



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111421865 A

(43)申请公布日 2020.07.17

(21)申请号 202010160785.4

(22)申请日 2020.03.10

(71)申请人 深圳市信维通信股份有限公司  
地址 518000 广东省深圳市宝安区沙井街  
道西环路1013号A.B栋

(72)发明人 翟盼 郭建君 虞成城

(74)专利代理机构 深圳市博锐专利事务所  
44275

代理人 郑昱

(51) Int. Cl.

B29D 7/01(2006.01)

C08L 101/12(2006.01)

C08L 91/06(2006.01)

C08K 5/01(2006.01)

C08J 5/18(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

液晶聚合物薄膜的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种液晶聚合物薄膜的制备方法,将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合,得到预混料;将所述预混料压制成坯体,将所述坯体进行推挤成型,得到预制棒;将所述预制棒压延成型,得到液晶聚合物基带;将所述液晶聚合物基带依次进行纵向拉伸和横向拉伸,得到拉伸基带;将所述拉伸基带烧结成型,得到液晶聚合物薄膜。采用推挤成型、拉伸和烧结成型工艺相结合的方式成型液晶聚合物薄膜,可有效避免液晶聚合物熔体沿机械方向取向流动,薄膜的各向异性得到显著改善。

1. 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合,得到预混料;将所述预混料压制成坯体,将所述坯体进行推挤成型,得到预制棒;将所述预制棒压延成型,得到液晶聚合物基带;将所述液晶聚合物基带依次进行纵向拉伸和横向拉伸,得到拉伸基带;将所述拉伸基带烧结成型,得到液晶聚合物薄膜。

2. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合之前还包括:将液晶聚合物树脂在150~170℃条件下干燥4~6h。

3. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述助推剂为液体石蜡、石油醚和烷烃中的至少一种。

4. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述液晶聚合物树脂与助推剂的重量比为(25~32):(1~2)。

5. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,将所述预混料静置10~12h。

6. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述推挤成型的温度为60~80℃;所述压延成型的温度为50~70℃。

7. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述纵向拉伸之前还包括:将所述液晶聚合物基带在120~140℃条件下干燥30~60min。

8. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述纵向拉伸的温度为200~300℃,时间为4~8min;所述横向拉伸的温度为170~250℃。

9. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,所述烧结成型的温度为260~350℃,时间为40~80s。

10. 根据权利要求1所述的液晶聚合物薄膜的制备方法,其特征在于,还包括:对所述液晶聚合物薄膜进行冷却处理。

## 液晶聚合物薄膜的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及高分子材料技术领域,尤其涉及一种液晶聚合物薄膜的制备方法。

### 背景技术

[0002] 液晶聚合物受热熔融或被溶剂溶解后,失去固态物质的刚性,而获得液晶态物质的流动性,且仍然保存着晶态物质分子的有序排列,从而在物理性质上呈现各项异性,形成一种兼有晶体和液体的部分性质的过渡状态。由于其刚性的链结构以及分子间的有序排列,使得液晶聚合物具有优异的物理与力学综合性能,良好的尺寸稳定性和低吸湿性,已在航天航空、电子电气、汽车工业等领域得到了广泛应用。

[0003] 在当今电子信息时代,印制电路板(PCB)是占据广大市场的三大便携电子产品,为卫星传输与通信制品等最为关键的电子部分,已经成为电子产业不可缺少的重要组成部分。随着电子信息产品特别是微波器件的高速发展,高密度化、数字化、高频化和在特殊环境中应用等要求已经向高频板的制造工艺提出了巨大的挑战。在高频领域中应用的PCB需要具备优异的介电性能,即低介电常数和低介电损耗因子。液晶聚合物由于具有突出的介电性能、优异的物理与力学综合性能,良好的尺寸稳定性和低吸湿性,液晶聚合物薄膜特别适合应用于高频传输领域。液晶聚合物薄膜虽然具有上述良好的性能,但同时存在机械各向异性的显著缺点。液晶聚合物在挤出后不能像卷材聚合物那样被吹制和拉伸,因为它们模具中沿机器的流动方向取向过高,但是在非取向方向上太弱,在挤出后不能拉伸,形成的薄膜制品在TD方向和MD方向的力学性能差异明显。采用传统的挤出吹胀成膜工艺制备的液晶聚合物薄膜厚度均匀性难以控制,TD方向取向过高,成品率低。挤出流延工艺沿机器方向制备的液晶聚合物薄膜取向过高,难以横向拉伸,导致薄膜横向力学性能较差。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种液晶聚合物薄膜的制备方法,可显著改善薄膜的各向异性。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:

[0006] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合,得到预混料;将所述预混料压制成坯体,将所述坯体进行推挤成型,得到预制棒;将所述预制棒压延成型,得到液晶聚合物基带;将所述液晶聚合物基带依次进行纵向拉伸和横向拉伸,得到拉伸基带;将所述拉伸基带烧结成型,得到液晶聚合物薄膜。

[0007] 本发明的有益效果在于:采用推挤成型、拉伸和烧结成型工艺相结合的方式成型液晶聚合物薄膜,可有效避免液晶聚合物熔体沿机械方向取向流动,可有效改善薄膜的力学性能,其拉伸强度在MD方向上可达172~178MPa,在TD方向上可达164~170MPa,薄膜的各向异性得到显著改善。

## 具体实施方式

[0008] 为详细说明本发明的技术内容、所实现目的及效果,以下结合实施方式予以说明。

[0009] 本发明最关键的构思在于:采用推挤成型、拉伸和烧结成型工艺相结合的方式来成型液晶聚合物薄膜,可有效避免液晶聚合物熔体沿机械方向取向流动,可有效改善薄膜的力学性能。

[0010] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合,得到预混料;将所述预混料压制成坯体,将所述坯体进行推挤成型,得到预制棒;将所述预制棒压延成型,得到液晶聚合物基带;将所述液晶聚合物基带依次进行纵向拉伸和横向拉伸,得到拉伸基带;将所述拉伸基带烧结成型,得到液晶聚合物薄膜。

[0011] 从上述描述可知,本发明的有益效果在于:采用推挤成型、拉伸和烧结成型工艺相结合的方式来成型液晶聚合物薄膜,可有效避免液晶聚合物熔体沿机械方向取向流动,可有效改善薄膜的力学性能,其拉伸强度在MD方向上可达172~178MPa,在TD方向上可达164~170MPa,薄膜的各向异性得到显著改善。本发明采用的液晶聚合物树脂可以是高耐热型(I型)和耐热型(II型)液晶聚合物树脂,采用市售产品。

[0012] 进一步的,所述将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合之前还包括:将液晶聚合物树脂在150~170℃条件下干燥4~6h。

[0013] 由上述描述可知,进行干燥可去除树脂中的水汽和其它挥发性杂质。

[0014] 进一步的,所述助推剂为液体石蜡、石油醚和烷烃中的至少一种。

[0015] 由上述描述可知,助推剂的种类可以根据需要进行选择。

[0016] 进一步的,所述液晶聚合物树脂与助推剂的重量比为(25~32):(1~2)。

[0017] 进一步的,将所述预混料静置10~12h。

[0018] 由上述描述可知,将预混料进行静置可使液晶聚合物树脂与助推剂混合均匀。

[0019] 进一步的,所述推挤成型的温度为60~80℃;所述压延成型的温度为50~70℃。

[0020] 进一步的,所述纵向拉伸之前还包括:将所述液晶聚合物基带在120~140℃条件下干燥30~60min。

[0021] 进一步的,所述纵向拉伸的温度为200~300℃,时间为4~8min;所述横向拉伸的温度为170~250℃。

[0022] 进一步的,所述烧结成型的温度为260~350℃,时间为40~80s。

[0023] 进一步的,还包括:对所述液晶聚合物薄膜进行冷却处理。

[0024] 由上述描述可知,进行冷却处理固化获得的微尺度结构取向,获得纵向和横向尺寸稳定性好的液晶聚合物薄膜。

[0025] 实施例一

[0026] 本发明的实施例一为:

[0027] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,包括如下步骤:

[0028] 1、将液晶聚合物树脂在150~170℃条件下干燥4~6h。

[0029] 干燥可以去除液晶聚合物树脂中的水汽等挥发性杂质,采用的液晶聚合物树脂可以是高耐热型(I型)和耐热型(II型)液晶聚合物树脂,采用市售产品。

[0030] 2、将液晶聚合物树脂与助推剂进行混合,得到预混料。

[0031] 本实施例中,所述助推剂为液体石蜡、石油醚和烷烃中的至少一种,所述液晶聚合

物树脂与助推剂的重量比为(25~32):(1~2)。得到预混料之后,将所述预混料静置10~12h,使助推剂与液晶聚合物树脂充分混合。

[0032] 3、将所述预混料压制成坯体,将所述坯体进行推挤成型,得到预制棒。

[0033] 压制在预压机上进行,压制的压力可以根据需要进行调整,坯体为圆柱形。所述推挤成型的温度为60~80℃,推挤成型后得到的预制棒为棒状物。

[0034] 4、将所述预制棒压延成型,得到液晶聚合物基带。

[0035] 所述压延成型的温度为50~70℃,所述液晶聚合物基带为带状物。将所述液晶聚合物基带在120~140℃条件下干燥30~60min。

[0036] 5、将所述液晶聚合物基带依次进行纵向拉伸和横向拉伸,得到拉伸基带。

[0037] 所述纵向拉伸的温度为200~300℃,纵向拉伸的时间为4~8min,纵向拉伸后得到相互粘结的液晶聚合物基带。所述横向拉伸的温度为170~250℃。

[0038] 6、将所述拉伸基带烧结成型,得到液晶聚合物薄膜。

[0039] 所述烧结成型的温度为260~350℃,时间为40~80s,烧结成型后得到热定型的液晶聚合物薄膜。

[0040] 7、对所述液晶聚合物薄膜进行冷却处理。

[0041] 将液晶聚合物薄膜迅速进行冷却,固化获得的微尺度结构取向,得到纵向和横向尺寸稳定性好的液晶聚合物薄膜。

[0042] 实施例二

[0043] 本发明的实施例二为:

[0044] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,与实施例一的不同之处在于:

[0045] 步骤1中,将液晶聚合物树脂在150℃条件下干燥6h。

[0046] 步骤2中,液晶聚合物树脂与助推剂的重量比为30:1,采用的助推剂为石油醚。将预混料静置10h。

[0047] 步骤3中,推挤成型的温度为70℃。

[0048] 步骤4中,压延成型的温度为60℃,将液晶聚合物基带在130℃条件下干燥50min。

[0049] 步骤5中,所述纵向拉伸的温度为250℃,拉伸时间为6min;横向拉伸的温度为200℃。

[0050] 步骤6中,烧结成型的温度为260℃,时间为40s。

[0051] 步骤7中,冷却处理具体为将液晶聚合物薄膜用冷却水喷淋,冷却水的温度为20℃,使液晶聚合物薄膜迅速冷却至25℃。

[0052] 对本实施例制备得到的液晶聚合物薄膜进行机械性能测试,制备得到的液晶聚合物薄膜拉伸强度为172MPa(MD方向上),164MPa(TD方向上),热膨胀系数为13ppm/℃(MD方向上),16ppm/℃(TD方向上),拉伸模量为3.4GPa(MD方向上),3.0GPa(TD方向上)。获得的液晶聚合物薄膜在MD和TD方向上的机械性能相差不大,且具有良好的尺寸稳定性。

[0053] 实施例三

[0054] 本发明的实施例三为一种液晶聚合物薄膜的制备方法,与实施例二不同之处在于:

[0055] 步骤6中,烧结成型的时间为60s。

[0056] 对本实例制备的液晶聚合物薄膜进行机械性能测试,制备得到的液晶聚合物薄膜

拉伸强度为178MPa(在MD方向上),169MPa(在TD方向上),热膨胀系数为15ppm/°C(在MD方向上),18ppm/°C(在TD方向上),拉伸模量为3.6GPa(在MD方向上),3.2GPa(在TD方向上)。获得的液晶聚合物薄膜在MD和TD方向上的机械性能相差不大,且具有良好的尺寸稳定性。

[0057] 实施例四

[0058] 本发明的实施例四为:

[0059] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,与实施例一的不同之处在于:

[0060] 步骤1中,将液晶聚合物树脂在170°C条件下干燥4h。

[0061] 步骤2中,液晶聚合物树脂与助推剂的重量比为25:2,采用的助推剂为石油醚。将预混料静置12h。

[0062] 步骤3中,推挤成型的温度为60°C。

[0063] 步骤4中,压延成型的温度为50°C,将液晶聚合物基带在120°C条件下干燥60min。

[0064] 步骤5中,所述纵向拉伸的温度为200°C,拉伸时间为8min;横向拉伸的温度为170°C。

[0065] 步骤6中,烧结成型的温度为300°C,时间为60s。

[0066] 步骤7中,冷却处理具体为将液晶聚合物薄膜用冷却水喷淋,冷却水的温度为20°C,使液晶聚合物薄膜迅速冷却至25°C。

[0067] 对本实例制备的液晶聚合物薄膜进行机械性能测试,制备得到的液晶聚合物薄膜拉伸强度为175MPa(在MD方向上),170MPa(在TD方向上),热膨胀系数为17ppm/°C(在MD方向上),20ppm/°C(在TD方向上),拉伸模量为3.0GPa(在MD方向上),2.9GPa(在TD方向上)。获得的液晶聚合物薄膜在MD和TD方向上的机械性能相差不大,且具有良好的尺寸稳定性。

[0068] 实施例五

[0069] 本发明的实施例五为:

[0070] 一种液晶聚合物薄膜的制备方法,与实施例一的不同之处在于:

[0071] 步骤1中,将液晶聚合物树脂在160°C条件下干燥5h。

[0072] 步骤2中,液晶聚合物树脂与助推剂的重量比为32:1.5,采用的助推剂为液体石蜡。将预混料静置11h。

[0073] 步骤3中,推挤成型的温度为80°C。

[0074] 步骤4中,压延成型的温度为70°C,将液晶聚合物基带在140°C条件下干燥30min。

[0075] 步骤5中,所述纵向拉伸的温度为300°C,拉伸时间为4min;横向拉伸的温度为250°C。

[0076] 步骤6中,烧结成型的温度为350°C,时间为80s。

[0077] 步骤7中,冷却处理具体为将液晶聚合物薄膜用冷却水喷淋,冷却水的温度为20°C,使液晶聚合物薄膜迅速冷却至25°C。

[0078] 对本实例制备的液晶聚合物薄膜进行机械性能测试,制备得到的液晶聚合物薄膜拉伸强度为176MPa(在MD方向上),168MPa(在TD方向上),热膨胀系数为16ppm/°C(在MD方向上),19ppm/°C(在TD方向上),拉伸模量为3.4GPa(在MD方向上),3.1GPa(在TD方向上)。获得的液晶聚合物薄膜在MD和TD方向上的机械性能相差不大,且具有良好的尺寸稳定性。

[0079] 对比实施例一:

[0080] 本发明的对比实施例一为液晶聚合薄膜的制备方法,与实施例二的不同之处在

于:没有步骤7。

[0081] 对本实例制备的液晶聚合物薄膜进行机械性能测试,制备得到的液晶聚合物薄膜拉伸强度为150MPa(在MD方向上),140MPa(在TD方向上),热膨胀系数为24ppm/°C(在MD方向上),22ppm/°C(在TD方向上),拉伸模量为2.7GPa(在MD方向上),2.5GPa(在TD方向上)。

[0082] 从实施例二与实施例三测试结果可知,适当延长烧结时间可以使液晶聚合物薄膜具有更好的拉伸强度和拉伸模量。

[0083] 从实施例二与对比实施例一的测试结果可知,将液晶聚合物薄膜迅速冷却后,具有更好的机械性能和尺寸稳定性。

[0084] 综上所述,本发明提供一种液晶聚合物薄膜的制备方法,采用推挤成型、拉伸和烧结成型工艺相结合的方式成型液晶聚合物薄膜,可有效避免液晶聚合物熔体沿机械方向取向流动,薄膜的各向异性得到显著改善。

[0085] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书内容所作的等同变换,或直接或间接运用在相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。