



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104726052 B

(45)授权公告日 2017.05.10

(21)申请号 201510059626.4

C09J 11/08(2006.01)

(22)申请日 2015.02.04

C08G 18/67(2006.01)

C08G 18/48(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104726052 A

(56)对比文件

CN 101205451 A,2008.06.25,

CN 103087670 A,2013.05.08,

US 5883148 A,1999.03.16,

(43)申请公布日 2015.06.24

审查员 庄晓莎

(73)专利权人 深圳百丽春新材料科技有限公司

地址 518000 广东省深圳市宝安区福永街

道和平和盛工业园第三幢一楼

(72)发明人 潘自鼎

(74)专利代理机构 广州市越秀区哲力专利商标

事务所(普通合伙) 44288

代理人 李悦 张鹏

(51)Int.Cl.

C09J 175/14(2006.01)

C09J 11/06(2006.01)

权利要求书2页 说明书11页

(54)发明名称

一种UV/底涂双重固化液态光学胶及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种UV/底涂双重固化液态光学胶及其制备方法,该UV/底涂双重固化液态光学胶包括以重量份计的聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物30~60份、活性稀释单体10~30份、增塑剂5~30份、UV光引发剂1~3份、过氧化物0.5~2份、链转移剂0.3~5份、抗氧化剂0.5~2份备而成的液态光学胶,解决液态光学胶在间隙阴影部分的固化问题,胶材超低的体积收缩率和弹性模量减少了LCD的Mura现象,提高返修的效率。

1. 一种UV/底涂双重固化液态光学胶,其特征在于,其包括以重量份计的以下原料制备而成的液态光学胶:

| | |
|--------------|---------|
| 聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 | 30~60份 |
| 活性稀释单体 | 10~30份 |
| 增塑剂 | 5~30份 |
| UV光引发剂 | 1~3份 |
| 过氧化物 | 0.5~2份 |
| 链转移剂 | 0.3~5份 |
| 抗氧化剂 | 0.5~2份; |

其中,所述聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物由聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯制备得到,聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯的物质的量比为:40:(2~5):(0.8~1.2)。

2. 根据权利要求1所述的UV/底涂双重固化液态光学胶,其特征在于,其通过以重量份计的以下原料制备而成:

| | |
|--------------|--------|
| 聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 | 42~51份 |
| 活性稀释单体 | 23~28份 |
| 增塑剂 | 12~22份 |
| UV光引发剂 | 1~2份 |
| 过氧化物 | 0.5~1份 |
| 链转移剂 | 2~5份 |
| 抗氧化剂 | 1~2份。 |

3. 根据权利要求1所述的UV/底涂双重固化液态光学胶,其特征在于,所述聚醚二元醇分子量为2000~18000,所述二异氰酸酯为异佛尔酮二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯中的一种或者两种以上混合。

4. 根据权利要求1所述的UV/底涂双重固化液态光学胶,其特征在于,所述活性稀释单体为丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、异冰片丙烯酸酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酰吗啉、四氢呋喃丙烯酸酯、丙烯酸十八酯、乙氧基乙氧基乙基丙烯酸酯、甲基丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸羟乙酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯、聚乙二醇二丙烯酸酯中的一种或两种以上混合;所述增塑剂为氢化的松香树脂、氢化的萜烯树脂、聚丁二烯低聚物、高分子量的聚醚二元醇、醚醇二元

酸双酯、醚乙二醇一元酸双酯中的一种或多种混合物；所述UV光引发剂为2,4,6-三甲基苯甲酰基-二苯基氧化磷、2-羟基-2-甲基-1-苯基-1-丙酮、1-羟基环己基苯基甲酮、苯基双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)氧化磷中的一种或两种以上混合；所述过氧化物为过氧化氢异丙苯、过氧化二异丙苯、过氧化苯甲酸叔丁酯、过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯中的一种或两种以上混合；所述链转移剂为正十二烷基硫醇、季戊四醇四(3-巯基丙酸)酯、三羟甲基丙烷-三(3-巯基丙酸)酯中的一种或者两种以上混合。

