

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C08J 5/18

C08J 9/28 G02B 1/04

F21V 7/22

//C08L23 : 02, 23 : 04,

23 : 10



# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00811221.5

[45] 授权公告日 2004 年 8 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 1160399C

[22] 申请日 2000.8.3 [21] 申请号 00811221.5

[30] 优先权

[32] 1999. 8. 3 [33] US [31] 09/368,302

[86] 国际申请 PCT/US2000/021208 2000.8.3

[87] 国际公布 WO2001/009227 英 2001.2.8

[85] 进入国家阶段日期 2002.2.1

[71] 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 W·D·克雷特门 S·R·凯托尔

审查员 曹玉荣

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

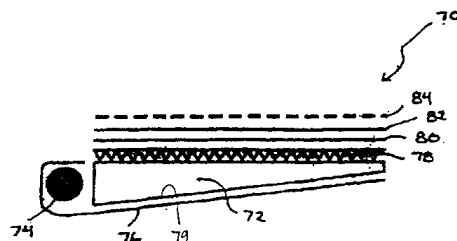
代理人 徐 迅

权利要求书 2 页 说明书 20 页 附图 16 页

[54] 发明名称 漫反射制品

[57] 摘要

本发明描述了通过热塑性聚合物和稀释剂的热诱导相分离形成的与一结构贴近的漫反射材料，它具有增强的柔性和反射率(尤其在 380 - 730 纳米的可见光波长内)。这些材料可与其它反射层一起用于各种用途。漫反射制品可用于液晶显示器的背光单元、灯、复印机、投影仪系统显示器、传真装置、电子黑板、漫射白色标准物和照相灯等。



I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种漫反射制品，它包含与一结构贴近的漫反射材料，其中所述漫反射材料用多孔聚合物片制得，该片具有网状结构的其中有空隙的聚合物材料，该材料包含：
- 5 (a)10 至 80 重量份聚合物组分，该聚合物组分可在熔融加工条件下熔融加工，和  
(b)10 至 90 重量份的非吸收性稀释剂组分，所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点温度或聚合物和稀释剂整个溶液的液-液相分离温度下与聚合物组分混溶；其中多孔聚合物片具有第一表面，该表面具有成形成减少与该结构光耦合的表面元件。
- 10 2. 根据权利要求 1 所述的漫反射制品，其中根据 ASTM E 1164-94 方法用装有积分球的分光光度计测得多孔聚合物片在 550 纳米波长下的反射率大于 92%。
3. 根据权利要求 1 所述的制品，其中聚合物组分对于波长在 380 和 730 纳米之间的光基本上没有吸收性。
4. 根据权利要求 1 所述的制品，其中聚合物组分选自聚丙烯和聚乙烯。
- 15 5. 根据权利要求 1 所述的制品，其中稀释剂组分对于波长在 380 和 730 纳米之间的光基本上没有吸收性。
6. 根据权利要求 1 所述的制品，其中稀释剂组分是矿物油。
7. 根据权利要求 1 所述的制品，它还包含与多孔聚合物层组合的镜面反射层。
8. 根据权利要求 1 所述的制品，其中所述结构是光腔，漫反射材料衬在面朝光源的一部分光腔上。
- 20 9. 根据权利要求 8 所述的制品，其中光腔与部分透明的图象组合，其中所述图象是液晶显示。
10. 根据权利要求 1 所述的制品，其中：  
所述结构包含光腔以及置于光腔附近的光源；
- 25 漫反射制品成形成衬在部分光腔上，并部分包裹在光源周围，从而使来自光源的光进入光腔。
11. 根据权利要求 10 所述的制品，其中光腔包括光导。
12. 根据权利要求 1 所述的制品，其中该制品被结合入液晶显示器中。
13. 根据权利要求 10 所述的制品，其中部分包围光源的漫反射制品将光反射进
- 30 入光导。
14. 根据权利要求 10 所述的制品，其中光腔与增亮膜相结合。
15. 根据权利要求 10 所述的制品，其中光腔与反射偏振膜相结合。

16. 根据权利要求 1 所述的制品，其中该结构是具有壁和光源的信号箱，其中至少一个壁上衬有漫反射材料。

17. 根据权利要求 1 所述的制品，其中该结构是光导，该光导包含光学发光膜、至少一个背反射器和分离器，其中背反射器、分离器或这两者具有漫反射材料。

5 18. 根据权利要求 1 所述的制品，其中漫反射制品包含荧光化合物。

19. 一种提高光的漫反射率的方法，该方法包括使用漫反射材料来使光能量反射离开该材料，其中该材料包含多孔聚合物片，该片具有至少一个被放置成减少与结构光耦合的表面元件，该片包含网状结构的其中有空隙的聚合物材料，该材料包含：

(a) 10 至 80 重量份聚合物组分，该聚合物组分可在熔融加工条件下熔融加工，和  
10 (b) 10 至 90 重量份的非吸收性稀释剂组分，所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点温度或聚合物和稀释剂整个溶液的液-液相分离温度下与聚合物组分混溶。

20. 根据权利要求 19 所述的方法，其中聚合物组分选自聚丙烯和聚乙烯。

21. 根据权利要求 19 所述的方法，其中稀释剂组分是矿物油。

22. 一种制备制品的方法，该制品包含包含贴近一结构放置的漫反射材料，该方法包括下列步骤：  
15

提供 10 至 80 重量份聚合物组分，该聚合物组分可在熔融加工条件下熔融加工；

提供 10 至 90 重量份的非吸收性稀释剂组分，所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点温度或聚合物和稀释剂整个溶液的液-液相分离温度下与聚合物组分混溶；

20 将聚合物组分和稀释剂组分混合，形成具有第一厚度的多孔聚合物片；和  
向该多孔聚合物片施加力，以形成具有第二厚度的片，

其中制品具有一个或多个元件形成减少与基材光耦合的元件。

23. 根据权利要求 22 所述的制备制品的方法，其中向多孔聚合物片施加力的步骤包括施加机械力。

24. 根据权利要求 22 所述的制备制品的方法，其中向多孔聚合物片施加力的步骤包括对该多孔聚合物片进行压延。  
25

25. 根据权利要求 22 所述的制备制品的方法，其中制品的第二厚度是第一厚度的 70-85%。

26. 根据权利要求 22 所述的制备制品的方法，其中制品的第二厚度为 150-300 微米。  
30

## 漫反射制品

5

### 技术领域

本发明涉及改进的反射制品，包括从利用热诱导相分离技术(TIPS)从热塑性聚合物和稀释剂制成的改进的漫反射制品。

10

### 背景

漫反射从多个角度提供反射光亮度，与之相反，镜面反射是以和入射光相同的角度将光反射回去。典型的漫反射器(例如用作各种光测定测试装置中的白色标准物)是用白色无机化合物(如硫酸钡或氧化镁)制得的压成饼状或瓷砖状，这些漫反射器均是昂贵的、坚硬且易碎。现有的其它漫反射器包括(1)填充了微孔颗粒的制品，其取决于颗粒、周围基质和延伸产生填有空气的空隙的反射率差，和(2)从烧结的聚四氟乙烯悬浮液制得的微孔材料。

生产微孔膜的另一类有用的技术是热诱导的相分离(TIPS)。如美国专利 4,247,498 和 4,867,881 中所述，TIPS 技术已用于制备微孔材料，其中热塑性聚合物和稀释剂通过液-液相分离来分开。美国专利 4,539,256 中描述了固-液相分离的方法。在美国专利 20 4,726,989 的固-液相分离方法中，采用成核剂掺入微孔材料也被描述成是一个改进。

尽管现有的 TIPS 微孔膜是有用的，但是许多正在发展中的多种光控制应用场合仍然需要有效但廉价的漫反射制品。这些应用场合有许多需要漫反射制品尽可能的薄，尤其当反射制品用于电子显示器如装入笔记本电脑、掌上电脑、移动电话和其它电子装置的液晶显示器(LCD)时。

25 漫反射制品另一有用的特征是反射制品随时间以及受热时的收缩受控制或减少。许多聚合物(包括用于各种 TIPS 微孔膜的那些聚合物)随时间、尤其在受热后会有显著的收缩。为了产生最优的漫反射制品，希望减少或消除这种收缩。需要有能均匀地、有效地反射光线的改进的反射制品。

30

### 发明公开

根据光学物理学知道，当制品用具有不同折射率的两种或多种非吸收性材料制成时，如果制品的结构提供了每种材料的合适大小的区域，则入射光或射线会被该制品

大量散射和漫反射。为了制造有效的漫反射器，制品的光散射区域或部位的大小(即横截长度或高度)应与待反射的光的波长大致相同。如果散射部位的大小比所述波长小得多，则光通过制品。如果该大小大得多，则使大多数光漫反射所需的总体厚度要非常大。还知道反射器的效率随两种介质折射率之差的增加而增加。

5 本发明提供了一种利用 TIPS 技术掺入微孔层的漫反射制品。该漫反射制品宜是柔软的，能比厚度相近的其它大多数已知反射器更有效地反射射线(例如波长为 380-730 纳米(nm)的可见光)。该漫反射制品可通过适用廉价且容易获得的原料来提供改进的反射性。漫反射制品所测得的反射性取决于所用测试方法，许多测试在测定接近 100%的绝对反射值时是不精确的。另外，已经发现这些 TIPS 制品在接近红外和紫外  
10 波长处的漫反射性非常高。

本发明还提供了厚度减小但仍维持高绝对反射值的改进的漫反射器。厚度减小就允许产生具有狭窄轮廓的各种产品，包括 LCD 照明系统。

在具体实施方案中，漫反射器与现有的 TIPS 制品相比还具有改进的尺寸稳定性。这种改进的尺寸稳定性使得该漫反射器能以现有 TIPS 反射器所不能的方式装入产品  
15 中。例如，收缩减少使得其能装入周边遮光板较窄的 LCD 照明系统，以适当地固定散射的 TIPS 制品。

在本发明的某些实施方案中，漫反射制品的表面结构能减少光耦合(也称为“湿透(湿润)”(wet-out))，当两个光滑表面间隔距离小于约 1.5 $\mu$ m 时会产生光耦合。当其中的一个表面属于靠全内反射(TIR)来沿其长度传播光的光导或波导时，光耦合特别  
20 严重。这种耦合为光以不利的方式逃逸出光导提供了通道，从而产生不均匀的照射。在严格透射/反射模式中，相同的贴近会产生相长的和相消的反射，使得制品看上去表面之间是湿的(湿透)，而且在边界处有圆环(称为 Newton 环)。

因此，本发明第一方面提供一种反射制品，它包含与一结构贴近的反射材料。这些结构的例子包括，但不局限于，光导或中空的光腔。反射制品任选地是镜面反射材料或漫反射材料，其包括第一表面，该表面的表面元件成形成(configured)减少或消除  
25 与结构的光耦合。这些表面元件的例子包括，例如，各种高度凹槽、锥形、半球形和有涂层的颗粒。在较佳的方案中，反射制品是一漫反射器，它包含多孔的聚合物片材，该片材具有其中有空隙的聚合物材料网状结构。多孔聚合物片材包含聚合物组分和稀释剂组分。稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点的温度下与聚合物组分混溶。该多孔  
30 聚合物片材宜包括被成形成减少或消除与结构的光耦合的表面元件。这些表面元件可这样制得，例如，对聚合物片材进行压延、压花或将一涂层选择性地施加到聚合物片材上以产生该结构。

该多孔聚合物片材可经受机械力(例如压延)以减少其厚度。多孔聚合物片材在550 纳米波长下的反射率宜大于 92%，更佳大于 95%，还要佳大于 98%(根据 ASTM E 1164-94 方法用装有积分球的分光光度计测定)。

5 本发明第二方面是一种漫反射制品，它包括与一结构贴近的漫反射材料，其中所述漫反射材料用多孔聚烯烃片材制得，该片材具有空气区域和材料区域，材料区域形成了网状结构的材料。聚烯烃片材中加入一个或多个表面元件，以减少或消除与结构的光耦合。

10 本发明第三方面是一种漫反射制品，它包括与一结构贴近的漫反射材料，其中所述漫反射材料用多孔聚合物片材制成，该片材的特征在于具有微结构，该微结构具有网状结构的聚合物区域以及使这些区域互连的微丝(如图 13 所示)。

本发明第四方面是一种用漫反射材料来提高对光的漫反射性以使光能反射离开(reflect off of)它的方法，其中该材料包括多孔聚合物片材，该片材具有空气区和材料区，其中材料区形成的网状结构的材料，该材料含有：

(a) 聚合物组分，和  
15 (b) 稀释剂组分，所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点温度或整个溶液的液-液相分离温度下与聚合物组分混溶。

本发明第五方面是光腔(optical cavity)，该光腔包括光源以及外壳，该外壳还含有衬在一部分腔上的漫反射器，该漫反射器包括上述的多孔聚合物片材。

20 本发明第六方面是光腔，该光腔包括光源以及外壳，该外壳还含有漫反射器，该漫反射器衬在一部分腔上并部分包裹在光源周围，从而指引光源进入光腔。该漫反射器将来自光源的光反射入光腔内，而且还将光腔内的光(包括回收的光)向观察者反射。

在本发明的某些实施方案中，漫反射器中掺入了提供耐辐射(包括紫外线(UV))降解的材料。在其它方案中，漫反射器掺入了荧光化合物。具体地说，当光源是紫外光或含有紫外光时，漫反射器可掺入吸收紫外光并发射可见光的荧光化合物。

25 本发明第七方面涉及一种制造反射制品的方法。该方法包括制造镜面反射和漫反射制品，尤其是 TIPS 反射制品。本发明的具体方法包括制造一制品，该制品包含漫反射材料，该材料经过设置与一结构相连。该方法包括提供聚合物组分和稀释剂组分。稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点或聚合物和稀释剂的整个溶液液-液相分离温度下与聚合物组分互溶。聚合物和稀释剂组分组合形成多孔聚合物片材。

30 在形成多孔的聚合物片材后，任选地将力施加到多孔聚合物片材上，以减少其厚度并同时维持高水平的反射率。该力可如下方式施加，例如在延光辊之间压延聚合物片材。在施力期间，可在聚合物片材上加表面元件。或者，可通过压花对片材成形、

