(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 104260257 A
(43)申请公布日 2015.01.07

(21)申请号 201410482518.3

(22)申请日 2014.09.19

(71)申请人 桂林电器科学研究院有限公司
地址 541004 广西壮族自治区桂林市七星区东城路8号

(72)发明人 任小龙 韩艳霞 唐夏军

(74)专利代理机构 桂林市持衡专利商标事务所有限公司 45107
代理人 欧阳波

(51)Int.Cl.
B29C 41/28(2006.01)
B29C 41/34(2006.01)

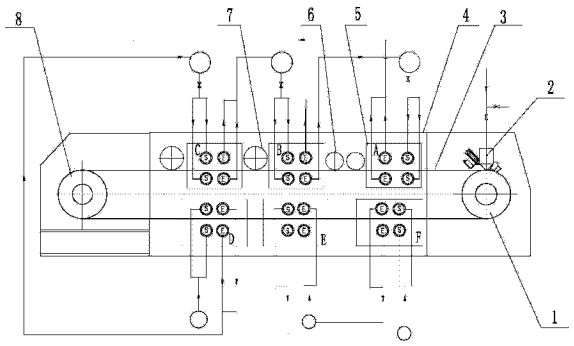
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法和装置

(57)摘要

本发明为改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法和装置，本法对流涎后凝胶状半固化的聚酰胺酸树脂液膜进行一次或多次挤压处理，挤压处理时液膜内溶剂含量为60～300%。本装置在流涎烘箱的预热区和高温区的静压箱之后安装1～10套挤压模具，每两个相邻静压箱之间最多安装一套挤压模具。挤压模具为辊筒式模具或者环带式模具。辊筒式模具的挤压辊筒长度与流涎钢带宽度相同。环带式模具为环绕2个辊筒的挤压钢带，挤压钢带宽度与流涎钢带宽度相同。且流涎钢带和与之最接近的挤压辊筒表面或挤压钢带表面的线速度方向及大小相同，间隙为液膜厚度的90～100%。本发明明显改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性，同时提高后续聚酰亚胺薄膜厚度均匀性和其它指标。



CN 104260257 A

1. 改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法，聚酰胺酸树脂溶液经成型模具流涎得到聚酰胺酸树脂液膜，液膜经过高温处理干燥固化成为具有自支撑性的聚酰胺酸薄膜，其特征在于：

对流涎后凝胶状半固化的聚酰胺酸树脂液膜进行一次或多次挤压处理；挤压处理时聚酰胺酸树脂液膜半固化为凝胶状，液膜内溶剂含量为 60 ～ 300％。

2. 根据权利要求 1 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法，其特征在于：

挤压处理时聚酰胺酸树脂液膜内溶剂含量为 80 ～ 250％。

3. 改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，包括聚酰胺酸树脂溶液成型模具、流涎钢带 (3) 和流涎烘箱 (4)，环形的流涎钢带 (3) 围绕前鼓 (1) 和后鼓 (8) 循环行进，所述成型模具为挤出模头或刮板式流涎嘴，成型模具的唇口正对位于前鼓 (1) 最高处的流涎钢带 (3)，经过成型模具的流涎钢带 (3) 载有聚酰胺酸树脂液膜进入流涎烘箱 (4)，流涎烘箱 (4) 包括上下两层的多个静压箱 (5)，流涎烘箱 (4) 内分为预热区、高温区和冷却区，载有液膜的流涎钢带 (3) 依次经过预热区、高温区和冷却区的各个静压箱 (5)，返回前鼓 (1) 下方，固化后的自支撑聚酰胺酸薄膜从流涎钢带 (3) 上被剥离后进入下一工序，其特征在于：

所述流涎烘箱 (4) 内的预热区和高温区安装 1 ～ 10 套挤压模具。

4. 根据权利要求 3 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述挤压模具处于流涎烘箱 (4) 内预热区和高温区的任一个静压箱 (5) 之后，每两个相邻静压箱 (5) 之间最多安装一套挤压模具。

5. 根据权利要求 3 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述挤压模具为辊筒式模具 (7) 或者环带式模具 (6)；

