



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116814206 B

(45) 授权公告日 2024.03.01

(21) 申请号 202310783641.8

C09J 11/04 (2006.01)

(22) 申请日 2023.06.29

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 104874365 A, 2015.09.02

申请公布号 CN 116814206 A

CN 107670632 A, 2018.02.09

CN 107903827 A, 2018.04.13

(43) 申请公布日 2023.09.29

CN 109608745 A, 2019.04.12

(73) 专利权人 深圳未来新材料实业有限公司

CN 110327904 A, 2019.10.15

地址 518000 广东省深圳市宝安区西乡街

CN 112813678 A, 2021.05.18

道龙腾社区107国道旁西成龙秋口工

CN 114634783 A, 2022.06.17

业园A栋2层

郑水林.《粉体表面改性》.中国建材工业出

(72) 发明人 廖仲亮 兰婷婷 侯艳 刘远文

版社, 2003, (第2版), 第228页.

(74) 专利代理机构 武汉信诚嘉合知识产权代理

审查员 黄辰欣

有限公司 42321

专利代理师 李靖

(51) Int. Cl.

C09J 163/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种用于柔性显示屏的环氧密封胶及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于柔性显示屏的环氧密封胶及其制备方法,本发明将羧甲基纤维素溶液与混合盐溶液进行共混,然后进行水热反应,得到羧甲基纤维素插层水滑石,然后进行煅烧,得到生物炭插层水滑石,所得到的生物炭对氧气具有一定的吸附作用,同时生物炭插层在水滑石结构中,使得水滑石结构更加致密,在一定程度上也能起到阻隔氧气的作用;本发明先利用环氧基硅烷偶联剂对生物炭插层水滑石进行改性,在其表面引入环氧基团,然后通过环氧基团与氨基进行反应,将十八胺接枝在水滑石上,十八胺具有较长的疏水烷基长链结构,将其引入到环氧密封胶中,能够有效降低环氧密封胶的吸水率。

1. 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,以重量份计,包括如下组分的原料:环氧树脂40-50份、聚醚胺20-30份、水滑石复合材料10-20份、分散剂0.1-1份、固化促进剂0.1-1份;

其中,所述水滑石复合材料的制备方法如下:

(1) 将硝酸镁、硝酸铝和尿素溶于水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中进行水热反应,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

(2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,得到生物炭插层水滑石;

(3) 将生物炭插层水滑石分散在乙醇水溶液中,然后向其中加入环氧基硅烷偶联剂,搅拌反应,经离心、洗涤、干燥,得到环氧基改性水滑石材料;

(4) 将环氧基改性水滑石材料分散在乙醇溶剂中,然后向其中加入十八胺,加热搅拌反应,待反应完成后,经过滤、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

2. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(1)中,硝酸镁、硝酸铝、尿素和羧甲基纤维素溶液的质量比为4-6:2-3:3-4:40-50,羧甲基纤维素溶液的质量分数为5-10%。

3. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(1)中,水热反应的温度为100-120℃,水热反应的时间为12-18h。

4. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(2)中,煅烧温度为400-500℃,煅烧时间为1-2h。

5. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(3)中,生物炭插层水滑石、乙醇水溶液和环氧基硅烷偶联剂的质量比为4-8:100:1-2。

6. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(3)中,乙醇水溶液的质量分数为60-80%。

7. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(4)中,环氧基改性水滑石材料和十八胺的质量比为10-15:4-6。

8. 根据权利要求1所述的用于柔性显示屏的环氧密封胶,其特征在于,步骤(4)中,加热搅拌反应温度为60-70℃,加热搅拌反应时间为4-8h。

9. 如权利要求1-8任一项所述用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:将环氧树脂、聚醚胺、水滑石复合材料、分散剂和固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡,即得到环氧密封胶。

一种用于柔性显示屏的环氧密封胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及环氧密封胶技术领域,具体涉及一种用于柔性显示屏的环氧密封胶及其制备方法。

背景技术

[0002] 目前越来越多的具有显示功能的电子设备被广泛的应用于人们的日常生活以及工作当中,为人们的日常生活以及工作带来了巨大的便利,成为当今人们不可或缺的重要工具。电子设备实现显示功能的主要部件是显示屏,根据弯曲特性,显示屏可以为可以弯曲的柔性显示屏以及不可弯曲的刚性显示屏。

[0003] 柔性显示屏在日常生活中的黑白显示屏幕、各种手机、笔记本电脑、车站显示牌等领域均有应用,随着技术的不断发展,显示发光材料对水汽、氧气的敏感程度越来越高,所以开发一种低吸水性、高氧气阻隔率且对柔性材质粘接较好的密封胶十分关键且必要。

