(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116218438 A
(43)申请公布日 2023.06.06

(21)申请号 202111471804.6

(22)申请日 2021.12.02

(71)申请人 3M创新有限公司
地址 美国明尼苏达州

(72)发明人 童凌杰 孙佳星

(74)专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司 11021
专利代理师 牛海军

(51)Int.Cl.
C09J 163/00(2006.01)
C09J 163/02(2006.01)
C08G 59/66(2006.01)

权利要求书1页 说明书10页

(54)发明名称

单组分环氧粘合剂组合物及其制备方法

(57)摘要

本发明提供单组分环氧粘合剂组合物及其制备方法。所述单组分环氧粘合剂组合物以其总重量为100重量%计包含:42-67重量%的不含苯环结构的环氧树脂;32-57重量%的多硫醇;和0.1-12重量%的引发剂。根据本发明的技术方案的单组分环氧粘合剂组合物在固化后具有高透光率,具有较长的可施工时间、良好的粘接性,特别是具有良好的耐候性(抗黄变性),适合用于电子工业组装,尤其是适于电子显示器件的组装和密封。

CN 116218438 A

1.一种单组分环氧粘合剂组合物,以其总重量为100重量%计,包含:

42-67重量%的不含苯环结构的环氧树脂;

32-57重量%的多硫醇;和

0.1-12重量%的引发剂。

2.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的环氧树脂。

3.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的二缩水甘油醚类环氧树脂。

4.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂的环氧官能度为2或3。

5.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂的数均分子量在200至500的范围内。

6.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂选自氢化双酚A二缩水甘油醚、1,4-环己烷二甲醇二缩水甘油醚和三羟甲基丙烷三缩水甘油醚中的一种或多种。

7.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,所述单组分环氧粘合剂组合物包含45-65重量%的所述不含苯环结构的环氧树脂。

8.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述多硫醇选自三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)、季戊四醇四-3-巯基丙酸酯和三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯中的一种或多种。

9.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述引发剂选自潜伏型胺类引发剂和咪唑类引发剂中的一种或多种。

10.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,该单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于2.8重量%的体系稳定剂。

11.根据权利要求10所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述体系稳定剂选自二新戊二醇偏硼酸酯和1-苄基-5-苯基巴比妥酸中的一种或多种。

12.根据权利要求1所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,该单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于0.6重量%的硅烷偶联剂。

13.一种制备单组分环氧粘合剂组合物的方法,所述方法包括将根据权利要求1至12中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物的各个组分均匀混合。

单组分环氧粘合剂组合物及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及用于电子工业的环氧胶技术领域，并且更具体地，涉及一种单组分环氧粘合剂组合物及其制备方法。

背景技术

[0002] 环氧树脂胶粘剂具有良好的化学稳定性、耐腐蚀性和粘接性，因此在电子封装领域得到广泛的应用。然而，普通的环氧树脂的耐老化性能较差，在使用过程中，尤其在紫外光照射过程中会出现黄变，不适于有耐老化需求的应用场合。此外，市面上常见的耐氧化环氧树脂，由于耐黄变填料的添加，导致环氧树脂虽然拥有抗氧化能力，但却失去了透明性能，这就导致了在同时要求耐氧化和透明性能的应用领域不能满足需求。尤其是，LED领域，特别是LED封装领域，需要满足LED光源的有效导出，这就需要用于LED器件的组装和密封的环氧树脂胶粘剂在提供足够的可施工时间和高粘接性的同时具有良好的透光率和抗黄变性。

[0003] 因此，本领域中期望开发出这样的电子器件用环氧胶，其在固化后具有高透光率，具有良好的可施工时间、粘接性和耐候性。

发明内容

[0004] 从以上阐述的技术问题出发，本发明的目的是提供一种单组分环氧粘合剂组合物及其制备方法，该单组分环氧粘合剂组合物在固化后具有高透光率，具有较长的可施工时间、良好的粘接性，特别是具有良好的耐候性(抗黄变性)，适合用于电子工业组装，尤其是适于电子显示器件的组装和密封。

