



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109790419 A

(43)申请公布日 2019.05.21

(21)申请号 201780050140.1

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2017.08.21

C09J 7/10(2018.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2019.02.15

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2017/046189 2017.08.10

(87)PCT国际申请的公布数据

W02018/034919 EN 2018.02.22

(71)申请人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72)发明人 艾伯特·I·埃费拉茨

卡伦·J·卡尔弗利

(74)专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 孙微 金小芳

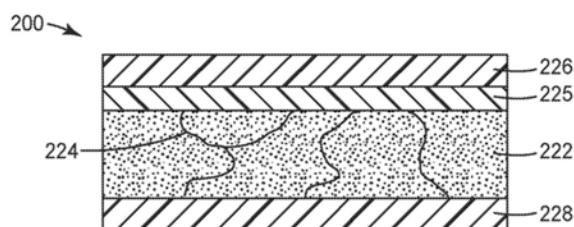
权利要求书1页 说明书10页 附图5页

(54)发明名称

带滑层的光学透明的多层粘合剂

(57)摘要

本发明提出了一种具有至少一个粘合剂滑层的光学透明的多层粘合剂结构。示例性结构包括粘合剂芯膜层和至少一个滑层。所述滑层为所述最终组件提供增强的可再加工性,并且也缓解了粘结过程诱导的应力。所述滑层由可固化粘合剂层表示,所述可固化粘合剂层在100°C的温度和1Hz下具有至少0.8的 $\tan \delta$ 。本文所述的粘合剂可用于显示器组件中以及在所述设备中提供基底的光学耦合和机械耦合。



1. 一种制品,其包括:
具有第一表面和第二表面的芯膜层,其中所述芯膜层为光学透明的或光学活性的;以及
位于邻近所述芯膜层的所述第一表面的第一可固化粘合剂层,
其中所述第一可固化粘合剂层为光学透明的,并且
其中所述第一可固化粘合剂层在100°C的温度和1Hz下具有至少0.8的 $\tan\delta$ 。
2. 根据权利要求1所述的制品,其还包括位于邻近所述第一可固化粘合剂层的基底。
3. 根据权利要求1所述的制品,其中所述芯膜层为粘合剂。
4. 根据权利要求1所述的制品,其中所述芯膜层为用于显示器的塑性膜,包括触摸传感器、偏振器、保护膜。
5. 根据权利要求1所述的制品,其中所述可固化粘合剂层是未交联的。
6. 根据权利要求1所述的制品,其中当使用1.5cm×2cm重叠和500g负荷在不锈钢面板上在60°C下测试时,所述可固化粘合剂层在其未固化状态下具有2cm或更多的蠕变。
7. 根据权利要求1所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层包含光学透明的压敏粘合剂和光学透明的热活化粘合剂中的一者。
8. 根据权利要求6所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层在低于约85°C的温度下具有2cm或更多的蠕变。
9. 根据权利要求1所述的制品,其还包括位于邻近所述芯膜层的第二表面的第二可固化粘合剂层,其中所述第二可固化粘合剂层为光学透明的,并且其中所述第二可固化粘合剂层在100°C的温度和1Hz下具有至少0.8的 $\tan\delta$ 。
10. 根据权利要求9所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层和所述第二可固化粘合剂层具有相同的组成。
11. 根据权利要求9所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层和所述第二可固化粘合剂层具有不同的组成。
12. 根据权利要求1所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层的分子量介于50kg/mol和500kg/mol之间。
13. 根据权利要求11所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层的分子量介于50kg/mol和400kg/mol之间。
14. 根据权利要求1所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层在100°C的温度和1Hz下具有至少0.9的 $\tan\delta$ 。
15. 根据权利要求13所述的制品,其中所述第一可固化粘合剂层在100°C的温度和1Hz下具有至少1的 $\tan\delta$ 。

带滑层的光学透明的多层粘合剂

技术领域

[0001] 本发明整体涉及光学透明的粘合剂领域。具体地,本发明为一种具有至少一个粘合剂滑层的光学透明的多层粘合剂结构。

背景技术

[0002] 光学透明的粘合剂(OCA)通常用于显示器组件中,提供基底的光学耦合和机械耦合以增强亮度,提高对比度并增强设备的耐久性。当前OCA通常以两种形式中的一者提供:一种为液体光学透明的粘合剂(LOCA),另一种为以卷材或以冲切出售的膜。

[0003] 显示器组件通常由多个部件组成,这些部件部分地用OCA以光学或机械方式粘结在一起。图1示出了LCD模块100,其具有覆盖透镜130、LCD模块110以及将结构的部件粘结在一起的几个OCA层112。油墨段差(ink step)102示于LCD模块顶端,在其外围,并且OCA层112填补油墨段差周围的空间并将LCD模块粘结到相邻层。另选地,此类油墨段差也可位于覆盖透镜130的底部。油墨段差是指常放置在显示器的外围边缘处的油墨边界(ink boarder)的高度。

[0004] 常见的显示器组件结构要求这些OCA位于油墨段差印制的覆盖透镜和触摸传感器之间以及/或者触摸传感器和显示模块(例如LCD或OLED)之间。OCA还可能必须与天然氧化铟锡(ITO)118和/或可涂覆在膜基底119上的集成电路的金属迹线兼容。此外,在LCD和触控面板之间使用OCA需要均匀层合(即,不形成光学缺陷和畸变的层合)。油墨段差覆盖以及均匀层合至LCD所需的较高兼容性继续提出OCA设计和应用挑战。因为固体OCA和液体OCA都不可压缩,它们在两个基底之间的层合可产生巨大的应力。OCA为固体形式时,这种应力可能会缓慢衰减,而为液体形式时,该应力可快速消散,仅被固化收缩诱导应力替换。理想的是,OCA是能够流动且柔软的,同时也提供高粘附性和高耐久性。高粘附性和高耐久性通常需要较高的刚度或模量,并且减缓或避免流动。此外,在制成组件后,可能有利的是具有一定程度的可再加工性,使得有缺陷的面板可以被回收和修整。实现此目的常见技术是使用线切割,然后从面板上移除粘合剂残留物。

[0005] 线切割工艺面临的具体挑战是能够准确地引导细线通过粘结层而不引入可能损坏线材的过多的力,同时也不会待回收的基底上拖动线材,因此可以避免表面损坏。一旦进行切割,粘合剂残留物应当有足够的内聚性,以使用拉伸移除或者(在必要时)将支承背衬施加至残留物之后获得至少干净的剥离。因此,可能有利的是使弱内聚OCA层位于更强内聚芯的一侧或两侧上(具有粘合性或不具有粘合性,但为光学透明的或光学活性的)以形成多层胶带结构。在此类情况下,可能优先地引导线材通过较弱内聚层,因为很难穿透更强内聚芯膜层。在线材切割之后,更强内聚芯膜层也可有利于去除胶带残留物。