或通过在一部分片材上沉积涂层来将表面元件加到片材上。

本发明第八方面是灯腔，它包括光源如冷阴极荧光灯以及一外壳，该外壳还含有漫反射器，该漫反射器衬在面朝光源的一部分光腔上，并部分包围在光源周围。该灯腔宜与贴近结构的漫反射材料形成一个整体，其中所述漫反射材料用多孔聚合物材料制成。

已经发现本发明的漫反射材料可用于各种光控制应用的结构。例如，它们已在LCD背光结构中被用作背反射器(back reflector)。本发明的漫反射材料还可用来增加信号箱、光纤和光导管的亮度。含有本发明漫反射材料的这些制品也在本发明范围内。

10 本发明包括制造漫反射材料的方法。一种方法包括下列步骤：(a)熔融混合形成溶液，该溶液包含大约 10-90 重量份聚合物组合物和大约 10-90 重量份(以溶液总含量计)稀释剂组分，所述聚合物组分基本上不吸收反射的光，所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点或总溶液液-液相分离温度下与聚合物组分混溶；(b)使溶液成形；(c)通过(i)聚合物组分结晶形成网状结构的聚合物区域或(ii)液-液相分离形成聚合物含量少的相的网状结构，使成形的溶液相分离，形成相分离的材料区域；(d)产生毗邻材料区域的空气区域，形成多孔制品；和任选地(e)向该制品施加机械力，以减少其厚度；其中制品在 550 纳米光波长下的反射率大于 92%(根据 ASTM E 1164-94 方法用装有积分球的分光光度计测定)。

20 在本发明的某些方案中，该方法还包括在漫反射材料中成形多个表面元件。这些表面元件的放置减少或消除了与在其上放置漫反射材料的基材的光耦合。表面元件可通过以下方式形成，例如将结构压延、压花到其中，或在漫反射材料上涂布材料以形成结构。

25 本发明的其它特征和优点可能从本发明下列详细描述和权利要求中看出。上面公开的原理概述并不打算描述本发明所揭示的每个实施方案或实例。下文的附图和详细描述将更具体地列举采用本文所公开的理论的某些较佳实施方案。

#### 附图简述

图 1 比较了本发明材料与各种市售的已知的漫反射器的漫反射率。

图 2 描述了厚度对于本发明材料反射率的影响。

30 图 3 描述了稀释剂的存在对反射率的影响。

图 4 是本发明材料的反射率对波长(包括可见光范围外的波长)的图线。

图 5A 和 5B 显示了在接触紫外光、热和湿气不同时间后对未稳定化的膜(A)和用

涂层稳定化的膜(B)上本发明材料耐用性的影响。

图 6 显示了聚合物：稀释剂之比对漫反射率的影响。

图 7 描述了用各种方法产生空气空隙的另一聚合物所制得的漫反射器的反射率。

图 8 显示了用液-液 TIPS 方法制得的膜的漫反射率。

5 图 9A-F 是采用本发明漫反射器的 LCD 装置的示意图。

图 10 是显示本发明漫反射器一个用途的信号箱或灯箱的示意图。

图 11 示意性地描述了采用本发明漫反射器的光导管的截面图。

图 12 描述了用于制造光导管的各种背反射器和分离器(extractor)的反射率。

图 13 是实施例 1 的片材在放大 5000 倍下的扫描电子显微镜(SEM)的显微照片。

10 本发明的原理可作各种修改和适用于各种形式,附图中只是通过举例显示了具体实施方案,这在下文有详细描述。然而应当理解,本发明不局限于所述的具体实施方案。相反,本发明覆盖了在本发明精神和范围内的所有修改、等价方案和变化。

#### 详细描述

15 本发明的漫反射制品包括多孔聚合物层,该层具有所需密度的光散射部位。本发明的光散射部位包括两个区域,一是材料区域,一是空气区域,它们相互毗邻、各自的折射率有很大差别,而且它们基本上不吸收待漫反射的所需光波长。

为了制造有效的漫反射器,制品光散射区域的大小(即,聚合物层显微结构中微丝、球粒、空隙或其它特征的横截面宽度或高度)数量级应与待反射的光波长相当。

20 如果散射部位的大小比所述波长小得多,则光通过制品。如果大小大得多,则大多数光基本上漫反射所需的总厚度非常大。通常,对于光漫反射器而言,单位体积的光散射部位越多就越好。材料区宜包含:(a)至少约 20 重量份的聚合物组分;和(b)小于约 80 重量份的稀释剂组分。

25 通过 TIPS 方法(固/液和液/液)制得的漫反射器所产生的独特形态特别可用来制备漫反射性高的实用的反射器。固体介质的形态具有小尺寸,因为它它是通过将聚合物和稀释剂与溶液相分离来形成的。在生产期间,可压制 TIPS 制品以减小其厚度而不过多地丧失反射性。TIPS 制品具有特定大小的固体和空气区域(或空隙),且具有不吸收需要被漫反射的波长内的辐射的材料。因此,对于可见光(380-730 纳米)的漫反射而言,较佳的聚合物材料例如是聚烯烃,如聚丙烯、聚乙烯、乙烯和乙酸乙烯酯的共  
30 聚物或它们的相容的混合物。另外,由于稀释剂可能以不同的量存在,因此,它也应是而非吸收性的,当存在较多的稀释剂或需要较高的漫反射性时,稀释剂的非吸收性应较高。漫反射器宜用固/液 TIPS 方法制得,因为该方法通常成本很低。



本文所用的术语“聚合物材料”仅指这样的聚合物，它在待反射光波长下基本上不吸收光，而且能在熔融加工条件下被熔融加工。

5 本文所用的关于聚合物组分的术语“结晶”包括至少部分结晶的、较佳的是结晶度大于 20%(用差示扫描量热计(DSC)测得)的聚合物。熔融加工的聚合物中的结晶聚合物结构是已知的。

本文所用的术语“高密度聚乙烯”指结晶度为 80-90%、密度为 0.94-0.96 克/立方厘米的聚乙烯。在本发明中，高密度聚乙烯是结晶度聚乙烯。

本文所用的术语“熔点”指这样的温度，在该温度或高于该温度下，单独的或与稀释剂在混合物中的聚合物材料将熔化形成溶液。

10 本文所用的术语“结晶温度”指这样的温度，在该温度或低于该温度下，单独的或与稀释剂在混合物中的聚合物材料将结晶并相分离。

本文所用的术语“液-液相分离温度”指这样的温度，高于该温度时聚合物和稀释剂形成溶液，在等于或低于该温度时均匀的聚合物/稀释剂相的熔融物通过双节或旋节线分解而分离。

15 本文所用的术语“加入稀释剂(diluent-in)”指当没有除去稀释剂组分时用 TIPS 制得的微孔膜。

本文所用的术语“未加入稀释剂(diluent-out)”指当基本上除去稀释剂组分时用 TIPS 制得的微孔膜。

20 本文所用的术语“结构”指能把持或支承漫反射材料在原地的单元或制品，例如刚性或柔性框架、遮篷、伞形物、具有静态或移动的图象的背光构造、光导管、光盒、LCD、LED 显示器、LCD 的子部件和反射器。

本文所用的术语“光腔”指一种罩子，该罩子被设计成具有光源且指引来自光源的光朝向一物体，该物体受益于照射，例如是静态显示屏、变化的图象或照射不充分的物体。在某些方案中，光腔包括光导管或波导。

25 本文所用的术语“表面元件”指从漫反射材料表面伸出或进入该表面的任何凸起、锥体、凹陷、凹槽、隆起、圆点、点、伸展或其它元件。

本文所用的术语“压延”指向材料施加压力的方法。在某些方案中，采用压延来减少该材料的厚度。与此同时，表面元件可加入材料中。“压延”宜指将材料夹在两个或多个辊的钳子之间，施加压力以减少材料的厚度。

30 本文所用的术语“压纹(压花、压印)”指通过将压力和/或热以及有图案的表面施加到制品上来产生结构化表面的方法。

本文所用的术语“湿透(湿润)”指当两个光滑表面隔开小于 1.5 $\mu$ m 时发生光耦合。

当其中的一个表面属于靠全内反射(TIR)来沿其长度传播光的光导或波导时,光耦合特别严重。这种耦合为光以不希望的方式逃逸出光导提供了通道,从而产生不均匀的照射。在严格透射/反射模式中,相同的贴近会产生相长的(constructive)和相消的(destructive)反射,使得制品看上去表面之间是湿的(湿润),而且在边界处有圆环(称为  
5 Newton 环)。

本文所用的术语“稀释剂组分”是那些组分,它们在升高的温度下与聚合物材料形成溶液,而且还能在冷却后与聚合物发生相分离。有用的稀释剂组分材料包括(1)Shipman 的美国专利 4,539,256(纳入本文作为参考)中提到的用于固-液相分离的那些, (2)Kinzer 的美国专利 4,867,881(纳入本文作为参考)中提到的用于液-液相分离的  
10 那些,以及(3)其它材料,如十二烷醇、十六烷醇、十八烷醇、邻苯二甲酸二环己酯、三苯膦、石蜡、液态石蜡、硬脂酰醇、邻二氯苯、三氯苯、邻苯二甲酸二丁酯、癸二酸二丁酯、二苯醚。

如果大多数稀释剂被萃取,则稀释剂对于待反射光的透明度就不太重要了。然而,与聚合物一起保留的稀释剂越多,稀释剂的透明度就越重要。当大量稀释剂被保留时,  
15 稀释剂对于待反射的辐射来说应当是透明的。在这种情况下,较佳的稀释剂是矿物油。

除了聚合物材料和稀释剂外,本发明的漫反射制品还可含有常规填充剂或添加材料,其含量有限,因而不会干扰制品的形成,不会产生不需要的添加剂流出。这些添加剂可包括抗静电材料、抗氧化剂、染料、颜料、增塑剂、紫外光(UV)吸收剂或成核剂等。添加剂的用量通常低于聚合物混合物重量的 10%(重量),结晶度低于 2%(重量)。  
20 例如,在固-液 TIPS 方法中,已经发现用成核剂能增强聚合物材料的结晶,如美国专利 4,726,989 中所述(该专利纳入本文作为参考)。

TIPS 方法通常需要聚合物和稀释剂在升高的温度下形成均匀的单相。为了加工 TIPS 膜,将稀释剂和聚合物加入挤出机中,该挤出机将两者加热混合,形成均一的液体溶液。然后使该溶液在空气中冷却,或较佳的,将其浇注成膜样制品,制品在与  
25 浇注轮接触时冷却。在固/液 TIPS 构造的冷却加工期间,聚合物从溶液中结晶出来,形成固态聚合物相和液态稀释剂相。固相由球状晶体组成,晶体通过聚合物链微丝连在一起。在液-液 TIPS 方法中,聚合物从溶液中分离出来,形成第二个缺乏聚合物材料的液相。

相分离后,膜样制品通常是透明的,它能以未加有稀释剂或加有稀释剂的产品形式加工成微孔膜制品。未加稀释剂的膜是通过用挥发性溶剂从膜中萃取出基本上所有的稀释剂来制得的。然后,蒸发除去该溶剂,留下空隙(该处原来是稀释剂),从而  
30 产生了多孔膜。为了增加气体空隙体积,然后在至少一个方向上,较佳的在两个方向(纵

向(机器方向)和横向)上对膜取向或拉伸。加有稀释剂的膜可通过简单地省略萃取步骤并对膜取向来制得。在拉伸和取向之前或之后,膜可用机械力来压制,以减少膜厚度。机械力宜通过在两个或多个钢辊之间对膜压延的方式来施加。然而,可采用其它压延和挤压的技术,包括使膜压延通过多个辊。

- 5           在取向和挤压后,稀释剂被捕获在聚合物的不规则部分中,这使得多孔膜干燥得能够触摸。该方法还提供了有用的光散射部位尺寸,避免了昂贵的限制速度的萃取步骤。当然,可采用拉伸和萃取的组合,以实现特定产品所需的产品性能。

具体地说,为了用 TIPS 来获得所需的光散射部位密度,该方法宜包括 5 个步骤:

- 10           (1)使大约 10-80 重量份聚合物组分和大约 10-90 重量份稀释剂组分(以溶液总含量计)熔融混合形成溶液,其中聚合物组分对待反射的光基本上没有吸收性,所述稀释剂组分能在高于聚合物组分熔点或整个溶液的液-液相分离温度下与聚合物组分混溶;

(2)使溶液成形(shape);

- 15           (3)通过(i)聚合物组分结晶形成网状结构的聚合物区域、或(ii)液-液相分离形成网状结构的聚合物缺乏的相,使成形的溶液相分离,形成相分离的材料区域,即聚合物区域;

(4)在毗邻材料区域处产生空气区域,形成多孔制品;和

- 20           (5)任选地向该制品施加机械力,以减少其厚度;制品在 550 纳米波长下的反射率高于 92%,较佳的高于 94%(根据 ASTM E 1164-94 方法用装有积分球的分光光度计测定)。可在制品中任选地成形成减少湿润的表面结构,以减少制品与其所放置表面之间的湿润。在某些方案中,不施加降低制品厚度的机械力,而是形成表面结构来减少或消除制品与其所放置表面之间的湿润。或者,例如可通过对制品进行压纹或在制品涂布结构物来形成这些表面结构。

- 25           相对于空气或空隙区而言,材料区(球状晶体、晶胞或其它固体结构)的大小对于获得高性能漫反射器很重要。结构可通过控制各个加工参数来改变,这些参数包括:(1)淬冷速度(聚合物/稀释剂溶液冷却和相分离的时间),(2)非均相的成核剂的存在和浓度(固/液 TIPS 采用),(3)聚合物组分与稀释剂组分的重量比,(4)拉伸,(5)稀释剂萃取,和(6)施加压力。每个光散射部位材料区域的大小受前两个和第四个参数的影响很大。每个光散射部位的空气区的大小受所有 6 个变量的影响。

- 30           形成所需大小的材料区来制备有用的经济的漫反射器的相分离步骤可通过以下方法实现:(1)使溶液足够快地冷却,(2)使用成核剂(固/液 TIPS),或(3)两者的组合。在 TIPS 中,冷却可通过使热溶液与淬冷表面或介质最大程度的紧密接触来实现。用

固/液 TIPS 方法制得的微孔膜可通过浇注到有图案的辊上来进行冷却。宜迫使该膜加入有图案的辊中, 例如用包胶夹辊, 以在表面上形成减少或消除湿润的结构。或者, 可采用光滑的金属辊来淬冷表面或介质。由于溶液与金属冷却辊更好地接触, 因此这些光滑的金属辊能导致更快的淬冷, 结果使膜的浇注辊侧有几乎致密的皮层。