5. 根据权利要求1-4任一项所述的UV/底涂双重固化液态光学胶，其特征在于，其还包括以重量份计的以下原料制备而成的底涂剂：

| | |
|-------|---------|
| 金属络合物 | 5~50份 |
| 胺类化合物 | 2~20份 |
| 有机溶剂 | 50~90份。 |

6. 根据权利要求5所述的UV/底涂双重固化液态光学胶，其特征在于，所述金属络合物铜、钛、铁、钒、锡中的一种金属与乙酰丙酮的络合物；所述胺类化合物为脂肪胺，芳香胺的一种或两者混合物；所述有机溶剂为丙酮或者乙醇。

7. 一种如权利要求1所述的UV/底涂双重固化液态光学胶的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

1) 在行星高速搅拌机中加入聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物，活性稀释单体，保持真空，以250-350转/min的转速高速搅拌至混合均匀，控制温度不超过35℃；

2) 然后依次加入增塑剂、链转移剂、抗氧化剂继续真空以250-350转/min的转速高速搅拌均匀；

3) 最后加入UV光引发剂和过氧化物，调整循环水浴的温度为40-45℃，使物料温度保持在40℃时以250-350转/min的转速高速真空搅拌20-40分钟，

4) 然后调整行星机转速为20-40转/min的转速真空脱泡20-40分钟后过10微米不锈钢滤网分装。

8. 根据权利要求7所述的制备方法，其特征在于，该制备方法还包括制备聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物的步骤：在氮气氛围下将聚醚二元醇在120℃真空脱水，然后加入催化剂和二异氰酸酯在75-90℃反应3-5，然后降温至≤40℃，加入甲基丙烯酸-2-羟基乙酯，升温到70-80度反应1-3小时，取样用红外光谱仪测试其NCO的峰完全消失，即完全反应，之后降温到室温出料包装；其中，聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯的物质的量比为：40：(2~5)：(0.8~1.2)。

一种UV/底涂双重固化液态光学胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及光学粘接剂,一种UV/底涂双重固化液态光学胶及其制备方法,应用于光学显示组件的粘接。

背景技术

[0002] 现今随着信息化社会的发展,数字化的智能设备得到进一步普及和应用。智能手机,平板电脑,可穿戴智能设备在人与人交流中随处可见。而这些智能设备也朝着轻薄化+省电化+智能化的目标发展,从而大大地提高了设备组装工艺难度,同时也对粘接材料提出了更高的性能要求。

[0003] 光学触控前期在组装过程中一般所采用的粘接材料为OCA,但是随着触控设备产业化的扩大及要求的提高,OCA的不适性显示了出来:1.透光率不够高,且材料与玻璃本身的折射率不匹配,容易产生折射,2.没有很好地完全填充设备结构的空隙,容易进水气和灰尘,3.返修性能差,基本上没法进行大批量的返修,4.难以实现自动化的流水线式的大规模生产。

[0004] 液态光学胶的应用有效的解决上述问题,1.液态光学胶呈现液体状,不需要进行大小切模,粘度一般在5000CPS以下,具有良好的流动性,流平性好,且能很好地填充微小的缝隙;2.透光率高达98%以上,且折光率在1.47-1.53之间,跟玻璃的折光率十分接近;3.在触控屏生产过程中可以进行低能量的初固,检测性能是否合格后再进行完全固化,提升了触控设备的合格率;4.液态光学胶可以配合专业的自动化贴合设备,大大提高生产效率。现国内外的厂家在生产时也大量使用了液态光学胶,因此国内外对液态光学胶的需求也在日益增加,但同时各种触控屏的结构工艺对液态光学胶的性能也提出更高的要求。