[0006] 目前仍具有挑战性的是实现特性的适当组合:大多数液体具有良好的流动性以便于组装但具有有限的粘合强度,而单层粘合剂提供高粘合性和高交联密度,因此不是很容易流动,或者它们可能更容易流动和固化以达到高粘结强度,但是这些产品可能造成在线材上产生过大的粘合剂阻力,可能导致其断裂并且它们在固化后可能仅表现出中等的内聚

强度,使得去除粘合剂残留物具有挑战性。

[0007] 此外,在与弯曲显示器(诸如位于覆盖镜片上的OLED显示器,在该镜片的相对端上有永久性弯曲边缘)或新兴的柔性显示器相关的较新应用中,可能有利的是最小化或理想上消除层合诱导应力,该应力可导致OLED上应变过大并损坏它。如果显示器堆叠部件(例如,覆盖窗口、触摸面板、圆偏振器等)层合至扁平形式的OLED面板,随后成型为其最终弯曲形状,则这可产生严重问题。此处可使用液体光学透明的粘合剂来最小化组件应力,但由于在固化之前挤出和渗漏它们可能难以处理。相比之下,膜型OCA更易于加工,但由于其较高分子量、至少部分地交联或非常高的粘度的典型性质,它们可生成并捕集组件应力,保持长时间以导致OLED面板上应变过大。

发明内容

[0008] 在一个实施方案中,本发明为包括芯粘合剂层和第一可固化粘合剂层的制品,该芯粘合剂层具有第一表面和第二表面,并且该第一可固化粘合剂层位于邻近芯粘合剂层的第一表面。芯粘合剂层和第一可固化粘合剂层均为光学透明的。第一可固化粘合剂层在100℃的温度和1Hz下具有至少0.8的 $\tan\delta$ 。

附图说明

[0009] 这些图并未按比例绘制,并且只是旨在为了进行示意性的说明。

[0010] 图1为显示器组件的现有技术结构的剖视图。

[0011] 图2为本发明的单滑层结构的剖视图。

[0012] 图3为本发明的双滑层结构的剖视图。

[0013] 图4为示出在压紧OCA之前和之后缺少滑层的结构的剖视图。

[0014] 图5为示出在压紧OCA之前和之后具有滑层的结构的剖视图。

[0015] 图6示出了本公开示例性实施方案中的油墨段差测试试样块。

[0016] 图7示出了本公开示例性实施方案中的油墨段差试样块层合体横截面。

具体实施方式

[0017] 本发明为含光学透明粘合剂(OCA)的多层结构,该结构包括芯膜层和至少一个粘合剂滑层。该结构位于两个基底之间。粘合剂滑层的存在提供以下独特优势:快速缓解粘结过程诱导的应力;增强胶带或冲切的油墨段差填补行为;以及减少所谓的亮线缺陷(即,一条线比显示器的主要部分具有高得多的光强度),这种缺陷是由于施加在油墨段差印制的透镜上的膜传感器的机械变形引起的。至少一个粘合剂滑层施加在更强内聚的芯膜层上还使得冲切更容易(与仅滑层粘合剂相比)并为最终组件提供增强的可再加工性。在一些实施方案中,粘合剂滑层存在于该结构的两侧上,使得粘合剂滑层与待组装的两个基底接触。

[0018] 图2为本发明的第一结构200的剖视图。第一结构200包括芯OCA层222、粘合剂滑层225、第一剥离衬垫226和第二剥离衬垫228。粘合剂滑层225可被层合至芯膜层222,被涂覆到芯膜层222上或同时与芯膜层222一起涂覆。另选地,在设备组装过程中粘合剂滑层225可被层合在基底226和芯膜层222之间。在一些情况下,芯膜层222可以与基底(例如偏振器或塑性触摸传感器)相同。

[0019] 一般来讲,芯膜层222可以是光学透明的无源层,或光学有源层(即包括漫射、衍射、色移或以其他方式影响光线的功能)。在一些示例中,芯膜层222部分地包括交联的聚合物部分224,并且为光学透明的粘合剂或光学透明的膜。光学透明的芯膜层222可任选地包括额外的涂层,诸如例如,在光学透明的膜上包括导电涂层以形成触摸传感器。光学活性膜的示例可为偏振器或滤色片。

[0020] 粘合剂滑层225被定义为光学透明的粘合剂,该粘合剂通常为不可压缩的固体,但未交联。发现两种类型的粘合剂层可用,包括压敏粘合剂和热活化粘合剂。这些相关材料之间的区别在于它们的玻璃化转变温度(T_g)。热活化粘合剂的玻璃化转变温度高于室温,而压敏粘合剂的玻璃化转变温度低于室温。当将热活化粘合剂加热至等于或高于其 T_g 的温度时,粘合剂模量下降至其变得发粘且可粘附的程度。在将热活化粘合剂冷却后,其可能丧失粘性但保留粘附性。相比之下,因为压敏粘合剂在环境温度下高于其 T_g 并具有低存储模量(即,它们满足众所周知的Dahlquist粘性标准),它们在此类温度下是永久发粘且粘附的。

[0021] 在一些应用中可能有益的是还包括添加剂(如颜料或染料)或光散射粒子以调整基部粘合剂材料的光学性质。

[0022] 当在组装过程中沿 z 方向施加压缩力时,粘合剂滑层225可能在 x - y 平面上移位。与交联的粘合剂不同,粘合剂滑层没有显著的弹性记忆,因此当移除 z 方向组件力时不会反冲。由于贴靠芯膜层222放置,粘合剂滑层225本质上允许在芯膜层222和第一基底226之间滑动。通过这种方式,粘合剂滑层225起到允许粘附应力最小化并且允许任何残余的粘附应力迅速衰减的作用。当放置在油墨段差附近时,粘合剂滑层向侧面移位也有利于填补轮廓清晰的内部油墨段差拐角。具有较低粘度的粘合剂层一般是有利的,因为它们可产生较少的应力并允许更快的应力衰减。

[0023] 图3为本发明的第二结构300的剖视图。该第二结构300包括芯OCA层322、两个粘合剂滑层325a和325b、第一剥离衬垫326和第二剥离衬垫328。芯膜层322包括交联部分324。粘合剂滑层325a和325b可被层合至芯膜层322,被涂覆到芯膜层222上或同时与芯膜层222一起涂覆。另选地,在设备组装过程中滑层325a和325b可被层合在基底326、328和芯膜层322之间。在一些情况下,芯膜层322可以与基底(例如偏振器或塑性触摸传感器)相同。具有两个滑层的图3的结构提供额外的可加工性,使得在组装过程中一个基底或另一个基底可易于重新定位。