[0004] 中国专利文献CN201510481688.4公开了一种室温固化超低温环氧密封胶及其制备方法,所述环氧密封胶包括40~60份聚氨酯改性双酚S型缩水甘油醚环氧树脂、40~60份680环氧树脂、20~33份脂环胺固化剂、10~30份T-31固化剂,所制备的环氧密封胶具有良好的低温粘接和密封性能,但吸水率偏高,仍有待进一步进行改进。

发明内容

[0005] 针对现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种用于柔性显示屏的环氧密封胶及其制备方法,所制备的环氧密封胶具有低吸水性和高氧气阻隔率的特点。

[0006] 为了实现上述目的,本发明采取如下技术方案:

[0007] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶,以重量份计,包括如下组分的原料:环氧树脂40-50份、聚醚胺20-30份、水滑石复合材料10-20份、分散剂0.1-1份、固化促进剂0.1-1份。

[0008] 优选的,所述水滑石复合材料的制备方法如下:

[0009] (1) 将硝酸镁、硝酸铝和尿素溶于水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中进行水热反应,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

[0010] (2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,得到生物炭插层水滑石;

[0011] (3) 将生物炭插层水滑石分散在乙醇水溶液中,然后向其中加入环氧基硅烷偶联剂,搅拌反应,经离心、洗涤、干燥,得到环氧基改性水滑石材料;

[0012] (4) 将环氧基改性水滑石材料分散在乙醇溶剂中,然后向其中加入十八胺,加热搅拌反应,待反应完成后,经过滤、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

[0013] 优选的,步骤(1)中,硝酸镁、硝酸铝、尿素和羧甲基纤维素溶液的质量比为4-6:2-3:3-4:40-50,羧甲基纤维素溶液的质量分数为5-10%。

[0014] 优选的,步骤(1)中,水热反应的温度为100-120℃,水热反应的时间为12-18h。

[0015] 优选的,步骤(2)中,煅烧温度为400-500℃,煅烧时间为1-2h。

[0016] 优选的,步骤(3)中,生物炭插层水滑石、乙醇水溶液和环氧基硅烷偶联剂的质量比为4-8:100:1-2。

[0017] 优选的,步骤(3)中,乙醇水溶液的质量分数为60-80%。

[0018] 优选的,步骤(4)中,环氧基改性水滑石材料和十八胺的质量比为10-15:4-6。

[0019] 优选的,步骤(4)中,加热搅拌反应温度为60-70℃,加热搅拌反应时间为4-8h。

[0020] 本发明还提供上述环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:将环氧树脂、聚醚胺、水滑石复合材料、分散剂和固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡,即得到环氧密封胶。

[0021] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0022] (1) 本发明将羧甲基纤维素溶液与混合盐溶液进行共混,然后进行水热反应,得到羧甲基纤维素插层水滑石,然后进行煅烧,得到生物炭插层水滑石,所得到的生物炭对氧气具有一定的吸附作用,同时生物炭插层在水滑石结构中,使得水滑石结构更加致密,在一定程度上也能起到阻隔氧气的作用。

[0023] (2) 本发明先利用环氧基硅烷偶联剂对生物炭插层水滑石进行改性,在其表面引入环氧基团,然后通过环氧基团与氨基进行反应,将十八胺接枝在水滑石上,十八胺具有较长的疏水烷基长链结构,将其引入到环氧密封胶中,能够有效降低环氧密封胶的吸水率。

具体实施方式

[0024] 以下通过具体较佳实施例对本发明作进一步详细说明,但本发明并不仅限于以下的实施例。

[0025] 需要说明的是,无特殊说明外,本发明中涉及到的化学试剂均通过商业渠道购买。

[0026] 本发明中所使用的环氧树脂为双酚A型环氧树脂,环氧当量180-190,购自万青化学科技有限公司;

[0027] 聚醚胺购自济南金邦环保科技有限公司,CAS号:9046-10-0;

[0028] 分散剂的型号为BYK-130;

[0029] 固化促进剂购自威海晨源分子新材料有限公司,型号:CYD-N2401;

[0030] 环氧基硅烷偶联剂选为KH560。

[0031] 实施例1

[0032] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:

[0033] 将40份环氧树脂、30份聚醚胺、10份水滑石复合材料、0.5份分散剂和0.5份固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡30min,即得到环氧密封胶;

[0034] 其中,水滑石复合材料的制备方法如下:

[0035] (1) 将4g硝酸镁、2g硝酸铝和3g尿素溶于100g水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入40g,5wt%的羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中,在100℃下进行水热反应18h,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

[0036] (2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,煅烧温度为400℃,煅烧时间为2h,得到生物炭插层水滑石;

[0037] (3) 将4g生物炭插层水滑石分散在100g,60wt%的乙醇水溶液中,然后向其中加入1g KH560,搅拌反应2h,经离心、洗涤、干燥,得到环氧基改性水滑石材料;

[0038] (4) 将10g环氧基改性水滑石材料分散在200mL乙醇溶剂中,然后向其中加入4g十八胺,在60℃下加热搅拌反应8h,待反应完成后,经过滤、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