所述辊筒式模具 (7) 为可转动地安装于流涎机架且垂直于流涎钢带 (3) 行进方向的挤压辊筒，挤压辊筒长度与流涎钢带 (3) 宽度相同，直径为 10 ～ 1000mm，挤压辊筒与驱动机构相连接；且流涎钢带 (3) 和与之最接近的挤压辊筒表面的线速度方向及大小相同；

一套所述环带式模具 (6) 包括 2 个辊筒和一个环绕 2 个辊筒的挤压钢带，挤压钢带宽度与流涎钢带 (3) 宽度相同，辊筒可转动地安装于流涎机架，与流涎钢带 (3) 行进方向垂直，辊筒长度比挤压钢带宽 10 ～ 100mm，两个辊筒直径为 10 ～ 1000mm；

每套环带式模具 (6) 中有一个辊筒与驱动机构相连接，且流涎钢带 (3) 和与之最接近挤压钢带表面的线速度方向及大小相同。

6. 根据权利要求 5 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述辊筒式模具 (7) 的挤压辊筒表面、环带式模具 (6) 的挤压钢带表面均与流涎钢带 (3) 表面的硬度和粗糙度一致。

7. 根据权利要求 6 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述辊筒式模具 (7) 的挤压辊筒表面和环带式模具 (6) 的挤压钢带表面均经过脱模剂涂布处理。

8. 根据权利要求 7 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述脱模剂为亚磷酸三苯酯、硅油、硅脂中的任一种。

9. 根据权利要求 5 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述流涎钢带 (3) 表面和与其最接近的挤压辊筒表面的间隙，或者流涎钢带 (3) 和与之最接近挤压钢带表面的间隙为、到达该挤压模具时的凝胶状半固化聚酰胺酸树脂液膜厚

度的 85 ～ 100％。

10. 根据权利要求 5 所述的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，其特征在于：

所述流涎钢带 (3) 表面和与其最接近的挤压辊筒表面的间隙，或者流涎钢带 (3) 和与之最接近挤压钢带表面的间隙为、到达该挤压模具前时的凝胶状半固化聚酰胺酸树脂液膜厚度的 90 ～ 98％。

改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法和装置

技术领域

[0001] 本发明涉及聚酰亚胺薄膜的制造技术，具体为一种改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法和装置。

背景技术

[0002] 聚酰亚胺薄膜是具有高强度、高韧性、耐磨耗、耐高温、耐腐蚀等优异性能的高分子材料，广泛应用于电工电子行业，特别是在电子行业内更是各种高档电子产品的主要基础绝缘材料。

[0003] 随着下游电子产品轻、薄、短、小及高可靠性设计的发展趋势，市场需求的聚酰亚胺薄膜趋于薄型化，对其厚度均匀性提出了更高的要求。

[0004] 目前聚酰亚胺薄膜制造一般采用溶液缩聚法合成聚酰亚胺前驱体聚酰胺酸树脂溶液，经成型模具流涎得到聚酰胺酸树脂液膜，液膜经过高温处理干燥固化成为具有自支撑性的聚酰胺酸薄膜，再进行亚胺化处理形成聚酰亚胺薄膜。

[0005] 现有的聚酰胺酸溶液涂布到不锈钢环形钢带上后，聚酰胺酸树脂液膜在热风处理下溶剂挥发、固化，挥发过程中，液膜表面各处在流涎烘箱各静压箱中承受的热量和风量分布不均匀，其溶剂挥发和固化就不均匀，导致固化后剥离的自支撑聚酰胺酸薄膜厚度均匀性较差，造成后续产品聚酰亚胺薄膜厚度公差大、色差重等外观质量的影响，同时造成薄膜膜卷外观平整性差。

[0006] 为提高聚酰亚胺薄膜厚度均匀性，并解决由厚度均匀性引起的色差等外观质量问题，现有的方法之一为采用计量泵调节成型模具的树脂溶液流量，计量泵的调节主要是通过调节转速控制流量的恒定，其只能改善聚酰胺酸树脂液膜离开成型模具唇口时纵向厚度的均匀性，无法解决横向厚度的均匀性问题，更无法解决聚酰胺酸树脂固化过程中溶剂挥发不均匀的问题。

