



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103725245 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 30

(21) 申请号 201310712279. 1

(22) 申请日 2013. 12. 20

(73) 专利权人 广州慧谷工程材料有限公司

地址 511365 广东省广州市增城中新镇恒创  
工业园

(72) 发明人 乔立根 吴鹏飞 陈勇 黄链

(74) 专利代理机构 广州市华学知识产权代理有  
限公司 44245

代理人 杨晓松

(51) Int. Cl.

C09J 175/14(2006. 01)

C09J 167/06(2006. 01)

C09J 11/06(2006. 01)

C09J 11/08(2006. 01)

C09J 7/02(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101153127 A, 2008. 04. 02, 说明书第 1 页  
第 16 行至第 2 页第 31 行.

JP 2012201736 A, 2012. 10. 22, 全文.

审查员 徐晶

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水及其制备和应用

(57) 摘要

本发明属于 UV 固化胶水技术领域,公开了一种光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水及其制备方法和应用。该胶水包括以下按质量份数计的组分:脂肪族聚氨酯丙烯酸酯 20 ~ 60 份、超支化聚酯丙烯酸酯 5 ~ 15 份、丙烯酸酯单体 10 ~ 25 份、硫醇 1 ~ 10 份、增粘树脂 1 ~ 10 份、流平剂 0. 1 ~ 1 份、消泡剂 0. 5 ~ 2 份、光引发剂 0. 5 ~ 2 份。本发明通过优选低官能度的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯,添加超支化聚酯丙烯酸酯提高胶体交联密度和胶体强度;丙烯酸酯单体调节粘度和增加胶体强度;添加含醚类结构硫醇提高粘结性,制备得到具有高柔韧性、高透光率、低雾度、胶体强度高、高粘结性、高厚度、低 VOC 的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

1. 一种光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括以下按质量份数计的成份:脂肪族聚氨酯丙烯酸酯 20~60 份、超支化聚酯丙烯酸酯 5~15 份、丙烯酸酯单体 10~25 份、硫醇 1~10 份、增粘树脂 1~10 份、流平剂 0.1~1 份、消泡剂 0.5~2 份、光引发剂 0.5~2 份;

所述的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯指 1~3 官能度的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯;

所述的硫醇为含醚类结构的硫醇。

2. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯指沙多玛 CN704、CN965NS、CN8004、CN9002、CN966J75NS、CNUVE151NS、长兴 6113、615-100、641 中的至少一种。

3. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的超支化聚酯丙烯酸酯指长兴化学 6361-100、6362-100,沙多玛 CN2302、CN2303 中的至少一种。

4. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的丙烯酸酯单体为丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯中的至少一种。

5. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的丙烯酸酯单体为单官能度(甲基)丙烯酸酯、双官能度(甲基)丙烯酸酯和 3~6 官能度(甲基)丙烯酸酯中的至少两种;所述的硫醇为台湾恒桥化工 PETP、日本合成 Lecad803、Lecad804、日本希比希 TMPT 和 PETP 中的至少一种。

6. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的增粘树脂为可 UV 反应的增粘树脂;所述的流平剂为可交联型聚醚改性或聚酯改性的二甲基硅氧烷类流平剂;所述的光引发剂为  $\alpha$ -羟基酮类光引发剂和酰基膦氧化物类光引发剂中的至少一种。

7. 根据权利要求 1 所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,其特征包括:所述的增粘树脂为 E-5600BR 和 DS99 中的至少一种;所述的流平剂为 BYK-371、BYK-UV3500、BYK-UV3530 和 BYK-UV3570 中的至少一种;所述的消泡剂为 BYK-067A、BYK-088 和 BYK-057 中的至少一种;所述光引发剂为汽巴公司 Darocur 1173 光引发剂、汽巴公司 Darocur MBF 光引发剂、巴斯夫 Irgacure 184 光引发剂、巴斯夫 Irgacure 2022 光引发剂、巴斯夫 Irgacure 127 光引发剂和巴斯夫 Lucirin TPO 光引发剂中的至少一种。

8. 一种根据权利要求 1~7 任一项所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备方法,其特征包括包含如下步骤:

将 20~60 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯、5~15 质量份超支化聚酯丙烯酸酯混合,再加入 1~10 质量份增粘树脂、10~25 质量份丙烯酸酯单体,混合均匀;再加入 1~10 质量份硫醇,混合均匀;加入 0.1~1 质量份流平剂、0.5~2 质量份消泡剂和 0.5~2 质量份光引发剂,混匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

