



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108064202 B

(45) 授权公告日 2020.09.25

(21) 申请号 201680032120.7

艾伯特·I·埃费拉茨

(22) 申请日 2016.06.01

贝尔马·埃尔多安-奥格

(65) 同一申请的已公布的文献号

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理
有限公司 11112

申请公布号 CN 108064202 A

代理人 樊晓煥 金小芳

(43) 申请公布日 2018.05.22

(51) Int.CI.

(30) 优先权数据

B32B 7/00 (2019.01)

62/170,469 2015.06.03 US

B32B 7/12 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

B32B 27/30 (2006.01)

2017.12.01

C09D 4/00 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

C09J 4/00 (2006.01)

PCT/US2016/035143 2016.06.01

C09J 7/10 (2018.01)

(87) PCT国际申请的公布数据

(56) 对比文件

W02016/196541 EN 2016.12.08

WO 2014091863 A1, 2014.06.19

(73) 专利权人 3M创新有限公司

WO 2015053304 A1, 2015.04.16

地址 美国明尼苏达州

CN 103370387 A, 2013.10.23

(72) 发明人 罗斯·E·贝林 杰森·D·克拉珀

审查员 彭浩

权利要求书2页 说明书14页

(54) 发明名称

基于丙烯酸的柔性组件层

(57) 摘要

本发明为用于柔性装置的组件层。该组件层来源于包含在烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯和自由基生成引发剂的前体。在介于-30℃至90℃之间的温度范围内,该组件层在1Hz的频率下的剪切储能模量不超过2MPa,在施加介于50kPa和500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量(J)为至少 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的1分钟内在5kPa至500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少50%。在优选的实施方案中,该柔性装置为柔性电子显示器。

B

CN 108064202

1. 一种用于柔性装置的组件层,其中所述组件层来源于前体,所述前体包含:

(甲基)丙烯酸烷基酯,所述(甲基)丙烯酸烷基酯在烷基基团中具有1至24个碳原子;以及

自由基生成引发剂;

其中在介于-30℃至90℃之间的温度范围内,所述组件层在1Hz的频率下的剪切储能模量不超过2MPa,在施加介于50kPa和500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量为至少 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的1分钟内在5kPa至500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少50%。

2. 根据权利要求1所述的组件层,其中所述组件层为光学透明的。

3. 根据权利要求1所述的组件层,其中所述柔性装置为柔性电子显示器。

4. 根据权利要求1所述的组件层,其中所述组件层包含在介于60重量%和95重量%之间的在所述烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯。

5. 根据权利要求1所述的组件层,其中所述组件层具有高达10℃的玻璃化转变温度。

6. 根据权利要求1所述的组件层,其中所述组件层还包含极性可共聚单体。

7. 根据权利要求1所述的组件层,所述组件层还包含增粘剂、分子量控制剂、增塑剂、稳定剂、交联剂和偶联剂中的至少一种。

8. 一种层合物,所述层合物包括:

第一柔性基板;

第二柔性基板;以及

组件层,所述组件层配置于所述第一柔性基板和所述第二柔性基板之间并与所述第一柔性基板和所述第二柔性基板接触,其中所述组件层来源于前体,所述前体包含:

(甲基)丙烯酸烷基酯,所述(甲基)丙烯酸烷基酯在烷基基团中具有1至24个碳原子;以及

自由基生成引发剂;

其中在介于-30℃至90℃之间的温度范围内,所述组件层在1Hz的频率下的剪切储能模量不超过2MPa,在施加介于50kPa和500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量为至少 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的1分钟内在5kPa至500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少50%。

9. 根据权利要求8所述的层合物,其中所述组件层为光学透明的。

10. 根据权利要求8所述的层合物,其中所述第一柔性基板和所述第二柔性基板中的至少一者为光学透明的。

11. 根据权利要求8所述的层合物,其中所述组件层包含在介于60重量%和95重量%之间的在所述烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯。

12. 根据权利要求8所述的层合物,其中所述组件层还包含极性可共聚单体。

13. 根据权利要求8所述的层合物,其中所述组件层具有高达10℃的玻璃化转变温度。

14. 根据权利要求8所述的层合物,其中当将所述层合物在室温下置于迫使曲率半径小于15mm的通道内24小时的时间段内时,所述层合物不表现出失效。

15. 根据权利要求14所述的层合物,其中在室温下24小时的时间段后,从所述通道中移除后,所述层合物返回至至少130度的夹角。

16. 根据权利要求8所述的层合物,其中当所述层合物在室温下进行曲率半径小于15mm的10,000次折叠循环的动态折叠测试时,所述层合物不表现出失效。

17. 一种粘附第一基板和第二基板的方法,其中所述第一基板和所述第二基板均是柔性的,所述方法包括:

将组件层配置于所述第一柔性基板和所述第二柔性基板之间以形成层合物,其中所述组件层来源于前体,所述前体包含:

(甲基)丙烯酸烷基酯,所述(甲基)丙烯酸烷基酯在烷基基团中具有1至24个碳原子;以及

自由基生成引发剂;

其中在介于-30℃至90℃之间的温度范围内,所述组件层在1Hz的频率下的剪切储能模量不超过2MPa,在施加介于50kPa和500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量为至少 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的1分钟内在5kPa至500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少50%;以及

施加压力和热中的至少一种以形成层合物。

18. 根据权利要求17所述的方法,其中所述组件层为光学透明的。

19. 根据权利要求17所述的方法,其中当将所述层合物在室温下置于迫使曲率半径小于15mm的通道内24小时的时间段内时,所述层合物不表现出失效。

20. 根据权利要求19所述的方法,其中在室温下24小时的时间段后,从所述通道中移除后,所述层合物返回至至少130度的夹角。

21. 根据权利要求17所述的方法,其中当所述层合物在室温下进行曲率半径小于15mm的大于10,000次折叠循环的动态折叠测试时,所述层合物不表现出失效。

基于丙烯酸的柔性组件层

技术领域

[0001] 本发明整体涉及柔性组件层领域。具体地，本发明涉及一种基于丙烯酸的柔性组件层。

背景技术

[0002] 目前压敏粘合剂在工业中的常见应用是制造各种显示器，诸如计算机监视器、电视机、移动电话和(在汽车、器具、可佩戴物、电子设备等中的)小型显示器。柔性电子显示器(其中显示器可自由地弯曲而不会破裂或断裂)是用于使用例如柔性塑料基板制作电子装置的迅速新兴的技术领域。该技术允许将电子功能整合到非平面物体中、符合期望的设计以及在使用期间的柔性，这可产生大批新的应用。