[0007] 另一种提高聚酰亚胺薄膜产品厚度均匀性的方法是在线厚度检测反馈成型模具自动调节，测厚仪与液膜成型模具互相协调控制成型模具唇口开度的螺栓，以改进聚酰胺酸树脂液膜纵横向厚度均匀性，但此装置结构复杂，调节繁琐，维护难度大，投入成本较高。而且同样无法解决聚酰胺酸树脂固化过程中溶剂挥发不均匀的问题。

发明内容

[0008] 本发明的目的是设计一种改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法，对流涎后尚未完全固化的聚酰胺酸树脂液膜进行挤压处理，改进聚酰胺酸自支撑薄膜的厚度均匀性，从而进一步改进后续产品聚酰亚胺薄膜的厚度均匀性，减小薄膜色差等，提高薄膜外观质量，并使膜卷表面平整性增加，外观大大改善。

[0009] 本发明的另一目的是设计一种改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，在流涎烘箱内、于钢带流涎液膜的挥发面上安装挤压模具，以对尚未完全固化的聚酰胺酸树脂液膜进行碾压，使固化后的聚酰胺酸薄膜纵横向厚度均匀。

[0010] 本发明设计的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法，聚酰胺酸树脂溶液经成型模具流涎得到聚酰胺酸树脂液膜，液膜经过高温处理干燥固化成为具有自支撑性的聚酰胺酸薄膜，对流涎后凝胶状半固化的聚酰胺酸树脂液膜进行一次或多次挤压处理。挤压处理时聚酰胺酸树脂液膜半固化、为凝胶状，液膜内溶剂含量为 60 ～ 300％，较佳范围为 80 ～ 250％。

[0011] 本发明设计的改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置，包括聚酰胺酸树脂溶液成型模具、流涎钢带和流涎烘箱，环形的流涎钢带围绕前鼓和后鼓循环行进，所述成型模具为挤出模头或刮板式流涎嘴，成型模具的唇口正对位于前鼓最高处的流涎钢带，经过成型模具的流涎钢带载有聚酰胺酸树脂液膜进入流涎烘箱，流涎烘箱包括上下两层的多个静压箱，流涎烘箱内分为预热区、高温区和冷却区，载有聚酰胺酸树脂液膜的流涎钢带依次经过预热区、高温区和冷却区的各个静压箱，返回前鼓下方，固化后的自支撑聚酰胺酸薄膜从流涎钢带上被剥离后进入下一工序，在流涎烘箱的预热区和高温区安装 1 ～ 10 套挤压模具，挤压模具处于流涎烘箱内预热区和高温区的任一个静压箱之后，每两个相邻静压箱之间最多安装一套挤压模具。

[0012] 在流涎烘箱预热区第一个静压箱之后，流涎钢带上的聚酰胺酸树脂液膜的溶剂部分挥发后成为凝胶状的半固化液膜，1 ～ 10 套挤压模具依次对凝胶状的半固化聚酰胺酸树脂液膜进行碾压，使聚酰胺酸树脂液膜纵横向厚度均匀。

[0013] 所述挤压模具为辊筒式模具或者环带式模具。

[0014] 所述辊筒式模具为可转动地安装于流涎机架且垂直于流涎钢带行进方向的挤压辊筒，挤压辊筒长度与流涎钢带宽度相同，直径为 10 ～ 1000mm，挤压辊筒与驱动机构相连接；且流涎钢带和与之最接近的挤压辊筒表面的线速度方向及大小相同。

[0015] 一套所述环带式模具包括 2 个辊筒和一个环绕 2 个辊筒的挤压钢带，挤压钢带宽度与流涎钢带宽度相同，辊筒可转动地安装于流涎机架，与流涎钢带行进方向垂直，辊筒长度比挤压钢带宽 10 ～ 100mm，两个辊筒直径为 10 ～ 1000mm。