5           空气区是通过上述所有 6 个方法参数相互作用来形成的。例如, 在某些方案中, 如果采用稀释剂萃取, 则应采用较少的拉伸和较高的稀释剂含量, 以获得所需的漫反射器。同样, 如果不采用稀释剂萃取, 则可进行较多的拉伸, 如果采用稀释剂萃取和拉伸, 通常希望有较低的稀释剂含量。所用的快的淬冷速度或成核剂的存在及其浓度影响球状晶体(固/液)或聚合物缺乏的晶胞(液/液)的所形成的数量, 进而影响填入由拉  
10 伸或洗涤引起的空隙的空气的分布。

同样, 挤压量也影响球状晶体的大小和厚度。尽管需要有一些挤压(因为它能产生尺寸稳定性改善的较薄的反射器), 但是过度的挤压会使空隙的反射性能有不能接受的下降。这些下降据信是由于空隙破裂或空隙收缩超过其起作用的反射厚度(因为它们的厚度与存在的光波长非常接近)而产生的。挤压量宜使得受挤压制品的厚度为  
15 其原来厚度的 60%-95%, 更佳的在 70%-85%之间, 最佳的在 75%-80%之间。挤压的制品宜具有 50-500 微米的厚度, 更佳的有 100-400 微米的厚度, 最佳的有 150-300 微米的厚度。

经挤压的制品的反射率可能与未挤压制品的反射率不同。然而, 当挤压使反射率降低时, 该降低量宜小于未挤压制品反射率的 5%, 更佳的为小于未挤压制品反射率  
20 的 3%, 还要佳的小于未挤压制品反射率的 1%。

在某些实施方案中, 与未挤压的制品相比, 经过挤压的制品有改进的尺寸稳定性。该尺寸稳定性是显然的, 例如, 因为挤压的制品在受热时经受了较少的收缩。具体地说, 挤压的制品显示出变形和沿其长度和宽度的收缩比未挤压制品少。收缩减少也减少制品在放在框架(如 LCD 或 LED 显示器周围的斜角)中时的起皱和起纹。在某些方  
25 案中, 尺寸稳定性是制品在相同的受热条件下显示出比未挤压制品少 5-50%的初始收缩; 而在其它实施方案中, 制品显示出比未挤压制品少 5-25%的初始收缩。

合适的表面元件应具有非常低的湿润性质, 例如锥形物或锥体的点, 以便减少该区域的湿润, 例如与光源贴近。这些低湿润性元件是有利的, 因为它们使反射表面离开结构, 从而防止湿润的形成。漫反射制品和结构通常应分开大约 1.5°cm 以上。

30           本发明的漫反射制品具有各种广泛的光控制用途。在多层体系中, 光漫射层可结合到到一些具有镜面反射层的反射装置中。光漫射制品可用来部分衬在光腔中, 以增加光照射例如部分透明的图象(可以是静态(如图形膜或幻灯片)或可切换(如液晶显示

器))的有效使用。因此,部分衬有本发明漫反射器膜的光腔可用于以下这些装置,例如背光单位,包括液晶显示构造(LCD)、灯、复印机、投影仪体系显示器、传真装置、电子黑板、漫射白色标准物和照相灯。它们也可作为信号箱系统、光导管或含有发光二极管(LED)的单元的一部分。

- 5 发现本发明的漫反射制品可特别有利地作为液晶显示器所用商用背光中的背反射器。在此类应用中,将制品直接置于照射显示屏的光源背后。多孔膜起着将没有朝向显示屏并最终朝向观察者的光反射回去的作用。多孔膜背反射器的散射或漫反射特征也有助于提供更全面的漫射光源,并更均匀地照亮显示屏,并且适合作为专利申请 WO95/17699 和美国专利申请 08/807262(1997年2月28日提交)中描述的漫反射器和
- 10 偏振随机发生器。

图 9A-F 显示了采用液晶显示器(LCD)且装入这些漫反射制品的几个构造的示意图。在图 9A 中,装置 2 具有荧光光源 4 和与之相连的塑料光导管 6。在光导管 6 顶部放置漫射器 8、任选的增亮膜 10(如美国专利 4,906,070 和 5,056,892 中描述的膜,购自 Minnesota Mining and Manufacturing Company(3M))和任选的反射偏振膜(11)(如

15 专利出版物 WO91/05327 和 WO97/32224 中所述(购自 3M)),它们起着使塑料光导管发出的光改变方向和偏振朝向 LCD 和观察者。如果光不在正确的观察角度范围内,也不在正确的偏振角度范围内,则它被反射回光导管 6。LCD 13 置于反射偏振膜 11 顶部,其通常由夹在两个偏振器 15 之间的液晶 14 构成。

漫反射制品 17 起光回收器的作用:(1)它将反射偏振膜 11 和/或增亮膜 10 所拒绝

20 的光反射回去;(2)给光另一个机会来到达观察者。这种排斥和回收可有多次,从而增加了光到达观察者的数量。

漫反射器的这种增加的光学效率可用来反射层 10 和漫反射层 17 之间的入射光,通过控制发光角度来提高显示光亮度。反射的光被漫反射器 17 以各个角度散射。增亮层 10 的透光角度内的光朝向观察者传播。第二角度范围内的光被反射回进行再次

25 的散射。

例如,如果采用折射率为 1.59、90°刻面角度(facet angle)的棱镜增亮层,则平均有 70%反射的背光上获得的增益为 1.6。将背光的平均反射率增加到 90%将使增益升高到 1.8。如果背光没有吸收损失,则增益增加到 2.0。因此,90%的反射率能接近最大可能的亮度增加值。

30 漫反射器的增加的光学效率可用来反射反射偏振膜 11 和漫反射层 17 之间的入射光,通过控制传播通过反射偏振膜 11 的光的偏振状态来增加显示亮度。许多显示屏具有施加在显示屏背后的吸收偏振器 15。当显示屏被未偏振的光照亮时,至少一半

的可获得的光被吸收。结果，显示屏亮度降低，显示偏振器被加热。采用反射偏振膜 11 克服了这两个不利的状况，因为反射偏振膜 11 能透射具有一种线性偏振状态的光，而反射其它线性偏振状态的光。如果反射偏振膜 11 的透光轴与吸收偏振器的透光轴对齐，则透射的光只有很少被吸收偏振器吸收。而且，吸收偏振器一点也不吸收在反射偏振状态下的光。相反，它反射朝向漫反射器 17。漫反射器 17 使光去偏振，从而产生反射偏振膜透射和反射状态中具有相同偏振成分的偏振状态。一半的光透射通过反射偏振层 11 达到观察者。处于反射偏振状态或“不需要的”状态的光再次被漫反射器 17 散射，提供了另一次进行再次偏振转化的机会。

另外，可将漫反射器 18 置于光源 4(例如冷阴极荧光灯)之后或周围，以增加进入塑料光导管 6 的光耦合效率。漫反射器 18 可单独使用，或与放置的镜面反射器一起来增加构造的总反射率。

漫反射器的增加的光学效率可用来增加光腔的反射效率和/或混合不连续的光波长以产生均匀的有色或白色光源。在图 9B 所示的示意图中，光腔 21 中显示出三个荧光灯 20。所有灯可以是白色，或每个灯可以是选定的颜色如红色、绿色和蓝色。在图 9C 中，LCD 装置显示出具有两个发光二极管(LED)24 作为向光腔 21 提供光的光源。二极管可以有色或白色。在图 9B 和 9C 中，光腔 21 中衬有漫反射器 22，以增加反射率并与不连续的颜色充分混合，形成照亮 LCD 的具有优良空间发光均一性的白色光源。

图 9D 显示的装置采用棱镜形光导管 26 作为光腔内的光源。漫反射器在光导管中用作分离器 27 来向 LCD 散射光，而且还作为背反射器 28 来反射从光导管周围离开的光，形成有效的光腔 29。

图 9E 中显示了具有光导管 52 的 LCD 显示器 51 和光源 54。光导反射器 56 放在光导 52 的底部上。另一反射器 55 放在光源 54 的背后，它将光引导到光导 52 中。图中显示了由多个表面元件组成的点分离图案(dot extraction pattern)58，它沿光导 52 在不同点处产生选择性分离，以控制通过 LCD 显示器 51 的照明度。所示实施方案中还显示出其它元件，该元件可根据应用而异，包括漫射膜 60、棱镜反射膜 62、覆盖层 64 和反射偏振器 66。图中还显示了 LCD 面板 68。

图 9F 中显示了另一 LCD 显示器 70，它具有光导 72 和光源 74。图中还显示了光方向转换膜 78、漫射器 80、反射偏振器 82 和 LCD 面板 84。光导管反射器 76 覆盖了光导 72 的底表面 79，而且还包裹在一部分光源 74 的周围。通过这种方式，光导反射器 76 有助于来自光源 74 的光反射入光导 72 中，从而提高了光导的效率。而且，它还形成了用于显示器 70 的单一整体的反射器 76，从而使显示器 70 的生产变

得容易。尽管以前已经用反射器将来自光源的光反射入光导，但是改进的单片反射器更容易生产和使用。另外，改进的单片反射器避免了两个反射器之间的光损失(如图9E)。

5 LED 是小型 LCD 装置(如医学监测器和汽车显示器)的有用的光源。LED 具有体积小、能耗较低的优点，但是它们的照明度相当低。当采用本发明的漫反射制品作为背反射器与增亮膜和反射偏振膜一起使用时，采用 LED 照明的设计的光学效率得到提高。

10 实施例部分用本发明的 TIPS 膜制备 LCD 构造，并与市售的漫射背反射器作了比较，如实施例部分所述。结果发现，采用本发明的多孔 TIPS 膜表现出使亮度增加高达 25%。反过来，该数值就意味着电池在最初亮度下有更长的寿命。与增亮膜所产生方向性亮度增强不同，该 TIPS 膜能使整个亮度(能量)增加。

15 对于小型液晶显示屏(如医学监测器和汽车显示屏)而言，LED 能代替荧光灯作为较佳的背光源。采用 LED 的优点是它们的价格低、体积小和能耗低。LED 的缺点是其亮度相对较低。通过采用本发明的漫反射制品作为背反射器以及已知的镜面反射膜层，就能提高 LED 显示屏的亮度。

用本发明的漫反射制品能制得显示信号箱，通过亮度的提高，该显示信号箱能更有效地运行，同时需要更少的电能。信号箱通常用铝制背面(通常涂成白色)和侧面(通常不涂油漆)以及荧光灯制成，荧光灯照亮前方的膜显示图象。如果其内部的背部和所有四个侧面覆盖了本发明的漫反射制品，则显示该图象的亮度可增加高达 43%。  
20 相反，用来照亮显示膜的能量可按比例降低同时维持相同的照明度。图 10 中显示了本发明的一个实施方案—信号箱。信号箱 30 包括膜 32(例如购自 3M 的 PANAFLEX™)上的图象，该膜与箱 33 的前面板相连，该箱还具有用廉价的耐热性材料(如铝)制得的其它侧面 34。箱 30 有光源 36，该光源能在更长的时间内提供足够的光来照亮有图象的薄膜。通常采用高亮度荧光灯，因此光亮度在整个图象区域内是基本上均匀的。将漫反射片 38 放在至少一个内表面上，较佳的在箱 30 的所有 5 个内表面上，以最大程度地减少光被吸收的损失量。采用该布置后，获得给定照明水平所用的能量比现有已知的设计低，或，照射图象的亮度提高。

30 本发明制品还可用于光导管或从中空光导管的至少一部分长度中分离出或发射出光的应用。用于光导管的光源通常是点状光源如金属卤素灯，或在矩形显示导管情况下可采用线形光源，如荧光管。典型的应用是普通照明或显示照明，包括诸如有色管和薄的显示图象和信号等显示器。目前，市售的光导管(购自 3M 和/或在美国专利 5,805,984、4,850,665 和 5,309,544 中有所描述)采用的漫反射器例如是无光泽的白色乙

烯膜(用来分离光并将光指引通过发光面)和涂银的聚对苯二甲酸乙二酯膜或 TYVEK™膜来背反射杂散光。

用漫反射制品作为分离器或背反射器能提高光导管的照明效率。漫反射产生了更均匀的照明。图 11 中显示了光导管构造 29 的一种实施方案。光导管被任选的外套 40 包围。外套 40 内部是光学照明膜(Optical Lighting Film, OLF)42(在美国专利 4,906,070 和 5,056,892 中有所描述, 购自 3M), 它具有棱镜形表面 44, 该表面将沿导管通过的光局限在导管内, 但是 OLF 对于以斜角(通常与导管轴大于 27°)撞击 OLF 的光是基本上透明的。

在需要将光分离出导管的区域(通常是与导管轴平行的条)中, 靠 OLF42 内部放置分离器 46。光被靠着 OLF42 的分离器以相对于导管轴一定角度散射, 并通过发光表面(emitting surface)48。通过使分离膜从导管一端到另一端逐渐变窄, 可获得沿光导管长度均匀的输出通量。漫反射更好、光吸收性更小的分离器是较佳的。背反射器 50 可置于外壳 40 和 OLF42 之间, 以便将通过 OLF 42 背面的杂散光反射回光导管和向外通过发光表面 48。在一些情况下, 希望有一些光透射通过背反射器, 例如稍稍照明天花板。背反射器 50 和分离器 46 均可用 TIPS 片制得, 如此制得的光导管是本发明的实施方案。

在下文实施例中进一步描述漫反射器及其一些用途。

## 实施例

### 20 反射谱—方法 1

在整篇实施例中用本发明来测定漫反射谱, 除非另有所述。

整个反射谱用 ASTM E 1164-94 中描述的方法步骤来测定。将样品置于装有积分球的 Lambda 19 UV/VIS/NIR 分光光度计(购自 Perkin Elmer)中。输出值是在在 380 纳米至 730 纳米或 250 纳米至 2000 纳米中预定波长范围内的每一波长的反射百分数。