[0003] 随着柔性电子显示器的出现，对粘合剂，并且特别是对光学透明的粘合剂(OCA)的需求日益增加，以用作电子显示器组件的外部覆盖透镜或片(基于玻璃、PET、PC、PMMA、聚酰亚胺、PEN、环烯烃共聚物等)与下面的显示模块之间的组件层或间隙填充层。OCA的存在通过增加亮度和对比度来改善显示器的性能，同时还为组件提供结构支撑。在柔性组件中，OCA还将用于组件层，除典型的OCA功能之外，其还可吸收大部分折叠引起的应力，以防止损坏显示面板的易碎部件并且保护电子部件在折叠应力下免于断裂。OCA层还可用于将中性弯曲轴配置并且保留在显示器的易碎部件处或至少在其附近，诸如例如有机发光显示器(OLED)的阻挡层、驱动电极或薄膜晶体管。

[0004] 如果在显示器的观察区域或光伏组件的光活性区域的外部使用，则柔性组件层不必要为光学透明的。实际上，此类材料还可用作例如组件周边处的密封剂，以允许基板的移动，同时保持足够的粘附性以密封装置。

[0005] 典型的OCA本质上是粘弹性的，并且意在在一定范围的环境暴露条件和高频负载下提供耐久性。在此类情况下，保持高水平的粘附性的和粘弹性的一些平衡，以实现良好的压敏行为并且在OCA中结合阻尼特性。然而，这些特性不完全足以实现可折叠的或耐久的显示器。

[0006] 由于柔性显示器组件的显著不同的力学要求，需要开发新型粘合剂以应用于该新技术领域。连同常规性能属性，诸如光学透明度、粘附性和耐久性一起，这些OCA需要满足一组新的具有挑战性的要求，诸如弯曲性和可恢复性但不具有缺陷和分层。

发明内容

[0007] 在一个实施方案中，本发明为用于柔性装置的组件层。该组件层来源于包含在烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯和自由基生成引发剂的前体。在介于约-30°C至约90°C之间的温度范围内，该组件层在1Hz频率下的剪切储能模量不超过约2MPa，在施加介于约50kPa和约500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量(J)为至少约 6×10^{-6} 1/Pa，以及在去除所施加的剪切应力后的约1分钟内在约5kPa至约500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少约50%。

[0008] 在另一个实施方案中,本发明为层合物,该层合物包括第一基板、第二基板和配置于第一基板和第二基板之间并与第一基板和第二基板接触的组件层。组件层来源于包含在烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯和自由基生成引发剂的前体。在介于约-30℃至约90℃之间的温度范围内,该组件层在1Hz频率下的剪切储能模量不超过约2MPa,在施加介于约50kPa和约500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量(J)为至少约 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的约1分钟内在约5kPa至约500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少约50%。

[0009] 在另一个实施方案中,本发明为粘附第一基板和第二基板的方法,其中第一基板和第二基板均是柔性的。该方法包括将组件层配置于第一基板和第二基板之间并且施加压力和/或热以形成层合物。该组件层来源于包含在烷基基团中具有1至24个碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯和自由基生成引发剂的前体。在介于约-30℃至约90℃之间的温度范围内,该组件层在1Hz频率下的剪切储能模量不超过约2MPa,在施加介于约50kPa和约500kPa之间的剪切应力5秒时测量的剪切蠕变柔量(J)为至少约 6×10^{-6} 1/Pa,以及在去除所施加的剪切应力后的约1分钟内在约5kPa至约500kPa范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处的应变恢复为至少约50%。

具体实施方式

[0010] 本发明为可用于例如柔性装置诸如电子显示器、柔性光伏电池或太阳能电池板以及可佩戴电子器件中的基于丙烯酸的组件层。如本文所用,术语“组件层”是指具有以下特性的层:(1)到至少两个柔性基板的粘附性和(2)在反复挠曲期间保持在粘附体上以通过耐久性测试的足够的能力。如本文所用,“柔性装置”被定义为可发生弯曲半径低至200mm、100mm、50mm、20mm、10mm、5mm或甚至小于2mm的反复挠曲或卷起动作的装置。基于丙烯酸的组件层是柔软的,主要是弹性的,对塑料膜或其它柔性基板如玻璃具有良好的粘附性,并且对于剪切负载具有高耐受性。此外,基于丙烯酸的组件层具有相对低的模量、适度应力下的高百分比柔量、低玻璃化转变温度、在折叠期间产生最小峰值应力以及在施加和去除应力后的良好应变恢复,使得其由于其承受反复折叠和展开的能力而适用于柔性组件。在反复挠曲或卷起多层构造下,粘合剂层上的剪切负载变得非常显著,并且任何形式的应力不仅可导致力学缺陷(分层、一个或多个层的屈曲、粘合剂中的气穴气泡等)还可导致光学缺陷或Mura。不同于特征主要是粘弹性的传统粘合剂,本发明的基于丙烯酸的组件层在使用条件下主要是弹性的,但是保持了足够的粘附性以通过一定范围的耐久性要求。在一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层为光学透明的并且表现出低雾度、高可见光透明度、抗白化行为和环境耐久性。

[0011] 本发明的基于丙烯酸的组件层由选择的丙烯酸类的单体组合物制备并以不同水平交联以提供一定范围的弹性特性,同时仍大体满足所有的光学透明的要求。例如,可获得在折叠半径低至5mm或更小的层合物内使用的基于丙烯酸的组件层,而不会导致层合物分层或屈曲或粘合剂鼓泡。在一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层组合物来源于前体,所述前体包含在烷基基团中具有介于约1至约24个之间的碳原子的至少一个(甲基)丙烯酸烷基酯和自由基生成引发剂的前体。