[0005] 目前市场上使用范围最广的液态光学胶多为G+G(玻璃+玻璃)结构的单UV固化胶,但触控企业在做轻薄化的同时基本上确认了G+LCM(玻璃+液晶显示模块)这类型的结构,结构方案可分为OGS(一体化电容式触摸屏)、IN-CELL(触摸面板功能嵌入到液晶像素中)、ON-CELL(将触摸面板功能嵌入到彩色滤光片基板和偏光板之间)。现有的G+G类的液态光学胶粘结光学显示组件,存在以下问题:1.UV光照射不到的间隙阴影部分出现固化不良,甚至不固化的状况,对部分材料的附着力不够,例如PET、PMMA等材料;2.生产出来的产品彩晕(Mura)现象十分严重;3.当贴合不良时,胶材韧性不够,容易断,造成返修率高,浪费人力物力。现在国外的公司提出UV/湿气/加热的多种方式进行固化,虽然一定程度的解决了以上的一些问题,但没法进行高效的生产和大范围的推广。因此,解决上述这些问题成为光学胶行业的急需攻克的技术难点。

发明内容

[0006] 为克服现有技术的缺陷,本发明的目的在于提供一种UV/底涂双重固化液态光学胶,以聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物为主树脂提高光学胶的伸长率,解决液态光学胶在间隙阴影部分的固化问题,胶材超低的体积收缩率和弹性模量减少了LCD的Mura现象,提高返修

的效率。

[0007] 本发明的另一目的在于提供一种UV/底涂双重固化液态光学胶的制备方法,以获得一种具有超长伸长率的液态光学胶。

[0008] 为实现上述目的本发明所采用的技术方案如下:

[0009] 一种UV/底涂双重固化液态光学胶,其包括以重量份计的以下原料制备而成的液态光学胶:

| | | |
|--------|---------------------------------------|-----------|
| | 聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 | 30 ~ 60 份 |
| | 活性稀释单体 | 10 ~ 30 份 |
| | 增塑剂 | 5 ~ 30 份 |
| [0010] | UV光引发剂 | 1 ~ 3份 |
| | 过氧化物 | 0.5 ~ 2份 |
| | 链转移剂 | 0.3 ~ 5份 |
| | 抗氧化剂 | 0.5 ~ 2份。 |
| [0011] | 优选的,所述UV/底涂双重固化液态光学胶通过以重量份计的以下原料制备而成: | |
| | 聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 | 42 ~ 51 份 |
| | 活性稀释单体 | 23 ~ 28 份 |
| | 增塑剂 | 12 ~ 22 份 |
| [0012] | UV光引发剂 | 1 ~ 2份 |
| | 过氧化物 | 0.5 ~ 1份 |
| | 链转移剂 | 2 ~ 5份 |
| | 抗氧化剂 | 1 ~ 2份。 |

[0013] 具体地,所述聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物由聚醚二元醇、二异氰酸酯与甲基丙烯酸-2-羟基乙酯制备得到,三者物质的量比为:40:(2~5):(0.8~1.2)。所述聚醚二元醇分子量为2000~18000,所述二异氰酸酯为异佛尔酮二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯、六亚甲基二异氰酸酯中的一种或者两种以上混合。

[0014] 具体地,所述活性稀释单体为丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、异冰片丙烯酸酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酰吗啉、四氢呋喃丙烯酸酯、丙烯酸十八酯、乙氧基乙氧基乙基丙烯酸酯、甲基丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸羟乙酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯、聚乙二醇二丙烯酸酯中的一种或两种以上混合;所述增塑剂为氢化的松香树脂、氢化的萜烯树脂、聚丁二烯低聚物、高分子量的聚醚二元醇、醚醇二元酸双酯、醚乙二醇一元酸双酯中的一种或多种混合物;所

述UV光引发剂为2,4,6,-三甲基苯甲酰基-二苯基氧化磷、2-羟基-2-甲基-1-苯基-1-丙酮、1-羟基环己基苯基甲酮、苯基双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)氧化磷中的一种或两种以上混合;所述过氧化物为过氧化氢异丙苯、过氧化二异丙苯、过氧化苯甲酸叔丁酯、过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯中的一种或两种以上混合;所述链转移剂为正十二烷基硫醇、季戊四醇四(3-巯基丙酸)酯、三羟甲基丙烷-三(3-巯基丙酸)酯中的一种或者两种以上混合。