### 25 反射谱—方法 2

当样品固定在硬的金属片上时, 不能用方法 1 来测试, 因此采用本方法来测定漫反射谱, 其通常比漫反射谱反射率高 3-4%, 或者另有所述用来对比比较。

用 GRETAG™ SPM50 分光光度计获得反射谱。用机器的漫射白色标准品来标定机器。然后用机器光源照射该样品, 分析 380-730 纳米的反射率。该方法获得的反射率值稍有夸大, 但是可用来描述固定在铝片上老化样品的相对差, 因为这些样品经受相似的湿度和紫外光照射循环。



### 实施例 1 和对比例 1-3

将各种光漫反射器的反射性能与 TIPS 微孔漫反射膜相比。

在实施例 1 中, 将透明的聚合物组分(可结晶聚丙烯, 以 DS 5D45 的商品名购自 Shell Chemical Co., 熔体流动指数为 0.65dg/min(ASTM D1238, 条件 I), 48%的结晶度, 熔点为 165°C(用 DSC 测定), 折射率为 1.50)与成核剂(二亚苄基山梨糖醇, 以 MILLAD™ 3905 购自 Milliken Chemical, Inman SC)混合, 加入 40nm 双螺杆挤塑机的漏斗。将粘度为 100 厘沱(ASTM D445, 0°C)、折射率为 1.48 的透明油组分(Mineral Oil Superla White #31, 购自 Amoco Chemical Co.)通过注入口以一定速率加入挤塑机中, 以提供一组合物, 该组合物含有 40%(重量)聚合物、60%(重量)矿物油以及每百万份聚合物和稀释剂总量的 2500 重量份的成核剂。进料总速率为 22.7 千克/小时。在挤塑机中将聚合物加热至 271°C 使其熔融, 与油混合后, 在挤塑期间维持温度为 177°C。将熔融物挤出通过 38.1 厘米宽的涂布挂钩带槽模头, 在保温于 66°C 且具有光滑表面的浇铸轮上浇注成 890 微米厚的透明膜。浇铸的膜在 1,1-二氯 2,2,2-三氟乙烷 (VERTREL™ 423, 购自 duPont)在逆流萃取器中洗涤 15 分钟, 47°C 干燥 9 分钟, 115 °C 下拉伸 2.25×2.25 倍(机器方向和横向)。最初透明的膜在萃取后变混浊白色, 最终厚度约为 360 微米(14 密耳)。

对比例 1 是 190 微米厚的、填充二氧化钛的有显微空穴的聚对苯二甲酸乙二醇酯膜, 用作 LCD 背反射器, 其按 MELINEX™ 的商品名购自 ICI Plastics, Wilmington, DE。

对比例 2 是以 TYVEK™ 的名称购自 DuPont Co., Wilmington, DE 的 150-250 微米厚的非织造的聚乙烯织物。

对比例 3 是以 CASCADE™ X-9000 购自 Boise Cascade 的 105 微米厚的白色 20 磅证券纸。

用方法 1 测试实施例 1 和对比例 1-3 的反射谱, 其结果显示在图 1 中。对比例 2 的谱取自厚度接近 150 微米的区域。在大多数可见光谱内, 实施例 1 的反射率优于所有对比例。

### 实施例 2-3 和对比例 4

下面说明膜厚度的影响。

用与实施例 1 相同的方法制备实施例 2 和 3, 只是提高浇铸轮速度, 以提供更薄的构造, 实施例 2 和 3 的厚度分别约为 230 微米(9 密耳)和 130 微米(5 密耳), 每个实施例的洗涤时间和干燥时间按比例降低。

对比例 4 是 250 微米厚的多孔聚四氟乙烯膜(DRP™ 薄膜反射器, 购自 W.L. Gore

& Associates, Inc., Elkton, MD)。

测试实施例 2 和 3 以及对比例 4 的反射谱(结果示于图 2)，以及实施例 1 的反射谱。本发明最厚的反射片(实施例 1)到大约 530 纳米可见光波长处对比实施例 4 更具反射性，但是在更高波长下的反射率稍稍低于对比例 4。对比例 4 的反射率也低于本发明的实施例 1 和 2，直至大约 520 纳米波长处，且在 550 纳米处的反射率比实施例 3(一种加工成本显著降低的膜)高于不超过 3%。

#### 实施例 4-6

下面描述稀释剂萃取对于各种微孔膜构造的影响。

10 实施例 4 用与实施例 1 相同的方法制得，只是增加浇铸轮速度，以提供厚度约为 205 微米(8 密耳)的构造，洗涤时间和干燥时间按比例降低。

用与实施例 1 相同的聚合物和稀释剂制备实施例 5 和 6。在挤塑机中加入两种材料，以提供 50%(重量)聚合物和 50%(重量)矿物油的组合物。成核剂分别为 750ppm 和 1000ppm。进料总速度为 20.5 千克/小时。在挤塑机中将聚合物加热至 271°C，使其熔融，在与油混合后，挤塑期间保温于 177°C。将熔融物挤出通过 30.5 厘米宽的涂布挂钩带槽模头，在保温于 66°C 且具有光滑表面的浇铸轮上浇注成透明膜。浇铸的膜在 121°C 下拉伸 2.0×2.0 倍。最初透明的膜在取向(拉伸)后变成混浊的白色。实施例 5 以大约 585 微米(23 密耳)的速度浇铸，取向后其最终厚度约为 355 微米(14 密耳)。实施例 6 以大约 405 微米(16 密耳)的速度浇铸，取向后其最终厚度为 205 微米(8 密耳)。

20 测试实施例 4-6 的反射谱(结果显示在图 3 中)以及实施例 1 的反射谱。

#### 实施例 7

下面描述超出可见光范围外的反射性能的宽度。

测定实施例 1 的膜在 250-2000 纳米波长范围内的反射率。其谱示于图 4。1600-25 1800 纳米之间波长的反射率下沉是因为多孔膜吸收了少量水。

#### 实施例 8

下面描述使漫反射器稳定化对于水分、热和紫外光降解的效果。

将实施例 1 覆在具有紫外光和热稳定的混合物的无光泽表面上，制得实施例 8。30 混合两种紫外光稳定剂(TINUVIN™ 1130 和 TINUVIN™ 123，均购自 Ciba Geigy)、酚醛抗氧化剂(IRGANOX™ 1010，购自 Ciba Geigy)、丙酮和乙醇(重量比为 2.0: 3.5: 0.4: 2.0: 93.1)，形成一溶液，用 5 号 Meyer Rod(线绕棒，其大小能将溶液合并物铺

展成厚约 25 微米(1 密耳)的湿涂层)将该溶液合并物铺展涂布在实施例 1 样品表面上。使湿涂层被吸收到多孔膜内, 使其在空气中干燥。

使实施例 1 和 8 受相同的重复量的水分、热量和紫外光作用 0、500 和 1000 小时, 测试其反射谱。实施例 1 和 8 的结果分别示于图 5A 和 5B 中。这些图的比较表明, 加入化学稳定剂具有减少在受水分、热量和紫外光作用下反射率随时间而下降的有益效果。

#### 实施例 9-10

下面说明改变输入材料的聚合物与稀释剂之比的影响。

10 用与实施例 1 相似的方法制备实施例 9 和 10, 只是多孔膜分别从聚合物与稀释剂为 30: 70 和 60: 40 的输入比例制得, 多孔膜的厚度均为约 180 微米(7 密耳)。

测试实施例 9 和 10 的反射谱。其结果以及实施例 4(聚合物/稀释剂比例为 40: 60)的曲线示于图 6。实施例 9 的膜具有最佳的反射率, 它用最低的聚合物与稀释剂的比例制得。

15

#### 实施例 11-12

下面说明采用另一聚合物和各种空隙技术的效果。

用与实施例 1 相似的方法制备实施例 11 和 12, 只是聚合物是折射率为 1.54 的高密度聚乙烯(聚乙烯树脂 1285, 购自 Fina Oil 和 Chemical Co., Dallas, TX), 不加入成核剂, 加工条件不同。聚合物与稀释剂的输入比例分别为 25: 75 和 18: 82, 进料总速度为 13.6 千克/小时。维持熔融的温度和浇铸轮温度为 188°C 和 16°C(实施例 11), 166°C 和 10°C(实施例 12)。实施例 11 在室温下拉伸  $1.5 \times 1.5$ , 实施例 12 不拉伸。多孔膜的最终厚度分别约为 190 微米(8 密耳)和 510 微米(20 密耳)。

25 测试实施例 11 和 12 的反射谱。结果示于图 7。尽管聚合物与稀释剂之比较高的膜在较低波长下有较好的反射率, 但是实施例 12 的较厚膜总体上有较好的反射率。

#### 实施例 13

30 实施例 13 是厚度约为 180 微米(7 密耳)的微孔膜, 其以 0.2 微米聚丙烯高流量滤膜的名称购自 Poretics Corp., Livermore CA。测试实施例 13 的反射率, 扫描电子显微照片(SEM)显示其外观是用液-液 TIPS 法制得的片。其谱结果显示在图 8 中。

#### 实施例 14 和对比例 5

下面描述在装有 LCD 的装置中使用本发明的漫反射器的优点。

在实施例 14 中,用实施例 1 的片材作为 LCD 装置中的背反射器,该 LCD 按照图 9A 的示意图组装。荧光光源 4 是长 20 毫米、直径为 3 毫米的荧光灯泡(购自 Harison Electric Company),其与透明塑料光导 6 相连,衬有镜面反射器(SILVERLUX™ SS-95P,购自 3M),用变流器和 12 伏 DC 电源来提供能量。漫射器 8 是打毛的聚碳酸酯片,购自 Tsujimoto Electric Co., Tokyo, Japan。增亮膜 10 用相互取向 90°的两片 3M 的增亮膜 II 90/50 制得。反射偏振膜 11 是购自 3M 的双重增亮膜。LCD 13 为 235 毫米×178 毫米的面板,以 LQ12S02 的型号购自 Shap Corporation, Tenri, Nara, 632, Japan。漫反射器 17 是实施例 1 的多孔聚合物 TIPS 片,将在直接置于光导 6 之下。在实施例 14A 中,该片以其有光泽面朝向光源的方式使用,在实施例 14B 中,其无光泽的面朝向光源。

用与实施例 14 相似的方法制备对比例 5 的 LCD 装置,只是漫反射器 17 是对比例 1 的片材。

用购自 ELDIM in Caen, France 的 EZ Contrast 锥光镜测定装置测试实施例 14A 和 14B 以及对比例 5,以测定每个样品光照输出的差别。打开 EZ Contrast 相机和计算机接口,使相机稳定于-11°C。将每个样品放在相机前,使 LCD 面板朝向相机,用计算机接口获得每一样品的图象。观察水平扫描,转变成坎德拉/平方米对距离垂直的观察角度(从-60°到+60°)的光照输出 x-y 曲线。

与对比例 5 相比,实施例 14A 的轴上(即 0°或与 LCD 13 的平面垂直)光照输出增加 17%,实施例 14B 的轴上光照输出增加 13%。

#### 实施例 15 和对比例 6

下面描述在信号箱中使用本发明的漫反射器的优点。

在实施例 15 中,将 8 个试条片随机置于用标签基质(PANAFLEX™系列 645,购自 3M)的标签表面上,该标签的透光率经 Macbeth 密度计测得为 28%,宽 72 厘米(31 英寸),高 102 厘米(40 英寸)。用深度为 23 厘米的信号箱(SIGNCOMP™,购自 SignComp, Comstock Park, MI)照射该标签。该箱用两个“U”形高输出荧光灯泡照射。箱内部的内侧背部、顶面和右面由生产商涂有光泽的白色油漆。内侧的左面和底面用压光的铝制成。将实施例 1 的多孔聚合物 TIPS 片置于箱内部的仅仅背面(A)、背面、底面和右面(B)以及所有五个面(C)上。

开灯,使其在测定亮度前稳定一小时。用固定在三脚架上的 Minolta 亮度计(LS-110 型,具有 1/3°点)测定每个试条片上标签表面的亮度,针对每个条件取平均值。

在对比例 6 中，如实施例 15 测定亮度值，只是箱的任一面均不覆盖实施例 1 的膜。

亮度值报道在表 1 中。

表 1

实施例	反射性 坎德拉/平方米	与对比例 6 相比的增加 %
15A	826	17
15B	960	36
15C	1014	43
对比例 6	706	-

5 本发明使标签表面亮度增加 43%。

实施例 16-17 和对比例 7-8

下面描述在光导中使用本发明漫反射器的优点。

在实施例 16 中，将实施例 1 制得的两个多孔聚合物片放在 25 厘米(10 英寸)直径光导内，其光导具有与图 11 所示相似的构造。一个片用作分离器 46，另一片用作背反射器 50。

在实施例 17 中，如实施例 16 所述制备光导，只是背反射器 50 用实施例 3 的多孔聚合物片制得。

15 用类似于实施例 16 的方法制备对比例 7，只是背反射器 50 是涂布金属的厚度约为 150 微米的聚合物膜 SILVERLUX™ SS95P，分离器 46 是厚度约为 750 微米的有白色颜料的乙烯膜 SCORCHCAL™ 系列 7725-20。

在对比例 8 中，如对比例 7 那样制备光导，只是背反射器用 TYVEK™ 片制得。

用方法 1 测试漫反射片的反射谱，结果显示在图 12 中。

20 实施例中所用分离器(实施例 1 的 TIPS 片)在宽的可见光范围内的漫反射率约为 97%。相反，对比例 7 中所用分离器(SCOTCHCAL™ 7725-20)在可见光范围内的漫反射性不呈线性，但在 380-420 纳米之间表现出较高的吸收。

25 与金属化膜 SILVERLUX™ 相比，实施例 16 中采用实施例 1 的膜作为背反射器是较佳的，其有两个原因。首先，实施例 1 的膜比金属化膜更具反射性。其次，实施例 1 的膜的反射性主要是漫射，而金属化膜的反射性主要是镜面反射。一些光可能因棱镜膜的不完全性而通过导管 39 的微棱镜壁 44 并以与导管呈较窄角度离开导管。用镜面反射的金属化膜作为背反射器 50 时，这些杂散光线可能被改变方向以窄的角度

返回微棱镜，并反射回金属化的膜。光可能会来回反射直至被吸收衰减。而用漫反射器可通过使这些杂散光散射来减少这种损失，从而使大多数光返回通过棱镜膜。

5 实施例 17 中作为背反射器的实施例 3 膜比对比例 8 的半透明的 TYVEK™片更好。实施例 3 具有约为 94%的均匀的平均反射率，而 TYVEK™的平均反射率更会变化，因为其单片内的厚度有变化。图 1 显示了 TYVEK™片的厚度接近 150 微米区域的