9. 根据权利要求 1~7 任一项所述的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水在制备光学透明胶带中的应用。

## 一种光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水及其制备和应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于 UV 固化胶水技术领域,特别涉及一种光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水及其制备方法和应用。

### 背景技术

[0002] 光学透明胶带(OCA)是一种具有光学特性无基材材料的双面贴合胶带。光学透明胶带(OCA)应用十分广泛。目前,主要应用于三类领域材料的粘结,其中包括:触摸显示屏用薄膜(TP)材料、保护膜、液晶显示器制成用材料(LCD)。

[0003] 目前,光学透明胶带的固化方式以热固化为主。热固化方式生产的OCA产品受胶水活化期限制,其挥发性有机化合物(VOC)含量高、生产周期长,产品需要熟化(生产完成后,需55℃熟化40h或常温熟化7天),产品批次稳定性不易控制,无法生产厚型OCA(厚型OCA泛指有效胶层厚度 $\geq 175\mu\text{m}$ )产品,同时存在生产能耗高等缺陷,严重制约了国内相关产业的发展。

[0004] 以无溶剂UV固化方式生产的OCA产品,胶水无活化期限制,由于不含溶剂使得固化产品VOC含量很低,同时该工艺制成产品生产周期短(10~15分钟)、产品批次稳定性易管控,制成产品厚度谱系范围广,具有生产能耗低等特点。

[0005] 综上所述,市场急需一种不受胶水活化期限制、固化速度快、无溶剂UV固化体系,用于OCA胶带生产的新型胶水。

### 发明内容

[0006] 为了克服上述现有技术的缺点与不足,本发明的首要目的在于提供一种光学透明胶带用无溶剂UV固化胶水。

[0007] 本发明另一目的在于提供一种上述光学透明胶带用无溶剂UV固化胶水的制备方法。

[0008] 本发明再一目的在于提供上述光学透明胶带用无溶剂UV固化胶水在制备光学透明胶带中的应用。

[0009] 本发明的目的通过下述方案实现:

[0010] 一种光学透明胶带用无溶剂UV固化胶水,包括以下按质量份数计的成份:脂肪族聚氨酯丙烯酸酯20~60份、超支化聚酯丙烯酸酯5~15份、丙烯酸酯单体10~25份、硫醇1~10份、增粘树脂1~10份、流平剂0.1~1份、消泡剂0.5~2份、光引发剂0.5~2份。

[0011] 所述的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯指1~3官能度的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯。

[0012] 优选地,所述的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯可选自沙多玛CN704、CN965NS、CN8004、CN9002、CN966J75NS、CNUVE151NS,长兴6113、615-100、641中的至少一种。

[0013] 优选地,所述的超支化聚酯丙烯酸酯可选自长兴化学6361-100、6362-100,沙多玛CN2302、CN2303中的至少一种。

[0014] 所述的丙烯酸酯单体为丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯中的至少一种。

[0015] 优选地,所述的丙烯酸酯单体为单官能度(甲基)丙烯酸酯、双官能度(甲基)丙烯酸酯和 3~6 官能度(甲基)丙烯酸酯中的至少两种;更优选为单官能度(甲基)丙烯酸酯和双官能度(甲基)丙烯酸酯中的一种与 4~6 官能度(甲基)丙烯酸酯的组合物。

[0016] 更优选地,所述的丙烯酸酯单体为沙多玛 SR395NS、SR506NS、SR423NS、SR454NS 和 SR238NS 中的一种、长兴化学 EM241、EM2411、EM265、EM266 和 EM267 中的一种形成的混合物。

[0017] 所述的硫醇为含醚类结构的硫醇;优选为台湾恒桥化工 PETP、日本合成 Lecad803、Lecad804、日本希比希 TMPT 和 PETP 中的至少一种。

[0018] 所述的增粘树脂为可 UV 反应的增粘树脂,优选为 E-5600BR 和 DS99 中的至少一种。

[0019] 所述的流平剂为可交联型聚醚改性或聚酯改性的二甲基硅氧烷类流平剂,优选为 BYK-371、BYK-UV3500、BYK-UV3530 和 BYK-UV3570 中的至少一种。

