA61™(UV 固化硫醇烯基粘合剂,可得自新泽西州克林伯利的络览公司)。

[0137] 在另一个实施例中,偏振器可以按照图 1 中示意性示出的那样进行制备。此处,棱镜模具 10a 具有开放的第一表面或面和可选的凸块 11a 和 b,并且与偏振层 20 和刚性侧板 30 组合。模具各个面之间的角度可根据需要改变,并且一个或两个外表面 12a/b 可以是弯曲的或具有被赋予的任何期望样式(例如衍射样式),例如菲涅耳透镜可整体成型。第一和第二棱镜各自的第一表面也可以是弯曲的,或具有整体微复制型样式。有利的是,第一和第二棱镜的弯曲的第一表面可以进行构造,以便它们可以(例如)用凹凸型表面相互匹配,之间设置有偏振层。

[0138] 部件 10a、20 和 30 可以通过凸块 11a/b 上的夹具或其它合适的装置进行固定。张力调整装置(未示出)可以用来维持偏振层的平坦。装配好的模具可设置在光滑的刚性表面 15(例如玻璃)上,或可为模具 10a 提供整体底部。该组件限定了棱镜的成型腔体 40a,可将可固化组合物引入该腔体中并通过施加紫外光能进行固化。如果需要,第二刚性表面(未示出)可覆盖模具的顶部,保护它免受大气氧气的影响。有利的是,刚性表面 15 或第二刚性表面均由玻璃或其它对用于固化的入射光源透明的合适材料制成。作为第二刚性表面的另外一种选择,模具组件可以用惰性玻璃覆盖,以隔绝氧气。

[0139] 一旦固化,可以移除刚性侧板 30,并将第二棱镜模具 10b 固定到其上,形成第二室 40b,并且偏振层 20 在模具 10a 和 10b 之间形成共用面,以使得第一和第二棱镜的第一表面都会与偏振层相邻。由于固化,偏振层现在是构成第一棱镜成形固化组合物的第一表面必需的一部分。第二模具也可以具有弯曲的外表面或其它期望的成型形状(未示出)。该第二室 40b 可以用可固化组合物进行填充,固化,然后移除模具组件,以在棱镜的第一表面上提供带两个棱镜的偏振分束器 60a 和设置在两棱镜之间的整体偏振层。如果需要,所提供的各个棱镜可以通过适当构造模具而具有整体连锁凸块,用于将第一和第二棱镜固定到一起,或用于将分束器固定到显示装置的底座内。此外,第一和/或第二棱镜可以具有对准装置,例如凸块或指示灯,用于使第一和第二棱镜彼此之间、偏振层以及显示装置中的底座对齐。

[0140] 对准装置可包括相互连接的对应的公接头和母接头。偏振分束器可包括第一棱镜和第二棱镜,其中第一棱镜包括公接头,而第二棱镜包括母接头。公接头可以是矩形表面,该表面涵盖了与反射偏振薄膜相邻的第一棱镜的部分表面,并且该表面可能从其中突出。类似地,母接头可以是矩形凹陷,该矩形凹陷设置在与反射偏振薄膜相邻的第二棱镜的大部分表面以内。

[0141] 凸构件和母接头可以用其它接合机构取代,以使得一个棱镜包括至少一个凸构件,该凸构件被构造为与位于相对的棱镜的各个母接头相接合。本领域内的普通技术人员也将容易地理解,根据本发明可以使用与本文所示出的数量不同的凸构件和母接头。例如,示例性 PBS 可包括三个或多个凸构件,该凸构件容纳于三个或多个母接头内。

[0142] 上文所讨论的凸构件和母接头可以与各自的第一和第二棱镜成型在一起。然后,可以将该第一和第二棱镜在公接头和母接头的辅助下固定到一起,形成偏振分束器。该技术可能涉及将反射偏振薄膜放置在第一棱镜和第二棱镜之间。第一棱镜可以相对于第二棱镜进行取向,使得公接头与相应的母接头对齐。这样对齐有利于确保了第一棱镜相对于第二棱镜进行准确定位。第一棱镜可以通过同时将公接头插入相应的母接头来接合第二棱镜。这压缩了第一棱镜和第二棱镜的入射表面之间的反射偏振薄膜,以提供光滑的平坦界面。公接头可以用粘合剂固定到相应的母接头上。另外,通过将凸构件配合和/或焊接到相应的母接头上(如,超声、红外、热熔、搭扣配合、压力配合和化学焊接),可以将第一棱镜固定到第二棱镜上。