10 光谱(CE2)，图 12 显示了相同膜的厚度接近 250 微米的区域的曲线。同一膜的平均反射率在大约 77%-85%之间变化(因厚度而异)。另外，实施例 3 的膜具有均一的外表，而在该应用中注意到 TYVEK™片有不利的随机纤维构造。

#### 10 实施例 18

下面描述用压延技术来减少 TIPS 膜的厚度和初始热收缩对于低温下热定形的膜的影响。

15 使 10.4 密耳厚的矿物油萃取的聚丙烯微孔膜运行通过压延机，采用约 100°C 的压延辊温度。微孔膜根据实施例 1 所述方法制得，只是采用 58%(重量)的油和 0.25%(重量)的 MILLAD 3905 成核剂。使膜拉伸 2.25×2.25 倍(在机器方向和横向上)，同时在 120°C 下热定形。膜在 85°C 放置 24 小时后，测定膜的初始收缩，确定所得膜的尺寸稳定性。收缩数据显示在下表 2 中。

表 2

样品	厚度(密耳)	收缩 <sup>1</sup> (%)
未压延	10.4	9.5
压延通过 6-7 密耳辊隙	7.0	1.0

<sup>1</sup> 样品于 85°C 下放置 24 小时。

20 如上所述，膜表现出在未压延时收缩 9.5%，而在压延后收缩 1.0%。

#### 实施例 19

25 下面描述用压延技术减少 TIPS 膜厚度的优点。经矿物油萃取的聚丙烯微孔膜(含有 57%(重量)油和 0.25% MILLAD 成核剂)，将其拉伸 2.25×2.25 倍(机器方向和横向)，同时于 166°C 热定形，使其运行通过辊距为不同厚度的压延机。第一测试中的压延辊温度约为 90°C，第二测试中约为 110°C。

所得膜的反射数据显示在下表 3 中。反射数据用 Perkin-Elmer Lambda 900 UV/VIS/NIR 分光光度计获得，该分光光度计用 20 密耳厚的 TIPS 膜进行标定，膜用方法 1 测得反射百分数为 99.4，采用 Labsphere Inc. 的认证的漫射标准品。认证标准

品标识为 SRS-99-010。

表 3

压延辊隙 (密耳)	压延机温度	厚度 (密耳)	反射率 <sup>1</sup>
未压延	----	8.9	98.5
5-6	90°C	7.7	98.4
4-5	90°C	7.6	98.3
3-4	90°C	6.7	98.2
5-6	110°C	8.3	98.5
4-5	110°C	7.7	98.5
3-4	110°C	6.6	97.0

<sup>1</sup> 在 550 纳米下

如上所述，膜的尺寸减少高达 25%，而反射率损失不超过 0.5%。

- 5 上述说明书和实施例被认为完整描述了本发明具体实施方案的生产和使用。在不脱离本发明精神和范围内可获得本发明的许多实施方案。

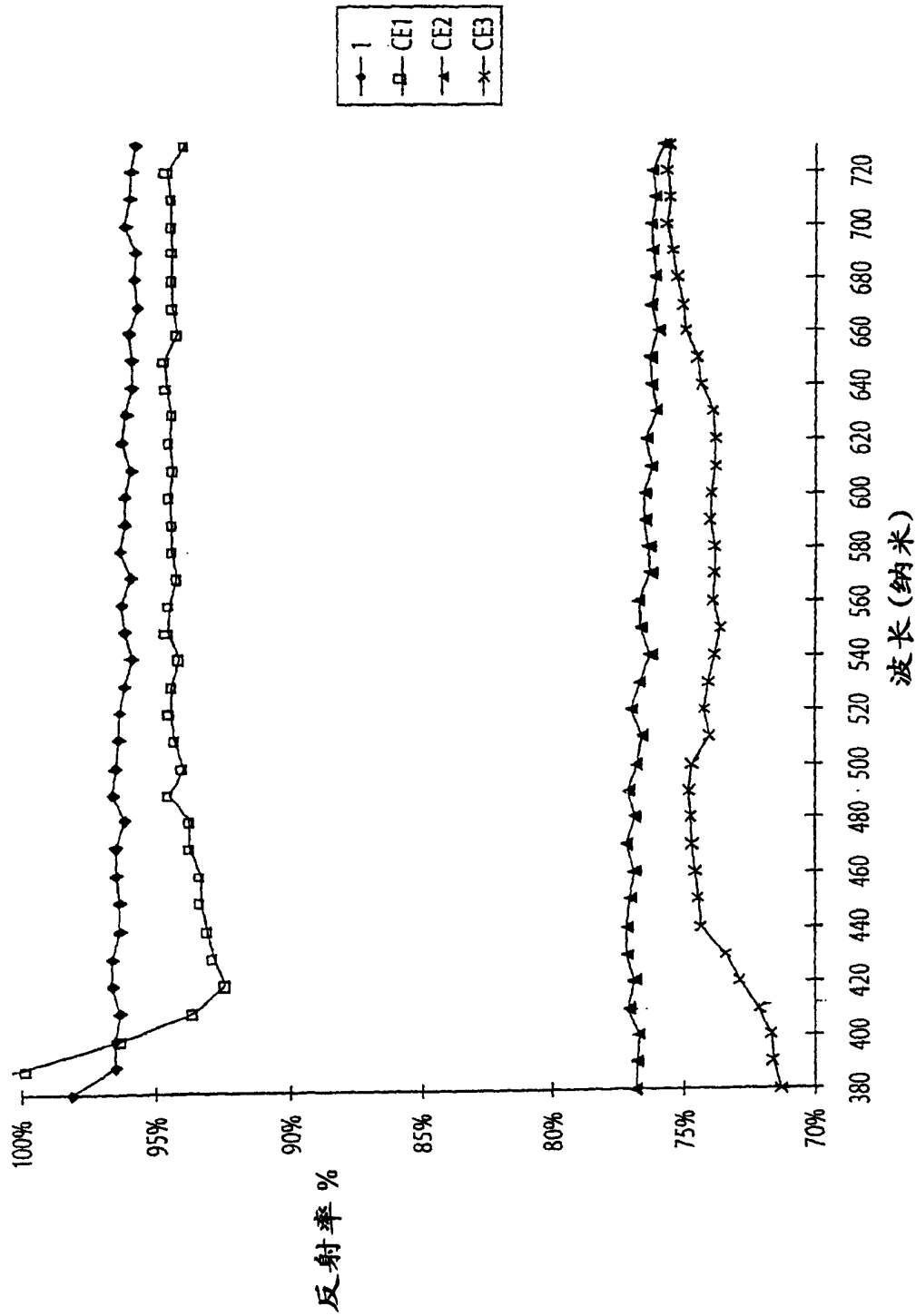
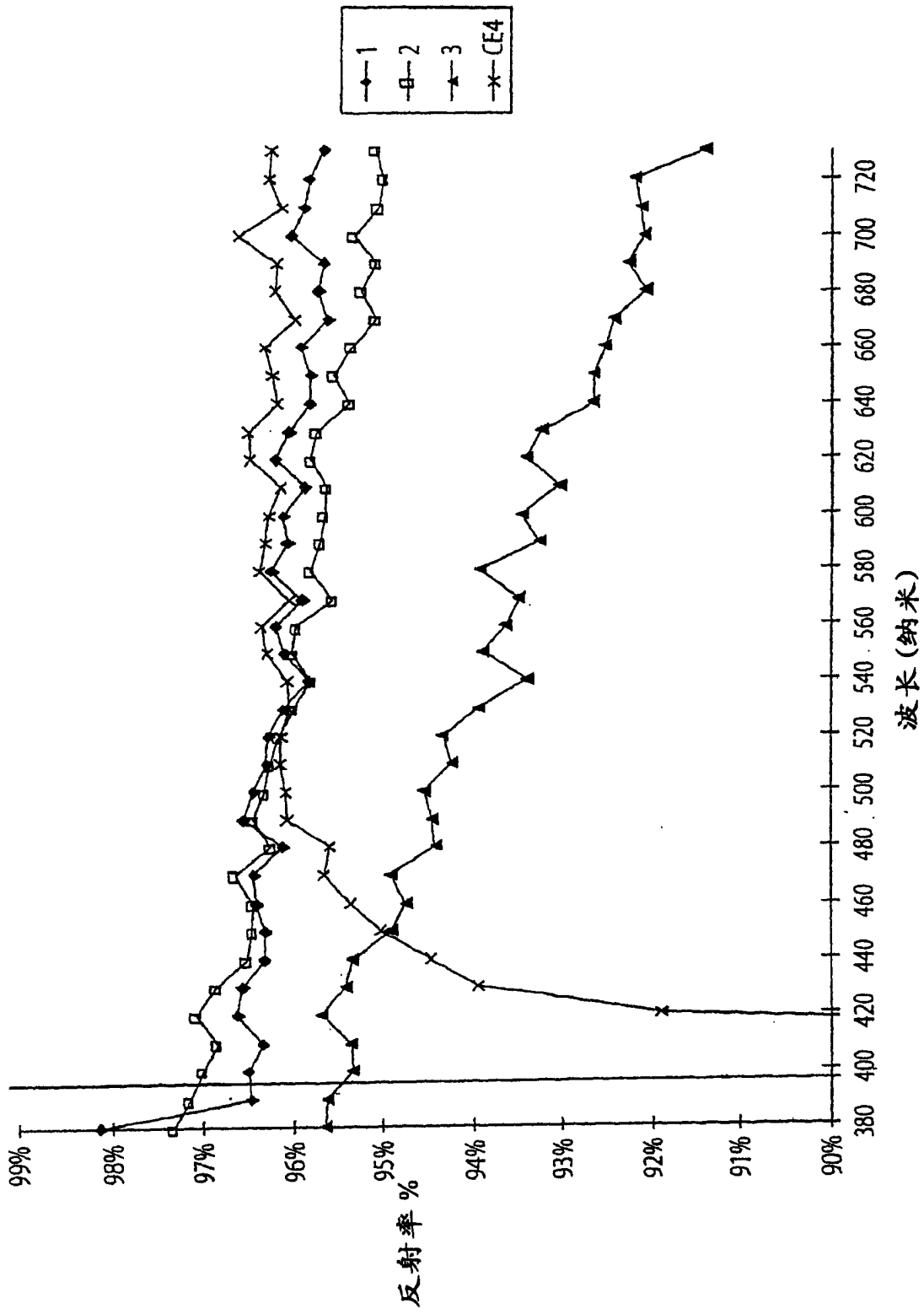