[0015] 进一步的,所述的UV/底涂双重固化液态光学胶,还包括以重量份计的以下原料制备而成的底涂剂:

| | | |
|--------|-------|---------|
| [0016] | 金属络合物 | 5~50份 |
| [0017] | 胺类化合物 | 2~20份 |
| [0018] | 有机溶剂 | 50~90份。 |

[0019] 进一步的,所述的UV/底涂双重固化液态光学胶还包括以重量份计的以下原料制备而成的底涂剂:

| | | |
|--------|-------|---------|
| [0020] | 金属络合物 | 32~45份 |
| [0021] | 胺类化合物 | 8~12份 |
| [0022] | 有机溶剂 | 54~67份。 |

[0023] 具体地,上述底涂剂的原料中,所述金属络合物铜、钛、铁、钒、锡中的一种金属与乙酰丙酮的络合物;所述胺类化合物为脂肪胺,芳香胺的一种或两者混合物;所述有机溶剂为丙酮或者乙醇。

[0024] 一种UV/底涂双重固化液态光学胶的制备方法,包括以下步骤:

[0025] 1) 在行星高速搅拌机中加入聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物,活性稀释单体,保持真空,以250-350转/min的转速高速搅拌至混合均匀,控制温度不超过35℃;

[0026] 2) 然后依次加入增塑剂、链转移剂、抗氧化剂继续真空以250-350转/min的转速高速搅拌均匀;

[0027] 3) 最后加入UV光引发剂和过氧化物,调整循环水浴的温度为40-45℃,使物料温度保持在40℃时以250-350转/min的转速高速真空搅拌20-40分钟,

[0028] 4) 然后调整行星机转速为20-40转/min的转速真空脱泡20-40分钟后过10微米不锈钢滤网分装。

[0029] 进一步的,上述制备方法还包括制备聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物的步骤:在氮气氛围下将聚醚二元醇在120℃真空脱水,然后加入催化剂和二异氰酸酯在75-90℃左右反应3-5,然后降温至≤40℃,加入甲基丙烯酸-2-羟基乙酯,升温到70-80度反应1-3小时,取样用红外光谱仪测试其NCO的峰完全消失,即完全反应后降温到室温出料包装;其中,聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯的物质的量比为:40:(2~5):(0.8~1.2)。

[0030] 相比现有技术,本发明的有益效果在于:

[0031] 1. 本发明所述的UV/底涂双重固化液态光学胶解决了液态光学胶在间隙阴影部分的固化问题;

[0032] 2. 本发明所述的UV/底涂双重固化液态光学胶具有超低的体积收缩率和弹性模量,减少了LCD的Mura现象;

[0033] 3. 本发明所述的UV/底涂双重固化液态光学胶固化后具有超高的断裂伸长率,优异的韧性可以整片或者整条的清除,从而使返修的效率大大提高;

[0034] 4. 本发明所述的制备方法步骤简单易于操作和控制, 适合工业化生产。

[0035] 下面结合具体的实施方式对本发明作进一步详细说明。

具体实施方式

[0036] 一种UV/底涂双重固化液态光学胶, 其包括以重量份计的以下原料制备而成的液态光学胶:

聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 30 ~ 60 份

活性稀释单体 10 ~ 30 份

增塑剂 5 ~ 30 份

[0037] UV光引发剂 1 ~ 3份

过氧化物 0.5 ~ 2份

链转移剂 0.3 ~ 5份

抗氧化剂 0.5 ~ 2份。

[0038] 优选的, 所述UV/底涂双重固化液态光学胶通过以重量份计的以下原料制备而成:

聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 42 ~ 51 份

活性稀释单体 23 ~ 28 份

增塑剂 12 ~ 22 份

[0039] UV光引发剂 1 ~ 2份

过氧化物 0.5 ~ 1份

链转移剂 2 ~ 5份

抗氧化剂 1 ~ 2份。

[0040] 作为优选的, 上述方案中所述聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物可以是由聚醚二元醇、二异氰酸酯与甲基丙烯酸-2-羟基乙酯制备得到, 三者物质的量比为: 40: (2~5): (0.8~1.2)。所述聚醚二元醇是两官能度的多元醇(丙二醇/乙二醇)为起始剂, 碱性条件下或者以双金属络合物为催化剂, 进行环氧丙烷接枝聚合获得的产品, 聚醚二元醇分子量为2000-18000, 优选聚四氢呋喃二醇 (PTMEG), 所述二异氰酸酯为异佛尔酮二异氰酸酯 (IPDI), 二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI), 六亚甲基二异氰酸酯 (HMDI) 的任意一种或者多种混合物, 优选 IPDI。所述聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物的制备方法为: 在氮气氛围下将聚醚二元醇在120℃真空脱水, 然后加入催化剂和二异氰酸酯在75-90℃左右反应3-5, 然后降温至≤40℃, 加入甲基丙烯酸-2-羟基乙酯, 升温到70-80度反应1-3小时, 取样测试其NCO峰完全消失, 即完全

反应后降温到室温出料包装；其中，聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯的物质的量比为：40：(2~5)：(0.8~1.2)。通过上述方法所得到的聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物的伸长率在500%以上，T_g低于-30℃；具有耐黄变，有多个烯属不饱和基团的特点；能够保证光学胶的具有较强的体积收缩率和弹性模量，从而减少了使用该光学胶的LCD出现Mura现象。

[0041] 另外，所述聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物也可以是通过商业渠道购买的产品，例如可以是沙多玛广州化学有限公司生产的产品型号为CN9014NS、CN9021NS的预聚物，或者是日本合成株式会社UV-3000B、UV-3001，日本曹达株式会社TE-2000、Rahn AG公司生产的**GENOME**[®]RCX-275、**GENOME**[®]4652、**GENOMER**[®]RCX-468。

[0042] 具体地，所述活性稀释单体为丙烯酸羟乙酯、丙烯酸羟丙酯、异冰片丙烯酸酯、丙烯酸月桂酯、丙烯酰吗啉、四氢呋喃丙烯酸酯、丙烯酸十八酯、乙氧基乙氧基乙基丙烯酸酯、甲基丙烯酸羟丙酯、甲基丙烯酸羟乙酯、甲基丙烯酸缩水甘油酯、聚乙二醇二丙烯酸酯中的一种或两种以上混合。所述增塑剂为氢化的松香树脂、氢化的萜烯树脂、聚丁二烯低聚物、高分子量的聚醚二元醇、醚醇二元酸双酯、醚乙二醇一元酸双酯中的一种或多种混合物；例如可以是美国HALLSTAR公司生产的PLASTHALL 226和TegMeR 804 Special。所述UV光引发剂为2,4,6,-三甲基苯甲酰基-二苯基氧化磷、2-羟基-2-甲基-1-苯基-1-丙酮、1-羟基环己基苯基甲酮、苯基双(2,4,6-三甲基苯甲酰基)氧化磷中的一种或两种以上混合；所述过氧化物为过氧化氢异丙苯、过氧化二异丙苯、过氧化苯甲酸叔丁酯、过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯中的一种或两种以上混合；所述链转移剂为正十二烷基硫醇、季戊四醇四(3-巯基丙酸)酯、三羟甲基丙烷-三(3-巯基丙酸)酯中的一种或者两种以上混合。所述抗氧化剂为所述抗氧化剂为受阻酚类抗氧化剂或者紫外线吸引剂，例如具体可以是巴斯夫公司生产的TINUVIN 328。

[0043] 贴合工艺中没有要求对阴影部位固化的问题，以UV就可进行很好的固化，提供很好的附着强度，则没必要进行使用底涂。然而在很多触摸屏的生产工艺中往往是阴影部位的胶没法进行固化，没法提供足够的附着强度，从而导致脱胶，露光等问题，所以在阴影部位没法进行UV的时候推荐使用底涂剂。底涂剂是氧化还原反应中重要的组成部分，含有相关的还原剂和促进剂，能大大促进过氧化物分解成活性自由基，促进反应进行，底涂中所含有的物质。进一步的，所述的UV/底涂双重固化液态光学胶还包括以重量份计的以下原料制备而成的底涂剂：

| | | |
|--------|-------|---------|
| [0044] | 金属络合物 | 5~50份 |
| [0045] | 胺类化合物 | 2~20份 |
| [0046] | 有机溶剂 | 50~90份。 |