[0024] 粘合剂材料的粘度或粘性行为可反映在通常被称为材料的 $\tan\delta$ 的流变度量中。通常,在给定温度下具有较高 $\tan\delta$ 的材料在该温度下具有较高粘性组分(反映在剪切损耗模量 G'' 中)和较低弹性组分(反映在剪切储能模量 G' 中)。本发明的给定滑层的目标 $\tan\delta$ 通常在高温下(即,在高于粘合剂的 T_g 的温度下,其中 $\tan\delta$ 也经历最大值)使用1Hz频率下的动态力学分析(DMA)设备进行测量。对于非交联的粘合剂, $\tan\delta$ 的实测值通常随温度升高超过 T_g 转化温度而增大。一般来讲,对于具有较低粘度的滑层粘合剂,该 $\tan\delta$ 增加地更快,并且对于给定温度增加至较高值,而对于粘度较高的滑层粘合剂,这种增加可能较慢,并且对于给定温度增加至较低值。一般来讲,粘附组装工艺要求滑层具有至少0.8的 $\tan\delta$ (1Hz和100°C下的DMA)。更具体地,粘附组装工艺要求滑层具有至少约1.0的 $\tan\delta$ (1Hz和100°C下的DMA)。最具体地,粘附组装工艺要求滑层具有至少约1.5的 $\tan\delta$ (1Hz和100°C下的DMA)。 $\tan\delta$ (表示粘合剂的流动性)越高,材料在粘附组装过程中的流动性越好,但与材料的流动、蠕变和渗

出相关的问题为该过程中材料的 $\tan\delta$ 设定了实际限制。如果需要控制流动、蠕变和渗出,则可能有益的是在运送多层材料或将多层材料用于层合过程中之前将滑层部分地固化。在此类情况下,可能仍有益的是在完成部分交联后保持 $\tan\delta$ 为至少约0.8(在100°C和1Hz频率下测量)。

[0025] 滑层OCA的示例为UV可交联的丙烯酸酯粘合剂,其可为热熔性或溶剂型涂层,诸如3M专利申请案卷号71129US003中所述的那些。这些OCA可例如贴靠典型已(部分)交联OCA或光学透明膜背衬的一侧或两侧层合,诸如聚酯(聚对苯二甲酸乙二醇酯(购自韩国SKC公司的PET-Skyrol SH 81)、聚萘二甲酸乙二醇酯(PEN)等)、环状烯烃共聚物(COP-Zeonor1020R,购自肯塔基州路易斯维尔的瑞翁化学公司(Zeon Chemicals,Louisville,KY))、茂金属聚烯烃诸如用于可拉伸释放胶带的那些、嵌段共聚物衍生膜等。同样,这些未交联OCA可贴靠常规已交联的OCA施加,诸如3M的市售8180、8260、8146型粘合剂,CEF28xx、CEF29xx等(明尼苏达州圣保罗的3M公司(3M Company,St.Paul,MN))。在一个实施方案中,芯膜层为较软的低模量材料,因此总胶带压缩硬度有所降低。由于这个原因,相比于膜芯层通常优选OCA层。未交联的滑层粘合剂可(任选地)在组装后固化(即,交联),这是提供耐用显示器的典型方法。可使用本领域的多种熟知技术中的任一种来实现固化,包括辐射固化、热固化、湿固化等。辐射固化和(特别是)UV固化是目前显示器组件行业中最常见的。

[0026] 不希望受理论的束缚,认为粘合剂的施用将在基底上快速建立强大的表面接触封装。对于其中表层已经交联的交联单层粘合剂或多层粘合剂而言,这是正确的。一旦形成表面接触封装,就很难破坏。因此,单层或多层粘合剂的任何另外变形均可导致应力被困住。例如,当符合常规方法中的油墨段差时,这可能是正确的。在这种情况下,粘合剂通常可首先在油墨段差的两侧上接触,然后需要拉伸以推入段差的拐角。由于常规方法和OCA不允许在粘合剂/基底界面处滑动,内在困住的应力可导致形成不可接受的气泡(在本行业中被称为延迟气泡)。另一种常见的常规方法涉及首先将两个膜基底与OCA(处于扁平状态)粘结在一起,然后将该层合体弯曲。在该常规方法中,在两个基底之间可产生巨大的剪切应力,并且应变可转移至基底并在基底之间转移。由于能够在粘合剂层中滑动,本发明缓解了这种弯曲应力,因此也缓解了应变。由于耐久性原因,一旦获得最终弯曲形状,通常就将OCA固化并减少或消除滑移。

[0027] 图4为本发明的第三结构的剖视图,其中未使用滑层。该第三结构包括芯OCA层422、第一基底42,6和第二基底428。芯膜层422包括交联部分424。油墨段差430示出为邻近基底426中的一者。在第一位置400,该结构示出为在变形之前具有在润湿或填充有芯膜层422之前的气隙435。在第二位置401,该结构被压紧并且芯膜层422填充气隙。

[0028] 如图4所示,对于规则的芯膜层422,粘合剂的网络链424将横跨层的整个厚度。因此,一旦常规的OCA被层合和压紧,聚合物网络链424就不得不变形。由于(例如)试图将粘合剂推入油墨段差的拐角而引起的这种粘合剂变形仍可导致链424的网络拉伸。这种变形和拉伸产生应力和回拉驱动力。

[0029] 图5为本发明的第四结构的剖视图,其示出了滑层525为何有利于设备的组装。在第一位置500,该第四结构包括芯OCA层522、第一基底526和第二基底528。芯膜层522包括交联部分524。油墨段差530示出为邻近基底526中的一者。在一些情况下,芯膜层522可以与基底(例如偏振器或塑性触摸传感器)相同。在第一位置500,该结构示出为在变形之前具有在

润湿或填充有芯膜层522之前的气隙535。在第二位置501,该结构被压紧并且芯膜层522填充气隙。

[0030] 如图5所示,本发明提出了滑层525,使得OCA芯膜层522的交联链不与基底526直接接触。如果滑层也用在基底528侧上,则也将防止交联的芯膜层522之间发生接触。通过这种方式,基底526、528可以在该滑动边界上来回滑动以缓解任何应力。利用本发明,大部分(如果不是全部)变形发生在滑层525中,使得芯膜层522保持基本上无应力。由于能够流动,滑层525自身也非常快速地缓解层合应力。一旦完成组装,滑层525就可固化(即,交联)和“硬化”,为成品组件提供较高的内聚强度和较高的耐久性。

[0031] 一般来讲,在粘结组装过程中希望将挤出的过量材料减少到最小程度。为了将粘结过程中挤出的过量滑层材料减少到最小程度,可能有益的是保持滑层很薄。滑层的厚度范围通常为低至几微米,高达约50微米。滑层的期望厚度范围取决于最终产品的结构要求。在一个示例性应用中,可能需要约50微米或甚至略微更厚的层以提供常规油墨段差的充分填充,但对于较厚层而言,可能导致过量的材料挤出。探究功能厚度范围的另一端时,小于几微米的厚度对于滑层可能足够,但是当层变得太薄时,更强内聚芯膜层与基底之间过早接触的风险增加。此外,若要覆盖油墨段差,几微米的滑层可能不足以填充邻近油墨段差的间隙,并且残余空气可能被困住。在另一个示例性应用中,当用OCA将不同层(例如:覆盖窗口、触摸传感器或圆形偏振器)施加到待成形为弯或弯曲显示器的OLED时,一微米或甚至更小的滑层厚度是可以接受的,因为它仍然可能足以缓解层合和形状形成诱导应力,该应力可能对OLED结构造成损坏。