[0005] 本发明的发明人经过深入细致的研究，完成了本发明。

[0006] 根据本发明的一个方面，提供了一种单组分环氧粘合剂组合物，以其总重量为100重量%计，包含：

[0007] 42-67重量%的不含苯环结构的环氧树脂；

[0008] 32-57重量%的多硫醇；和

[0009] 0.1-12重量%的引发剂。

[0010] 根据本发明的另一个方面，提供了一种制备单组分环氧粘合剂组合物的方法，所述方法包括将如上所述的单组分环氧粘合剂组合物的各个组分均匀混合。

[0011] 与本领域中的现有技术相比，本发明的优点在于：根据本发明的技术方案的单组分环氧粘合剂组合物在固化后具有高透光率(透光率≥95%)，具有较长的可施工时间(超过24小时)、良好的粘接性(剪切强度≥5MPa)，特别是具有良好的耐候性(在经405nm波长的UV-LED以5W/cm^2的照度辐照200小时以后，环氧胶不黄化且透光率≥90%)，适合用于电子工业组装，尤其是适于电子显示器件的组装和密封。

具体实施方式

[0012] 应当理解，在不脱离本公开的范围或精神的情况下，本领域技术人员能够根据本说明书的教导设想其他各种实施方案并能够对其进行修改。因此，以下的具体实施方式不具有限制性意义。

[0013] 除非另外指明，否则本说明书和权利要求中使用的表示特征尺寸、数量和物化特性的所有数字均应该理解为在所有情况下均是由术语“约”来修饰的。因此，除非有相反的说明，否则上述说明书和所附权利要求书中列出的数值参数均是近似值，本领域的技术人员能够利用本文所公开的教导内容寻求获得的所需特性，适当改变这些近似值。用端点表示的数值范围的使用包括该范围内的所有数字以及该范围内的任何范围，例如，1至5包括1、1.1、1.3、1.5、2、2.75、3、3.80、4和5等等。

[0014] 经过本发明的发明人的深入研究，出乎意料地发现：通过采用具有特定含量的不含苯环结构的环氧树脂、多硫醇和引发剂的组合，能够提供一种在固化后具有高透光率，具有较长的可施工时间、良好的粘接性，特别是具有良好的耐候性(抗黄变性)的单组分环氧粘合剂组合物(在本文中也称为环氧胶)。

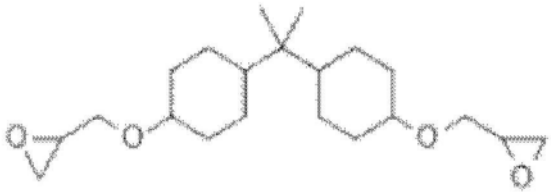
[0015] 具体地，根据本发明的一个方面，提供了一种单组分环氧粘合剂组合物，以其总重量为100重量％计，包含：

[0016] 42-67重量％的不含苯环结构的环氧树脂；

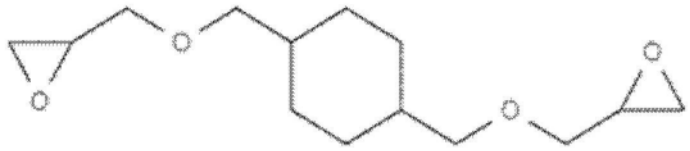
[0017] 32-57重量％的多硫醇；和

[0018] 0.1-12重量％的引发剂。

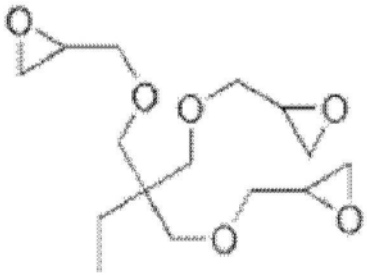
[0019] 根据本发明的技术方案采用不含苯环结构的环氧树脂作为单组分环氧粘合剂组合物的基础材料。如本文中所使用的，术语“不含苯环结构的环氧树脂”是指在分子中含有两个或多个环氧基团且不含苯环结构的有机高分子化合物。本发明的发明人发现，环氧树脂中苯环结构的存在会大大降低所得环氧胶的抗老化性，尤其是抗紫外老化性。优选地，所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的环氧树脂。与不含环己烷结构且不含苯环结构的环氧树脂相比，环氧树脂中环己烷结构的存在能够大幅提高所得环氧胶的粘接性。优选地，所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的二缩水甘油醚类环氧树脂。优选地，所述不含苯环结构的环氧树脂的环氧官能度为2或3。优选地，所述不含苯环结构的环氧树脂为液态环氧树脂。优选地，所述不含苯环结构的环氧树脂的数均分子量在200至500的范围内。可以在本发明中使用的不含苯环结构的环氧树脂选自结构式如下所示的氢化双酚A二缩水甘油醚、1,4-环己烷二甲醇二缩水甘油醚和三羟甲基丙烷三缩水甘油醚中的一种或多种。



