



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109651961 A

(43)申请公布日 2019.04.19

(21)申请号 201811500024.8

C09J 7/38(2018.01)

(22)申请日 2018.12.10

C09J 7/10(2018.01)

(71)申请人 潍坊同有新材料科技有限公司

地址 261000 山东省潍坊市高新区新城街
道玉清社区金马路1号1号车间

(72)发明人 汪勇 李晶 李珍

(74)专利代理机构 济南诚智商标专利事务所有
限公司 37105

代理人 杨筠

(51)Int.Cl.

C09J 4/02(2006.01)

C09J 4/06(2006.01)

C08F 220/32(2006.01)

C08F 220/18(2006.01)

C08F 220/14(2006.01)

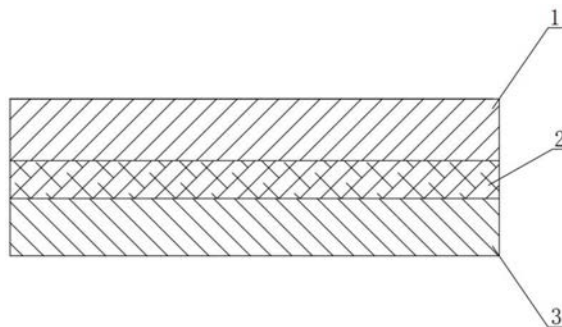
权利要求书2页 说明书10页 附图1页

(54)发明名称

一种丙烯酸压敏胶、光热双重固化胶膜及其
制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种丙烯酸压敏胶,由重量比
为100:(20~50):(30~50):(0.5~3.0):(0.3~
3.0)的聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶
剂、光引发剂和交联剂混合均匀制得,聚丙烯酸
酯预聚体是将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲
基丙烯酸环氧丙酯溶解在有机溶剂中,并加入引
发剂,在通入N₂的条件下反应制得;本发明还公
开了一种光热双重固化胶膜,包括利用上述丙烯
酸压敏胶制备的胶黏剂层,并对其进行光热交联
处理;本发明还公开了上述光热双重固化胶膜的
制备方法。本发明制备的光热双重固化胶膜具有
高粘结性、较好的可返工性,且能够实现光热双
重固化,缩短了固化时间,提高了生产效率。



1. 一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,由聚丙烯酸酯预聚体与活性稀释剂、光引发剂、交联剂在有机溶剂中混合均匀制得,所述聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂的重量比为100:(20~50):(30~50):(0.5~3.0):(0.3~3.0)。

2. 如权利要求1所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述聚丙烯酸酯预聚体是将混合单体溶解在有机溶剂中,并加入引发剂,在通入N₂的条件下反应制得,所述混合单体包括丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环丙酯的混合物,其重量比为(20~30):(20~40):(40~50),所述混合单体、有机溶剂和引发剂的重量比为100:(30~50):(0.6~1.2)。

3. 如权利要求2所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述活性稀释剂为丙烯酸异冰片酯或/和三羟甲基丙烷三丙烯酸酯;所述有机溶剂为乙酸乙酯、甲苯中的一种或其混合溶液。

4. 如权利要求3所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述光引发剂为自由基聚合光引发剂。

5. 如权利要求4所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述自由基聚合光引发剂为1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮按照1:3~1:5的重量比复配而成。

6. 如权利要求5所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述交联剂为异氰酸酯、多异氰酸酯、多元胺、缩水甘油醚中的一种或多种。

7. 如权利要求6所述的一种丙烯酸压敏胶,其特征在於,所述引发剂为过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,所述过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈重量比为3:1~4:1。

8. 一种光热双重固化胶膜,其特征在於,包括利用权利要求7所述的丙烯酸压敏胶制备的胶黏剂层,所述胶黏剂层夹设在第一离型层和第二离型层之间,所述胶黏剂层厚度为2~100um,所述胶黏剂层经过光热交联处理。