[0032] 如果需要,通过在层合过程中将OCA结构略微加热可进一步增强滑动性,但一般来讲,该步骤不是必需的。在一些情况下,热活化的滑层可提供附加的有益效果。例如,由于低粘性,粘合剂在基底上的定位和重新定位可能更容易。由于在组装过程中不施加热量或施加很少热量,也未获得最终粘结强度,因此在完全热活化之前也可能更容易进行再加工。

[0033] 实施例

[0034] 在以下仅旨在用作例证的实施例中更具体地描述本发明,这是由于本发明范围内的许多修改和变型对于本领域技术人员而言将显而易见。除非另有说明,否则以下实施例中报告的所有份数、百分比和比率是基于重量的。

[0035] 在表中,“NA”意指不适用。

[0036] 测试方法与制备过程

[0037] 测试试样块制备过程

[0038] 为了检查使用滑层层合至印刷覆盖玻璃的可能优势,设计了具有多种类型的油墨段差的测试试样块。图6示出了平面图中用于代表性测试试样块玻璃基底的六种类型的油墨段差。然后在这些测试试样块基底上方层合示例性OCA胶带,以便对下文测试中将描述的结果进行比较。为每个比较测试试样块提供的六种类型的油墨段差包括:(1) 71微米高度的单段差,(2) 66微米高度的单段差,(3) 59微米高度的单段差,(4) 68微米油墨高度-8相同梯级,(5) 66微米油墨高度-7相同梯级,以及(6) 61微米油墨高度-6相同梯级。每个油墨补片为2cm长,2cm宽。

[0039] 图7示出了用于比较而制造的测试试样块的示意性剖视图。将具有油墨段差图案的测试试样块基底与如下表1中所述的具有OCA叠堆的膜层层合。

[0040] 如从图7的结构700可以看出,可能存在两个滑层725a、725b面向芯OCA层722的两面。与本文所述的其他结构类似,图7的设备还包括玻璃基底726上方的油墨段差730和第二相对的膜基底728。

[0041] 对于后面的一些样本,只有一个滑层位于芯和测试试样块基底之间或位于芯和用于层合测试的膜层之间。从下面的样本结构表中,这些变型和所得的层合质量测量结果应当很明显。

[0042] OCA胶带/试样块层合:

[0043] 对于芯和滑层(如果使用的话)总计,实施例和比较例被设计成保持6密耳的总厚度。芯OCA为非UV可固化、刚硬型(3M市售8146)或者部分交联且UV可固化、略柔软型(3M市售CEF28xx)。使用单道次手推墨辊首先将OCA胶带(芯和滑层)层合至膜层(COP或PET)。然后在室温下使用相同的单道次手推墨辊将该OCA胶带/膜结构施加于测试试样块。在将OCA胶带施加至测试试样块之后,将总结构置于60℃、5kg/cm²压力下的高压釜中保持30分钟。使用高压釜段差来消除在墨辊层合过程中引入的气泡。在将层合的试样块冷却至室温后,然后在未另外延迟的情况下使用Fusion D灯泡将其固化,该灯泡生成3J/cm²的UVA剂量,以便使它们耐久用于环境测试。应当注意,在我们的测试面板组装期间在高压消毒或固化之前不存在另外的压制步骤。虽然通常并不期望,但压制步骤可用于具有膜触摸传感器的显示器实际生产期间。此类压制步骤可用于试图使OCA和油墨段差附近膜的变形均等。

[0044] 粘合剂蠕变测试

[0045] 为了确定本发明的粘合剂的流动特性,用2.2kg橡胶覆盖的手推墨辊将胶带层合至50微米厚的聚酯背衬(购自韩国SKC公司的Skyrol SH81)。从层合样本上切下1.5cm宽的条带并移除剥离衬垫。使用相同的墨辊将测试条带施加至不锈钢测试面板。通过将长度修剪至2cm,与钢面板的重叠区域降至1.5cm×2cm。允许足够量的胶带伸出该钢面板,因此500克砝码可以附接到测试条带。该砝码仅在约15分钟的停留时间之后施加在粘合剂测试条带和面板之间,因此可以构建粘附以将胶带固定,从而避免粘合剂从面板脱落。在将样本加热至60℃并装有500g砝码之后,对聚酯背衬的顶部边缘相对于其初始位置的位移监测一小时。将以mm表示的距离记录为蠕变位移。此位移反映材料的内聚强度,因为通常观察不到粘合剂从不锈钢测试面板脱落。

[0046] 幅材变形测试方法

[0047] 塑性膜在油墨段差上的斜率指示光学畸变或显示器设备的油墨边界附近透射光的聚焦。目标是使膜的任何变形最小化,这也将实际显示器设备中显示为靠近油墨边缘的亮图案。已开发出幅材变形测试方法,以给出用于测量对于测试试样块样本,膜层合体如何平稳地响应于六种类型的油墨段差的比较度量。该测试方法使用常规的激光位移传感器(可购自基恩士公司(Keyence corporation))来测量随着激光穿过测试试样块激光的失真,并由出现在测试试样块的六种类型油墨段差边缘处的非均匀OCA/膜层改变方向。如图6所示,Keyence传感器横跨油墨段差上的两行扫描,以测量油墨段差测试对象的前沿和后沿斜率。Keyence实测数据被微分以得到物理倾斜(垂直上升/横向延伸)的量度并以任意单位列于表中。较大的数值表示较高的斜率,或者在较短距离上更垂直的上升。另外通过从投影仪投射白光穿过样本并观察屏幕上的投射图像来测试相同的层合样本。具有约12,000或更大斜率值的样本被认为是不可接受的,因为他们将透射光扭曲得太多,并且所投射图像显

示出明显的亮线；具有小于12,000斜率值的样本被认为是合格的，较低值指示较好的视觉质量。通过A斜率和B斜率两者的样本的性能明显更优异，因为它们适合两种类型的油墨段差。只通过A斜率或只通过B斜率的那些是可以接受的，但仅可用于一种类型的油墨段差设计。既未通过A斜率也未通过B斜率的那些不及格。为了使测量结果在整个比较中保持一致，对于Keyence测量，每个实施例始终沿相同取向定位：膜侧朝向激光源，并且最大的油墨段差朝向激光扫描的右上方。