[0143] 一种替代方法在图 2 中示意性地示出。此处,具有开放表面的两个棱镜模具 110a 和 110b(与所得棱镜的第一表面相对应)通过可选的凸块 111a 和 b(或任何适用的装置)固定到一起,并且偏振层 120 设置在模具 110a 和 b 的共用第一表面之间。这样便形成了两个室 140a/b,所述室可以用可固化组合物进行填充,并被固化,以便在单一步骤中制成偏振分束器。再次,模具可以具有任何合适的形状和尺寸,并且外表面可以是弯曲的。

[0144] 实例

[0145] 这些实例仅仅是说明性的,并非意图限制所附权利要求书的范围。除非另外指明,否则实例以及说明书其余部分中的所有份数、百分数、比率等均按重量计。除非另外指明,所用的溶剂和其它试剂得自 Sigma-Aldrich Chemical Company ;Milwaukee,Wisconsin(威斯康星州密尔沃基的西格玛奥德里奇化学公司)。

[0146] 缩写表

[0147]

| 缩写或商品名 | 说明 |
|--------|----------------------------|
| IBOA | 丙烯酸异冰片酯,得自宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司 |
| MMA | 甲基丙烯酸甲酯 |
| HEA | 丙烯酸羟基乙酯 |
| HEMA | 甲基丙烯酸羟乙酯 |

| | |
|---------------|--|
| IOTG | 巯基乙酸异辛酯, 得自 TCI America, Portland, OR(俄勒冈州波特兰的梯希爱(美国)公司) |
| MCE | 巯基乙醇 |
| IEM | 甲基丙烯酸异氰酸根合乙酯, 得自 Showa Denka, Japan(日本昭和电工株式会社) |
| MAnh | 甲基丙烯酸酐 |
| HDDMA | 1,6- 己二醇二甲基丙烯酸酯, SR239, 得自宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司 |
| VAZO 52 | 2,2' - 偶氮二(2,4- 二甲基戊腈), 得自特拉华州威尔明顿的杜邦公司 |
| VAZO 88 | 1,1' - 偶氮双(氰基环己烷), 得自特拉华州威尔明顿的杜邦公司 |
| DBDL | 二月桂酸二丁基锡 |
| A31 防粘衬垫 | 有机硅衬垫, 得自 DuPont TeiJin Films U.S.Limited Partnership, Wilmington, DE(特拉华州威尔明顿的杜邦帝人薄膜(美国) 合伙企业) |
| Lucirin TPO-L | 2,4,6- 三甲基苯甲酰苯亚膦酸乙酯, 得自新泽西州蒙特利物的巴斯夫公司 |
| CN945A60 | 与 SR306 以约 60 : 40 的比率共混的三官能团脂族聚氨酯丙烯酸酯(三丙二醇二丙烯酸酯), 得自宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司 |
| CN1963 | 与 TMPTMA(三羟甲基丙烷三甲基丙烯酸酯) 以约 75 : 25 的比率共混的脂族聚氨酯二甲基丙烯酸酯, 得自宾夕法尼亚州埃克斯顿的沙多玛公司 |
| PBS 薄膜 | 多层反射偏振薄膜, 由明尼苏达州圣保罗的 3M 公司制造, 在 U. S. 5, 882, 774(乔扎等人)、U. S. 6, 609, 795(韦伯等人) 和 U. S. 专利 6, 719, 426(麦格里尔等人) 中有所描述。 |

[0148] 测试方法

[0149] 通过 SEC 测量分子量

[0150] 使用 Waters 717Plus 自动取样机、1515HPLC 泵、2410 微分型检测器和下列 Waters 色谱柱 :Styragel HR 5E, Styragel HR 1, 来执行用于测量分子量和分子量分布的尺寸排阻色谱法 (SEC)。所有样本均在 35℃、流速为 1.0mL/min 的 THF 中运行。线性聚苯乙烯标准用于校正。

[0151] 动态力学分析 (DMA) 测量

[0152] 用于测定固化组合物的 T_g 和模量的 DMA 是通过使用 LC-ARES 测试台 (Rheometric Scientific, Piscataway, NJ (新泽西州皮斯卡塔韦的流变科学仪器有限公司)) 在变形模式下进行的。样本的尺寸为约 25 毫米 × 10 毫米 × 1 毫米。样本的长度由测试台测量, 并且样本的宽度和厚度是用卡尺测量的。通过以每分钟 5°C 的速率将温度从 25°C 升至 180°C 来进行测试。所用的频率为 1 赫兹。