[0012] 合适的丙烯酸烷基酯(即,丙烯酸烷基酯单体)的示例包括但不限于非叔烷基醇的

直链或支链的单官能丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯,其中烷基基团具有1至24个碳原子。合适的单体的示例包括但不限于:(甲基)丙烯酸2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸甲酯、(甲基)丙烯酸正丙酯、(甲基)丙烯酸异丙酯、(甲基)丙烯酸戊酯、(甲基)丙烯酸正辛酯、(甲基)丙烯酸异辛酯、(甲基)丙烯酸异壬酯、(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸异丁酯、(甲基)丙烯酸己酯、(甲基)丙烯酸正壬酯、(甲基)丙烯酸异戊酯、(甲基)丙烯酸正癸酯、(甲基)丙烯酸异癸酯、(甲基)丙烯酸十二烷酯、(甲基)丙烯酸异冰片酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸苯酯、(甲基)丙烯酸苄酯、丙烯酸异十八酯和(甲基)丙烯酸2-甲基丁酯以及它们的组合。其它合适的单体包括支链的长链丙烯酸酯,诸如在美国专利8,137,807中所述的那些,其以引用方式并入本文。另外的合适的烷基单体包括仲烷基丙烯酸酯,诸如在美国专利申请公布号2013/0260149中所述的那些,其以引用方式并入本文。在一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层仅包括具有任选的乙烯基酯或苯乙烯类单体的(甲基)丙烯酸烷基酯单体。在此类情况下,组合物的模量和玻璃化转变温度(Tg)可通过选择低Tg产生单体和高Tg产生单体的组合来调节。在另一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层包含介于约60重量份至约99重量份之间,具体地介于约65重量份和约95重量份之间,并且更具体地介于约70重量份和约95重量份之间的在烷基基团中具有介于约1至约24个之间的碳原子的(甲基)丙烯酸烷基酯。

[0013] 在一些实施方案中,前体组合物包含极性可共聚单体。合适的极性可共聚单体的示例包括但不限于:丙烯酸(AA)、甲基丙烯酸、衣康酸、富马酸、甲基丙烯酰胺、N-烷基取代和N,N-二烷基取代的丙烯酰胺或甲基丙烯酰胺(其中烷基基团具有高达3个碳)和N-乙烯基内酰胺。合适的单体的示例包括但不限于:(甲基)丙烯酰胺、N-吗啉代(甲基)丙烯酸酯、N-乙烯基吡咯烷酮和N-乙烯基己内酰胺。其它合适的极性单体可包括含羟基单体诸如(甲基)丙烯酸2-羟基乙酯和(甲基)丙烯酸2-羟基-丙酯、(甲基)丙烯酸4-羟基丁酯,以及含醚单体诸如(甲基)丙烯酸2-乙氧基乙氧基乙酯、(甲基)丙烯酸2-甲氧基乙氧基乙酯等。在一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层包含介于约1重量份和约40重量份之间,具体地介于约5重量份和约35重量份之间,并且更具体地介于约5重量份和约30重量份之间的极性可共聚单体。

[0014] 基于丙烯酸的组件层的单体组合物还可包括乙烯基酯,并且具体地C₁至C₁₀乙烯基酯。可商购获得的合适的乙烯基酯的示例包括但不限于:乙酸乙烯酯,VeOVA 9或VeOVA 10,可得自位于佛罗里达州新士麦那海滩的迈图特殊化学品公司(Momentive Specialty Chemicals, New Smyrna Beach, FL)。乙烯基酯通常以介于约1重量份和约20重量份之间,具体地介于约1重量份和约15重量份之间,并且更具体地介于约1重量份和约10重量份之间的量添加到单体混合物中。还可使用其它单体,诸如苯乙烯类单体。

[0015] 自由基生成引发剂的示例包括但不限于热引发剂或光引发剂。热引发剂的示例包括但不限于过氧化物,诸如过氧化苯甲酰及其衍生物或偶氮化合物。可商购获得的偶氮化合物的示例包括可购自位于特拉华州威尔明顿的杜邦公司(E.I.du Pont de Nemours Co., Wilmington, DE)的VAZO 67,VAZO 67是2,2'-偶氮二-(2-甲基丁腈)。可获得可用于在宽泛的温度下引发热聚合的多种过氧化物或偶氮化合物。还可使用光引发剂,取代热引发剂或与热引发剂结合地使用。特别可用的光引发剂包括均可购自位于纽约州塔里镇(Tarrytown, NY)的巴斯夫公司(BASF)的IRGACURE 651和Darocur 1173。引发剂通常以介于

约0.01重量份至约2重量份之间,具体地介于约0.02重量份和约1重量份之间,并且更具体地介于约0.02重量份和约0.5重量份之间的量添加到前体混合物中。

[0016] 在一个实施方案中,单体混合物包含多官能交联剂。例如,前体混合物可包含在制备溶剂涂覆的粘合剂的干燥步骤期间活化的热交联剂以及在聚合步骤期间共聚的交联剂。此类热交联剂可包括但不限于:多官能异氰酸酯、多官能氮丙啶和环氧化合物。可共聚的示例性交联剂包括双官能丙烯酸酯诸如1,6-己二醇二丙烯酸酯或多官能丙烯酸酯,诸如本领域技术人员已知的那样。可用的异氰酸酯交联剂包括例如可以DESMODUR N3300购自位于德国科隆(Cologne,Germany)的拜耳公司(Bayer)的芳族三异氰酸酯。还可使用紫外线或“UV”活化的交联剂来使组件层的前体交联。此类UV交联剂可包括非可共聚光交联剂诸如二苯甲酮和可共聚光交联剂诸如丙烯酸酯化二苯甲酮或甲基丙烯酸酯化二苯甲酮(如4-丙烯酰氧基二苯甲酮)。通常,交联剂(如果存在)以介于约0.01重量份和约5重量份之间,具体地介于约0.01重量份和约4重量份之间,并且更具体地介于约0.01重量份和约3重量份之间的量添加到单体混合物中。还可使用其它交联方法,诸如离子交联、酸碱交联或使用物理交联方法,诸如通过共聚高Tg大分子单体,诸如例如聚甲基丙烯酸甲酯大分子单体或聚苯乙烯大分子单体。大分子单体可以组件层组合物中的总单体组分的约1重量份至约20重量份的量使用。

[0017] 基于丙烯酸的组件层可固有地发粘。如果需要,可在基于丙烯酸的组件层形成之前将增粘剂添加到前体混合物中。可用的增粘剂包括例如:松香酯树脂、芳香烃树脂、脂族烃类树脂、萜烯和萜烯酚醛树脂。一般来讲,优选选自氢化松香酯、萜烯或芳香烃树脂的浅色增粘剂。当包含增粘剂时,增粘剂以介于约1重量份和约50重量份之间,更具体地介于约5重量份和约45重量份之间,并且最具体地介于约10重量份和约30重量份之间的量添加到前体混合物中。

[0018] 在一个实施方案中,基于丙烯酸的组件层可基本上不含酸以消除氧化铟锡(ITO)和金属迹线腐蚀,否则该腐蚀可损坏触摸传感器及其集成电路或连接器。如本说明书中所用的“基本上不含”意指小于约2重量份,具体地小于约1重量份,并且更具体地小于约0.5重量份。