图 1





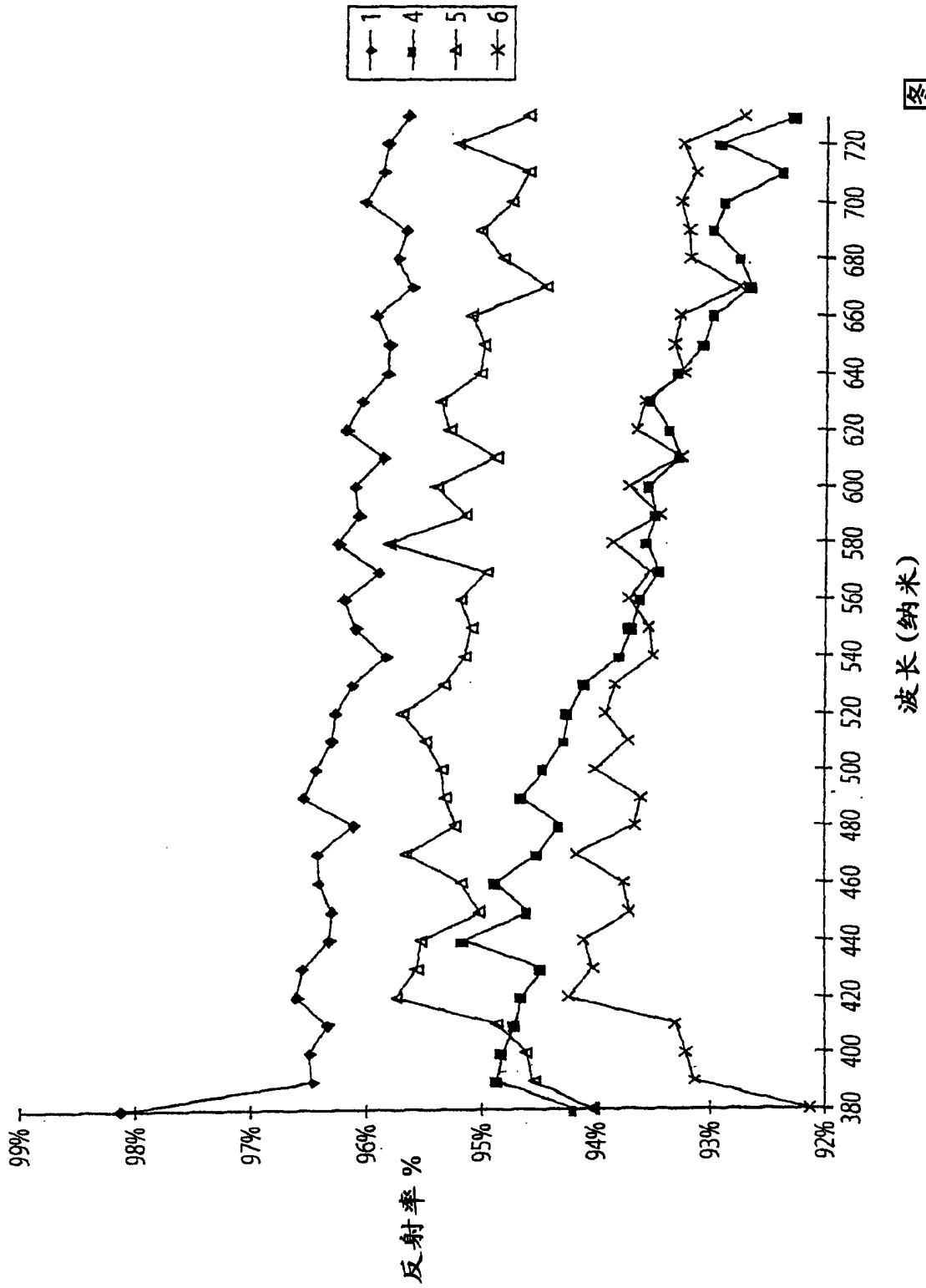
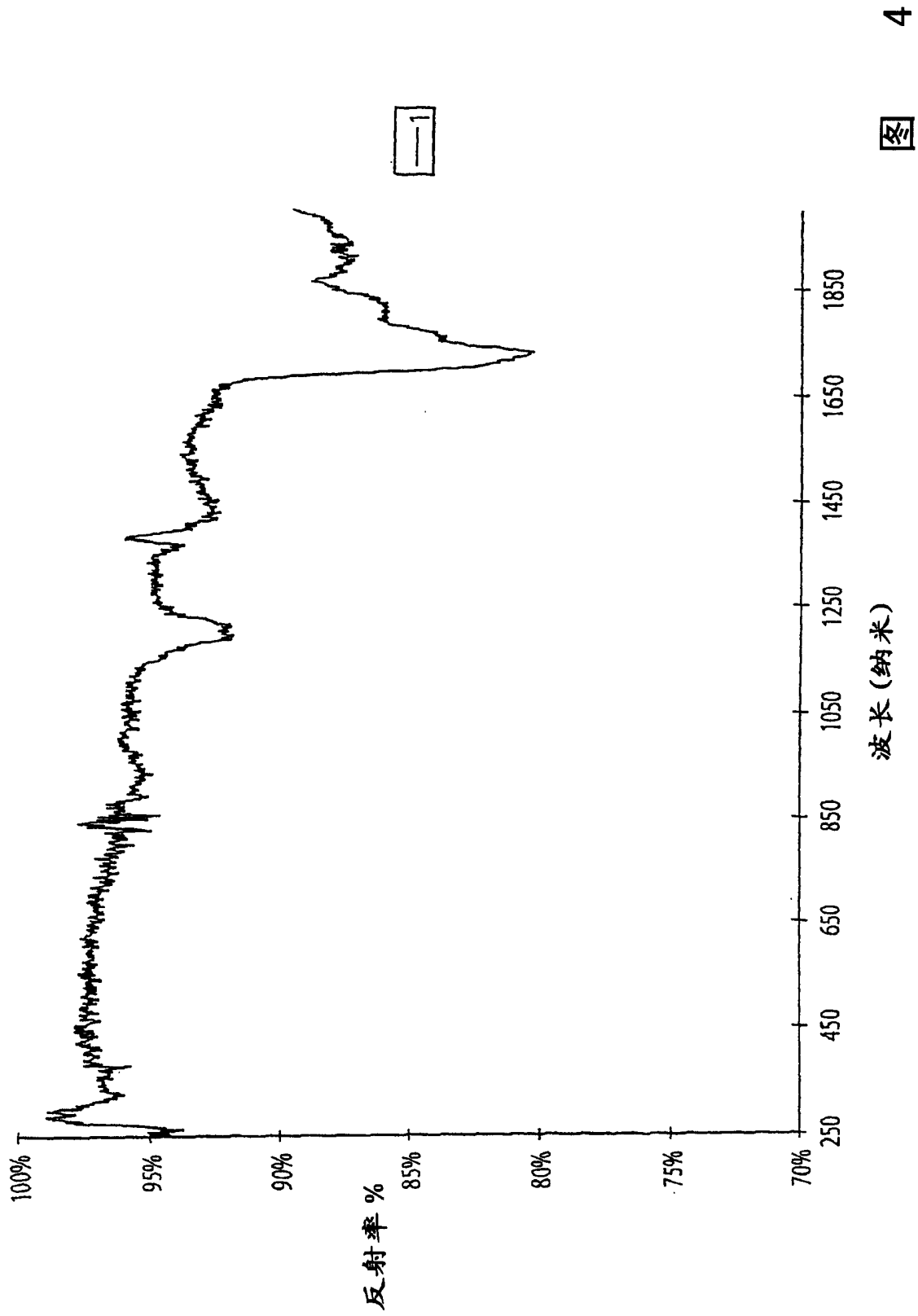


图 3



4

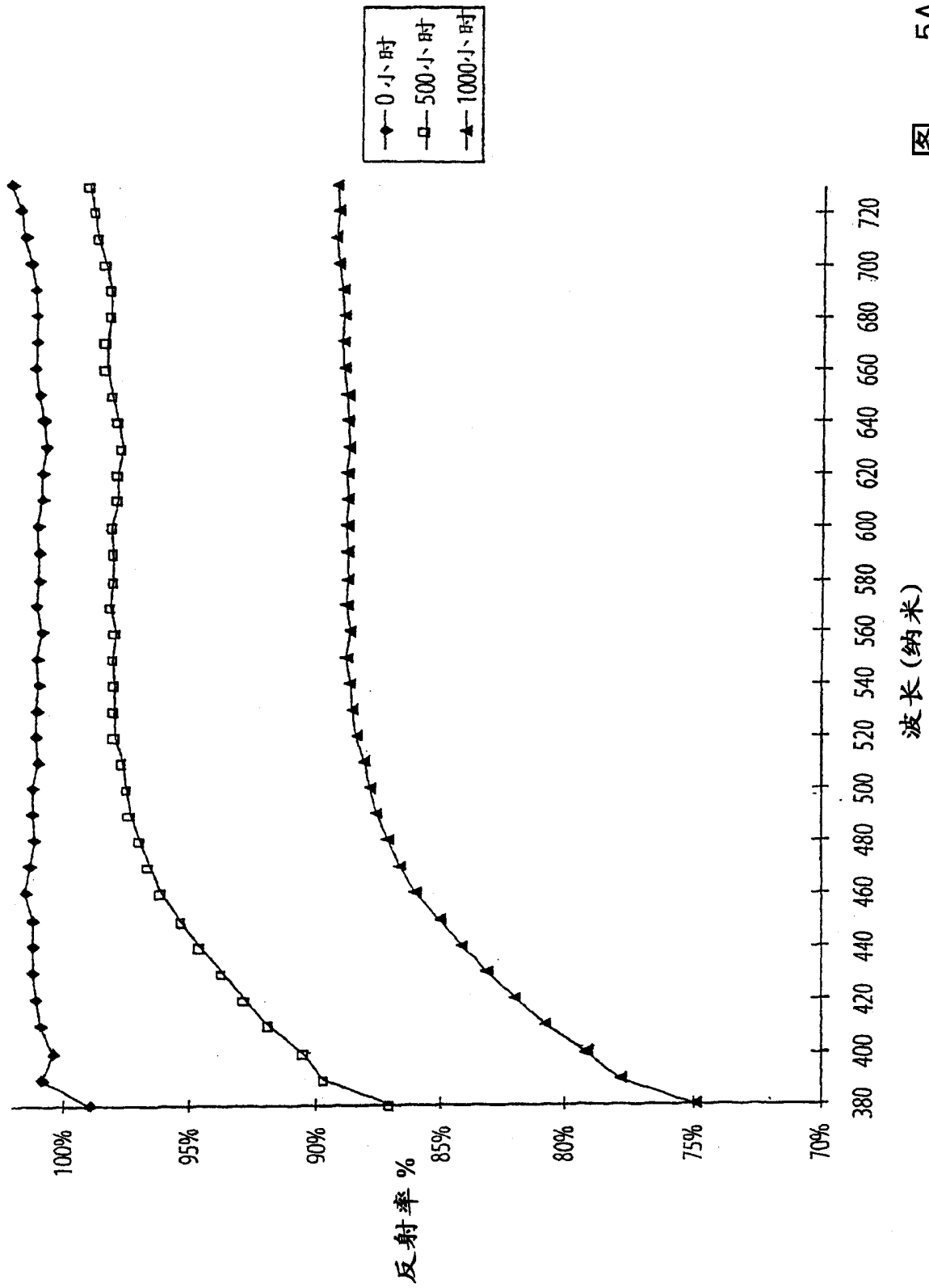
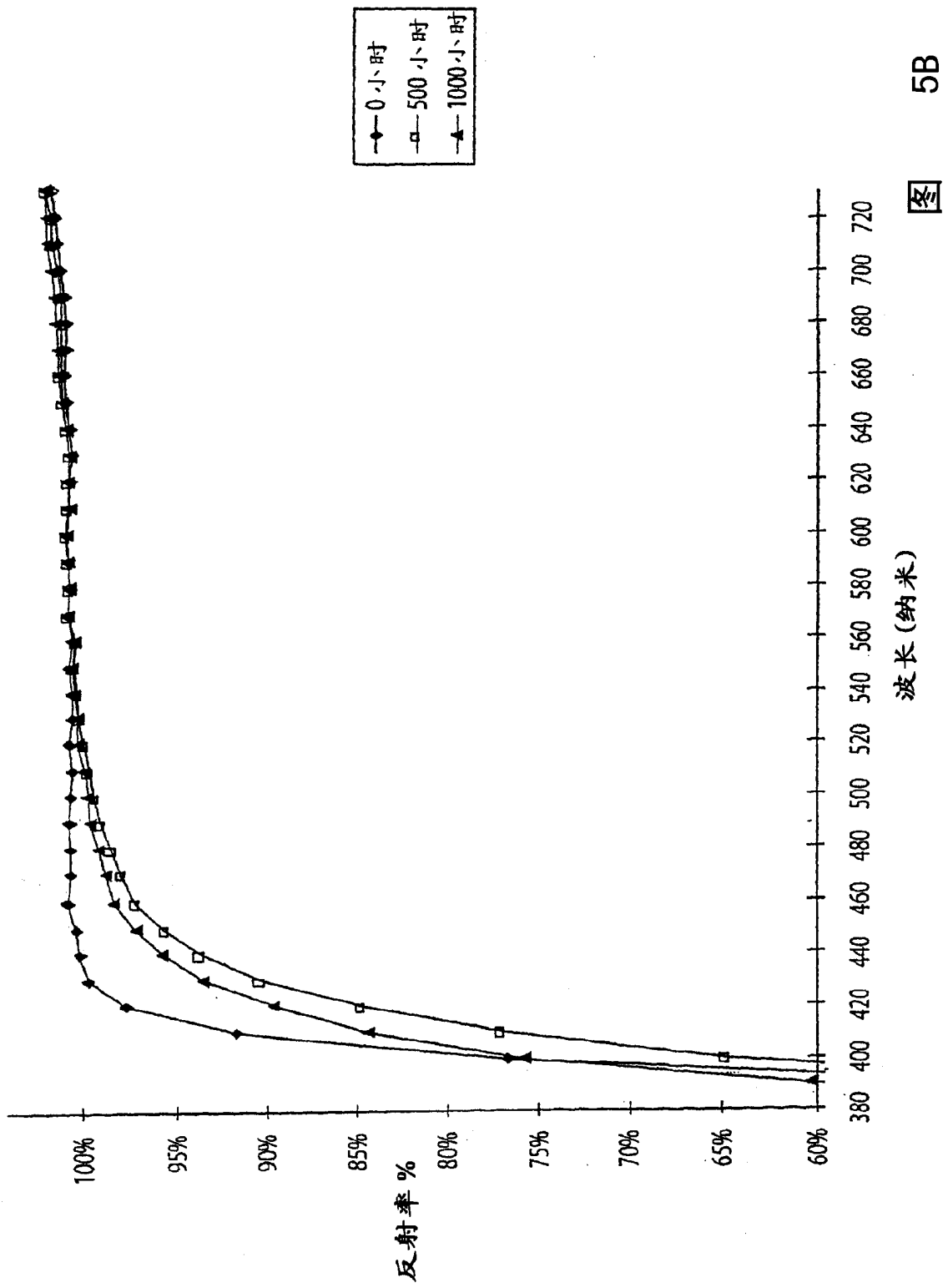