[0153] 耐泛黄性测试

[0154] 3.2 厘米 (1.25 英寸) 直径 × 0.5 厘米 (0.19 英寸) 厚度的固化样本在波长为 420 纳米时的透射比 (% T) 是在 120°C 烘箱中老化 7 天前后进行测量的。透射比 (% T) 是使用 TCS Plus 分光光度计 (BYK-GardnerUSA, Silver Spring, MD (密苏里州西尔弗斯普林的毕克-加特纳 (美国) 公司) 来进行测量的。一般来讲, 在 420 纳米下的透射比小于 85% 的样本显示为黄色。如果老化后在 420 纳米下的透射比大于 85%, 则样本被视为具有良好的耐泛黄性。

[0155] 体积收缩率的测定

[0156] 可固化组合物和固化材料的密度是用比重瓶测量的。根据可固化材料在固化期间的密度变化, 计算体积收缩率百分比。体积收缩率百分比 = $100 \times (\text{固化材料的密度} - \text{固化前可固化材料的密度}) / \text{固化前可固化材料的密度}$ 。

[0157] 吸水率的测量

[0158] 把已称重的 3.2 厘米 (1.25 英寸) 直径 × 0.5 厘米 (0.19 英寸) 厚的已固化盘状样本放置在 23°C 的水中 14 天。吸水率百分比 = $100 \times (\text{在水中 14 天后的样本重量} - \text{浸水前的样本重量}) / \text{浸水前的样本重量}$ 。

[0159] 双折射的测定

[0160] 透射光谱椭圆法 (TSE) 被用来测量样本的延迟量。样本的双折射是通过延迟量除以样本厚度来确定的。样本是圆盘状, 3.2 厘米 (1.25 英寸) 直径 × 0.5 厘米 (0.19 英寸) 厚度。把样本安装在旋转平台上, 并且使用 J. A. Woollam M2000 变角光谱椭偏仪在一系列位置处测量 TSE 的延迟量数据。在两个正交方向上相隔 6 毫米的 4 个位置处进行面内测量, 以进行共计 8 次的面内测量。测得的延迟量的平均值处于 $\lambda = 545\text{--}555$ 纳米之间的波长范围内。

[0161] 实例 1-7:

[0162] 低聚物浆料的制备:

[0163] 在实例 1-7 中, 按照表 1, 将 IBOA、HEA、链转移剂 IOTG 或 MCE 以及第一次要加入的热引发剂 Vazo 52 和 88 加入四颈烧瓶中, 该四颈烧瓶配备有回流冷凝器、温度计、机械搅拌器和氮气入口。在氮气条件下搅拌混合物并加热至 60°C。聚合反应期间, 反应混合物的最高温度为约 150°C。反应达到最高点后, 在加入第二引发剂 Vazo 88 的条件下, 批料进一步在 140°C 下聚合 30 分钟, 以减少残余单体并除去引发剂。在该反应周期结束时取出样本, 以便通过 SEC 进行低聚物分子量的测定。然后, 将批料冷却至 100°C。将 HDDMA 活性稀释剂加入反应器中, 以降低批料的粘度。再将 IEM 中的 DBDL 催化剂溶液加入批料, 与 IBOA/HEA 聚合物链上的羟基反应, 从而将甲基丙烯酸酯官能团引入聚合物中。该反应在 2 个小时内完成。

[0164] 固化样本的制备：

[0165] 反应完成后，按照“测试样本的制备”部分中所述的工序，用 0.02 重量%的 TPOL 光引发剂配制表 1 的活性低聚物浆料并通过氙闪光灯进行固化。使用上面的“测试方法”部分中所述的方法，对固化样本进行测试，以获得体积收缩率百分比、双折射、玻璃化转变温度、吸水率、透射比和老化稳定性。