9. 如权利要求7所述的一种光热双重固化胶膜,其特征在於,所述第一离型层和第二离型层为有机硅离型膜,所述第一离型层和第二离型层离型力比值为1/2-1/5。

10. 制备如权利要求7所述的光热双重固化胶膜的方法,其特征在於,制备的具体步骤为:

S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

S01-1、按照重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至80~100℃,搅拌速率为120~160r/min,恒温反应1~3h;

S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1~2h;

S01-4、然后再依次补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和引发剂偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1~2h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

S02、丙烯酸压敏胶的制备

按照重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混

合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

S03、光热双重固化胶膜的制备

S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层面上;

S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层置于紫外光固化仪器中固化10s~20s,再于130℃加热固化2~4min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层,取出,附上第一离型层并收卷,制备完成光热双重固化胶膜。

一种丙烯酸压敏胶、光热双重固化胶膜及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及电子粘接技术领域,尤其涉及一种丙烯酸压敏胶、光热双重固化胶膜及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着电子、通信产业的快速发展,各种电子设备,如手机、电脑、电视、导航仪及笔记本等的体积愈来愈小,趋向于多功能化、轻便化及高集成化发展,为了满足该发展趋势,需要将电子设备的多个部件进行组合,尤其电子设备内部各个小型部件之间需要进行粘结。

[0003] 目前电子设备内部各个小型部件的粘结主要采用超薄PET双面胶带、电子胶水点胶工艺及压敏胶粘接技术。

[0004] 采用超薄PET双面胶带粘结时存在粘结强度低、可返工性差等缺点;

[0005] 电子胶水点胶工艺虽然可以有效避免粘结强度低的问题,但可返工性差,同时设备投入大;

[0006] 压敏胶在技术性能上能够使电子产品在设计上做到既薄又小,且具有非常合乎功能要求的可靠的粘接性,其中,光固化型丙烯酸压敏胶因与其它类型的压敏胶相比具有环保、耐水耐热性能好而受到青睐,但是现有技术下的光固化型丙烯酸压敏胶在使用时依然存在如下问题:

[0007] (1) 只能采用光进行固化,固化时,单体挥发量大,固化深度不够,交联密度太小,粘接强度不高;

[0008] (2) 对光透过性不良的材料(如聚碳酸酯、透明聚氯乙烯、丙烯酸树脂和氧化铝等)而言,不能短时间固化。

[0009] 因此,针对上述问题开发一种丙烯酸压敏胶、光热双重固化胶膜及其制备方法,不但具有迫切的研究价值,也具有良好的经济效益和工业应用潜力,这正是本发明得以完成的动力所在和基础。

发明内容

[0010] 为了克服上述所指出的现有技术的缺陷,本发明人对此进行了深入研究,在付出了大量创造性劳动后,从而完成了本发明。

[0011] 具体而言,本发明所要解决的技术问题是:提供一种丙烯酸压敏胶、光热双重固化胶膜及其制备方法,制备的粘结胶具有高粘结性、较好的可返工性,且能够实现光热双重固化,以此来解决现存工艺中存在的缺点。

[0012] 为解决上述技术问题,本发明的技术方案是:

[0013] 一种丙烯酸压敏胶,由聚丙烯酸酯预聚体与活性稀释剂、光引发剂、交联剂在有机溶剂中混合均匀制得,所述聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂的重量比为100:(20~50):(30~50):(0.5~3.0):(0.3~3.0)。

[0014] 作为一种改进,所述聚丙烯酸酯预聚体是将混合单体溶解在有机溶剂中,并加入引发剂,在通入 N_2 的条件下反应制得,所述混合单体包括丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯的混合物,其重量比为(20~30):(20~40):(40~50),所述混合单体、有机溶剂和引发剂的重量比为100:(30~50):(0.6~1.2)。

