



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02144994.5

[43] 公开日 2004 年 6 月 30 日

[11] 公开号 CN 1508218A

[22] 申请日 2002.12.19 [21] 申请号 02144994.5
[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 彭增辉 于 涛 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

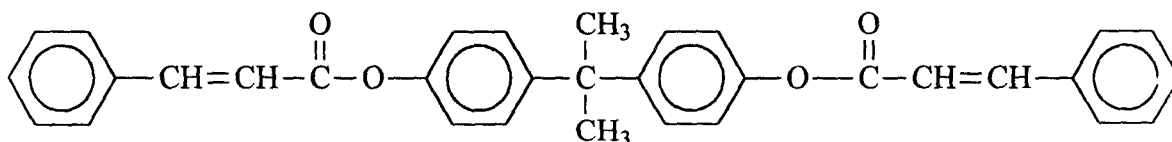
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称 非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光
控取向膜

[57] 摘要

本发明属于液晶光控取向技术领域，是一种非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜。本发明为了克服小分子预聚物在涂膜后易结晶的缺点，选择了非联苯直链式分子结构，并引入 1~2 个甲基，合成出肉桂酸双酚 A 双酯作为预聚物单体。将肉桂酸双酚 A 双酯预聚物单体加入 N-甲基-2-吡咯烷酮溶剂中配成胶体溶液，旋涂于基板上形成薄膜，用偏振紫外光照射薄膜表面，使单体发生直链状聚合，在室温下形成膜质良好的液晶分子取向膜。本发明提供的肉桂酸双酚 A 双酯单体材料在制备光控取向膜过程中，不需光敏引发剂和黏度调节剂，诱导液晶取向均匀。

1、一种非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜，其特征是所用的预聚物具有非联苯直链状分子结构，分子式为：



在室温下将该预聚物溶解在 N-甲基-2-吡咯烷酮（NMP）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，使肉桂酸双酚 A 双酯分子发生直链聚合，形成液晶取向膜。

2、根据权利要求 1 所述的非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜，其特征是预聚物非联苯结构中引入能增强溶解度的甲基，其数目为 1~2 个。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜，其特征是预聚物肉桂酸双酚 A 双酯至少达到重结晶处理的纯度。

4、根据权利要求 1 或 2 所述的非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜，其特征是取向剂在基板上旋涂成膜后直接用偏振紫外光照射，偏振光功率密度在 297nm 处为 1.2~20mw/cm²，照射时间为 15~30 分钟。

非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜

技术领域：本发明属于液晶的光控取向技术领域，涉及制备取向膜的单体预聚物材料的选择、合成、涂膜和光照聚合过程。本发明采用非联苯直链分子结构的肉桂酸双酚 A 双酯单体预聚物，消除了薄膜在光照前的结晶析出问题，改善了成膜质量。另外由于在非联苯结构中引入 1~2 个甲基，保证了单体溶解度，得到使液晶分子取向很好的取向膜。

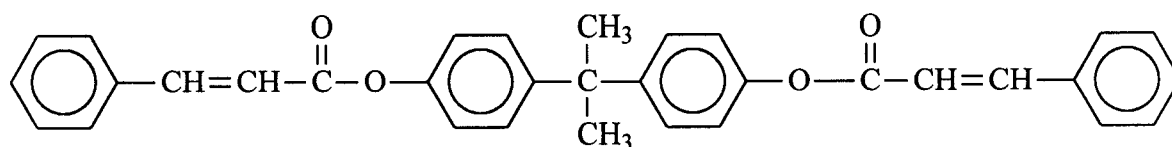
背景技术：众所周知，液晶器件（LCD）中液晶分子排列的好坏直接影响到器件的质量，而传统上用绒布轮摩擦高分子膜表面制备取向膜进行液晶分子排列的方法虽然简便，但摩擦会引进灰尘和静电荷，对薄膜晶体管（TFT）阵列造成伤害，甚至击穿，导致成品率降低。因此接触性的摩擦技术与 TFT-LCD 生产工艺是不相匹配的。此外，因为聚酰亚胺具有很好的热稳定性，产业上一般使用摩擦处理的聚酰亚胺作为取向膜，但形成聚酰亚胺时的高温亚胺化过程，同样对 TFT 驱动电路造成伤害。光控取向膜工艺与传统的聚酰亚胺膜工艺相比，省去了高温亚胺化过程，避免了高温对 TFT 的伤害。同时光控取向是非接触性取向方法，没有静电与摩擦染尘的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