[0039] 实施例2

[0040] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:

[0041] 将50份环氧树脂、25份聚醚胺、20份水滑石复合材料、0.1份分散剂和1份固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡30min,即得到环氧密封胶;

[0042] 其中,水滑石复合材料的制备方法如下:

[0043] (1) 将6g硝酸镁、3g硝酸铝和4g尿素溶于100g水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入40g,10wt%的羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中,在120℃下进行水热反应12h,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

[0044] (2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,煅烧温度为500℃,煅烧时间为1h,得到生物炭插层水滑石;

[0045] (3) 将8g生物炭插层水滑石分散在100g,60wt%的乙醇水溶液中,然后向其中加入2g KH560,搅拌反应2h,经离心、洗涤、干燥,得到环氧基改性水滑石材料;

[0046] (4) 将15g环氧基改性水滑石材料分散在200mL乙醇溶剂中,然后向其中加入6g十八胺,在70℃下加热搅拌反应4h,待反应完成后,经过滤、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

[0047] 实施例3

[0048] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:

[0049] 将45份环氧树脂、20份聚醚胺、15份水滑石复合材料、0.6份分散剂和0.8份固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡30min,即得到环氧密封胶;

[0050] 其中,水滑石复合材料的制备方法如下:

[0051] (1) 将5g硝酸镁、2g硝酸铝和4g尿素溶于100g水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入50g,8wt%的羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中,在100℃下进行水热反应18h,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

[0052] (2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,煅烧温度为450℃,煅烧时间为2h,得到生物炭插层水滑石;

[0053] (3) 将6g生物炭插层水滑石分散在100g,80wt%的乙醇水溶液中,然后向其中加入1.5g KH560,搅拌反应2h,经离心、洗涤、干燥,得到环氧基改性水滑石材料;

[0054] (4) 将12g环氧基改性水滑石材料分散在200mL乙醇溶剂中,然后向其中加入5g十八胺,在65℃下加热搅拌反应6h,待反应完成后,经过滤、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

[0055] 对比例1

[0056] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:

[0057] 将45份环氧树脂、20份聚醚胺、15份水滑石材料、0.6份分散剂和0.8份固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡30min,即得到环氧密封胶;

[0058] 其中,水滑石材料的制备方法如下:

[0059] 将5g硝酸镁、2g硝酸铝和4g尿素溶于100g水中,配成混合盐溶液,随后转入反应釜

中,在100℃下进行水热反应18h,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,即得到水滑石材料。

[0060] 对比例2

[0061] 一种用于柔性显示屏的环氧密封胶的制备方法,包括如下步骤:

[0062] 将45份环氧树脂、20份聚醚胺、15份水滑石复合材料、0.6份分散剂和0.8份固化剂搅拌混合均匀,然后在研磨机上辊成膏状物,再经真空脱泡30min,即得到环氧密封胶;

[0063] 其中,水滑石复合材料的制备方法如下:

[0064] (1) 将5g硝酸镁、2g硝酸铝和4g尿素溶于100g水中,配成混合盐溶液,在搅拌条件下向其中加入50g,8wt%的羧甲基纤维素溶液,随后转入反应釜中,在100℃下进行水热反应18h,待反应完成后,经离心、冷冻干燥,得到羧甲基纤维素插层水滑石;

[0065] (2) 将羧甲基纤维素插层水滑石在氮气气氛中进行煅烧,煅烧温度为450℃,煅烧时间为2h,得到生物炭插层水滑石;

[0066] (3) 将6g生物炭插层水滑石分散在100g,80wt%的乙醇水溶液中,然后向其中加入1.5g KH560,搅拌反应2h,经离心、洗涤、干燥,即得到水滑石复合材料。

[0067] 将实施例1-3和对比例1-2所制备的环氧密封胶进行性能测试,具体如下:

[0068] 吸水率测试:参照标准ASTM D570-05塑料吸水率的测试方法进行测试,将胶黏剂固化制成76.2mm×25.4mm×3.2mm的试样,测试其在23℃水中浸泡24h后的吸水量,根据标准中公式计算吸水率;

[0069] 氧气透过率测试:将实施例1-3和对比例1-2所制备的环氧密封胶平压成厚度为400μm的胶膜,然后通过氧气透过率仪进行测试,测试条件为23℃,50%RH,试验结果如下表所示:

[0070] 吸水率(%) 氧气透过率(cc/m²·24h)

实施例 1 0.29 1.42

实施例 2 0.17 0.99

[0071] 实施例 3 0.22 1.15

对比例 1 1.08 2.76

对比例 2 0.75 1.24

[0072] 最后需要说明的是:以上实施例不以任何形式限制本发明。对本领域技术人员来说,在本发明基础上,可以对其作一些修改和改进。因此,凡在不偏离本发明精神的基础上所做的任何修改或改进,均属于本发明要求保护的范围之内。