[0019] 可将其它材料添加到单体混合物中用于特定目的,包括例如:分子量控制剂、偶联剂、油、增塑剂、抗氧化剂、UV稳定剂、UV吸收剂、颜料、固化剂、聚合物添加剂、纳米颗粒和其它添加剂。在基于丙烯酸的组件层需要光学透明的情况下,可将其它材料添加到单体混合物中,前体条件是它们在聚合和涂覆后不显著地降低组件层的光学透明度。如本文所用,术语“光学透明的”是指在400nm至700nm的波长范围内光透射率大于约90%、雾度小于约2%、并且不透明度小于约1%的材料。可使用例如ASTM-D 1003-92来确定光透射率和雾度两者。通常,光学透明的组件层在视觉上不含气泡。

[0020] 基于丙烯酸的组件层单体组分可共混到前体混合物中。可通过暴露于热或光化辐射(以分解混合物中的引发剂)来使前体混合物预聚合。这可在添加交联剂和其它组分以形成可涂覆浆料之前进行,随后可添加一种或多种交联剂、其它添加剂和另外的引发剂。然后将配混的浆料涂覆在衬垫上或直接涂覆在基板上,并且通过另外暴露于UV在惰性气氛下完全聚合。另选地,可将交联剂、任选的添加剂和引发剂添加到单体中,并且混合物可在一步骤中聚合和固化(例如,作为液体OCA)。所需的涂覆方法和粘度将决定使用哪个工序。

[0021] 在另一个工艺中,组件层单体组分可与溶剂共混以形成混合物。混合物可通过暴露于热或光化辐射(以分解混合物中的引发剂)而聚合。可将交联剂和另外的添加剂诸如增粘剂和增塑剂添加到溶剂化聚合物中,该溶剂化聚合物然后可被涂覆在衬垫上并且通过烘箱干燥掉溶剂以产生涂覆的粘合剂膜。无溶剂聚合法,诸如美国专利4,619,979和4,843,134(Kotnour等人)中所述的连续自由基聚合法;美国专利5,637,646(Ellis)中所述的使用间歇式反应器的基本绝热聚合法;以及美国专利5,804,610(Hamer等人)中所述的用于聚合封装的预粘合剂组合物的方法也可用于制备聚合物。

[0022] 可通过本领域技术人员已知的任何种类的技术(诸如辊涂、喷涂、刮涂、模涂等)来涂覆所公开的组合物或前体混合物。或者,也可将前体组合物作为液体进行递送来填充两个基板之间的间隙,并随后暴露于热或UV以使该组合物在两个基板之间聚合和固化。

[0023] 本发明还提供了包括基于丙烯酸的组件层的层合物。层合物被定义为置于两个柔性基板层或其倍数的柔性基板层之间的至少一个组件层的多层复合材料。例如,复合材料可以是基板/组件层/基板的3层复合材料;基板/组件层/基板/组件层/基板的5层复合材料等。在此类多层叠堆中的柔性组件层的每个的厚度、力学特性、电特性(诸如介电常数)和光学特性可以是相同的,但是它们也可以是不同的,以便更好地适配最终柔性装置组件的设计和性能特征。层合物具有以下特性中的至少一个:其中使用层合物的制品在可用寿命期间的光学透光度、其中使用层合物的制品的层与层之间保持足够的粘结强度的能力、抗分层性或避免分层、以及在可用寿命期间的抗起泡性。可使用加速老化测试来评估对气泡形成的抗性和光学透光度的保留。在加速老化测试中,基于丙烯酸的组件层配置于两个基板之间。然后可将所得的层合物暴露于升高的温度(通常与升高的湿度组合)一段时间。即使在暴露于升高的温度和湿度后,包括基于丙烯酸的组件层的层合物也将保留光学透明度。例如,基于丙烯酸的组件层和层合物在70°C和90%相对湿度下老化大约72小时且随后冷却至室温后保持光学透明。老化后,粘合剂在400纳米(nm)和700nm之间的平均透射率大于约90%,并且雾度小于约5%,并且具体地小于约2%。

[0024] 在使用中,基于丙烯酸的组件层将在远低于冰点(即,-30°C、-20°C或-10°C)至约70°C、85°C或甚至90°C的宽温度范围内抵抗超过数千次折叠循环的疲劳。此外,由于结合了基于丙烯酸的组件层的显示器可在折叠状态下静置数小时,因此基于丙烯酸的组件层具有最小的蠕变乃至没有蠕变,从而防止显示器的显著变形,如果完全变形,则其可仅部分地可恢复。基于丙烯酸的组件层或面板本身的这种永久变形可导致光学畸变或Mura,这在显示器行业中是不可接受的。因此,基于丙烯酸的组件层能够承受由折叠显示装置引起的相当大的挠曲应力以及耐受高温、高湿度(HTHH)测试条件。最重要的是,基于丙烯酸的组件层在宽温度范围(包括远低于冰点;因此优选低玻璃化转变温度)内具有异常低的储能模量和高伸长率,并且交联以在静态负载下产生具有很少蠕变或没有蠕变的弹性体。

[0025] 在折叠或展开事件期间,预期基于丙烯酸的组件层将发生显著的变形并且引起应力。抵抗这些应力的力将部分地由折叠显示器(包括基于丙烯酸的组件层)的层的模量和厚度确定。为了确保弯曲事件中涉及的对折叠的低抗性以及足够的性能、产生最小应力和应力的良好耗散,基于丙烯酸的组件层具有足够低的储能模量或弹性模量,其通常表征为剪切储能模量(G')。为了进一步确保这种行为在此类装置的预期使用温度范围内保持一致,在宽温度范围和相关温度范围内存在最小的G'变化。在一个实施方案中,相关温度范围介

于约-30°C至约90°C之间。在一个实施方案中,在整个相关温度范围内,剪切模量小于约2MPa,具体地小于约1MPa,更具体地小于约0.5MPa,并且最具体地小于约0.3MPa。因此,优选将玻璃化转变温度(T_g) (在该温度下材料在其下转变为玻璃态的温度,其中G'相应变化到通常大于约10⁷Pa的值)配置在该相关操作范围外或低于该相关操作范围。在一个实施方案中,柔性显示器中的基于丙烯酸的组件层的 T_g 小于约10°C,具体地小于约-10°C,并且更具体地小于约-30°C。如本文所用,术语“玻璃化转变温度”或“ T_g ”是指聚合物材料在其下从玻璃态(例如,脆性、硬性和刚性)转变为橡胶态(例如,柔性的和弹性体的)的温度。例如可使用诸如动态力学分析(DMA)的技术来确定 T_g 。在一个实施方案中,柔性显示器中的基于丙烯酸的组件层的 T_g 小于约10°C,具体地小于约-10°C,并且更具体地小于约-30°C。