[0015] 作为一种改进,所述活性稀释剂为丙烯酸异冰片酯或/和三羟甲基丙烷三丙烯酸酯;所述有机溶剂为乙酸乙酯、甲苯中的一种或其混合溶液。

[0016] 作为一种改进,所述光引发剂为自由基聚合光引发剂。

[0017] 作为一种改进,所述自由基聚合光引发剂为1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮按照1:3~1:5的重量比复配而成。

[0018] 作为一种改进,所述交联剂为异氰酸酯、多异氰酸酯、多元胺、缩水甘油醚中的一种或多种。

[0019] 作为一种改进,所述引发剂为过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,所述过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈重量比为3:1~4:1。

[0020] 一种光热双重固化胶膜,包括利用上述的丙烯酸压敏胶制备的胶黏剂层,所述胶黏剂层夹设在第一离型层和第二离型层之间,所述胶黏剂层厚度为2~100 μm ,所述胶黏剂层经过光热交联处理。

[0021] 作为一种改进,所述第一离型层和第二离型层为有机硅离型膜,所述第一离型层和第二离型层离型力比值为1/2-1/5。

[0022] 一种光热双重固化胶膜的制备方法,具体步骤为:

[0023] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0024] S01-1、按照重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

[0025] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至80~100 $^{\circ}\text{C}$,搅拌速率为120~160r/min,恒温反应1~3h;

[0026] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1~2h;

[0027] S01-4、然后再依次补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和引发剂偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1~2h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30 $^{\circ}\text{C}$ 后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0028] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0029] 按照重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0030] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0031] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层面上;

[0032] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层置于紫外光固化仪器中固化10s~20s,再于130 $^{\circ}\text{C}$ 加热固化2~4min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层,取出,

附上第一离型层并收卷,制备完成光热双重固化胶膜。

[0033] 采用了上述技术方案后,本发明与现有技术相比具有如下有益效果:

[0034] (1) 本发明中丙烯酸压敏胶选择丙烯酸丁酯(BA)作为压敏胶体系的软单体,选择甲基丙烯酸甲酯(MMA)作为硬单体,选择甲基丙烯酸环氧丙酯(GMA)作为官能单体,通过对软单体、硬单体及官能单体的比例的控制,提高了丙烯酸压敏胶的粘着力,充分满足了后期光热双重固化胶膜的制备要求。

[0035] (2) 本发明中所用的引发剂选择了易得、低毒且成本较低的油溶性热引发剂:过氧化二苯甲酰(BPO)和偶氮二异丁腈(AIBN),且在聚丙烯酸酯预聚体的制备过程中前期反应主要加入BPO,后期补加AIBN,提高了反应物的产率;

[0036] (3) 本发明中光引发剂采用的是自由基光引发剂:1-羟基环己基苯甲酮(184)和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮(1173)。其中,184为白色或月白色结晶粉末,最大吸收波长 λ_{\max} 为246nm、280nm和333nm,184吸收光能后,经裂解产生苯甲酰自由基和羟基环己基自由基,两种自由基活性均很高;1173为微黄色透明液体, λ_{\max} 为245nm、280nm、331nm,1173吸收光能后,经裂解产生苯甲酰自由基和 α -羟基异丙基自由基,都是引发活性很高的自由基184和1173的分子结构中苯甲酰基邻位上均没有 α -H,有优良的热稳定性,光解时没有取代苯基结构,耐黄变性优良;利用184和1173两种不同光吸收波长的光引发剂复配可以充分吸收UV光能量,缩短固化时间;

[0037] (4) 本发明制备的光热双重固化胶膜使用方便,在使用时可根据需要对被粘体进行初期粘结及定位,并且可以轻松拆卸,返工性好,定位后可根据情况选择适合的UV照射固化或加热固化,缩短固化时间;

[0038] (5) 聚丙烯酸酯预聚体制备过程中的加料方式对体系的转化率具有重要的影响,本发明采用引发剂分批次加入的方式可以很好的控制反应温度,减少甚至消除反应中的自动加速现象,得到较高的转化率。