[0047] 进一步的，所述的UV/底涂双重固化液态光学胶还包括以重量份计的以下原料制备而成的底涂剂：

| | | |
|--------|-------|---------|
| [0048] | 金属络合物 | 32~45份 |
| [0049] | 胺类化合物 | 8~12份 |
| [0050] | 有机溶剂 | 54~67份。 |

[0051] 具体地，上述底涂剂的原料中，所述金属络合物铜、钛、铁、钒、锡中的一种金属与乙酰丙酮的络合物；所述胺类化合物为脂肪胺，芳香胺的一种或两者混合物；所述有机溶剂

为丙酮或者乙醇。

[0052] 具体地,所述底涂剂的使用方式是先在光显示组件的贴合阴影部位,光无法照到的地方的贴合材料的表面先均匀地刷涂一层底涂剂,然后过20S后施胶贴合,使胶液与底涂剂完全接触即可固化。

[0053] 一种UV/底涂双重固化液态光学胶的制备方法,包括以下步骤:

[0054] 1) 在行星高速搅拌机中加入聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物,活性稀释单体,保持真空,以250-350转/min的转速高速搅拌至混合均匀,控制温度不超过35℃;

[0055] 2) 然后依次加入增塑剂、链转移剂、抗氧化剂继续真空以250-350转/min的转速高速搅拌均匀;

[0056] 3) 最后加入UV光引发剂和过氧化物,调整循环水浴的温度为40-45℃,使物料温度保持在40℃时以250-350转/min的转速高速真空搅拌20-40分钟,

[0057] 4) 然后调整行星机转速为20-40转/min的转速真空脱泡20-40分钟后过10微米不锈钢滤网分装。

[0058] 进一步的,上述制备方法还包括制备聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物的步骤:在氮气氛围下将聚醚二元醇在120℃真空脱水,然后加入催化剂和二异氰酸酯在75-90℃左右反应3-5,然后降温至≤40℃,加入甲基丙烯酸-2-羟基乙酯,升温到70-80度反应1-3小时,取样用红外光谱仪测试其NCO的峰完全消失,即完全反应后降温到室温出料包装;其中,聚醚二元醇、二异氰酸酯及甲基丙烯酸-2-羟基乙酯的物质的量比为:40:(2~5):(0.8~1.2)。

[0059] 以下是本发明具体的实施例,在下述实施例中所采用的原料、试剂均可以通过商业渠道购买得到。

[0060] 实施例1

[0061] 制备聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物:在当期氛围下把100克聚四氢呋喃二醇PTMEG在120度的情况下真空脱水2小时,然后加入0.1克催化剂辛酸亚锡和7.8克异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI)在80度左右的情况下反应4小时,然后降温到40度,加入0.5克BHT,对甲0.2克氧基苯酚和2.6克HEMA,然后升温到70-80度反应2小时,取样用红外光谱仪测试其NCO的峰完全消失,即完全反应后降温到室温出料包装,命名为UE-1。

[0062] 实施例2

[0063] 一种UV/底涂双重固化的超高伸长率的液态光学胶,其原料及组成如下(重量份):