[0026] 组件层通常以小于约300微米,具体地小于约50微米,具体地小于约20微米,更具体地小于约10微米,并且最具体地小于约5微米的干燥厚度涂覆。组件层的厚度可根据柔性显示器装置中的位置来优化。可优选减小组件层的厚度,以降低装置的总体厚度以及使复合结构的屈曲、蠕变或分层失效最小化。

[0027] 基于丙烯酸的组件层吸收挠曲应力并且顺应弯曲或折叠的彻底改变的几何形状的能力可通过此类材料在相关施加的应力下发生高的应变量或伸长量的能力来表征。可通过多种方法(包括常规拉伸伸长率测试以及剪切蠕变测试)来探测这种顺应性行为。在一个实施方案中,在剪切蠕变测试中,在施加介于约5kPa至约500kPa之间,具体地在介于约20kPa至约300kPa之间,并且更具体地在介于约50kPa至约200kPa之间的剪切应力下,基于丙烯酸的组件层表现出至少约 6×10^{-6} 1/Pa,具体地至少约 20×10^{-6} 1/Pa、约 50×10^{-6} 1/Pa,并且更具体地至少约 90×10^{-6} 1/Pa的剪切蠕变柔量(J)。该测试通常在室温下进行,但也可在与柔性装置的使用相关的任何温度下进行。

[0028] 基于丙烯酸的组件层还表现出相对低的蠕变,以避免在反复折叠或弯曲事件之后显示器的多层复合材料中的持续变形。材料蠕变可通过简单的蠕变实验测量,其中在给定量的时间内对材料施加恒定的剪切应力。一旦去除应力,就观察到所引起的应变的恢复。在一个实施方案中,在室温下在去除施加的应力(在约5kPa至约500kPa的范围内的所施加的剪切应力的至少一个点处)后的1分钟内的剪切应变恢复为施加剪切应力时观察到的峰值应变的至少约50%,具体地至少约60%、约70%和约80%,并且更具体地至少约90%。该测试通常在室温下进行,但也可在与柔性装置的使用相关的任何温度下进行。

[0029] 另外,基于丙烯酸的组件层在折叠或弯曲事件期间产生最小应力和耗散应力的能力对于基于丙烯酸的组件层避免层间失效的能力以及其保护柔性显示器组件的更脆弱的部件的能力至关重要。可使用传统的应力弛豫测试来测量应力产生和耗散,其中材料被迫到达相关剪切应变量,并且然后保持在相关剪切应变量下。然后当材料保持在该目标应变下时,随着时间的推移观察剪切应力的量。在一个实施方案中,在约500%的剪切应变,具体地约600%、约700%和约800%,并且更具体地约900%应变之后,5分钟后观察到的残余应力的量(测量的剪切应力除以峰值剪切应力)小于峰值应力的约50%,具体地小于约40%、约30%和约20%,更具体地小于约10%。该测试通常在室温下进行,但也可在与柔性装置的使用相关的任何温度下进行。

[0030] 作为组件层,基于丙烯酸的组件层必须足够好地粘附到显示器组件内的相邻层,以防止该层在包括反复弯曲和折叠动作的装置的使用期间的分层。虽然确切的复合材料层

将是装置特定的,但是可使用对标准基板(诸如PET)的粘附性以传统的180度剥离测试模式中测定组件层的一般粘附性能。粘合剂还可需要足够高的内聚强度,该内聚强度可例如作为两个PET基板之间的组件层材料的层合物以传统的T剥离模式进行测量。

[0031] 当将基于丙烯酸的组件层置于两个基板之间以形成层合物并且将层合物折叠或弯曲并保持在相关的曲率半径时,该层合物在所有使用温度(-30°C至90°C)之间不屈曲或分层,这是表示柔性显示器装置中材料失效的事件。在一个实施方案中,当将包含基于丙烯酸的组件层的多层次合物置于迫使曲率半径小于约200mm、小于约100mm、小于约50mm,具体地小于约20mm、约10mm和约5mm,并且更具体地小于约2mm的通道内约24小时的时间段内时,多层次合物不表现出失效。此外,当从通道中移除并允许从弯曲取向返回到其先前平坦的取向时,包括本发明的基于丙烯酸的组件层的层合物没有表现出持续变形,并且相当快地返回到平坦或几乎平坦的取向。在一个实施方案中,当保持24小时并且然后从以曲率半径具体地小于约50mm,具体地小于约20mm、约10mm和约5mm,并且更具体地小于约3mm的保持层合物通道中移除时,复合材料返回到几乎平坦的取向,其中在将层合物从通道中移除后的1小时内层合物、层合物弯曲点和返回表面之间的最终角度小于约50度,更具体地小约40度、约30度和约20度,并且更具体地小于约10度。换句话说,在将层合物从通道中移除后的1小时内,折叠的层合物的平坦部分之间的夹角从在通道中的0度变为至少约130度,具体地大于约140度、约150度和约160度,并且更具体地大于约170度的角度。该返回优选在正常使用条件(包括暴露于耐久性测试条件后)下获得。

[0032] 除了上述的静态折叠测试行为之外,包括与基于丙烯酸的组件层粘结的第一基板和第二基板的层合物在动态折叠模拟测试期间不表现出失效,诸如屈曲或分层。在一个实施方案中,在曲率半径小于约50mm,具体地小于约20mm、约10mm和约5mm,并且更具体地小于约3mm的以自由弯曲模式(即不使用芯轴)进行的大于约10,000次折叠循环,具体地大于约20,000次折叠循环、约40,000次折叠循环、约60,000次折叠循环和约80,000次折叠循环,并且更具体地大于约100,000次折叠循环下的动态折叠测试期间,层合物在所有使用温度之间(-30°C至90°C)不表现出失效事件。

[0033] 为了形成柔性层合物,通过将本发明的组件层配置于第一基板和第二基板之间来将第一基板粘附到第二基板。还可包括附加层以制备多层叠堆。然后施加压力和/或热以形成柔性层合物。