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，而且能够通过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 1002 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 1002 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,易有结晶析出,使光照时的聚合反应不均匀,取向膜质量较难控制。

发明内容: 为了克服小分子预聚物涂膜后易结晶、取向膜质量较难控制的缺点,本发明选择非联苯直链状结构的单体材料作为预聚物,目的是提供一种容易成膜、膜质均匀的非联苯结构的肉桂酸双酚 A 双酯光控取向膜材料

本发明选择了肉桂酸双酚 A 双酯作为单体预聚物,分子结构式为:



这种分子结构不仅为非联苯形式而且引入 1~2 个甲基,使溶解度进一步增强。另外这种分子具有很好的光敏性、成膜性,不需光敏引发剂和黏度调节剂,为取向膜的稳定性提供条件。

在室温下让肉桂酸双酚 A 双酯溶解在 N-甲基-2-吡咯烷酮 (NMP) 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℃ 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

将肉桂酸双酚 A 双酯溶于 NMP 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。

立即用线性偏振紫外光照射薄膜，使单体进行直链光聚合反应。光源在 297nm 处的线性偏振光功率密度为 $1.2 \sim 20 \text{mw/cm}^2$ ，照射时间为 15~30 分钟。

本发明采用非联苯直链结构的预聚物，消除了涂膜后的小分子结晶生成；引入甲基基团，有较好的预聚物溶解度，改善了薄膜质量和取向效果。本发明的光控取向预聚物材料优点：具有很好的成膜性、光敏性，不需光敏引发剂和黏度调节剂，诱导液晶取向均匀，是一种较理想的光控取向材料。

附图说明：

图 1 是本发明 X 射线衍射图；

图 2 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。

将肉桂酸双酚 A 双酯单体溶解在 NMP 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 。

实验结果表明，采用非联苯结构有利于成膜性的改善，增加了单位面积的反应粒子数，提高了聚合度。用 X 射线衍射光谱检测光聚合后的薄膜质量，如图 1 所示，光谱中没有出现晶格衍射峰，说明薄膜中没有结晶体，膜质很好。

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 2 所示，说明被诱导的液晶取向度很高。

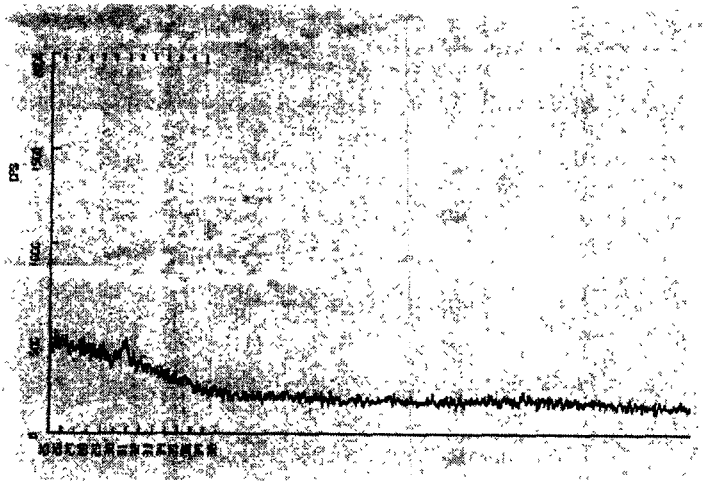


图 1

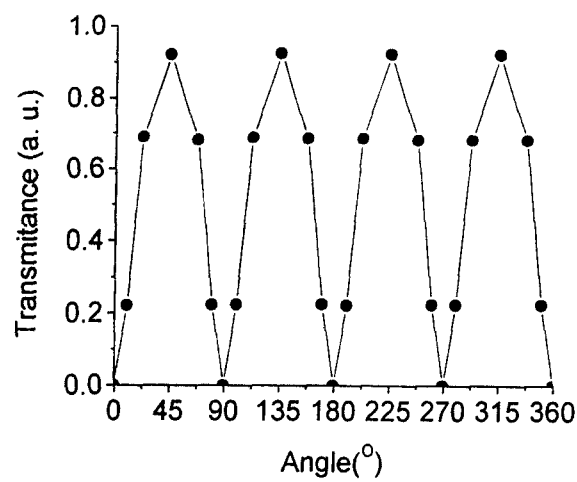


图 2