图 5A



5B



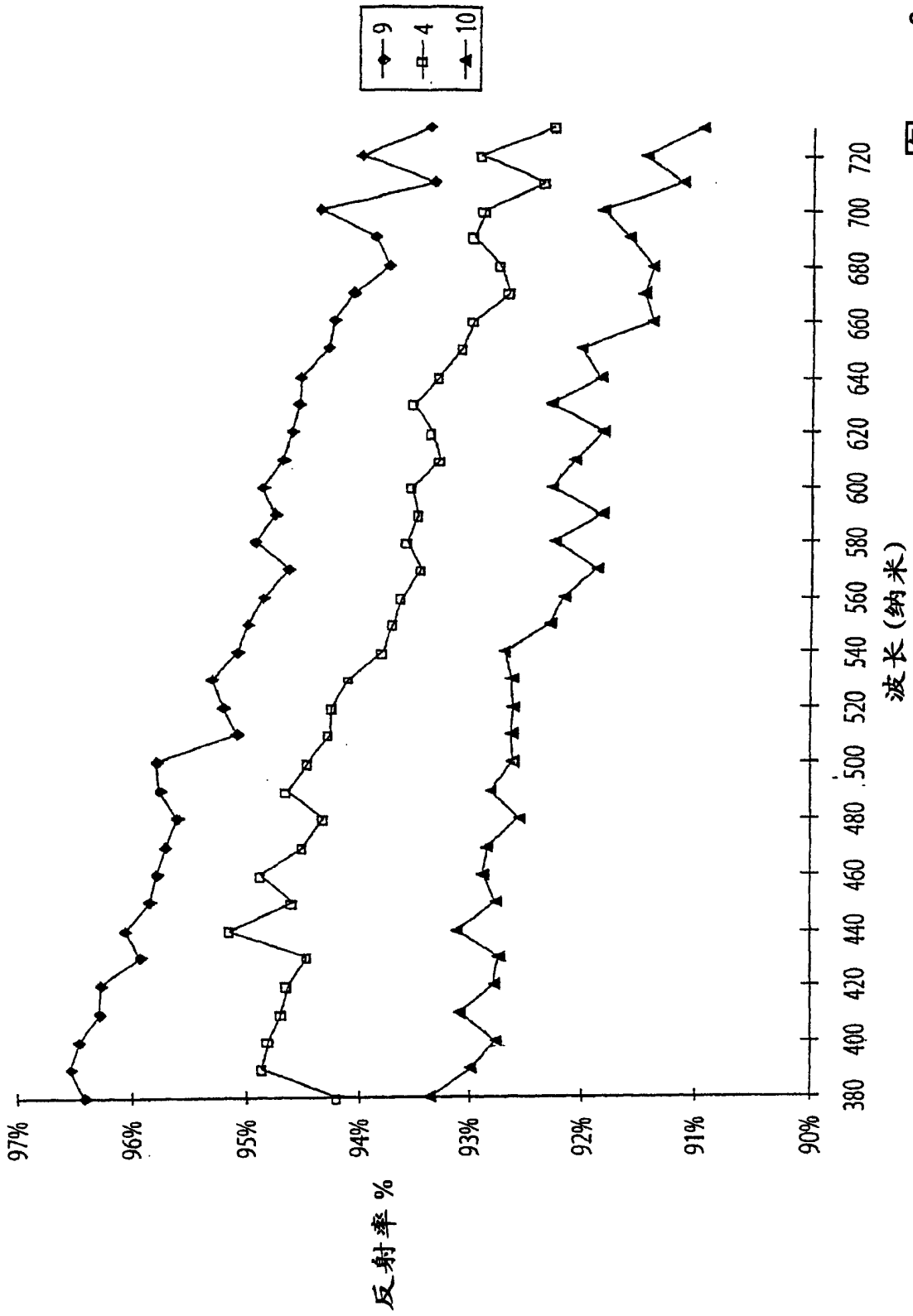


图 6

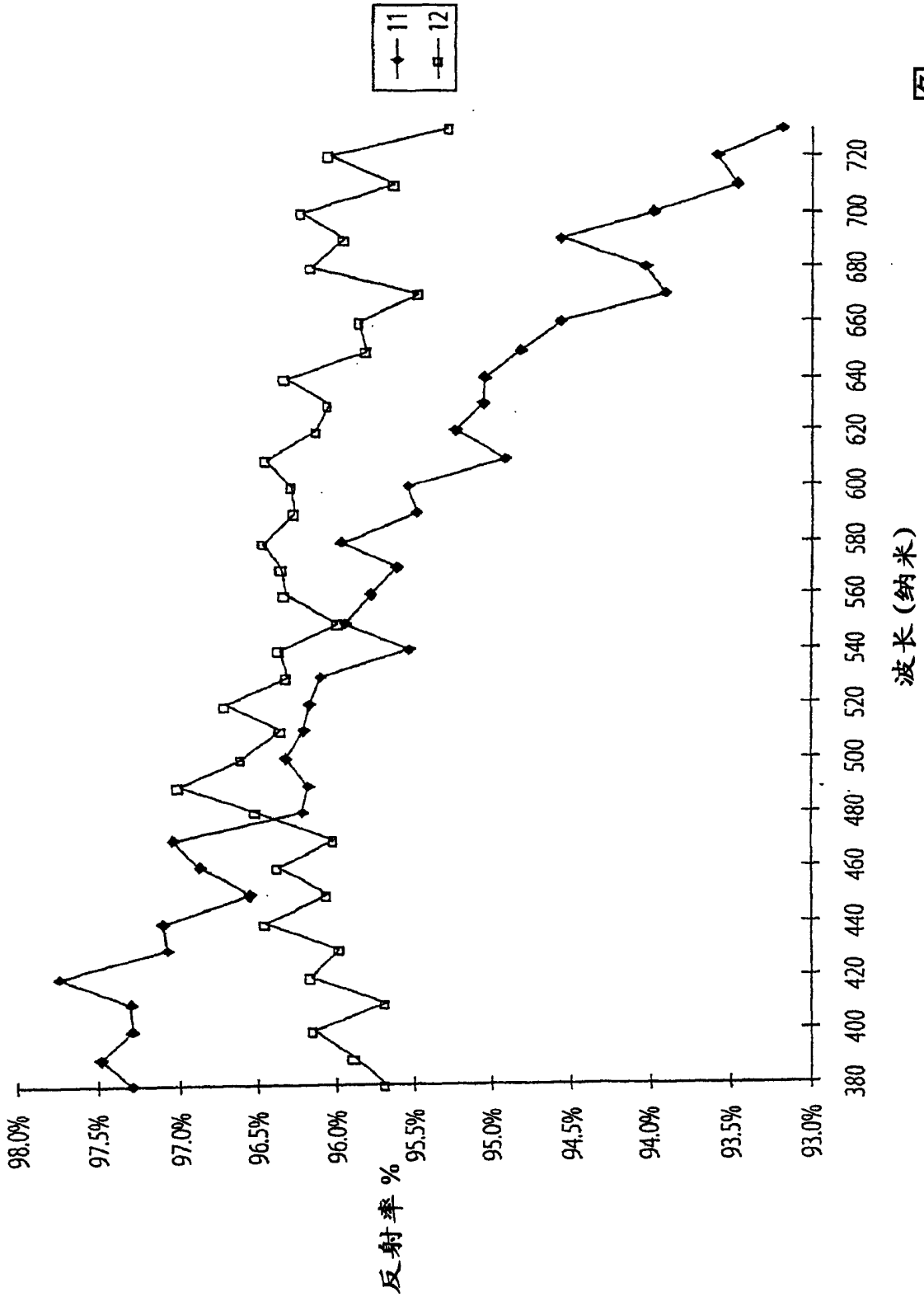
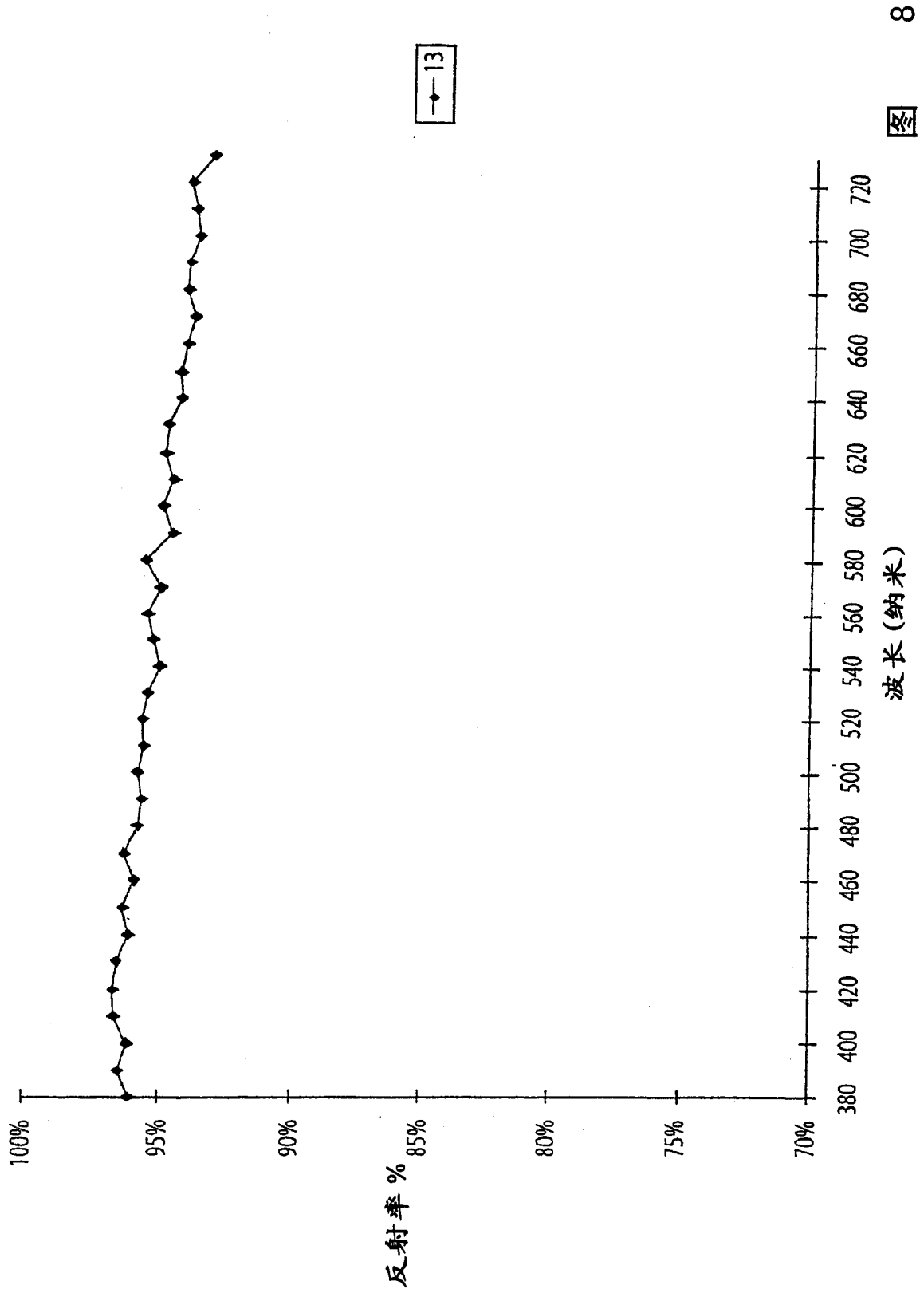