[0034] 实施例

[0035] 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。

[0036] 表1:材料

缩写	名称	供应商
2-EHA	丙烯酸 2-乙基己酯	密苏里州圣路易斯的西格玛奥德里奇有限公司 (Sigma-Aldrich Co., St. Louis, MO)
IBOA	丙烯酸异冰片酯	宾夕法尼亚州埃克斯顿沙多玛公司(Sartomer, Exton, PA)
nBA	丙烯酸正丁酯	新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF Corporation, Florham Park, NJ)
nHA	丙烯酸正己酯	新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF Corporation, Florham Park, NJ)
2ODA	丙烯酸 2-辛基-1-癸酯	按照美国专利 8,137,807 的方法制备
DDA	丙烯酸十二烷基酯	按照美国专利申请公布号 2013-0260149 的方法制备
HEA	丙烯酸羟乙酯	密苏里州圣路易斯的西格玛奥德里奇有限公司 (Sigma-Aldrich Co., St. Louis, MO)
HBA	丙烯酸羟丁酯	俄勒冈州波特兰的 TCI 美国公司(TCI America, Portland, OR)
TDDM	叔十二烷基硫醇	密苏里州圣路易斯的西格玛奥德里奇有限公司 (Sigma-Aldrich Co., St. Louis, MO)
[0037]		
VAZ0 67	2,2'-偶氮二-(2-甲基丁腈)	特拉华州威尔明顿的杜邦公司(DuPont Company, Wilmington, DE)
D1173	Darocur 1173	新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF Corporation, Florham Park, NJ)
EtAc	乙酸乙酯	宾夕法尼亚州拉德诺的 VWR 国际有限公司 (VWR International, LLC, Radnor, PA)
TH130	萜烯酚醛增粘剂	日本广岛的安原化工公司(Yasuhara Chemical, Hiroshima, JP)
B(2EH)S	癸二酸双(2 乙基己基)酯	马萨诸塞州沃德希尔的阿法埃莎公司(Alfa Aesar, Ward Hill, MA)
[0038]		

[0039] 测试方法1:光学特性

[0040] 使用亨特联合实验室(弗吉尼亚州的雷斯顿(HunterLab, Reston, VA))UltrascanPro分光光度计以透射模式进行雾度测量。将组件层涂覆在释放涂覆的载体衬垫(RF02N和RF52N,韩国的爱思开哈斯公司(SKC Haas, Korea))之间,并将其切成大约5cm宽×10cm长,并测量其厚度。移除载体衬垫中的一个并将样品层合到一块1mm厚的透明玻璃。然后移除另一个衬垫,并将2密耳厚的光学透明的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET,购自韩国的爱思开哈斯公司(SKC Haas, Korea)的Skyrol SH-81)层层合到组件层上。样品置于UltrascanPro分光光度计中以测量穿过PET/OCA/玻璃组件的透射率和颜色。制备另外的样品并在设定为65°C和90%相对湿度的室中老化800小时。将样品从湿度室中取出并允许其冷却之后,再次进行雾度测量。通常,光学应用可接受的样品将具有小于约5%,具体地小于约2%的雾度值,并且小于约5的b*色值。

[0041] 测试方法2:动态力学分析

[0042] 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玻璃化转变温度(T_g)。将组件层的8mm直径×约1mm厚的盘置于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50°C来执行温度扫描。在该上升期间,样品以1Hz的频率和大约0.4%的应变振荡。在所选的

关键温度下记录剪切储能模量(G')。材料的 T_g 也被确定为损耗角正切值对温度曲线中的峰值。为了确保组件材料在使用温度的典型范围内的足够柔量,优选当使用上述测试测量时,在约-20°C至约40°C的整个温度范围内具有低于约2MPa的剪切储能模量。

[0043] 测试方法3:蠕变测试

[0044] 通过将8mm直径×0.25mm厚的盘置于DHR平行板流变仪中,并施加95kPa的剪切应力5秒,此时去除施加的应力并允许样品在夹具中恢复60秒,使组件层样品经受蠕变测试。记录5秒时的峰值剪切应变和60秒钟后的应变恢复量。在施加应力之后的任何时间下的剪切蠕变柔量 J 被定义为当时的剪切应变除以施加的应力的比率。为了确保组件层内的足够柔量,优选在上述测试中在施加负载后的峰值剪切应变大于约200%。此外,为了使柔性组件内的材料蠕变,优选材料在去除施加的应力后60秒恢复大于约50%的应变。百分比可恢复应变被定义为 $((S_1 - S_2) / S_1) * 100$,其中 S_1 为施加应力后5秒时记录的峰值处的剪切应变, S_2 为去除施加的应力后60秒时测量的剪切应变。

[0045] 测试方法4:应力弛豫测试

[0046] 通过将8mm直径×0.25mm厚的盘置于DHR平行平板流变仪中并施加900%的剪切应变来使组件层的样品经受应力弛豫测试。记录从该变形中所得的峰值应力以及在5分钟的时间段内的应力衰减。通过以下公式计算应力弛豫: $(1 - (S_f - S_p) / S_p) * 100\%$,其中 S_p 和 S_f 为在峰值点和最终点(5分钟)处记录的剪切应力。

[0047] 测试方法5:T剥离测试

[0048] 将大约0.05mm厚的组件层层合在厚度为0.075mm厚的两个涂底漆的聚酯层之间。从该层合物中切下1英寸宽×6英寸长的条用于测试。将每个条的末端置于英斯特朗拉力机(马萨诸塞州诺伍德的英斯特朗公司)(Instron (Instron, Norwood, MA))的拉伸夹具中。然后以50mm/min的速率剥离该构造,同时以克为单位测量剥离强度的力。每个样品执行三次剥离测试,并对所得的剥离力取平均。

[0049] 测试方法6:静态折叠测试

[0050] 将2密耳厚的组件层节段层合在1.7密耳的聚酰亚胺(PI)片之间以形成3层构造,然后切成5英寸长。另外,也以类似的方式用2密耳的组件层和1.7密耳的PI来制备由PI/AS/PI/AS/PI构成的5层构造。也以类似的方式使用在PI层之间的4密耳和6密耳厚的组件层来制备层合构造。然后将样品弯曲成大约3mm的曲率半径并保持在该位置24小时。在24小时后,如果粘合剂没有表现出屈曲或分层,则观察到样品已通过静态保持测试。此外,在24小时后,将样品释放并允许其恢复,在3分钟结束时记录实现相对于平面的90度和45度的角度所需的时间(即夹角为90度,相应的为135度)以及最终角度 Θ 。在一些情况下,在3分钟的测试时间内,样品不能恢复到相对于平面45度或甚至90度。对于这些样品,在该时间段实现的最低值处记录最终角度。还重复进行将样品在-20°C的温度下保持24小时的静态折叠测试。

[0051] 测试方法7:动态折叠测试

[0052] 将衬垫从2密耳厚的组件层中移除,并将材料层合在两个1.7密耳的聚酰亚胺片之间以形成3层构造。然后将该层合物切成5"长×1"宽。也以类似的方式用2密耳的组件层和1.7密耳的PI来制备由PI/AS/PI/AS/PI构成的5层构造。样品被安装在具有两个折叠台的动态折叠装置中,该折叠台从180度(即,样品未弯曲)旋转到0度(即,现在样品被折叠),并以约6次循环/分钟的测试速率进行100,000次循环。由两个处于闭合状态(0度)的刚性板之间