氢化双酚 A 二缩水甘油醚

[0020] 

1,4-环已烷二甲醇二缩水甘油醚



[0021] 三羟甲基丙烷三缩水甘油醚

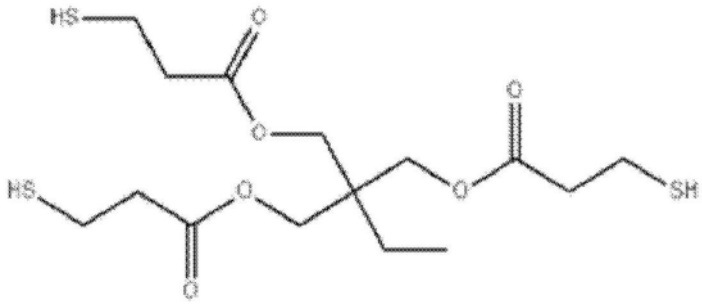
[0022] 可以在本发明中使用的不含苯环结构的环氧树脂的可商购实例包括:由三菱化学株式会社公司生产的YX8000D(氢化双酚A二缩水甘油醚);由瀚森化工公司生产的Heloxy 107(1,4-环已烷二甲醇二缩水甘油醚);和由CVC热固性特种材料公司生产的GE-30(三羟甲基丙烷三缩水甘油醚)。

[0023] 不含苯环结构的环氧树脂在单组分环氧粘合剂组合物中的含量对所得环氧胶的性能具有重要的影响。以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,该单组分环氧粘合剂组合物包含42-67重量%的不含苯环结构的环氧树脂。当不含苯环结构的环氧树脂的含量小于42重量%时,所得环氧胶固化后的粘接性较差,不符合用于电子工业组装的环氧胶产品要求;当不含苯环结构的环氧树脂的含量大于67重量%时,所得环氧胶固化后的粘接性较差,不符合用于电子工业组装的环氧胶产品要求,此外该环氧胶的抗紫外性有一定程度的降低。优选地,所述单组分环氧粘合剂组合物基于其总重量为100重量%计包含45-65重量%的所述不含苯环结构的环氧树脂。通过将不含苯环结构的环氧树脂的含量控制到45-65重量%的范围内,可以将所得环氧胶的可施工时间提高到2天以上。如本文中所使用的,术语“可施工时间”是指将制备的环氧胶在室温(23℃)放置直至其粘度增长幅度达到50%所经历的时间。

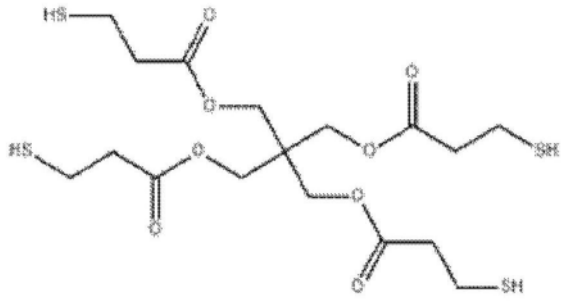
[0024] 根据本发明的单组分环氧粘合剂组合物还包含多硫醇作为用于与不含苯环结构的环氧树脂交联的必要组分。如本文中所使用的,术语“多硫醇”是指在分子中具有3个以上的巯基的有机化合物。优选地,所述多硫醇选自结构如下所示的三羟甲基丙烷三(3-巯基丙

酸酯)(TMPMP)、季戊四醇四-3-巯基丙酸酯(PETMP)和三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯(TEMPIC)中的一种或多种。

[0025]