[0020] 所述的消泡剂为 BYK-067A、BYK-088 和 BYK-057 中的至少一种。

[0021] 所述光引发剂优选为  $\alpha$ -羟基酮类光引发剂和酰基磷氧化物类光引发剂中的至少一种;更优选为汽巴公司 Darocur1173 光引发剂、汽巴公司 Darocur MBF 光引发剂、巴斯夫 Irgacure184 光引发剂、巴斯夫 Irgacure2022 光引发剂、巴斯夫 Irgacure127 光引发剂和巴斯夫 Lucirin TPO 光引发剂中的至少一种。

[0022] 一种上述光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备方法,包含如下步骤:

[0023] 将 20~60 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯、5~15 质量份超支化聚酯丙烯酸酯混合,再加入 1~10 质量份增粘树脂、10~25 质量份丙烯酸酯单体,混合均匀;再加入 1~10 质量份硫醇,混合均匀;加入 0.1~1 质量份流平剂、0.5~2 质量份消泡剂和 0.5~2 质量份光引发剂,混匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0024] 优选的,制备得到的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水密封、避光保存。

[0025] 上述光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水在制备 OCA 胶带中的应用。可采用狭缝挤出式涂布法、气刀法、逆转辊涂法、喷雾法、刮刀法凹版印刷法以及旋涂涂布法等方法制备 OCA 胶带;

[0026] 具体可通过以下步骤制备得到:

[0027] 把上述光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水涂布,得到湿膜,UV 照射固化,得到 OCA 胶带。

[0028] 优选的,所述湿膜的厚度为 125~400  $\mu\text{m}$ ;

[0029] 优选的,所述的 UV 照射固化以低能量慢线速进行固化,其中光能量为 850~2000  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ ,更优选为 800~1200  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ 。

[0030] 制备得到的 OCA 胶带的厚度优选为 125~400  $\mu\text{m}$ ,更优选为 150~300  $\mu\text{m}$ 。

[0031] 本发明的机理为:

[0032] 本发明通过优选的具有优异光学性能的低官能度的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯,赋予制备得到的 OCA 胶体高柔韧性、高透光率及低雾度;通过添加超支化聚酯丙烯酸酯提高胶体交联密度和提高胶体强度;丙烯酸酯单体作为活性稀释剂,用以调节胶黏剂粘度从而改善施工性及适量增加胶体强度;同时添加含醚类结构硫醇提高胶黏剂的粘结性;本发明的

光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水不含溶剂,因此具有低 VOC 的特性。通过上述措施,赋予制备 OCA 胶体具有高柔韧性、高透光率、低雾度、胶体强度高、高粘结性、高厚度、低 VOC 等优点。

[0033] 本发明相对于现有技术,具有如下的优点及有益效果:

[0034] (1) 本发明的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水不含溶剂,因此具有低 VOC 的特性。

[0035] (2) 本发明的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水制备得到的 OCA 胶体具有高柔韧性、高粘结性、高厚度、低 VOC、高透光率、低雾度等优点。

[0036] (3) 本发明的光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水,通过 UV 固化方式进行固化生产,可保持批次稳定性,并提高生产效率、降低生产能耗从而降低了生产成本。

### 具体实施方式

[0037] 下面结合实施例对本发明作进一步详细的描述,但本发明的实施方式不限于此。

[0038] 实施例 1:光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备

[0039] 将 60g 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(Sartomer-CN965NS)、5g 超支化聚酯丙烯酸酯(Sartomer-CN2303)混合,再加入 1g 增粘树脂(E-5600BR)、20g 丙烯酸酯单体(Sartomer-SR395NS)、5g 丙烯酸酯单体(长兴化学 EM2411),混合均匀;再加入 1g 含醚类结构硫醇(日本合成 Lecad803),混合均匀;加入 0.5g 流平剂(BYK-UV3570)、0.5g 消泡剂(BYK-057)和 1g 光引发剂(Irgacure127),混合均匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0040] 实施例 2:光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备

[0041] 将 20g 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(Sartomer-966J75NS)、5g 超支化聚酯丙烯酸酯(长兴化学 6361-100)混合,再加入 1g 增粘树脂(E-5600BR)、5g 丙烯酸酯单体(Sartomer-454NS)、5g 丙烯酸酯单体(长兴化学 EM241),混合均匀;再加入 1g 含醚类结构硫醇(日本合成 Lecad804),混合均匀;加入 0.5g 流平剂(BYK-UV3530)、0.5g 消泡剂(BYK-088)和 2g 光引发剂(Irgacure2022),混合均匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0042] 实施例 3:光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备