的间隙来确定5mm的弯曲半径。未使用芯轴引导曲率(即,使用自由弯曲形式)。折叠在室温下进行。

[0053] 测试方法8:确定分子量分布

[0054] 使用常规的凝胶渗透色谱法(GPC)对生成的聚合物的分子量分布进行表征。GPC仪器(其购自美国马萨诸塞州米尔福德的沃特世公司(Waters Corporation (Milford, MA, USA)))包括高压液相色谱泵(型号1515HPLC)、自动进样器(型号717)、紫外检测器(型号2487)和折射率检测器(型号2410)。该色谱图配备有两根购自美国加利福尼亚州帕罗奥图的瓦里安有限公司(Varian Inc. (Palo Alto, CA, USA))的5微米PLgel MIXED-D色谱柱。

[0055] 聚合物溶液样品的制备方式为:将聚合物或干燥的聚合物材料以0.5% (重量/体积)的浓度溶于四氢呋喃中,然后将溶液通过购自美国宾夕法尼亚州西彻斯特的VWR国际有限公司(VWR International, West Chester, PA, USA)的0.2微米聚四氟乙烯过滤器过滤。将所得样品注入到GPC中并以1毫升/分钟的速率通过保持在35°C的柱洗脱。系统用聚苯乙烯标准物来校准,使用线性最小二乘拟合分析来建立校准曲线。对照该标准品校准曲线计算每个样品的重均分子量(M_w)和多分散性指数(重均分子量除以数均分子量)。

[0056] 实施例1-6:基于溶剂的组件层样品的制备

[0057] 按照下表2中提供的组合物制备组件层膜。在实施例1中,向玻璃瓶中添加40g的2EHA、10g的HBA、0.05g的VAZO 67、0.025g的TDDM和50g的乙酸乙酯。将内容物混合并用氮气吹扫2分钟,然后密封并置于60°C下的耐洗牢度试验仪(Laundrometer) (南卡罗来纳州的洛克希尔的锡莱亚太拉斯公司(Laundrometer, SDL Atlas, Rock Hill, SC))旋转水浴中24小时。在24小时后,使用GPC分析样品以确定该聚合物具有465kDa的 M_w 和5.75的多分散指数。然后将0.037g的N3300交联剂添加到该溶液中并混合两小时,然后使用间隙为5密耳的刮刀涂覆机将该溶液涂覆到50微米厚的RF02N硅化聚酯离型衬垫(韩国的爱思开哈斯公司(SKC Haas, Korea))上。将涂覆的样品置于70°C的烘箱中24小时,然后将T50硅化聚酯离型衬垫(美国的首诺公司(Solutia, USA))的顶部载体层层合到组件层。对于实施例2-6和比较例CE1和比较例CE2,使用表2中提供的配方重复该工序。

[0058] 表2:基于溶剂的组件层样品的制备。

实施例	2-EHA	DDA	2ODA	HBA	HEA	EtAc	V67	TDDM	N3300	M_w
	g	g	g	g	g	g	g	g	g	kDa
比较例 1			42.5		7.5	50	0.05	0	0.075	550
比较例 2		42.5			7.5	50	0.05	0.055	0.075	409
1	40			10		50	0.05	0.055	0.025	465
2	40			10		50	0.05	0.055	0.075	465
3	40			10		50	0.05	0.055	0.125	465
4	40			10		50	0.05	0.055	0.21	465
5		40		10		50	0.05	0.055	0.125	432
6			40	10		50	0.05	0.055	0.125	455
7	42.5				7.5	50	0.05	0.055	0.15	449

[0060] 实施例7-20:基于无溶剂的组件层样品的制备

[0061] 组件层膜也使用以下针对实施例7详细提供的工序根据表3中提供的配方来制备。将80g的2-EHA、20g的HBA和0.02g的D1173光引发剂在透明的玻璃广口瓶中混合。将样品用氮气吹扫5分钟,并暴露于来自360nm的LED灯的低强度(0.3mW/cm^2)UV,直到实现可涂覆的

粘度(约2000cP)为止。通过关闭LED灯并用空气吹扫来停止聚合。然后将另外0.18g的D1173光引发剂和0.01g的HDDA交联剂添加到如表3中所指示的配方中并混合过夜。除非另外指明,否则然后使用具有设定间隙的刮刀涂覆机将该粘性聚合物溶液涂覆在硅化聚酯离型衬垫RF02N和T50之间,以产生厚度为2密耳的OCA涂层。然后用UV-A总剂量为1500mJ/cm²的黑光灯照射该构造。比较例列为CE3。

[0062] 表3:基于无溶剂的组件层样品的制备。

实施例	可涂覆浆料的制备						添加浆料后			
	2-EHA	DDA	ODA	HBA	IBOA	D1173	D1173	HDDA	TH130	B(2EH)S
	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g
[0063]	比较例 3	53			14	33	0.02	0.18	0.01	
	8	80			20		0.02	0.18	0.01	
	9/9b	80			20		0.02	0.18	0.02	
	10	80			20		0.02	0.18	0.04	
	11	80			20		0.02	0.18	0.06	
	12	80			20		0.02	0.18	0.08	
	13/13b	80			20		0.02	0.18	0.20	
	14	64			16	20	0.02	0.18	0.01	
	15	72			18		0.02	0.16	0.018	10
	16	64			16		0.02	0.14	0.016	20
	17		80		20		0.02	0.18	0.06	
	18	30		50	20		0.02	0.20	0.01	
	19	25		55	20		0.02	0.18	0.06	
	20			64	16		0.02	0.14	0.016	20
	21	80			20		0.04	0.20	0.10	8

[0064] 如在上述的测试方法2-4中所述的,测试实施例1-19和比较例CE1、比较例CE2以及比较例CE3的T_g、模量、剪切蠕变和应力弛豫特性。数据记录于下表4中。

[0065] 表4:流变学数据。

实施例	T _g	剪切模量 G'				剪切蠕变		剪切应力弛豫		
		40°C	20°C	0°C	-20°C	应变 @95kPa 应力	恢复 @60s	应力 @900%应 变	恢复 @10s	恢复 @300s
[0066]										

[0067]