图 7





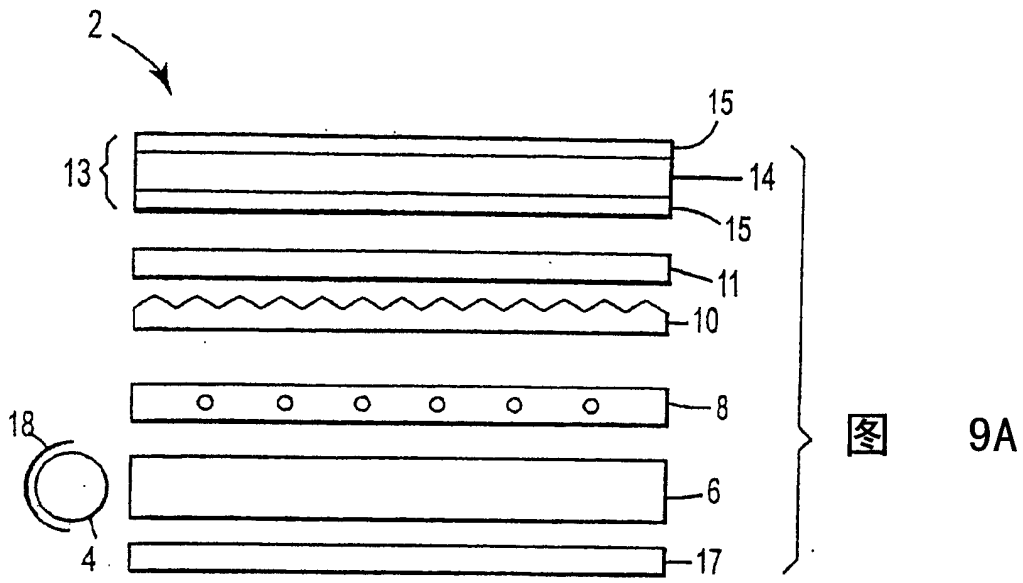


图 9A

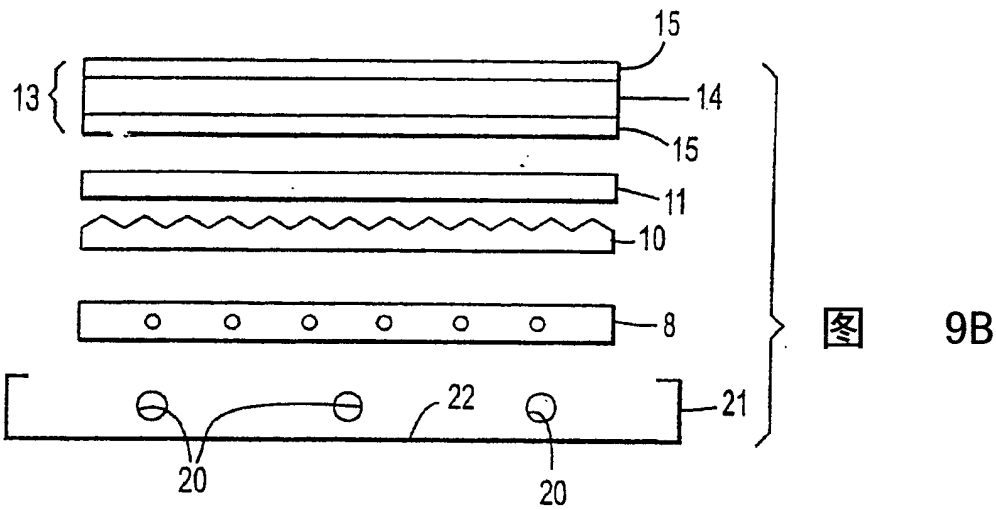


图 9B

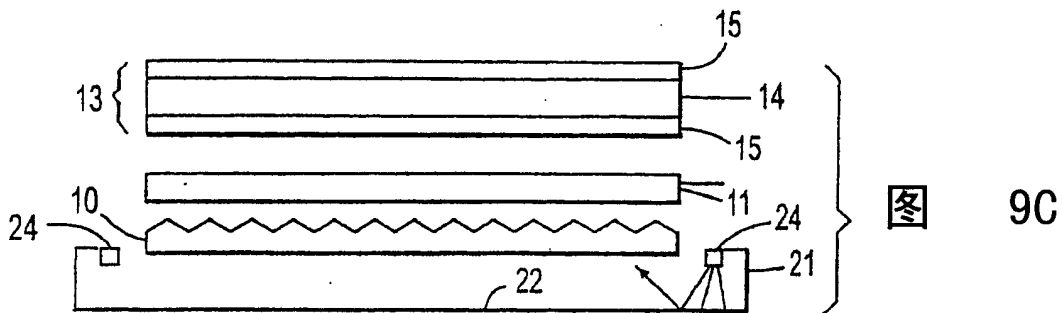


图 9C

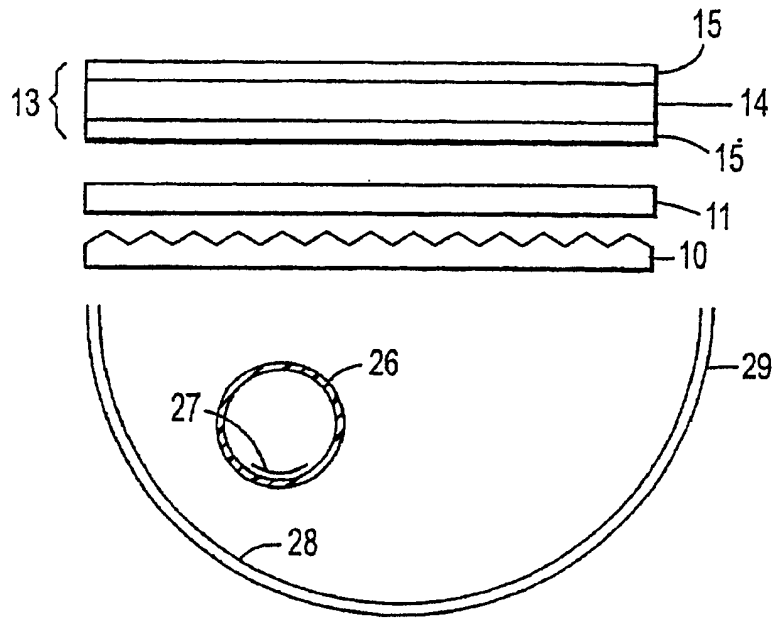


图 9D

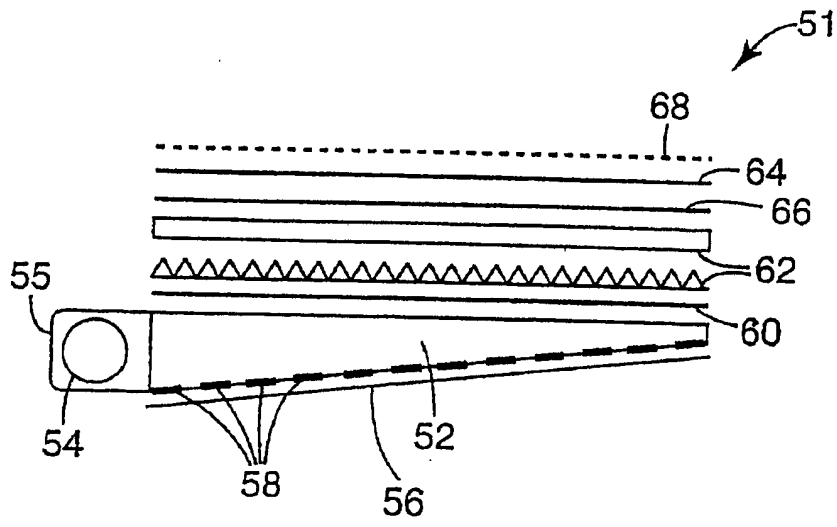


图 9E

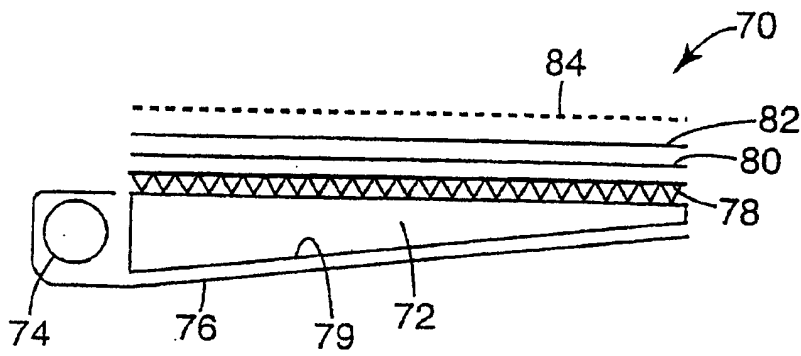


图 9F

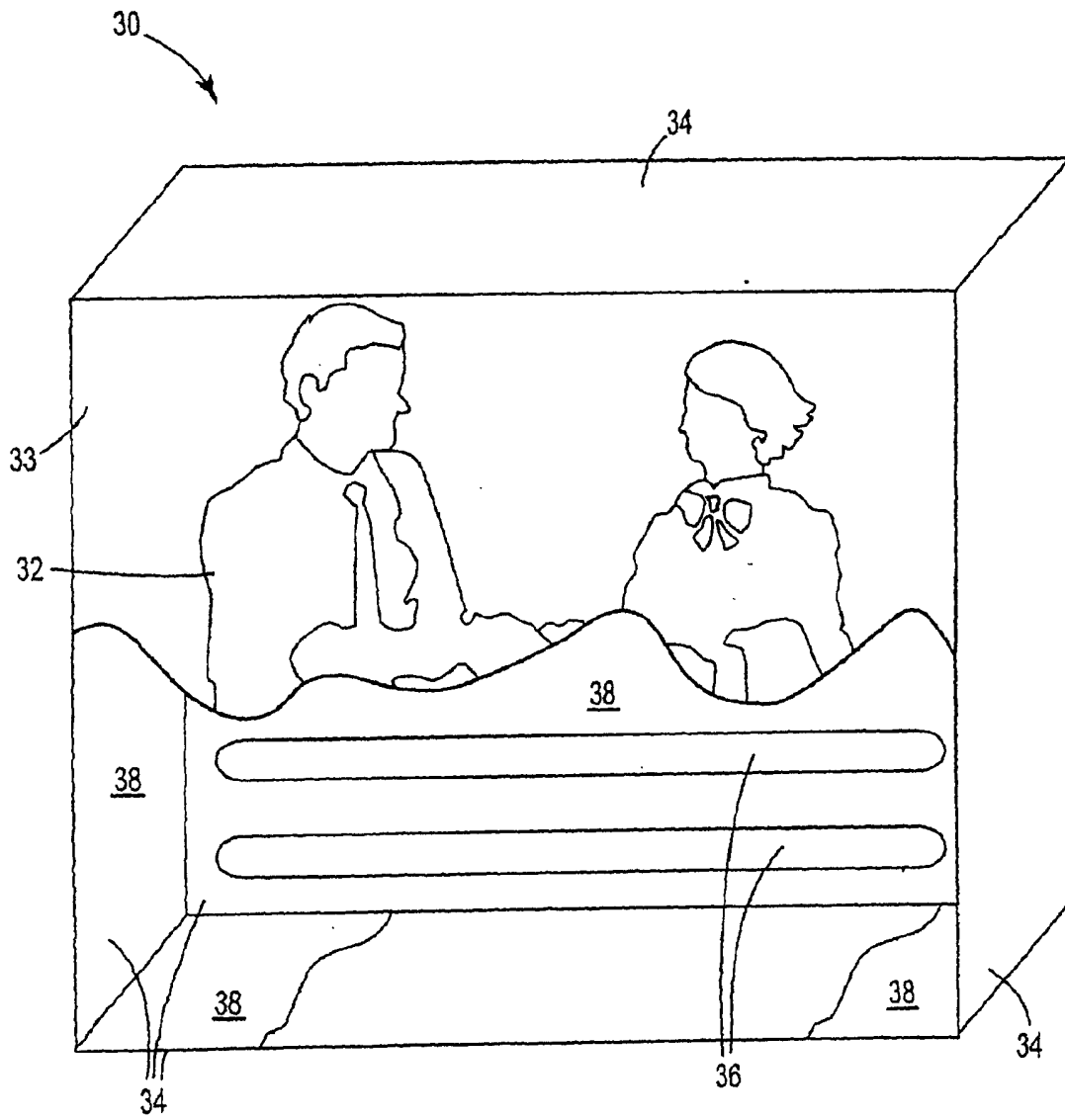


图 10

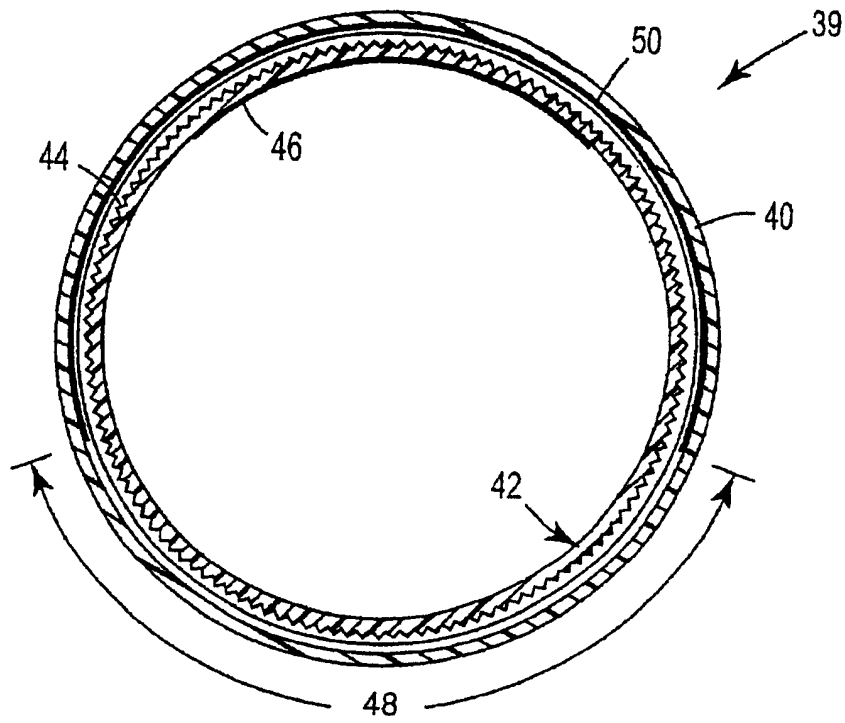


图 11

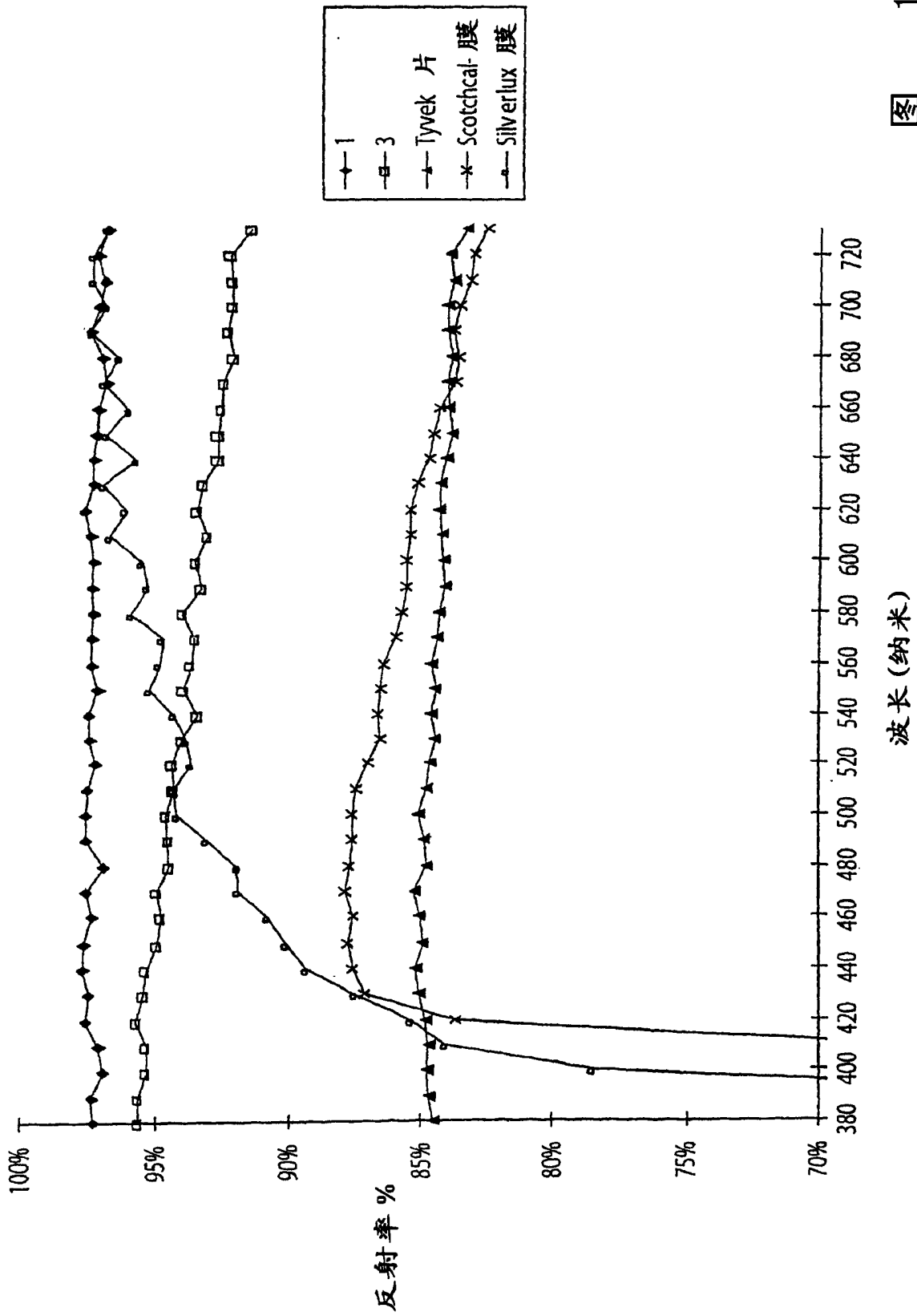


图 12

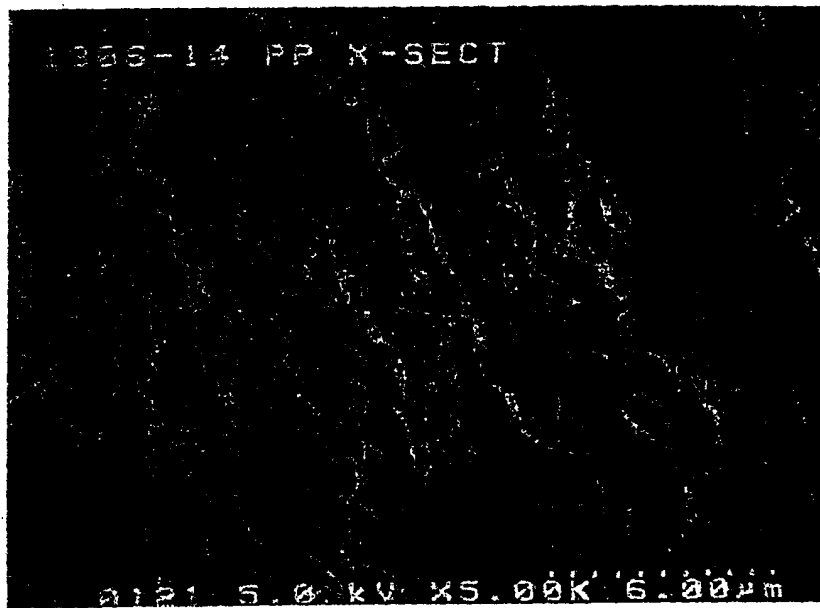


图 13