[0048] 动态力学分析

[0049] 使用动态力学分析来探测作为温度的函数的模量以及确定材料的 $\tan\delta$ 。将粘合剂的8mm直径×约1mm厚的盘放置在DHR平行板流变仪(特拉华州的新城堡的TA仪器公司(TA Instruments, New Castle, DE))的探针之间。通过以3°C/min从-45°C上升至150°C来执行温度扫描。在该温度上升期间，以1Hz的频率和大约0.4%的应变振荡样本。在所选的关键温度下记录剪切储能模量(G')和剪切损耗模量(G'')。材料的 $\tan\delta$ 也被确定为在任何给定温度下损耗模量与储能模量之间的比率(G''/G')。 $\tan\delta$ 与温度曲线图通常示出在材料的 T_g 下 $\tan\delta$ 的最大值，并且对于非交联材料， $\tan\delta$ 在高于 T_g 的温度下最终将再次增大。该较高温度的 $\tan\delta$ 表示本发明中使用的滑层的流动。

[0050] 所用六种类型的滑移粘合剂的制备过程如下面所详述：

[0051] 粘合剂1

[0052] 使用切口棒装置将具有平均2.91个甲基丙烯酸异氰根合丙酯(Karenz MOI, 购自日本昭和电工株式会社(Show Denko, Japan))基团/链(使用异氰酸酯基团已经与共聚物中的羟基基团反应)和大约135,000道尔顿Mw(如通过GPC相对于聚苯乙烯标准品测量的重均分子量)的60/30/7/3(重量%)2-乙基己基丙烯酸酯/丙烯酸正丁酯/丙烯酰胺/2-羟丙基丙烯酸酯共聚物溶剂涂覆在3密耳硅化剥离衬垫(购自韩国SKC Haas公司(SKC Haas, Korea)的RF02N)上。该粘合剂形成聚合物还含有约0.5份每一百份(pph)(基于聚合物固体计)的Irgacure 184(购自新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF, Florham Park, NJ))。将湿手涂覆物在设定在70°C下的通风烘箱中干燥约12-15分钟。在这一阶段粘合剂未经UV固化，因此无凝胶。然而，如果需要，可以在某个稍后阶段将其UV固化。

[0053] 50°C下的 $\tan\delta$ 为1.59。100°C下的 $\tan\delta$ 为10.50。该粘合剂未通过粘合剂蠕变测试(即，它从测试面板滑落)。

[0054] 粘合剂2

[0055] 使用切口棒装置将具有平均2.91个甲基丙烯酸异氰根合丙酯(Karenz MOI, 购自日本昭和电工株式会社(Show Denko, Japan))基团/链(使用异氰酸酯基团已经与共聚物的羟基基团反应)和大约219,000道尔顿Mw(如通过GPC相对于聚苯乙烯标准品测量的重均分子量)的60/30/7/3(重量%)2-乙基己基丙烯酸酯/丙烯酸正丁酯/丙烯酰胺/2-羟丙基丙烯酸酯共聚物溶剂涂覆在3密耳硅化剥离衬垫(购自韩国SKC Haas公司(SKC Haas, Korea)的RF02N)上。该粘合剂形成聚合物还含有约0.5pph(基于聚合物固体计)的Irgacure 184(购自新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF, Florham Park, NJ))。将湿手涂覆物在设定在70°C下的通风烘箱中干燥约12-15分钟。在这一阶段粘合剂未经UV固化，因此无凝胶。然而，如果需要，可以在某个稍后阶段将其UV固化。

[0056] 50°C下的 $\tan\delta$ 为0.85。100°C下的 $\tan\delta$ 为3.0。粘合剂表现出显著的蠕变，因为它几

乎不悬挂在不锈钢面板上(即,它几乎从测试面板上滑落)。

[0057] 粘合剂3

[0058] 使用0.15pph Vazo 67(特拉华州威明顿市的杜邦公司(DuPont, Wilmington, DE))作为热引发剂,使40/40/5/15(重量%) 2-乙基己基丙烯酸酯/丙烯酸正丁酯/丙烯酰胺/2-羟乙基丙烯酸酯以60%固体在甲基乙基酮中聚合。对于此材料,重均分子量 M_w (如通过GPC相对于聚苯乙烯标准品所测量)经测量为约365,000道尔顿。冷却后,用0.2pph(基于聚合物固体计)的甲基丙烯酸异氰根合丙酯(购自日本昭和电工株式会社(Show Denko, Japan)的Karencz M0I)将聚合物官能化。将该溶液与5pph(基于聚合物固体计)的CN 983聚氨酯二丙烯酸酯(宾夕法尼亚州普鲁士王市的沙多玛美国公司(Sartomer Americas, King of Prussia PA))和0.5pph(基于聚合物固体计)的Irgacure 184(购自新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF, Florham Park, NJ))配混。使用切口棒装置将该材料溶剂涂覆在3密耳硅化剥离衬垫(购自韩国SKC Haas公司的RF02N)上。将湿手涂覆物在设定在70°C下的通风烘箱中干燥约12-15分钟。在这一阶段粘合剂未经UV固化,因此无凝胶。然而,如果需要,可以在某个稍后阶段将其UV固化。

[0059] 50°C下的 $\tan\delta$ 为0.50。100°C下的 $\tan\delta$ 为1.00。未测试蠕变。

[0060] 粘合剂4

[0061] 由包含丙烯酸异辛酯(87.5份)、丙烯酸(12.5份)和2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮引发剂(基于两种单体总共100份的重量计,0.04份)的初始混合物制备丙烯酸浆料。通过在氮气气氛下暴露于UVA辐射而使该初始混合物部分地聚合,直至Brookfield粘度介于1000和3000厘泊之间,因此它能够涂覆并且不从衬垫脱落。在部分聚合之后,将1,6-己二醇二丙烯酸酯(基于固体计0.06pph)和另外的2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮引发剂(0.2pph)加入浆料中。将该混合物充分混合,并将一层50微米湿厚度的浆料涂覆在用有机硅剥离层处理过的两个聚对苯二甲酸乙二醇酯膜之间,将该夹层暴露于低强度UVA光下,以完成完全聚合反应(UVA剂量为约900mJ/cm²)。将该粘合剂交联,因此不能测量分子量。

[0062] 50°C下的 $\tan\delta$ 为0.4。100°C下的 $\tan\delta$ 为0.3。该粘合剂在蠕变测试中未显示移位(即从其初始位置未移动)。

[0063] 粘合剂5

[0064] 由包含丙烯酸异辛酯(87.5份)、丙烯酸(12.5份)和2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮引发剂(基于两种单体总共100份的重量计,0.04份)的初始混合物制备丙烯酸浆料。通过在氮气气氛下暴露于UVA辐射而使该初始混合物部分地聚合,直至Brookfield粘度介于1000和3000厘泊之间。在部分聚合之后,将另外的2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮引发剂(0.2pph)加入浆料中。将该混合物充分混合,并将一层50微米湿厚度的浆料涂覆在用有机硅剥离层处理过的两个聚对苯二甲酸乙二醇酯膜之间,将该夹层暴露于低强度UVA光下,以完成完全聚合反应(UVA剂量为约900mJ/cm²)。