[0016] 每套环带式模具中有一个辊筒与驱动机构相连接。且流涎钢带和与之最接近挤压钢带表面的线速度方向及大小相同。

[0017] 辊筒式模具的挤压辊筒表面和环带式模具的挤压钢带表面均经过脱模剂涂布处理，防止聚酰胺酸树脂粘滞。所述脱模剂为亚磷酸三苯酯、硅油、硅脂中的任一种。

[0018] 辊筒式模具的挤压辊筒表面、环带式模具的挤压钢带表面均与流涎钢带表面的硬度和粗糙度一致。

[0019] 流涎钢带表面和与其最接近的挤压辊筒表面的间隙，或者流涎钢带和与之最接近的挤压钢带表面的间隙为、到达该挤压模具时凝胶状半固化聚酰胺酸树脂液膜厚度的 85 ～ 100％，较佳为 90 ～ 98％。

[0020] 当有多个挤压模具时，随着与冷却区距离减小，挤压辊筒表面与流涎钢带表面的最小间隙，或者挤压钢带和与之最接近流涎钢带表面的最小间隙减小。因越接近冷却区，液膜内的溶剂挥发得越多，半固化液膜厚度不断减小。

[0021] 与现有技术相比，本发明改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法和装置的优点为：1、自支撑聚酰胺酸薄膜厚度均匀性明显提高，现有的均匀性仅 10％，本发明处理后均匀性提高到 2％；2、后续聚酰亚胺薄膜产品的厚度均匀性提高、色差减小，提高了表面质量，膜卷

平整性改进；3、由于凝胶状半固化聚酰胺酸树脂液膜经过碾压，后续的聚酰亚胺薄膜产品的物理性能如拉伸强度、伸长率也得到提高；4、结构简单，易于在现有的流涎烘箱内加装；5、无需改变现有聚酰亚胺薄膜生产线的工艺参数，操作方便。

附图说明

[0022] 图 1 为本改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置实施例结构示意图。

[0023] 图中标号为：

[0024] 1、前鼓，2、挤出模头，3、流涎钢带，4、流涎烘箱，5、静压箱，6、环带式模具，7、辊筒式模具，8、后鼓。

具体实施方式

[0025] 本改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置实施例如图 1 所示，包括聚酰胺酸树脂溶液成型模具、流涎钢带 3 和流涎烘箱 4，环形的流涎钢带 3 围绕前鼓 1 和后鼓 8 循环行进，本例成型模具为挤出模头 2，挤出模头 2 的唇口正对位于前鼓 1 最高处的流涎钢带 3，经过挤出模头 2 的流涎钢带 3 载有聚酰胺酸树脂液膜进入流涎烘箱 4，本例流涎烘箱 4 上、下两层各有 3 个静压箱 5，流涎烘箱 4 内分为预热区、高温区和冷却区，从前鼓 1 开始，沿流涎钢带 3 运行方向，如图 1 所示各个静压箱 5 分别称为静压箱 A ～ F。静压箱 A 为预热区静压箱，静压箱 B ～ D 为高温区静压箱，静压箱 E、F 为冷却区静压箱。各静压箱 5 内温度按常规设置，A ～ F 依次为 120℃、145℃、185℃、220℃、160℃、100℃。

[0026] 离开挤出模头 2 后，载有聚酰胺酸树脂液膜的流涎钢带 3 依次经过流涎烘箱 4 内的静压箱 A ～ F，即依次经过预热区、高温区和冷却区，返回前鼓 1 下方，固化后的自支撑聚酰胺酸薄膜从流涎钢带 3 上被剥离后进入下一工序，本例自支撑聚酰胺酸薄膜厚度为 60μm。

[0027] 如图 1 所示本例在静压箱 A 之后、即 A 和 B 之间安装一套环带式模具 6，在静压箱 B 之后、即 B 和 C 之间、静压箱 C 之后各安装一套辊筒式模具 7。

[0028] 本例的环带式模具 6 包括 2 个辊筒和一个环绕 2 个辊筒的挤压钢带，挤压钢带宽度与流涎钢带 3 宽度相同，辊筒可转动地安装于流涎机架，与流涎钢带 3 行进方向垂直，辊筒长度比挤压钢带宽 100mm，本例 2 个辊筒直径相等为 160mm，2 个辊筒中心距为 320mm，其中一个辊筒与驱动机构相连接。且流涎钢带 3 和其上方与之最接近挤压钢带表面的线速度方向及大小相同。流涎钢带 3 和其上方与之最接近挤压钢带间隙为 0.22mm。