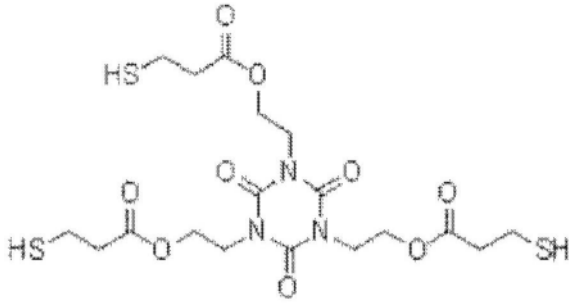


三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)(TMPMP)



季戊四醇四-3-巯基丙酸酯(PETMP)

[0026]



三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯(TEMPIC)

[0027] 可以在本发明中使用的不含苯环结构的多硫醇的可商购实例包括:由Bruno Bock公司生产的TMPMP(三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯));由Bruno Bock公司生产的PETMP(季戊四醇四-3-巯基丙酸酯);和由Bruno Bock公司生产的TEMPIC(三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯)。

[0028] 多硫醇在单组分环氧粘合剂组合物中的含量对所得环氧胶的性能具有重要的影响。以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,该单组分环氧粘合剂组合物包含32-57重量%的多硫醇。当多硫醇的含量小于32重量%时,所得环氧胶固化后的粘接性较差,不符合用于电子工业组装的环氧胶产品要求;当多硫醇的含量大于57重量%时,所得环氧胶固化后的粘接性较差,不符合用于电子工业组装的环氧胶产品要求,此外该环氧胶的抗紫外性有一定程度的降低。

[0029] 根据本发明的单组分环氧粘合剂组合物还包含用于引发不含苯环结构的环氧树脂和多硫醇之间的交联反应的引发剂。可以在本发明中使用的引发剂具体可以选自本领域

中通常使用的潜伏型胺类引发剂和咪唑类引发剂中的一种或多种。优选地，所述咪唑类引发剂可以为2-乙基-4-甲基咪唑和2-十七烷基咪唑中的一种或多种。以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量％计，该单组分环氧粘合剂组合物包含0.1-12重量％的所述引发剂。当引发剂的含量超过12重量％时，所得环氧胶固化后的透光率变差，且其抗紫外线性大幅降低。

[0030] 为了提高环氧胶的室温稳定性，根据本发明的单组分环氧粘合剂组合物任选地还可以包含体系稳定剂。优选地，所述体系稳定剂选自二新戊二醇偏硼酸酯和1-苄基-5-苯基巴比妥酸中的一种或多种。优选地，以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量％计，该单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于2.8重量％的体系稳定剂。

[0031] 此外，为了增强将环氧胶施加到电子部件的粘结界面时的粘合强度，根据本发明的单组分环氧粘合剂组合物任选地还包含硅烷偶联剂。优选地，以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量％计，该单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于0.6重量％的硅烷偶联剂。

[0032] 此外，如本领域技术人员已知的，根据实际应用要求，本发明的单组分环氧粘合剂组合物还可以含有本领域熟知的其他成分或添加剂助剂。对于这些其他成分的种类和含量没有特别限制，只要不影响本发明的单组分环氧粘合剂组合物的所需性能即可。

[0033] 根据本发明的单组分环氧粘合剂组合物可以包含溶剂，也可以不包含溶剂。在优选的实施方案中，本发明的单组分环氧粘合剂组合物不含溶剂，尤其是有机溶剂。

[0034] 根据本发明的另一个方面，提供了一种制备单组分环氧粘合剂组合物的方法，所述方法包括将单组分环氧粘合剂组合物的如上描述的各个组分均匀混合。对具体的混合方式以及各个组分的混合先后顺序没有特别限制，本领域技术人员可以根据具体的技术要求和工艺条件而合理确定。

[0035] 通过以上方法制备的单组分环氧粘合剂组合物在固化后具有高透光率(透光率≥95％)，具有较长的可施工时间(超过24小时)、良好的粘接性(剪切强度≥5MPa)，特别是具有良好的耐候性(在经405nm波长的UV-LED以5W/cm^2的照度辐照200小时以后，环氧胶不黄化且透光率≥90％)，适合用于电子工业组装，尤其是适于电子显示器件的组装和密封。