[0043] 将 50g 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(长兴 641)、5g 超支化聚酯丙烯酸酯(Sartomer-CN2302)混合,再加入 1g 增粘树脂(DS99)、10g 丙烯酸酯单体(Sartomer-506NS)、5g 丙烯酸酯单体(长兴化学 EM265),混合均匀;再加入 1g 含醚类结构硫醇(日本希比希 TMPT),混合均匀;加入 0.5g 流平剂(BYK-UV3500)、0.5g 消泡剂(BYK-067A)和 2g 光引发剂(Irgacure184),混合均匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0044] 实施例 4:光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备

[0045] 将 45g 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(长兴 6113)、5g 超支化聚酯丙烯酸酯(长兴化学 6362-100)混合,再加入 1g 增粘树脂(DS99)、10g 丙烯酸酯单体(Sartomer-423NS)、5g 丙烯酸酯单体(长兴化学 EM266),混合均匀;再加入 1g 含醚类结构硫醇(台湾恒桥化工 PETP),混合均匀;加入 0.5g 流平剂(BYK-371)、0.5g 消泡剂(BYK-067A)和 2g 光引发剂(Irgacure TP0),混合均匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0046] 实施例 5 :光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水的制备

[0047] 将 60g 质量份脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(Sartomer-CN704)、5g 超支化聚酯丙烯酸酯(长兴化学 6362-100)混合,再加入 1g 增粘树脂(E-5600BR)、10g 丙烯酸酯单体(Sartomer-238NS)、5g 丙烯酸酯单体(长兴化学 EM267),混合均匀;再加入 1g 含醚类结构硫醇(日本希比希 PETP),混合均匀;加入 0.5g 流平剂(BYK-UV3570)、0.5g 消泡剂(BYK-067A)和 2g 光引发剂(Irgacure1173),混合均匀,得到光学透明胶带用无溶剂 UV 固化胶水。

[0048] 对比例 1 :UV 固化胶水的制备

[0049] (1) 将 60g 脂肪族聚氨酯丙烯酸酯(Sartomer-CNUVE151NS)、20g 丙烯酸酯单体(Sartomer-SR423NS)、10g 超支化聚酯丙烯酸酯(Eternal-6362-100)、4g 丙烯酸酯单体(Sartomer-SR395NS)、和 2g 增粘树脂(E-5600BR),搅拌分散均匀;

[0050] (2) 向步骤(1)得到的混合物中加入 0.5g 流平剂(BYK-UV3530)、0.5g 消泡剂(BYK-088)和 2g 光引发剂(巴斯夫 Irgacure184),分散均匀、过滤,得到 UV 固化涂料。

[0051] 对比例 2 :热固化胶水的制备

[0052] (1) 将 100g 热固型 OCA 树脂(固含 40%),与 25.6g 丁酮(氨酯级)混合均匀;

[0053] (2) 向步骤(1)得到的混合物中加入 0.1g 固化剂和 0.05g 硅烷偶联剂,搅拌分散均匀;

[0054] 对比例 3 :热固化胶水的制备

[0055] (1) 将 100g 热固型 OCA 树脂(固含 70%),与 25.6g 丁酮(氨酯级)混合均匀;

[0056] (2) 向步骤(1)得到的混合物中加入 0.1g 固化剂和 0.05g 硅烷偶联剂,搅拌分散均匀。

[0057] 测试实施例 1 ~ 2、对比例 1 ~ 3 制备得到的胶水的性能指标

[0058] (1) OCA 胶带胶层的制备

[0059] 取实施例 1、2,对比例 1 的胶水 4 ~ 5g 用刮棒涂布于面积 A4 纸大小的离型膜上,放入干燥烘箱 50℃加热干燥 1min,UV 照射固化,能量为 1000 ~ 1500mJ/cm<sup>2</sup>,固化的干膜厚度 170 ~ 180 μm。

[0060] 取对比例 2、3 的胶水 4 ~ 5g 用刮棒涂布于面积 A4 纸大小的离型膜上,放入干燥烘箱 100℃加热干燥 3min,熟化,烘箱温度 55℃熟化 40h,固化的干膜厚度 170 ~ 180 μm