[0166] 表 1

[0167]

| 实例 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|-------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| IBOA*(g) | 190.0 | 190.0 | 190.0 | 190.0 | 180.0 | 180.0 | 190.0 |
| HEA(g) | 10.0 | 10.0 | 10.0 | 10.0 | 20.0 | 20.0 | 10.0 |
| IOTG(g) | 1.0 | 2.0 | 4.0 | 16.0 | 16.0 | --- | 4.0 |
| MCE(g) | --- | --- | --- | --- | --- | 20.0 | --- |
| Vazo 52/(g) | 0.025/ | 0.025/ | 0.025/ | 0.025/ | 0.025/ | 0.025/ | 0.025/ |
| Vazo 88(g) | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 |
| Vazo 88(g) | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 | 0.050 |
| HDDMA(g) | 66.7 | 50.0 | 50.0 | 22.2 | 22.2 | 22.2 | 22.2 |
| IEM(g) | 13.36 | 13.36 | 13.36 | 13.36 | 26.7 | 53.4 | 13.36 |
| DBDL(g) | 0.0467 | 0.0467 | 0.0467 | 0.0467 | 0.093 | 0.18 | 0.0467 |

[0168] *实例 3、4 和 5 中的 IBOA 单体和 HDDMA 活性稀释剂是经过一柱活化碱性氧化铝粉末 (Brokmann1, ~ 150 目, 58A°, 155m²/g, 得自 Aldrich(奥德里奇公司)) 来进行提纯, 以移除抑制剂。蒸馏同一实例中的 IEM 单体, 以移除引发剂。实例 3、4 和 5 中的其它成分以及实例 1、2、6 和 7 中的所有成分均以从供应商收到时那样而不需纯化使用。

[0169] 实例 8-10：

[0170] 要制备实例 8-10 的活性低聚物浆料, 可根据表 2, 将 HDDMA 活性稀释剂加入实例 7 中所制备的活性低聚物浆料样本中。用 0.02 重量%的 TPOL 光引发剂配制活性低聚物浆料并在 80°C 用氙闪光灯固化 5 分钟。使用上面的“测试方法”部分中所述的方法, 对固化样本进行测试, 以获得体积收缩率百分比、双折射、玻璃化转变温度、吸水率、透射比和老化稳定性。

[0171] 表 2

[0172]

| | | | |
|---------------|--------|--------|--------|
| 实例 | 8 | 9 | 10 |
| 低聚物 /HDDMA 比率 | 80/20 | 70/30 | 60/40 |
| 实例 7(克) | 20.0 | 20.0 | 20.0 |
| HDDMA(克) | 2.50 | 5.71 | 10.0 |
| TPOL 光引发剂(克) | 0.0045 | 0.0051 | 0.0060 |

[0173] 实例 11-12 :

[0174] 要制备表 3 中实例 11 和 12 的活性低聚物浆料,遵循上文实例 1-7 中所述的相同聚合工序(除在 140℃时加入第二引发剂后聚合 30 分钟外),加入 MAnh,并让混合物在 140℃下再反应 3 小时,同时辅以有效搅拌。然后,将批料冷却至 110℃,并把 HDDMA 活性稀释剂加入反应器以进一步降低批料的粘度。

[0175] 表 3

[0176]

| | | |
|-------------|--------|--------|
| 实例 | 11 | 12 |
| IBOA(g) | 190 | 160 |
| MMA(g) | 0 | 26 |
| HEA(g) | 10 | 10 |
| HEMA(g) | 0 | 4 |
| IOTG(g) | 4 | 8 |
| Vazo 52/(g) | 0.025/ | 0.025/ |
| Vazo 88(g) | 0.025 | 0.025 |
| Vazo 88(g) | 0.050 | 0.050 |
| MAnh(g) | 14.12 | 19.16 |
| HDDMA(g) | 50 | 35.3 |

[0177] 实例 13-14 :

[0178] 用 0.02% 的 TPOL 光引发剂配制活性低聚物和活性稀释剂混合物 CN945A60 和 CN1963,并按照“测试样本的制备”中所述工序,在 80℃用氙闪光灯固化 5 分钟。

[0179] 表 4

[0180]

| | | |
|---------------|-------|-------|
| 实例 | 13 | 14 |
| CN945A60 (g) | 100 | ----- |
| CN1963 (g) | ----- | 100 |
| TPOL 光引发剂 (g) | 0.02 | 0.02 |

[0181] 实例 1-14 的测试样本的制备

[0182] 具有光引发剂和其它添加剂的可固化组合物是通过在 80°C 时用所需的光引发剂和其它添加剂（如果使用的话）预热实例和比较例中所述的低聚物浆料，并用 DAC-100 混合机在白色一次性杯子中混合（杯子和混合机都得自 Flack Tek Inc, Landrum, New Jersey（新泽西州兰德伦的弗莱克特克公司）来制备的。在真空室中使该组合物脱气，然后在使用前使之冷却到室温。