[0029] 本例静压箱 B 之后和静压箱 C 之后的辊筒式模具 7 结构相同，为可转动地安装于流涎机架的、与流涎钢带 3 行进方向垂直的挤压辊筒，挤压辊筒长度与流涎钢带 3 宽度相同，直径为 200mm，挤压辊筒与驱动机构相连接；且流涎钢带 3 和其上方与之最接近的挤压辊筒表面的线速度方向及大小相同。静压箱 B 之后的挤压辊筒最低点与其下方的流涎钢带 3 的间隙为 0.18mm；静压箱 C 之后的挤压辊筒最低点与其下方的流涎钢带 3 的间隙为 0.12mm。

[0030] 本例静压箱 A 之后的环带式模具 6 的挤压钢带表面和静压箱 B、C 之后、的辊筒式模具 7 的挤压辊筒表面均与流涎钢带 3 表面的硬度和粗糙度一致，且均经过脱模剂亚磷酸三苯酯涂布处理。

[0031] 采用本改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的装置实施例即可实施本改进聚酰胺酸薄膜厚度均匀性的方法。聚酰胺酸树脂溶液，经挤出模头 2 流涎得到聚酰胺酸树脂液膜，载有聚酰胺酸树脂液膜的流涎钢带 3 进入流涎烘箱 4 内的静压箱 A，在预热温度下，液膜内溶剂含量迅速从 400％下降，液膜离开静压箱 A 时溶剂含量为 240％，聚酰胺酸树脂液膜已部分固化、成为凝胶状，此时环带式模具 6 对聚酰胺酸树脂液膜的挤压不会破坏液膜，只会使其表面平整，厚度均匀。

[0032] 载有聚酰胺酸树脂液膜的流涎钢带 3 继续进入静压箱 B、C，在高温下，聚酰胺酸树脂液膜内溶剂含量继续下降，离开静压箱 B 时溶剂含量为 180％，离开静压箱 C 时溶剂含量为 100％，但聚酰胺酸树脂液膜只是部分固化，在辊筒式模具 7 的挤压下，其表面成型可更平整。

[0033] 本例对流涎后半固化的聚酰胺酸树脂液膜进行三次挤压处理。三次挤压处理时聚酰胺酸树脂液膜为半固化凝胶状，液膜内溶剂含量分别为 240％、180％和 100％。液膜经过流涎烘箱 4 的高温处理干燥固化成为具有自支撑性的聚酰胺酸薄膜，剥离后自支撑聚酰胺酸薄膜厚度为 60μm，再经纵横向拉伸后高温亚胺化、定型处理收卷制得聚酰亚胺薄膜产品厚度为 25μm。

[0034] 对比例采用与本实施例相同的聚酰亚胺薄膜生产线工艺参数，只是没有进行聚酰胺酸树脂液膜的挤压处理。对比例和本实施例所得的聚酰胺酸薄膜和后续产品聚酰亚胺薄膜的物理、化学等性能比较如表 1 所示：

[0035] 表 1 对比例和本实施例所得的聚酰胺酸薄膜和后续产品聚酰亚胺薄膜性能比较表

[0036]

	性能指标	实施例	对比例
聚酰胺酸薄膜	厚度(μm)	60	60
	溶剂含量（%）	32	32
	亚胺化率（%）	42	34
	厚度均匀性（%）	2.0	11.0
聚酰亚胺薄膜	厚度(μm)	25	25
	厚度均匀性（%）	2.0	10.0
	吸水率（%）	1.5	2.9
	产品色差(ΔE 值)	0.16	0.45
	拉伸强度（MPa）	212	185
	伸长率（%）	98	86

[0037] 由表 1 可明显看到，本实施例所得的聚酰胺酸薄膜和对比例相比较，厚度均匀性显著提高，亚胺化率有一定提高；后续所得聚酰亚胺薄膜产品和对比例相比较，厚度均匀性显著提高，色差大大降低，同时拉伸强度、伸长率及吸水率等物理、化学性能也有一定的改