[0036] 通过以下实施方案的列表来进一步说明本发明的各种示例性实施方案，其不应被解释为不适当地限制本发明：

[0037] 具体实施方案1是一种单组分环氧粘合剂组合物，以其总重量为100重量％计，包含：

[0038] 42-67重量％的不含苯环结构的环氧树脂；

[0039] 32-57重量％的多硫醇；和

[0040] 0.1-12重量％的引发剂。

[0041] 具体实施方案2是根据具体实施方案1所述的单组分环氧粘合剂组合物，其中所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的环氧树脂。

[0042] 具体实施方案3是根据具体实施方案1或2所述的单组分环氧粘合剂组合物，其中所述不含苯环结构的环氧树脂为包含环己烷结构且不含苯环结构的二缩水甘油醚类环氧树脂。

[0043] 具体实施方案4是根据具体实施方案1至3中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合

物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂的环氧官能度为2或3。

[0044] 具体实施方案5是根据具体实施方案1至4中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂的数均分子量在200至500的范围内。

[0045] 具体实施方案6是根据具体实施方案1至5中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述不含苯环结构的环氧树脂选自氢化双酚A二缩水甘油醚、1,4-环己烷二甲醇二缩水甘油醚和三羟甲基丙烷三缩水甘油醚中的一种或多种。

[0046] 具体实施方案7是根据具体实施方案1至6中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,所述单组分环氧粘合剂组合物包含50-65重量%的所述不含苯环结构的环氧树脂。

[0047] 具体实施方案8是根据具体实施方案1至7中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述多硫醇选自三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)、季戊四醇四-3-巯基丙酸酯和三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯中的一种或多种。

[0048] 具体实施方案9是根据具体实施方案1至8中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述引发剂选自潜伏型胺类引发剂和咪唑类引发剂中的一种或多种。

[0049] 具体实施方案10是根据具体实施方案1至9中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,所述单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于2.8重量%的体系稳定剂。

[0050] 具体实施方案11是根据具体实施方案10所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中所述体系稳定剂选自二新戊二醇偏硼酸酯和1-苄基-5-苯基巴比妥酸中的一种或多种。

[0051] 具体实施方案12是根据具体实施方案1至11中任一项所述的单组分环氧粘合剂组合物,其中以所述单组分环氧粘合剂组合物的总重量为100重量%计,所述单组分环氧粘合剂组合物包含小于或等于0.6重量%的硅烷偶联剂。

[0052] 具体实施方案13是一种制备单组分环氧粘合剂组合物的方法,所述方法包括将根据实施方案1至12中任一项限定的单组分环氧粘合剂组合物的各个组分均匀混合。

[0053] 下面结合实施例对本发明进行更详细的描述。需要指出,这些描述和实施例都是为了使本发明便于理解,而非对本发明的限制。本发明的保护范围以所附的权利要求书为准。

[0054] 实施例

[0055] 下面参照实施例和比较例对本发明进行进一步的详细说明。应理解,本发明并不局限于下述实施例。

[0056] 在以下实施例和比较例中,除非另有说明,“份”均指的是“重量份”,“%”均指的是“重量%”,“g”均指重量单位“克”。此外,除非另外指出,所采用的试剂均为商购产品,直接使用而没有进一步纯化处理。

[0057] 表1.原料列表

[0058]

组分	产品名	描述	供应商
环氧树脂	YX8000D	氢化双酚A二缩水甘油醚	三菱化学株式会社公司
	Heloxy 107	1,4-环己烷二甲醇二缩水甘油醚	瀚森化工公司
	GE-30	三羟甲基丙烷三缩水甘油醚	CVC热固性特种材料公司
	DER331	双酚A二缩水甘油醚	兰科化工Olin公司
多硫醇	TMPMP	三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯)	Bruno Bock公司
	PETMP	季戊四醇四-3-巯基丙酸酯	Bruno Bock公司
	TEMPIC	(三[2-(3-巯基丙酰氧基)乙基]异氰脲酸酯	Bruno Bock公司
引发剂	FXR-1081	潜伏型胺类引发剂	日本T&K TOKA株式会社
	2E4MZ	2-乙基-4-甲基咪唑	四国化成工业株式会社
	C17Z	2-十七烷基咪唑	四国化成工业株式会社
体系稳定剂	L-07N	二新戊二醇偏硼酸酯	四国化成工业株式会社
硅烷偶联剂	KH560	硅烷偶联剂	国药集团化学试剂有限公司