[0183] 通过下列步骤进行上述可固化材料的固化：1) 把一片大约 15 厘米（6 英寸）×15 厘米（6 英寸）的 51 微米（2 密耳）A31 防粘衬垫放置到 15 厘米（6 英寸）×15 厘米（6 英寸）×0.5 厘米（0.19 英寸）的 Pyrex 玻璃板上；2) 在防粘衬垫上面放置尺寸大致相同的玻璃或硅橡胶模具，该模具中央有直径为 3 厘米（1.25 英寸）的开口；3) 再用可固化组合物填充模具，注意避免气泡；4) 然后，把第二块大约 15 厘米（6 英寸）×15 厘米（6 英寸）的 51 微米（2 密耳）A31 防粘衬垫放置在填充模具的上面；5) 把另一块大约 15 厘米（6 英寸）×15 厘米（6 英寸）×0.5 厘米（0.19 英寸）的 Pyrex 玻璃板放置在防粘衬垫的上面；并且 6) 最后，将填充模具放置到室中 80°C 的加热台上并使之平衡。用带有 RC-747 型脉冲紫外光-可见光系统的氙闪光灯（型号为 #4.2 Lamp Hsg, 脉冲率为 8Hz）（马萨诸塞州威尔伯恩的思朗公司）对可固化组合物进行固化，持续 5 分钟。

[0184] 表 5 中示出了通过 SEC 测量的重均分子量、通过动态力学分析 (DMA) 测量的玻璃化转变温度、通过比重瓶测定的体积收缩率百分比以及通过椭圆光度法测量的双折射。表 5 中还示出了在 120°C 的烘箱中老化 7 天后的可见明显颜色以及用 TCS Plus 分光光度计测量的透射比。表 6 中示出了按照上文“测试方法”部分所述而得到的吸水率数据。

[0185] 表 5

[0186]

| 实例 | 低聚物 分子量 | 低聚物 / HDDMA (%) | Tg (°C) | 体积 收缩率 (%) | 双折射 | 在 120°C 下老 化 7 天后的样 本颜色 | 在 120°C 下老化 7 天后在 420 纳米波 长下的透射比 |
|----|------------|-----------------------|------------|------------------|-----------------------|-------------------------------|--|
| 1 | 30K | 75/25 | ----- | ----- | 2.59×10^{-7} | 无 | 87.3 |
| 2 | 18K | 80/20 | ----- | ----- | 1.51×10^{-7} | 无 | 89.3 |
| 3 | 9.0K | 80/20 | 109 | 2.8 | 5.07×10^{-7} | ----- | ----- |
| 4 | 3.0K | 90/10 | ----- | 2.1 | 1.32×10^{-7} | ----- | ----- |

| | | | | | | | |
|----|------|-------|------|------|-----------------------|------|----------|
| 5 | 3.2K | 90/10 | 88 | 2.4 | 4.03×10^{-7} | ---- | ---- |
| 6 | 1.4K | 90/10 | ---- | ---- | 6.33×10^{-7} | ---- | ---- |
| 7 | 9.0K | 90/10 | 94 | 0.9 | 1.82×10^{-7} | 无 | 89.9 |
| 8 | 9.0K | 80/20 | 100 | 2.7 | 1.47×10^{-7} | 无 | 90.2 |
| 9 | 9.0K | 70/30 | 94 | 4.7 | 4.39×10^{-7} | 无 | 90.1 |
| 10 | 9.0K | 60/40 | 79 | 5.5 | 1.24×10^{-6} | 无 | 89.4 |
| 11 | 9.0K | 80/20 | ---- | ---- | ---- | 无 | 91.3 |
| 12 | 6.5K | 85/15 | ---- | ---- | ---- | 无 | 90.5 |
| 13 | ---- | ---- | 53 | ---- | ---- | 黄色 | 81.0 |
| 14 | 1.2K | ---- | 97 | 6.8 | 3.88×10^{-6} | 黄色 | 74.3(3天) |

[0187] 表 6

[0188]

| 实例 | 吸水率 (23℃水中 14 天) |
|----|---------------------|
| 8 | 0.17% |
| 11 | 0.22% |
| 14 | 0.87% |