| | | |
|--------|--|--------|
| | 实施例 1 的聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物 UE-1 | 57.7 份 |
| | 丙酸酸月桂酯 | 15 份 |
| | 丙烯酸异冰片酯 | 10 份 |
| | PLASTHALL 226 (DBEEA) | 13 份 |
| [0064] | 光引发剂 184 | 2.5份 |
| | 光引发剂 TPO | 0.5份 |
| | 过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯 | 0.5份 |
| | 三羟甲基丙烷 三(3-巯基丙酸酯) | 0.3份 |
| | TINUVIN 328 | 0.5份 |
| [0065] | 其制备方法包括以下步骤: | |
| [0066] | 1) 在行星高速搅拌机中加入聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物,活性稀释单体,保持真空,以250转/min的转速高速搅拌至混合均匀,控制温度为35℃; | |
| [0067] | 2) 然后依次加入增塑剂、链转移剂、抗氧化剂继续以350转/min的转速真空高速搅拌均匀; | |
| [0068] | 3) 最后加入UV光引发剂和过氧化物,调整循环水浴的温度为45℃,带物料温度保持在40℃时以250转/min的转速高速真空搅拌20分钟, | |
| [0069] | 4) 然后调整行星机转速为40转/min,真空脱泡20分钟后过10微米不锈钢滤网分装。 | |
| [0070] | 实施例3 | |
| [0071] | 一种UV/底涂双重固化的超高伸长率的液态光学胶,其原料及组成如下(重量份): | |
| | GENOMER* RCX-468 | 57.7份 |
| | 丙酸酸月桂酯 | 15份 |
| | 丙烯酸异冰片酯 | 10份 |
| | PLASTHALL 226 (DBEEA) | 13份 |
| [0072] | 光引发剂 184 | 2.5份 |
| | 光引发剂 TPO | 0.5份 |
| | 过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯 | 0.5份 |
| | 三羟甲基丙烷 三(3-巯基丙酸酯) | 0.3份 |
| | TINUVIN 328 | 0.5份 |

[0073] 其制备方法包括以下步骤:

[0074] 1) 在行星高速搅拌机中加入聚氨酯改性丙烯酸酯预聚物,活性稀释单体,保持真空,以300转/min的转速高速搅拌至混合均匀,控制温度为30℃;

[0075] 2) 然后依次加入增塑剂、链转移剂、抗氧化剂继续以250转/min的转速真空高速搅拌均匀;

[0076] 3) 最后加入UV光引发剂和过氧化物,调整循环水浴的温度为40℃,带物料温度保持在40℃时以300转/min的转速高速真空搅拌30分钟,

[0077] 4) 然后调整行星机转速为30转/min,真空脱泡30分钟后过10微米不锈钢滤网分装。

[0078] 实施例4

[0079] 一种液态光学胶,其原料及组成如下(重量份):

| | |
|------------------------------|--------------|
| GENOMER* RCX-468 | 57.7份 |
| 丙酸酸月桂酯 | 15份 |
| 丙烯酸异冰片酯 | 10份 |
| PLASTHALL 226 (DBEEA) | 13份 |
| [0080] 光引发剂 184 | 2.5份 |
| 光引发剂 TPO | 0.5份 |
| 三羟甲基丙烷 三(3-巯基丙酸酯) | 0.8份 |
| TINUVIN 328 | 0.5份; |

[0081] 按照传统的方法制备。

[0082] 对比例1

[0083] 目前市售G+G用单UV固化液态光学胶原料及配比如下(重量份):

| | |
|--------------------------|--------------|
| 聚异戊二烯甲基丙烯酸酯UC-203 | 40.7份 |
| [0084] 丙酸酸月桂酯 | 15份 |

| | | |
|--------|-------------------|-------|
| | 丙烯酸异冰片酯 | 10份 |
| | 丁二烯低聚物 LBR-307 | 30份 |
| | 光引发剂 184 | 2.5份 |
| [0085] | 光引发剂 TPO | 0.5份 |
| | 过氧化3.3.5三甲基己酸叔丁酯 | 0.5份 |
| | 三羟甲基丙烷 三(3-巯基丙酸酯) | 0.3份 |
| | TINUVIN 328 | 0.5份; |

[0086] 按照实施例3的步骤制备。

[0087] 检测结果

[0088] 对上述实施例2-4中的光学胶的性能进行检测

[0089] 在底涂固化中需要用到的底涂剂由以下原料制备而成(重量份)：

[0090] 乙酰丙酮铜 20份

[0091] 二乙烯三胺(DETA) 3份

[0092] 丙酮 77份。

[0093] 以上液态光学胶,底涂剂配方分别经行星机真空分散均匀,并分别过滤包装于专门的包装容器,并标记好产品。检测结果参见表1和表2。

[0094] 表1:性能检测结果

[0095]

| 项目 | 实施例2 | 实施例3 | 实施例4 | 对比例1 |
|------------------------------|--------------|--------------|--------------|----------|
| 固化前 | | | | |
| 外观及杂质 | 清澈透明, 无杂质 | 清澈透明, 无杂质 | 清澈透明,无 杂质 | 清澈透明,无杂质 |
| 粘度 (CP@25°C) | 2000 | 1920 | 1950 | 1980 |
| 密度 (g/cm ³ @25°C) | 1.031 | 1.030 | 1.030 | 0.932 |