[0059] 测试方法

[0060] 根据下面所述的具体方法,对在以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物关于粘度、可施工时间、粘接性、透光率和抗紫外性进行测试。

[0061] 粘度

[0062] 通过采用由Brookfield博勒飞公司制造的HBDV-II+Pro粘度计测量以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物的粘度(单位:cPs)。其中:测试温度为23℃,采用4号转子,且转速为100rpm。

[0063] 所制备的环氧胶的粘度需要小于10000cPa才能满足环氧胶产品的常规粘接施工要求。

[0064] 可施工时间

[0065] 将在以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物分别在室温(23℃)放置并且通过如上描述的粘度测量方法监测其粘度变化。将环氧胶在室温(23℃)放置直至其粘度增长幅度达到50%所经历的时间作为可施工时间(单位:天)。

[0066] 所制备的环氧胶的可施工时间需要至少达到1天(24小时)以上才能满足环氧胶产品的常规粘接使用要求。

[0067] 搭接剪切强度

[0068] 将在以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物分别涂布在尺寸为1.27cm×2.54cm的铝合金板(Al 6063;江苏昆山长城印刷厂)上,涂布厚度为100μm。然后,将经涂布的铝合金板在110℃干燥0.5小时,以使得Al 6063板上单组分环氧粘合剂组合物完全固化。然后,根据动态剪切测试标准-ASTM D1002-72标准,通过采用由美国英斯特朗公司制造的Instron 5969装置在室温(22-24℃)以2.54mm/min的拉伸速度测试样品的搭接剪切强度(单位:MPa)。

[0069] 所制备的环氧胶的搭接剪切强度需要至少达到5MPa以上才能满足环氧胶产品的常规粘接性能要求。

[0070] 透光率

[0071] 将在以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物分别涂布在离

型纸上,涂布厚度为10μm,110℃干燥0.5小时。完全固化成膜后,揭去离型纸后,裁剪胶膜成为尺寸为3cm×5cm。然后,采用由日本岛津制作所制造的UV-1900i紫外可见分光光度计测量波长为450-455nm的光的透射百分率,并且将其作为老化前透光率(%)。

[0072] 固化后的环氧胶的老化前透光率需要至少为95%才能满足电子显示器件产品的常规透光性使用要求。

[0073] 抗老化性(抗紫外性)

[0074] 将在以下实施例和比较例中制备的各个单组分环氧粘合剂组合物分别涂布在离型纸上,涂布厚度为10μm,并且在110℃干燥0.5小时。完全固化成膜后,揭去离型纸后,裁剪胶膜成为尺寸为3cm×5cm。然后,采用波长为405nm的高强度UV-LED灯(复坦希公司,型号UVSF81T)以5W/cm^2的照度辐照样品历时200小时。然后,采用岛津UV-1900i紫外可见分光光度计测量波长为450-455nm的光的透射百分率,并且将其作为老化后透光率(%)。

[0075] 固化后的环氧胶在进行如上所述的老化处理以后的老化后透光率需要至少为90%才能满足电子显示器件产品的常规透光性使用要求。

[0076] 实施例1(E1)

[0077] 将56.5g氢化双酚A二缩水甘油醚YX8000D、41.0g三羟甲基丙烷三(3-巯基丙酸酯TMPMP、2.0g潜伏型胺类引发剂FXR-1081和0.5g二新戊二醇偏硼酸酯L-07N均匀混合,以得到单组分环氧粘合剂组合物1。

[0078] 根据以上具体描述的测试方法对单组分环氧粘合剂组合物1分别关于粘度、可施工时间、搭接剪切强度、透光率和抗老化性(抗紫外性)进行测试,并且将其结果显示在以下表2中。

[0079] 实施例2-14(E2-E14)和比较例1-5(C1-C5)

[0080] 进行实施例2-14(E2-E14)和比较例1-5(C1-C5),其中以与实施例1类似的方式制备单组分环氧粘合剂组合物2-14和比较单组分环氧粘合剂组合物1-5,不同之处仅仅在于如以下表2中所示改变各个组分的具体类型和含量。