[0189] 实例 15:

[0190] 在实例 15 中,按照表 7,将 IBOA、HEA、链转移剂 IOTG 以及第一次要加入的热引发剂 Vazo 52 和 88 加入四颈烧瓶中,该四颈烧瓶配备有回流冷凝器、温度计、机械搅拌器和氮气入口。在氮气条件下搅拌混合物并加热至 60℃。聚合反应期间,反应混合物的最高温度为约 180℃。反应达到最高点后,在加入第二引发剂 Vazo 88 的条件下,批料进一步在 140℃ 下聚合 30 分钟,以减少残余单体并除去引发剂。然后,将批料冷却至 120℃,并把 IBOA 活性稀释剂加入反应器中,降低批料的粘度。再将 MAnh 加入批料,使之与低聚物链上的羟基反应,以引入甲基丙烯酸酯基。反应时间为大约 6 小时。然后,加入 HDDMA,并将溶液冷却至室温。用 0.02 重量%的 Lucirin TPOL 光引发剂配制表 7 中的活性低聚物浆料以制备可固化材料组合物,然后用以制备塑料棱镜和 PBS 棱镜。

[0191] 表 7。

[0192]

| | |
|------------------------------|------------------|
| 实例 | 15 |
| IBOA (g) | 185 |
| HEA (g) | 15 |
| IOTG (g) | 8 |
| Vazo 52 (g) / Vazo 88 (g) | 0.025 / 0.025 |
| Vazo 88 (g) | 0.050 |
| IBOA (g) | 10 |
| MAnh (g) | 21.18 |
| HDDMA (g) | 35.3 |
| Lucirin TPOL (g) | 0.055 |

[0193] 实例 16 :塑料棱镜的制备

[0194] 对于实例 16,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,并且元件 15 是玻璃板,不使用元件 20,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 15 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

[0195] 实例 17 :塑料 PBS 棱镜的制备

[0196] 对于实例 17,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,元件 15 是玻璃板,元件 20 是 PBS 薄膜,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 15 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。移除玻璃载片,并把实例 15 中制备的已配制好的活性低聚物浆料用作光学粘合剂,将塑料棱镜(例如实例 16 中所制备的)衔接至 PBS 薄膜表面,以形成 PBS 棱镜。室温下,用氩闪光灯固化粘合剂 5 分钟。

[0197] 实例 18 :塑料 PBS 棱镜的制备

[0198] 对于实例 18,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,元件 15 是玻璃板。元件 20 是 PBS 薄膜,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 15 中制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 的顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。然后,移除元件 30,并将第二模具 10b 放置在与固化模具相邻的位置。用实例 15 中制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40b,并把玻璃板放在已填料的容器 40b 的顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

[0199] 实例 19 :塑料 PBS 棱镜的制备

[0200] 对于实例 19,使用图 2 中所示的棱镜模具。元件 110a 和 110b 由不锈钢制成,元件 115 是玻璃板,元件 120 是 PBS 薄膜。用实例 15 中制备的已配制好的活性低聚物浆料填充

120 任意一侧的容器,并把另一块玻璃板放在已填料的容器顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

[0201] 实例 20:塑料棱镜的制备

[0202] 对于实例 20,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,并且元件 15 是玻璃板,不使用元件 20,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 14 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

[0203] 实例 21:塑料 PBS 棱镜的制备

[0204] 对于实例 21,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,元件 15 是玻璃板,元件 20 是 PBS 薄膜,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 14 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。移除玻璃载片,并把实例 14 中制备的浆料用作光学粘合剂,将塑料棱镜(例如实例 20 中所制备的)附接至 PBS 薄膜表面,形成 PBS 棱镜。室温下,用氩闪光灯固化粘合剂 5 分钟。

[0205] 实例 22:塑料 PBS 棱镜的制备

[0206] 对于实例 22,使用图 1 中所示的棱镜模具。元件 10a 由不锈钢制成,元件 15 是玻璃板,元件 20 是 PBS 薄膜,并且元件 30 是玻璃显微镜载片。用实例 14 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40a,并把另一块玻璃板放在已填料的容器 40a 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。然后,移除元件 30,并将第二模具 10b 放置在与固化模具相邻的位置。用实例 14 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充容器 40b,并把玻璃板放在已填料的容器 40b 顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