[0065] 为了了解该聚合物的分子量,使用0.2重量%的乙酸乙酯溶液浓度在室温下测量特性粘度。室温特性粘度为约2.8dl/g。如通过GPC相对于聚苯乙烯标准品测量的相应重均分子量 M_w 据估计为远远超过1,000,000。

[0066] 50°C下的 $\tan\delta$ 为0.59。100°C下的 $\tan\delta$ 为0.71。未测试蠕变。

[0067] 测试结果

[0068] 下表1汇总了制备的不同样本结构以及它们有关初始层合质量的状况。这种比较的目的是,既提供无气泡阶梯覆盖,也最小化油墨段差响应斜率。表现出气泡形成或层合失效的这些样本类型未用Web变形测试评估;测量了导致无气泡层合的那些。

[0069] 表1

[0070]

实施例	膜层	滑层 (膜侧)	固化	芯膜 层	滑层(试 样块侧)	固化	A斜率量度	B斜率量度
实施例 1	4密耳 COP	2密耳, Adh1	N	CEF 2804	无	NA.	4583, 3916, 3333	4833, 4833, 4333
实施例 2	4密耳 COP	无	NA.	CEF 2806	无	NA.	11583, 10166, 10466	12000, 11166, 10666
实施例 3	4密耳 COP	无	NA..	CEF 2804	2密耳, Adh1	N	4916, 3916, 2833	6166, 5000, 3666
实施例 4	2密耳 PET	8146-2	NA.	2密耳 Adh2	8146-2	NA.	15083, 11689, 11749	15082, 12754, 13416
实施例 5	2密耳 PET	2密耳, Adh1	N	8146-2	2密耳, Adh1	N	10583, 9160, 9000	11570, 10833, 10813
实施例 6	2密耳 PET	2密耳, Adh2	N	8146-2	2密耳, Adh2	N	10167, 8833, 8500	8000, 8878, 6000
实施例 7	2密耳 PET	2密耳, Adh2	500mJ	8146-2	2密耳, Adh2	500mJ	10833, 9500, 9666	11667, 12493, 13667
实施例 8	2密耳 PET	2密耳, Adh2	1000mJ	8146-2	2密耳, Adh2	1000mJ	13102, 13083, 12167	11883, 11667, 11833
实施例 9	2密耳 PET	2密耳, Adh3	N	8146-2	2密耳, Adh3	N	13333, 13166, 11500	10833, 10250, 9946
实施例 10	2密耳 PET	2密耳, Adh3	1000mJ	8146-2	2密耳, Adh3	1000mJ	21914, 20546, 20116	13666, 14333, 16083
实施例 11	2密耳 PET	2密耳, Adh3	3000mJ	8146-2	2密耳, Adh3	3000mJ	19705, 19689, 21506	16500, 15000, 15590
实施例 12	2密耳 PET	2密耳, Adh4	N	8146-2	2密耳, Adh4	N	20629, 21514, 22191	20407, 13856, 14750
实施例 13	2密耳 PET	2密耳 Adh 5	N	8146-2	2密耳 Adh 5	N	12667, 11584, 11917	14878, 15762, 15742

[0071] 如从上表中的数据可以看出,较薄(2密耳)聚酯(因此更柔顺膜)似乎使油墨段差响应方面的不均匀性变得更差。对于这些情况,这反映在通常较高的实测斜率。相比之下,移除层合力后,较硬的4密耳(100微米)厚COP表现出较少的回弹和不均匀。150微米厚CEF2806的性能相当好,但50微米滑层/100微米CEF2804表现出低得多的变形,如显著更低的斜率值所反映的。下表2示出了相同实施例,包括滑层中每一者的 $\tan\delta$ 。

[0072] 表2:通过滑层的 $\tan\delta$ 量度的实施例比较。

[0073]

实施例	膜层	滑层 (膜侧)	$\tan\delta_{50^\circ\text{C}}$ /100 $^\circ\text{C}$	芯膜 层	滑层 (试样 块侧)	$\tan\delta_{50^\circ\text{C}}$ /100 $^\circ\text{C}$	A 斜率量度	B 斜率量度
实施例 1	4 密耳 COP	2 密耳, Adh1	1.59/10.50	CEF 2804	无		4583, 3916, 3333	4833, 4833, 4333
实施例 2	4 密耳 COP	无		CEF 2806	无		11583, 10166, 10466	12000, 11166, 10666
实施例 3	4 密耳 COP	无		CEF 2804	2 密耳, Adh1	1.59/10.50	4916, 3916, 2833	6166, 5000, 3666
实施例 4	2 密耳 PET	8146-2		2 密耳 Adh2	8146-2		15083, 11689, 11749	15082, 12754, 13416
实施例 5	2 密耳 PET	2 密耳, Adh1	1.59/10.50	8146-2	2 密耳, Adh1	1.59/10.50	10583, 9160, 9000	11570, 10833, 10813
实施例 6	2 密耳 PET	2 密耳, Adh2	0.85/3.0	8146-2	2 密耳, Adh2	0.85/3.0	10167, 8833, 8500	8000, 8878, 6000
实施例 7	2 密耳 PET	2 密耳, Adh2	0.76/1.5	8146-2	2 密耳, Adh2	0.76/1.5	10833, 9500, 9666	11667, 12493, 13667
实施例 8	2 密耳 PET	2 密耳, Adh2	0.51/0.79	8146-2	2 密耳, Adh2	0.51/0.79	13102, 13083, 12167	11883, 11667, 11833
实施例 9	2 密耳 PET	2 密耳, Adh3	0.50/1.0	8146-2	2 密耳, Adh3	0.50/1.0	13333, 13166, 11500	10833, 10250, 9946
实施例 10	2 密耳 PET	2 密耳, Adh3	0.39/0.26	8146-2	2 密耳, Adh3	0.39/0.26	21914, 20546, 20116	13666, 14333, 16083
实施例 11	2 密耳 PET	2 密耳, Adh3	0.37/0.23	8146-2	2 密耳, Adh3	0.37/0.23	19705, 19689, 21506	16500, 15000, 15590
实施例 12	2 密耳 PET	2 密耳, Adh4	0.40/0.30	8146-2	2 密耳, Adh4	0.40/0.30	20629, 21514, 22191	20407, 13856, 14750
实施例 13	2 密耳 PET	2 密耳, Adh5	0.59/0.71	8146-2	2 密耳, Adh5	0.59/0.71	12667, 11584, 11917	14878, 15762, 15742