进。

[0038] 上述实施例，仅为对本发明的目的、技术方案和有益效果进一步详细说明的具体个例，本发明并非限定于此。凡在本发明的公开的范围之内所做的任何修改、等同替换、改进等，均包含在本发明的保护范围之内。

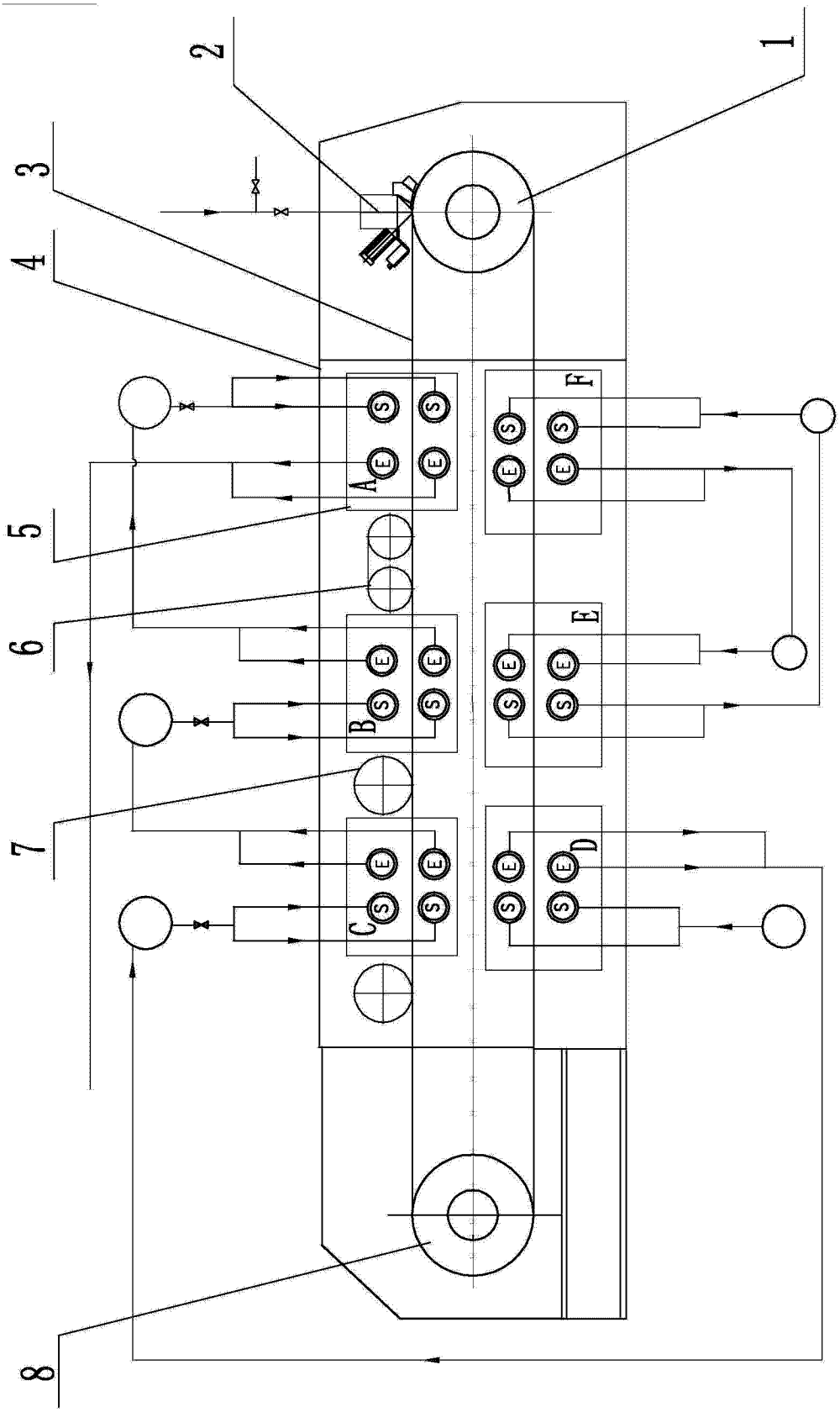


图 1