[0096]

| | | | | |
|---|------|------|------------------------|-------------------------------------|
| 折射率 | 1.47 | 1.47 | 1.47 | 1.51 |
| 固化后 (100mW/cm ² , 30s) /底涂与胶液常温完全接触3小时 | | | | |
| 肖氏硬度OO | 14 | 13 | 13 | 18 |
| 固化深度 (mm/3000mj/cm ²) | ≥7 | ≥7 | ≥7 | ≥7 |
| 弹性模量 | 19 | 20 | 20 | 25 |
| 断裂伸长率 (%) | 1120 | 1200 | 1180 | 250 |
| 折射率 | 1.47 | 1.47 | 1.47 | 1.52 |
| 体积收缩率 (%) | 1.42 | 1.37 | 1.37 | 1.86 |
| 透光率 (%) | >98 | >98 | >98 | >98 |
| 黄度db* | 0.21 | 0.23 | 0.22 | 0.16 |
| 雾度 (%) | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.18 |
| 拉伸强度 /N/mm ² ,Glass+Glass | 0.29 | 0.28 | 0.28 | 0.27 |
| 拉伸强度 /N/mm ² ,Glass+PET | 0.31 | 0.30 | 0.30 | 0.22 |
| 介电常数 (1MHz) | 2.63 | 2.61 | 2.61 | 2.51 |
| 底涂与胶液常温完全接触3小时 (胶层100微米) | 完全固化 | 完全固化 | 不固化 | 完全固化 |
| 环境可靠性测试 | OK | OK | FAIL,阴影部分固化不完全,胶层与材料脱离 | FAIL, 胶的体积收缩率过大, 对PET附着力不够, 胶层和材料脱离 |

[0097] 表2:返修性测试结果

[0098]

| 项目 | 实施例2 | 实施例3 | 实施例4 | 对比例1 |
|-----------|------|------|------|------|
| 线切割分离胶层 | 优 | 优 | 优 | 优 |
| 从玻璃表面撕除胶层 | 优 | 优 | 优 | 一般 |
| 擦干净玻璃表面残胶 | 优 | 优 | 优 | 良好 |

[0099]

注：四个方案的胶层在用线进行切割分离时都能轻松进行切割，而且不会损坏玻璃，而在清理玻璃片上的胶层时，实施例2-4的胶层都能很好地清除，基本上都能整条或者整片地进行撕除，对比例1的胶则因为伸长率较低，而韧性不好，基本很难进行一次性的清除，用工具去撕基本上都是断开成一小段的。在最后用丙酮或者专用清洗剂擦拭干净玻璃的时候，实施例2-4非常容易擦拭干净，而对比例1的要浸泡和清洗更长时间。

[0100] 表1和表2的结果表明：实施例2-4的产品的体积收缩率和弹性模量比对比例1要低很多，因此，能有效减少LCD的Mura现象的产生，从而更好地适应现在轻薄化的结构趋势；由于对实施例3中没有加入过氧化物，所以胶液没与底涂剂反应形成固化，因此使用底涂剂这种固化方式有效地使组件中的阴影部分得到固化，大大提高了产品的可靠性；最后从返修性能来看，实施例2-4的产品以超过1000%的超高断裂伸长率和胶体的韧性使得返修更加迅速和方便，减轻了生产商的返修成本，大大提高了生产效率。

[0101] 上述实施方式仅为本发明的优选实施方式，不能以此来限定本发明保护的范围，本领域的技术人员在本发明的基础上所做的任何非实质性的变化及替换均属于本发明所要求保护的范围。