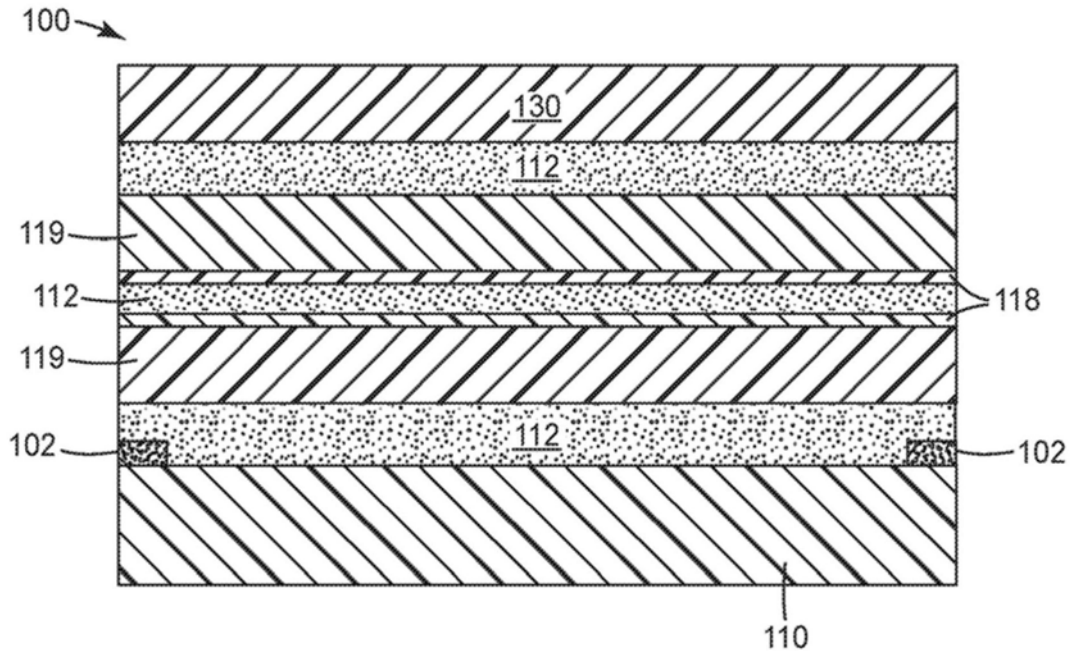


图1

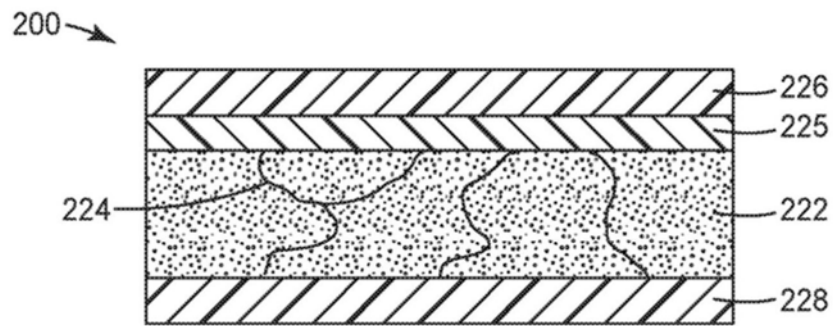


图2

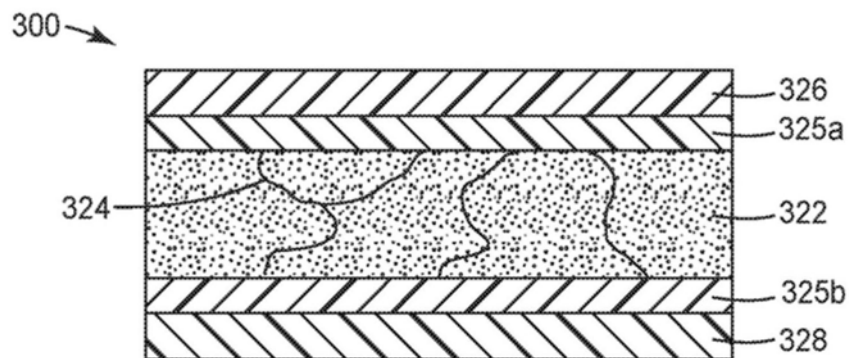


图3

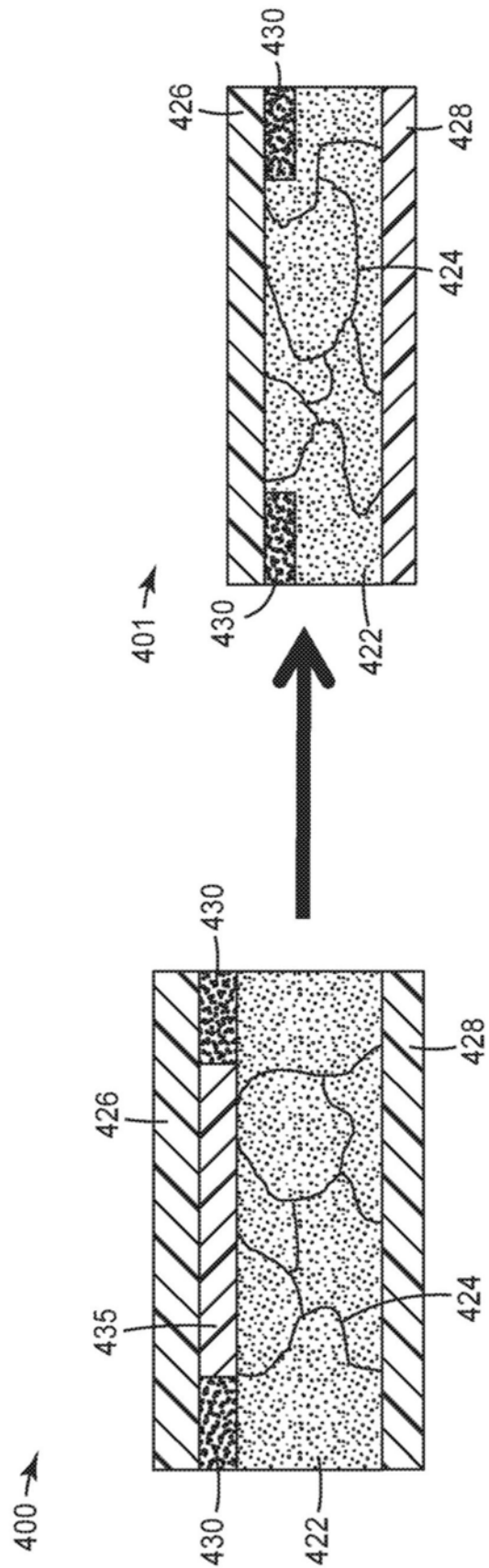


