

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C09K 19/10

G02F 1/139



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02144995.3

[43] 公开日 2004 年 6 月 30 日

[11] 公开号 CN 1508217A

[22] 申请日 2002.12.19 [21] 申请号 02144995.3
[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号
[72] 发明人 宣丽 于涛 彭增辉 张力
刘永刚 阮圣平 鲁兴海

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 李恩庆

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称 室温肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备方法

[57] 摘要

本发明属于液晶的光控取向技术领域，涉及光控取向膜的制备方法。本发明采用 N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)和四氢呋喃的混合溶剂溶解肉桂酸双酚 A 双酯，配成单体预聚物胶体溶液。这种胶体溶液涂膜后，由于 NMP 和四氢呋喃的混合溶剂能在室温下迅速挥发，可不经过溶剂挥发的常规热处理过程，立即用线性偏振紫外光照射薄膜，单体分子双端发生 [2+2] 环加成反应，出现定向链状聚合，形成能够诱导液晶分子均匀排列的取向膜。本发明的光控取向膜制备过程，可完全消除高温对液晶器件中 TFT 造成的伤害，是一种较理想的光控取向膜制备方法。

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

1、一种室温肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备方法，包括合成肉桂酸双酚 A 双酯预聚物单体，配制预聚物胶体溶液，胶体溶液旋涂在基板上成膜，光照射薄膜四个过程，其特征是配制预聚物胶体溶液过程中，先配制 N-甲基-2-吡咯烷酮（NMP）和四氢呋喃的混合溶剂，然后在室温下，将肉桂酸双酚 A 双酯溶于 NMP 和四氢呋喃混合溶剂中，形成饱和溶液；将配制好的胶体溶液，旋涂在基板上成膜；立即用线性偏振紫外光照射薄膜，单体分子双端发生[2+2]环加成反应，使单体进行直链光聚合。

2、根据权利要求 1 所述的室温肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备方法，其特征是 NMP 和四氢呋喃混合溶剂中 NMP 的含量为 10wt%~20wt%。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的室温肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备方法，其特征是将预聚物胶体溶液在基板上旋涂成膜后，直接用偏振紫外光照射，光功率密度在 297nm 处为 1.2~20mw/cm²，照射时间为 15~30 分钟。

室温肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备方法

技术领域：本发明属于液晶的光控取向技术领域，涉及光控取向膜的制备方法。本发明采用 N-甲基-2-吡咯烷酮（NMP）和四氢呋喃的混合溶剂溶解肉桂酸双酚 A 双酯，配成单体预聚物胶体溶液。这种胶体溶液涂膜后，可不经溶剂挥发的常规热处理过程，获得完全室温的光控取向膜制备方法。

背景技术：众所周知，液晶器件（LCD）中液晶分子排列的好坏直接影响到器件的质量，而传统上用绒布轮摩擦高分子膜表面制备取向膜，进行液晶分子排列的方法虽然简便，但摩擦会引进灰尘和静电荷，能对薄膜晶体管（TFT）阵列造成伤害，甚至击穿，导致成品率降低。因此接触性的摩擦技术与 TFT-LCD 生产工艺是不相匹配的。此外，因为聚酰亚胺具有很好的热稳定性，产业上一般使用摩擦处理的聚酰亚胺作为取向膜，但形成聚酰亚胺时 200℃ 的高温亚胺化过程，同样对 TFT 驱动电路造成伤害。光控取向膜工艺与传统的聚酰亚胺膜工艺相比，省去了高温亚胺化过程，同时光控取向是非接触性取向方法，没有静电与摩擦染尘的问题。

光控取向的思想最早提出于 1991 年，到 1996 年 M. Schadt 用线偏振紫外光照射高分子膜，使其发生定向光交联反应，表面产生各向异性，来诱导液晶分子均匀排列。光控取向是最有希望替代摩擦取向的方法，而且能够掩膜制作取向各异的多畴像元，解决液晶显示器视角狭窄的问题，为开阔液晶光电器件市场提供途径。

目前各国研究人员正致力于光控取向材料的探索研究，对肉桂酸、香豆素、

偶氮类分子、光敏聚酰胺酸等都进行了深入的探讨。但这些材料都是大分子预聚物，普遍存在着位阻高、光交联效率低、取向效果不理想的问题。今年中国专利公报公开了“一种双端具有碳碳双键单体的光控取向膜制备方法”（CN 1367404A，公开日 2002年9月4日）和“一种双端光敏单体的光控取向膜制备方法”（CN 1367403A，公开日 2002年9月4日）两项专利申请。这两项专利申请，所用单体两端带有光敏性基团，为解决光交联效率问题提供了途径。但这些小分子预聚物涂膜后，仍存在着传统的溶剂挥发热处理问题，通常这一温度约 100℃，仍对液晶器件中的 TFT 造成伤害。

发明内容：为了避免预聚物在涂膜后挥发溶剂的高温处理过程，本发明选择 NMP 和四氢呋喃的混合溶剂配制肉桂酸双酚 A 双酯预聚物溶液，目的是提供一种完全室温的光控取向膜制备方法。