[0207] 实例 23:塑料 PBS 棱镜的制备

[0208] 对于实例 23,使用图 2 中所示的棱镜模具。元件 110a 和 110b 由不锈钢制成,元件 115 是玻璃板,元件 120 是 PBS 薄膜。用实例 14 中所制备的已配制好的活性低聚物浆料填充 120 任意一侧的容器,并把另一玻璃板放在已填料的容器顶部。在室温下,用氩闪光灯固化组件 5 分钟。

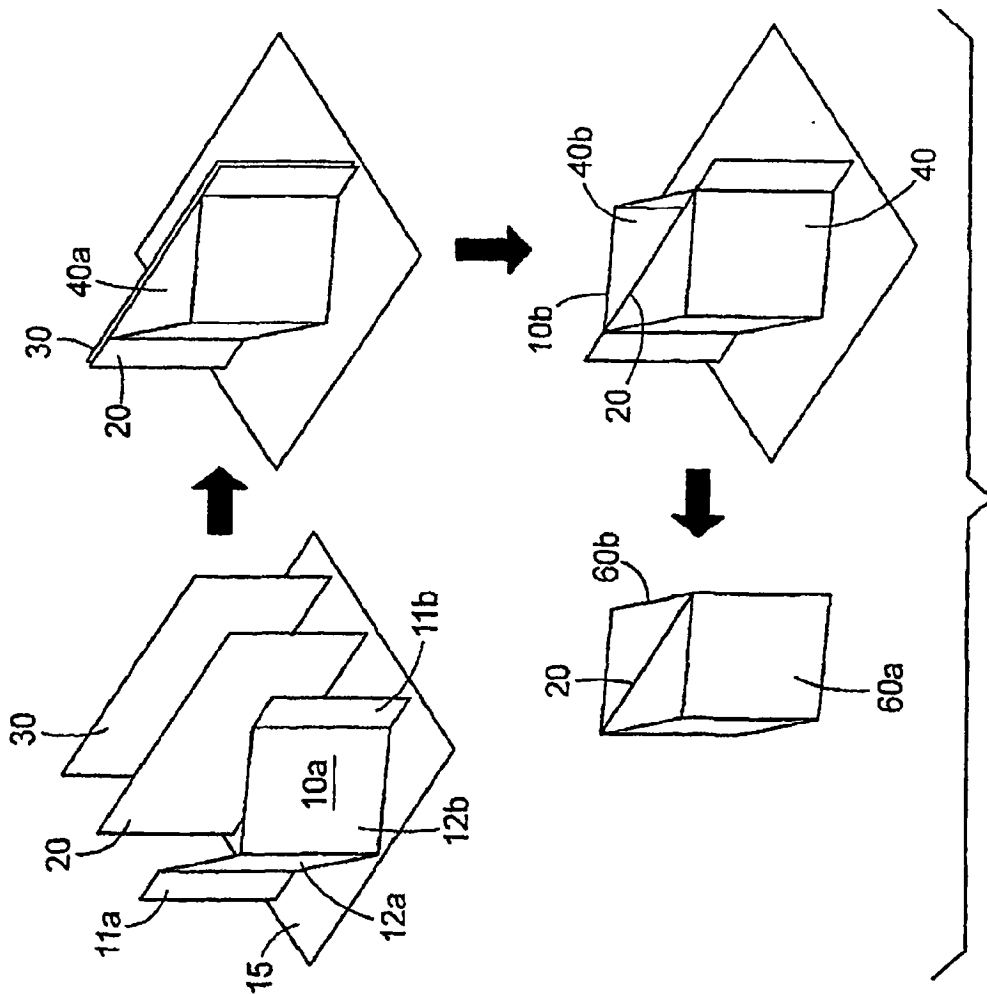


图1

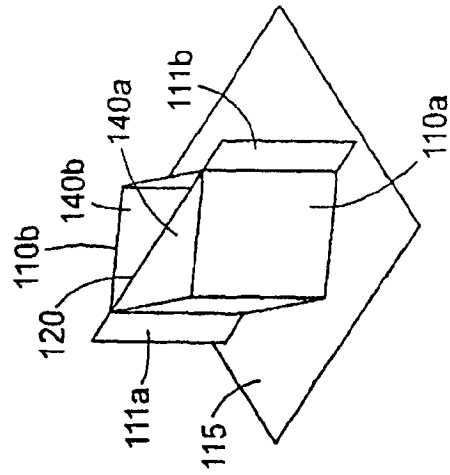


图2