	℃	kPa	kPa	kPa	kPa	%	%	kPa	%	%
比较例 1	-31	4.5	8.5	18.4	65.9	10300	0	NT	NT	NT
比较例 2	-27	9.7	21.0	55.5	348.9	6300	5	NT	NT	NT
比较例 3	-11.6	61.4	109. 5	490	5578.3	400	94	222.7	19	8
1	-35.8	20.0	35.1	69.7	233.1	2460	66	NT	NT	NT
2	-36.2	22.0	36.1	67.7	222.4	1400	86	NT	NT	NT
3	-35	22.8	34.3	61.4	204.2	780	85	NT	NT	NT
4	-36.4	30.1	42.9	72.1	228.1	620	98	NT	NT	NT
5	-30.8	11.7	20.7	45.6	203.0	1170	81	NT	NT	NT
6	-30.4	5.4	9.2	18.8	65.1	1990	81	NT	NT	NT
7	-32.9	20.8	35.4	65.9	248.2	1670	91	NT	NT	NT
8	-38.5	36.6	49.5	71.9	187.2	1180	92	152.8	22	12
9	-39.6	32.7	44.4	66.0	168.9	1340	82	229.4	26	15
10	-39.4	35.0	46.1	67.8	174.7	1350	73	240.6	32	19
11	-39.1	34.3	44.2	63.6	159.6	970	90	NT	NT	NT
12	-39.7	34.6	43.1	60.5	148.1	820	89	253.6	38	21
13	-39.9	55.2	60.6	75.9	166.4	270	99	311.5	42	11
14	-25	41	57.2	124	910.8	830	87	243.2	18	9
15	-33.5	24.8	41.1	82	350.3	1880	82	204.9	11	4
16	-21.3	19.3	34.2	129. 2	1344.7	2006	78	NT	NT	NT
17	-35.5	22.8	30.2	48.9	163.1	1050	85	NT	NT	NT
18	-40.8	29.9	40.2	54.1	114.1	1920	82	161.1	16	9
19	-41.3	20.0	26.2	39.5	98.9	1290	85	NT	NT	NT
20	-27.8	10	22.8	68.2	511.9	1060	78	158.9	4	1
21	-49.4	27.2	32.4	42.2	71.7	668	93	192	39	19

NT: 未测试

[0068] 根据测试方法1、测试方法5和测试方法6测试实施例8-20和比较例CE3的光学特性、拉伸伸长率和T剥离强度，并且结果提供在表5中。T剥离失效模式被报告为粘合(Ad)、内聚(Co)或转移(Tr,轻微内聚失效/重影)。

[0069] 表5: 粘附性和光学特性。

[0070]

实施例	T 剥离		光学特性	
	g/cm	失效	b*	%
比较例 3	1320	Ad	0.45	0.75
8	576	Ad	0.42	0.7
9	245.3	Ad	0.39	0.6
10	198	Ad	NT	NT
11	183.5	Ad	NT	NT

[0071]

12	147.5	Ad	0.4	0.6
13	147.7	Ad	0.43	0.8
14	838	Ad	0.43	0.75
15	733	Ad	0.45	0.70
16	1360	Tr	0.45	0.70
17	173	Ad	0.4	0.65
18	331	Ad	NT	NT
19	127.5	Ad	0.42	0.6
20	760	Tr	0.47	0.8

[0072] 如测试方法6所指导的,在静态弯曲条件下测试所有样品,并且如测试方法7所述的,测试选择的样品的动态弯曲性能。结果提供于下表6中。

[0073] 表6:静态和动态弯曲性能。

[0074]

实施例	(一个或多个) OCA 层 的厚度 (密耳)	24 小时静态弯曲			静态弯曲恢复				动态弯曲测试	
		弯曲半径 3mm			半径	θ=90°	θ=45°	θ @ 3min (度)	25 °C	
		25 °C	25 °C	-20 °C					100,000 次循环	
		3 层	5 层	5 层	mm	s	s		3 层	5 层
比较例 1	2	NT	NT	NT	5	30	141	15.8	NT	NT
比较例 2	2	NT	NT	NT	5	NA	NA	93	NT	NT
比较例 3	2	通过	通过	未通过	5	NA	NA	100	NT	NT
1	2	通过	NT	NT	5	NA	NA	120	NT	NT
2	2	通过	NT	NT	5	5	100	31.3	NT	NT
3	2	通过	NT	NT	5	1	10	15.4	NT	NT
4	2	通过	NT	NT	5	0.2	1	6.3	NT	NT
5	2	通过	NT	NT	5	1	8	0	NT	NT
6	2	通过	NT	NT	5	1	8	0	NT	NT
7	2	NT	NT	NT	5	72	NA	75	NT	NT
8	2	通过	通过	通过	5	45	NA	80	通过	通过
9	2	通过	通过	通过	5	1	120	43.4	NT	NT
9b	4	未通过	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT
10	2	通过	NT	NT	5	0.5	24	35.7	NT	NT
11	2	通过	NT	NT	5	0.1	0.7	15.5	NT	NT
12	2	通过	通过	通过	5	0	0.3	12.3	通过	通过
13	2	通过	NT	NT	5	0.1	18	30	NT	未通过
13b	6	未通过	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT

[0075]

14	2	通过	NT	NT	5	120	NA	85	NT	NT
15	2	通过	NT	NT	5	NA	NA	110	NT	NT
16	2	通过	通过	通过	5	NA	NA	120	通过	未通过
17	2	通过	通过	通过	5	0.1	4	23.6	NT	通过
18	2	通过	通过	通过	5	35	NA	60	通过	通过
19	2	通过	通过	通过	5	0.1	11	28.1	NT	通过
20	2	通过	NT	NT	5	180	NA	90	NT	NT
21	2	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT	NT
NT: 未测试										

[0076] NA=未实现:在3分钟测试期间样品未返回到所示的角度(θ)。

[0077] 表7:实施例13和实施例18在一定范围的施加的应力上的蠕变测试。

[0078]

实施例 13	应力 kPa	柔量 1/Pa		恢复 @60s
		60	4.53E-05	
	70	4.41E-05		97.0%
	80	4.46E-05		96.2%
	90	5.42E-05		86.7%
	95	6.80E-05		77.8%
	125	6.25E-05		85.4%
	150	6.71E-05		69.4%
	175	6.70E-05		66.8%
	190	6.38E-05		66.6%
	200	7.07E-05		60.0%
	250	过喷错误		
	500	过喷错误		
实施例 18	95	3.37E-04		65.0%
	100	3.73E-04		54.4%
	125	3.57E-04		40.9%
	175	2.82E-04		44.3%

[0079] 虽然已参考优选实施方案来描述本发明,但是本领域的技术人员应当认识到,在不脱离本发明的实质和范围的情况下,可在形式和细节上作出修改。