[0039] 综上,本发明中的用料、用量配比及制备工艺合理,制备的光热双重固化胶膜具有高粘结性、较好的可返工性,且能够实现光热双重固化,缩短了固化时间,提高了生产效率。

附图说明

[0040] 图1为本发明中一种光热双重固化胶膜的结构示意图;

[0041] 图中:1-第一离型层,2-胶黏剂层,3-第二离型层。

具体实施方式

[0042] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0043] 实施例1:

[0044] 按照以下重量配比准备原料:

[0045] 混合单体:丙烯酸丁酯25份

[0046] 甲基丙烯酸甲酯30份

- [0047] 甲基丙烯酸环氧丙酯45份；
- [0048] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共1份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈=3:1；
- [0049] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液40份,且乙酸乙酯:甲苯=1:1
- [0050] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备
- [0051] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解；
- [0052] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至90℃,搅拌速率为140r/min,恒温反应2h；
- [0053] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1.5h；
- [0054] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1.5h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体；
- [0055] 再按照以下重量配比准备原料：
- [0056] 聚丙烯酸酯预聚体:100份
- [0057] 活性稀释剂:丙烯酸异冰片酯35份；
- [0058] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液40份,且乙酸乙酯:甲苯=1:1
- [0059] 光引发剂:0.5份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4
- [0060] 交联剂:异氰酸酯0.3份
- [0061] S02、丙烯酸压敏胶的制备
- [0062] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶；
- [0063] S03、光热双重固化胶膜的制备
- [0064] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上；
- [0065] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化15s,再于130℃加热固化3min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为50um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/2,制备完成光热双重固化胶膜。
- [0066] 实施例2:
- [0067] 按照以下重量配比准备原料:
- [0068] 混合单体:丙烯酸丁酯20份
- [0069] 甲基丙烯酸甲酯40份
- [0070] 甲基丙烯酸环氧丙酯40份；
- [0071] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共0.6份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈

=3:1;

[0072] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液30份,且乙酸乙酯:甲苯=2:1

[0073] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0074] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

[0075] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至80℃,搅拌速率为120r/min,恒温反应1h;

[0076] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1h;

[0077] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应2h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0078] 再按照以下重量配比准备原料:

[0079] 聚丙烯酸酯预聚体:100份

[0080] 活性稀释剂:丙烯酸异冰片酯20份;

[0081] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液35份,且乙酸乙酯:甲苯=2:1

[0082] 光引发剂:0.5份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4

[0083] 交联剂:异氰酸酯1份

[0084] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0085] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0086] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0087] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上;

[0088] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化10s,再于130℃加热固化2min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为2um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/3,制备完成光热双重固化胶膜。

[0089] 实施例3:

[0090] 按照以下重量配比准备原料:

[0091] 混合单体:丙烯酸丁酯30份

[0092] 甲基丙烯酸甲酯20份

[0093] 甲基丙烯酸环氧丙酯50份;

[0094] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共1.2份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈=4:1;

[0095] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液50份,且乙酸乙酯:甲苯=1:2

[0096] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0097] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

[0098] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至100℃,搅拌速率为160r/min,恒温反应3h;

[0099] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应2h;

[0100] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0101] 再按照以下重量配比准备原料:

[0102] 聚丙烯酸酯预聚体:100份

[0103] 活性稀释剂:丙烯酸异冰片酯25份;

[0104] 有机溶剂:乙酸乙酯和甲苯的混合液30份,且乙酸乙酯:甲苯=1:2

[0105] 光引发剂:1.5份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4

[0106] 交联剂:异氰酸酯0.3份

[0107] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0108] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0109] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0110] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上;

[0111] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化20s,再于130℃加热固化4min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为100um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/4,制备完成光热双重固化胶膜。

[0112] 实施例4:

[0113] 按照以下重量配比准备原料:

[0114] 混合单体:丙烯酸丁酯30份

[0115] 甲基丙烯酸甲酯40份

[0116] 甲基丙烯酸环氧丙酯30份;

[0117] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共0.8份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈=3.5:1;

[0118] 有机溶剂:乙酸乙酯45份,S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0119] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶

于其中,充分溶解;

[0120] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至85℃,搅拌速率为130r/min,恒温反应1.5h;

[0121] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1.3h;

[0122] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1.3h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0123] 再按照以下重量配比准备原料:

[0124] 聚丙烯酸酯预聚体:100份

[0125] 活性稀释剂:三羟甲基丙烷三丙烯酸酯50份;

[0126] 有机溶剂:乙酸乙酯50份光引发剂:1.5份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4

[0127] 交联剂:异氰酸酯1份

[0128] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0129] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0130] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0131] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上;

[0132] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化13s,再于130℃加热固化2.5min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为25um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/4,制备完成光热双重固化胶膜。

[0133] 实施例5:

[0134] 按照以下重量配比准备原料:

[0135] 混合单体:丙烯酸丁酯25份

[0136] 甲基丙烯酸甲酯35份

[0137] 甲基丙烯酸环氧丙酯40份;

[0138] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共2份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈=3.3:1;

[0139] 有机溶剂:甲苯35份;

[0140] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0141] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

[0142] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机

溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至95℃,搅拌速率为150r/min,恒温反应2.5h;

[0143] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应1.8h;

[0144] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1.8h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0145] 再按照以下重量配比准备原料:

[0146] 聚丙烯酸酯预聚体:100份

[0147] 活性稀释剂:三羟甲基丙烷三丙烯酸酯25份;

[0148] 有机溶剂:甲苯30份;

[0149] 光引发剂:3份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4

[0150] 交联剂:异氰酸酯0.3份

[0151] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0152] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0153] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0154] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上;

[0155] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化18s,再于130℃加热固化3.5min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为85um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/5,制备完成光热双重固化胶膜。

[0156] 实施例6:

[0157] 按照以下重量配比准备原料:

[0158] 混合单体:丙烯酸丁酯20份

[0159] 甲基丙烯酸甲酯35份

[0160] 甲基丙烯酸环氧丙酯45份;

[0161] 引发剂:氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈共2.5份,且氧化二苯甲酰:偶氮二异丁腈=4:1;

[0162] 有机溶剂:乙酸乙酯30份

[0163] S01、聚丙烯酸酯预聚体的制备

[0164] S01-1、按照以上原料的重量配比,将丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸环氧丙酯混合形成混合单体,取1/2的混合单体,并将占引发剂总量1/4的过氧化二苯甲酰溶于其中,充分溶解;

[0165] S01-2、在装有搅拌器、冷凝器、氮气管和滴液漏斗的四口烧瓶中,加入2/3的有机溶剂,并将步骤S01-1配置的溶液加入其中,通入氮气,搅拌并升温至100℃,搅拌速率为156r/min,恒温反应2.8h;

[0166] S01-3、在1h内滴加完剩余的混合单体和占引发剂总量1/2的过氧化二苯甲酰,再恒温反应2h;

[0167] S01-4、然后再补充滴加剩余的引发剂过氧化二苯甲酰和偶氮二异丁腈,以及剩余的溶剂,恒温反应1h,使未反应单体进一步反应完全后,冷却,当温度降到30℃后停止反应,得到聚丙烯酸酯预聚体;

[0168] 再按照以下重量配比准备原料:

[0169] 聚丙烯酸酯预聚体:100份

[0170] 活性稀释剂:三羟甲基丙烷三丙烯酸酯45份;

[0171] 有机溶剂:乙酸乙酯30份

[0172] 光引发剂:3.0份,由自由基聚合光引发剂1-羟基环己基苯甲酮和2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮复配而成,且1-羟基环己基苯甲酮:2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮=1:4