本发明选择了 N-甲基-2-吡咯烷酮（NMP）和四氢呋喃的混合溶剂，即保证室温下的挥发性，又保证很好的溶解性。在室温下将肉桂酸双酚 A 双酯溶解在混合溶剂中，配成预聚物胶体溶液。将预聚物胶体溶液旋涂于基板上成膜，立即用线性偏振紫外光照射基板上的薄膜，使单体分子双端发生[2+2]环加成反应，在常温下出现定向链状聚合，形成能够诱导液晶分子均匀排列的取向膜。

为了更清楚地理解本发明，下面详述室温下肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜的制备过程：

（一）合成肉桂酸双酚 A 双酯预聚物单体

1、取一定量的分析纯 trans-肉桂酸固体，放入反应器皿中，加入 4 倍当量的二氯亚砷，有大量的气泡生成。在室温下搅动约 2 小时，直至不再有气

泡生成，得到微淡黄色液体。将得到的微淡黄色液体减压蒸馏，使未反应的二氯亚砷挥发，得到微淡黄色的肉桂酰氯固体。再将肉桂酰氯溶于乙醇重结晶，得到纯度较高的肉桂酰氯。将肉桂酰氯纯品溶于无水四氢呋喃溶剂中备用。

2、将一定量的双酚 A 溶于无水四氢呋喃溶剂中，加入等当量的三乙胺用以吸收生成的酸。用冰水冷却反应体系，将“1”中制得的等当量肉桂酰氯溶液滴加到上述混合溶液中，有大量白色不溶物生成。反应完成后，过滤，弃去白色不溶物。将溶液注入 0°C 的、大量的、约 2wt% 浓度的碳酸钠溶液中，得到白色沉淀，即为产物肉桂酸双酚 A 双酯。

3、将“2”中制得的肉桂酸双酚 A 双酯溶于三氯甲烷重结晶，得到更纯品。

(二) 配制预聚物胶体溶液

1、配制 NMP 和四氢呋喃的混合溶剂，溶剂中 NMP 的含量为 10wt% ~ 20wt%。

2、在室温下，将肉桂酸双酚 A 双酯溶于“1”所述的 NMP 和四氢呋喃混合溶剂中，形成饱和溶液，即预聚物胶体溶液。

(三) 将配制好的胶体溶液，旋涂在基板上成膜。

将预聚物胶体溶液旋涂于基板上成膜后，由于 NMP 和四氢呋喃的混合溶剂能在室温下迅速挥发，可立即用线性偏振紫外光照射薄膜，单体分子双端发生 [2+2] 环加成反应，出现定向链状聚合，形成能够诱导液晶分子均匀排列的取向膜。使单体进行直链光聚合反应的光源为汞氙灯，在 297nm 处的线性偏振光功率密度为 1.2~20mw/cm²，照射时间为 15~30 分钟。

本发明采用 NMP 和四氢呋喃的混合溶剂配制肉桂酸双酚 A 双酯溶液，涂膜后可不经过溶剂挥发的常规热处理过程，获得完全在室温下的光控取向膜制

备方法。

附图说明：图 1 是本发明正交偏振片下明暗度的变化曲线。

具体实施方式：

合成、提纯肉桂酸双酚 A 双酯单体材料。

配制 NMP 和四氢呋喃混合溶剂，其中 NMP 的含量为 20wt%。将肉桂酸双酚 A 双酯单体溶解在混合溶剂中，其重量百分比浓度为 5wt%。将溶液超声振荡完全溶解后，旋涂于玻璃基板上。旋涂的速度为 1500rps，旋涂时间为 10s。将涂膜基板垂直光照 20 分钟。

光源采用 300W 汞氙灯，格兰棱镜偏振片，平行偏振光在 297nm 处的光功率密度为 1.2 mw/cm^2 。

使用光照后的两块基板，以光偏振方向为基准做成平行取向液晶盒。注入液晶以检验取向效果。液晶选择石家庄实力克公司生产的 TEB30A，在液晶清亮点 62°C 注入到液晶盒中，自然冷却至室温。在偏光显微镜下观察，可以看到液晶盒每旋转 45° ，视场中交替出现鲜明的明场和暗场，如图 1 所示，说明被诱导的液晶取向度很高。这样的液晶盒被保存 10 天，观察液晶的取向度没有发生变化，说明取向膜的时间稳定性很好。

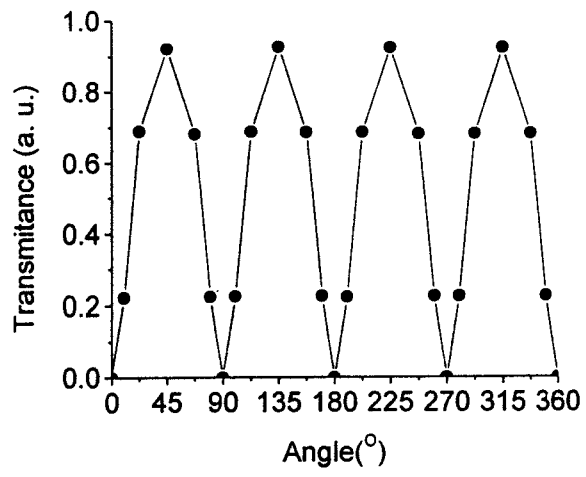


图 1