[0061] (2) 性能测试:将由实施例 1 ~ 2 和对比例 1 ~ 3 的胶水制备的 OCA 胶层综合性能进行评价,结果见表 1。测试标准:检测膜厚的方法见 GB/T7125-1986,;检测透光率的方法见 JIS K-7105;检测雾度的方法见 JIS K-7105;黄度指数的检测方法见 ASTM D1148;基材面剥离力的方法见 GB/T2792-1998;保持力的方法见 GB/T4851-1998;油墨断差填补性、贴合返泡性观察点为油墨断差处,重点关注是否有气泡产品及气泡尺寸、数量。

[0062] 目测检测方法及条件:

[0063] 检验条件:检验人员距离产品的距离应为 250 ~ 350mm,光源条件:普通光源检验时产品与检验员视线成 30 ~ 90 度角(检查背景环境:黑色)。

[0064] 其中,外观气泡标准:D < 0.10mm 不可密集;0.10mm ≤ D ≤ 0.20mm 如果其与另一处缺陷间的距离大于 20mm,允许接受三个存在;D > 0.3mm 不允许。

[0065] 表 1OCA 胶层综合性能评价

[0066]

测试项目	指标值		实施例 1	实施例 2	对比例 1	对比例 2	对比例 3
膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	175 $\pm$ 5		172	173	171	172	176
膜厚均匀性 (%)	3		2	2	2	3	3
透光率 (%)	$\geq$ 90		92.3	92.5	92.3	92.3	91.9
雾度 (%)	$\leq$ 1		0.5	0.3	0.4	0.5	0.5
制成用时	/		15 min	15 min	15 min	40.5 h	40.5 h
外观	D>0.3 mm 不允许		无	无	无	15个 5个直 径 1~3mm 10个直 径 4~5mm	14个 4个直 径 1~2mm 10个直 径 3~6mm
基材面剥离力	标准钢板	1000g $\pm$ 200	1050	1175	750	1183	1286

[0067]

	g/25mm						
	钢化玻璃 g/25mm	1000g±200	1125	1200	770	1343	1381
	PC g/25mm	1000g±200	1025	1150	730	1025	1024
保持力 (h)	≥24		> 24	> 24	> 24	> 24	> 24
b 值	≤0.8		0.3	0.31	0.34	0.19	0.2
离型膜剥离力 (g/25mm)	轻离型膜	/	9.5	10.1	9.8	11.2	10.3
	重离型膜	/	31.1	32.2	30.8	30.6	31.2
VOC (PPM)	/		28	30	42	10923	11401
油墨断差填补 性 (um)	目测 断差 25~28	D<0.10 mm 不可密集 D>0.10 mm 不允许	无	无	无	无	无
	目测 断差 30~35	D<0.10 mm 不可密集 D>0.10 mm 不允许	无	无	无	无	无
贴合返泡性 (放置 1000 h 后)	目测 断差 25~28	D<0.10 mm 不可密集 D>0.10 mm 不允许	无	无	无	无	无
	目测 断差 30~35	D<0.10 mm 不可密集 D>0.10 mm 不允许	无	无	无	无	无

[0068] 从表 1 中实施例 1 ~ 2 的测试数据可以看出,使用经过配方优化的脂肪族聚氨酯丙烯酸酯、超支化聚酯丙烯酸酯、丙烯酸酯单体、流平剂、消泡剂和光引发剂制备的 UV 固化胶水生产的 OCA 制品其制成时间短、产品厚度稳定、产品外观好,而且使用优选组分的不同比例调配出的胶水制备的胶层性能差异不大。

[0069] 从表 1 中对比例 1 未添加含醚类结构的硫醇,OCA 产品剥离力比添加了含醚类结构的硫醇低 1/3。证明在 UV 固化型 OCA 胶水中添加含醚类结构硫醇对产品的剥离力提高有较大帮助。

[0070] 从表 1 中对比例 2 ~ 3 的测试可以看出,使用热固化方式生产的 OCA 产品其制成时间长、外观不合格(气泡尺寸、数量严重超过规定指标)、VOC 含量高气味重,而本发明的无溶剂 UV 固化胶水产品提高了制品的厚度,改善了制品的外观,降低了制品的 VOC。

[0071] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。