[0173] 交联剂:异氰酸酯3.0份

[0174] S02、丙烯酸压敏胶的制备

[0175] 按照上述重量配比将聚丙烯酸酯预聚体、活性稀释剂、有机溶剂、光引发剂和交联剂搅拌混合均匀,制得丙烯酸压敏胶;

[0176] S03、光热双重固化胶膜的制备

[0177] S03-1,将步骤S02制得的丙烯酸压敏胶过滤后经刮刀涂布机或CED涂布机涂布于第二离型层3面上;

[0178] S03-2,将涂布好丙烯酸压敏胶的第二离型层3置于紫外光固化仪器中固化20s,再于130℃加热固化4min,进行光热交联处理,丙烯酸压敏胶形成胶黏剂层2,胶黏剂层2厚度为90um,取出,附上第一离型层1并收卷,第一离型层和第二离型层离型力比值为1/5,制备完成光热双重固化胶膜。

[0179] 将上述实施例1-6所得光热双重固化胶膜分别测试不同UV时间对钢板(BASUS)粘着力,粘着力测试方法为JIS Z 0237,测试结果如表1所示:

[0180] 表1:实施例1-6所得光热双重固化胶膜性能测试结果

[0181]

测试条件		样品编号					
		实施 例 1	实施 例 2	实施 例 3	实施 例 4	实施 例 5	实施 例 6
粘着力 (g/25mm) BASUS	UV0S	325	280	318	276	330	230
	UV10S	480	495	583	576	450	420
	UV20S	545	574	715	723	1110	1000
	UV40S	710	703	910	1020	1190	1100
	UV60S	924	950	1080	1120	1230	1080
	UV120S	935	985	1140	1250	1230	1100

[0182] 应当理解,这些实施例的用途仅用于说明本发明而非意欲限制本发明的保护范围。此外,也应理解,在阅读了本发明的技术内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动、修改和/或变型,所有的这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的保

护范围之内。

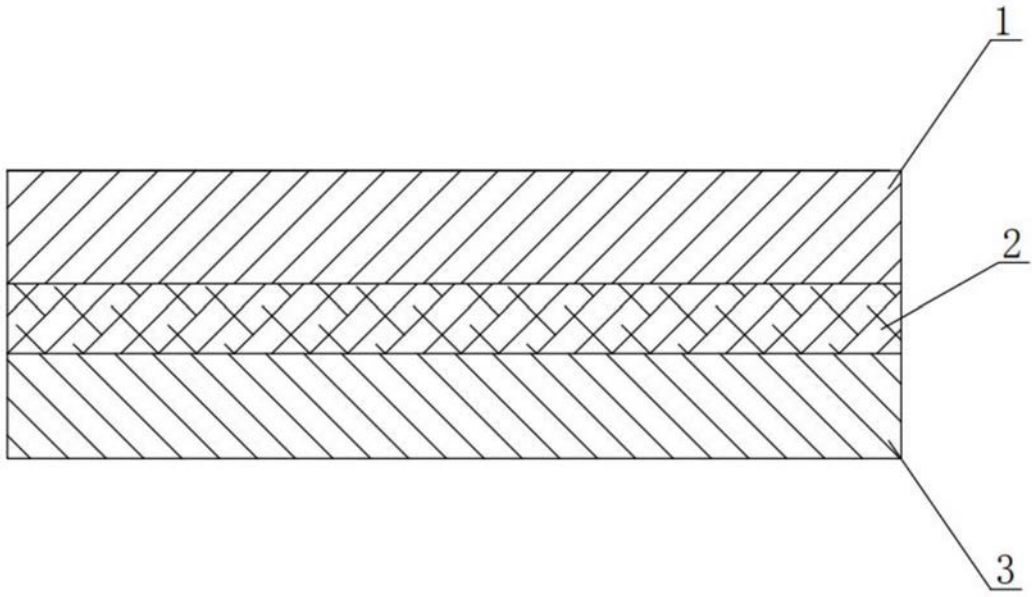


图1