图4

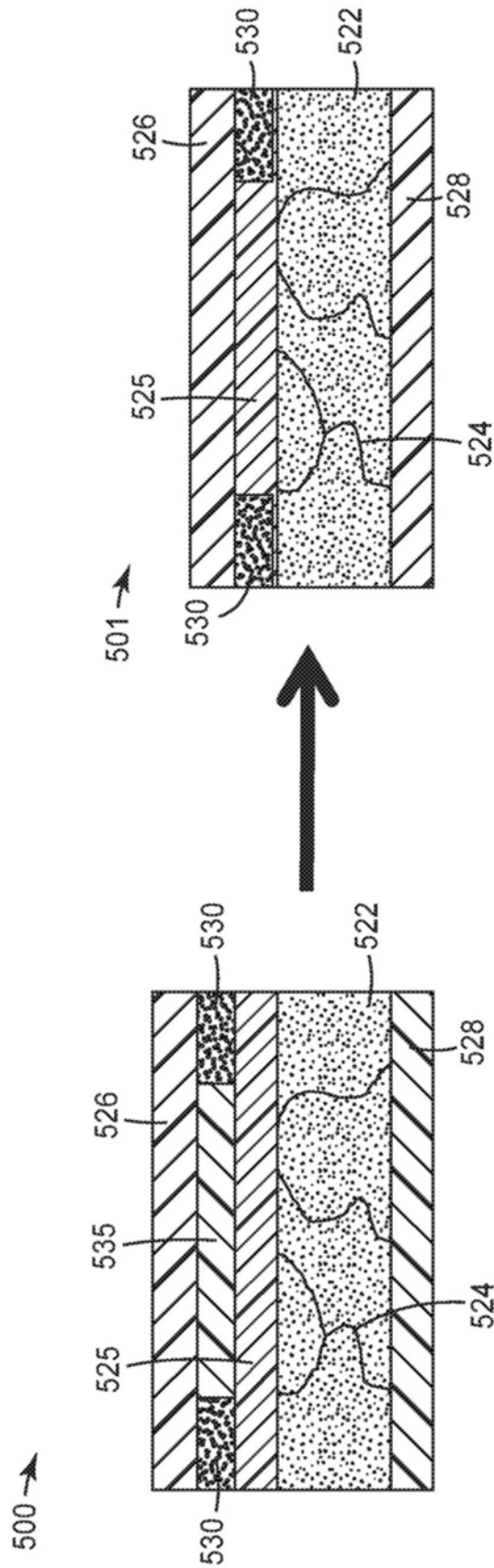


图5

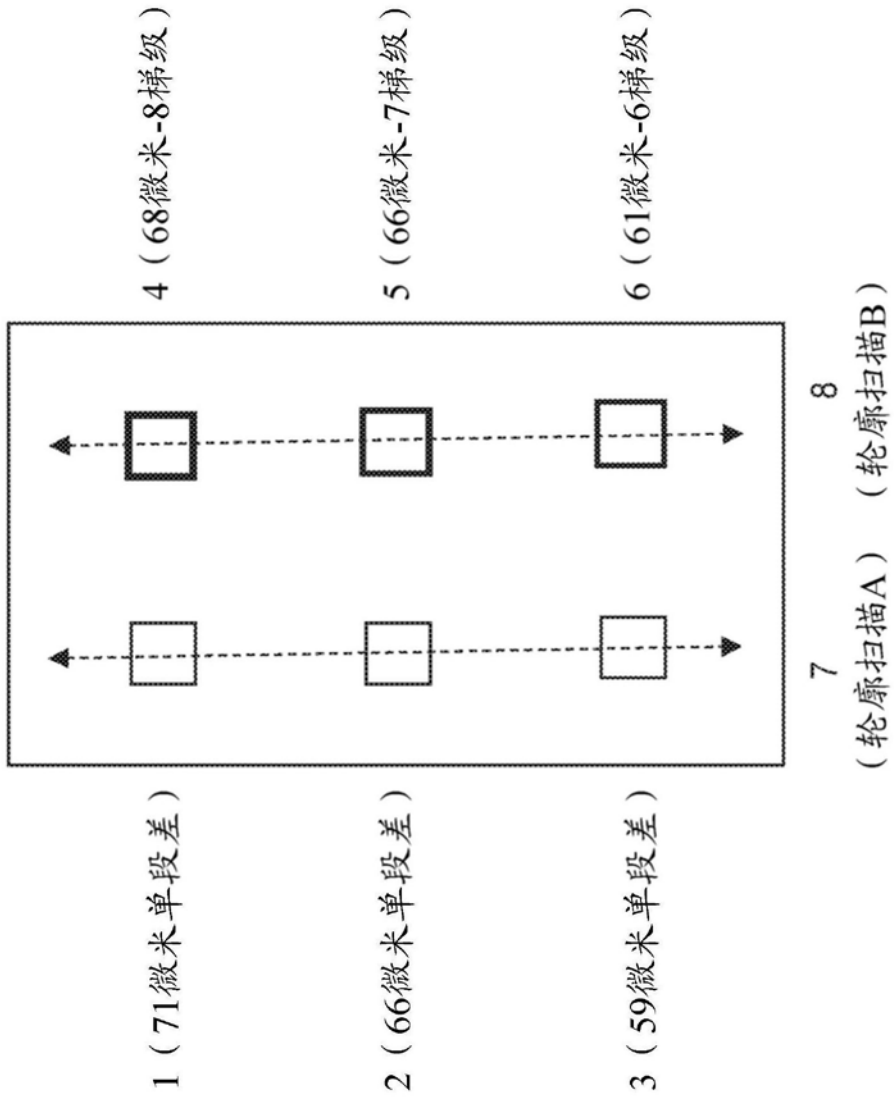


图6

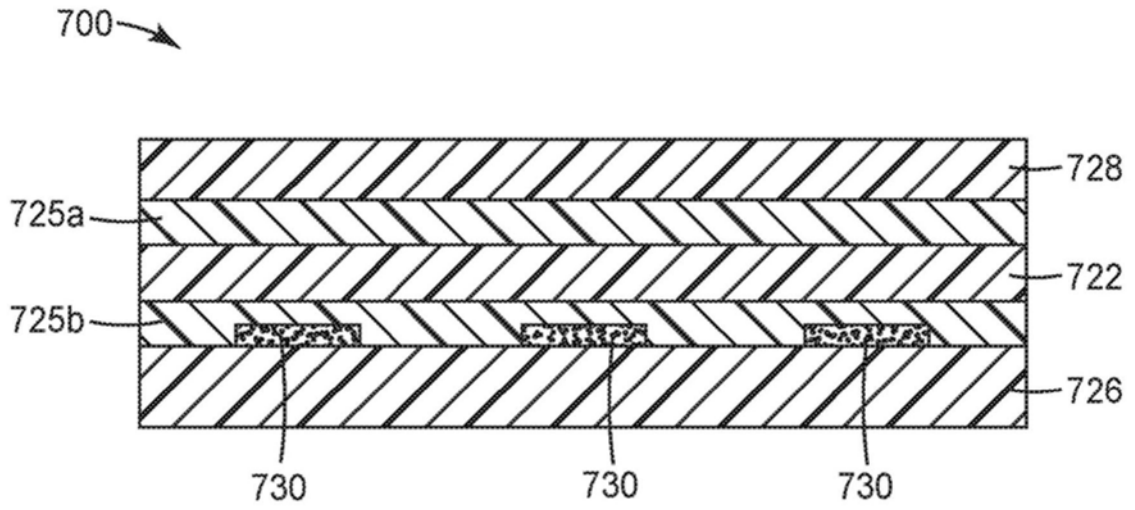


图7