[0081] 根据以上具体描述的测试方法对单组分环氧粘合剂组合物2-14和比较单组分环氧粘合剂组合物C1-C5分别关于粘度、可施工时间、搭接剪切强度、透光率和抗老化性(抗紫外性)进行测试,并且将其结果显示在以下表2中。

[0082]

表 2 实施例 1-14 (E1-E14)和比较例 1-5(C1-C5)中制备的单组分环氧粘合剂组合物 1-14 和比较单组分环氧粘合剂组合物 C1-C5 的组分配比以及性能测试结果

	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	E9	E10	E11	E12	E13	E14	C1	C2	C3	C4	C5
YX8000D	56.5	63.9	63.8	62.1	52.1	59.0	43.4			66.0	60.4	49.4					68.3	38.1	50.0
Heloxy 107								47.3	48.5			5.0							
GE-30												6.0	43.4	44.3					
DER331															56.5	63.9			
TMPMP	41.0					40.1				33.7		5.2			41.0		31.4		
PETMP		35.8	35.7	34.8	34.0						33.2	28.0				35.8			34.4
TEMPIC							56.4	52.5	49.7		6.0	6.0	56.4	55.1				61.7	
FXR-1081	2.0			2.5	11.1				1.0						2.0				12.8
2E4MZ		0.3	0.3			0.3	0.2	0.2		0.3			0.2	0.2		0.3	0.3	0.2	
C17Z											0.4	0.4							
L-07N	0.5		0.2	0.6	2.8				0.3						0.5				2.8
KH560						0.6			0.5					0.4					
总量(%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
性能测试结果																			
粘度(cPs)	560	1040	1056	1440	1776	496	2608	704	720	848	1072	832	5200	4800	784	2640	880	2960	1856
可施工时间(天)	4	2	4	4	3	2	1	3	3	1	6	6	1	1	4	2	2	3	3
搭接剪切强度(MPa)	7.0	14.6	14.5	13.5	16.0	8.3	8.6	5.1	6.3	5.5	15.0	14.0	5.3	6.2	12.8	12.3	4.2	4.3	16.0
老化前透光率(%)	99.8	99.9	99.9	99.6	95.2	99.0	97.0	99.5	99.5	99.5	99.1	99.6	99.7	99.8	99.0	99.0	98.0	97.0	92.0
老化后透光率(%)	98.0	99.0	98.9	98.0	90.3	98.2	93.2	99.1	99.0	99.0	98.3	98.8	99.2	98.7	29.0	26.0	97.0	95.0	87.0

[0083] 由以上表2中实施例1-14(E1-E14)的结果可知,通过采用具有特定含量的不含苯环结构的环氧树脂、多硫醇和引发剂的组合,所制备的单组分环氧粘合剂组合物在固化后

具有良好的老化前透光率(透光率≥95%),具有较长的可施工时间(超过24小时)、良好的粘接性(剪切强度≥5MPa),特别是具有良好的耐候性(在经405nm波长的UV-LED以5W/cm^2的照度辐照200小时以后,环氧胶不黄化且透光率≥90%),适合用于电子工业组装,尤其是适于电子显示器件的组装和密封。

[0084] 通过将实施例1(E1)与比较例1(C1)的结果进行比较可知,当将分子中不含苯环结构的氢化双酚A二缩水甘油醚YX8000D替换为尽管分子结构非常类似但是含有苯环结构的双酚A二缩水甘油醚DER331时,所得到的环氧胶的抗老化性大幅下降,该固化的环氧胶在老化试验后的透光率仅为29.0%,远远不能达到电子显示器件的组装和密封技术领域中对透明结构胶产品的性能要求。

[0085] 通过将实施例2(E2)与比较例2(C2)的结果进行比较可知,当将分子中不含苯环结构的氢化双酚A二缩水甘油醚YX8000D替换为尽管分子结构非常类似但是含有苯环结构的双酚A二缩水甘油醚DER331时,所得到的环氧胶的抗老化性大幅下降,该固化的环氧胶在老化试验后的透光率仅为26.0%,远远不能达到电子显示器件的组装和密封工艺中对透明结构胶产品的性能要求。

[0086] 由比较例3(C3)的结果可知,当单组分环氧粘合剂组合物中的不含苯环结构的环氧树脂的含量过高(例如,68.3重量%)且多硫醇的含量过低(例如,31.4重量%)时,所得到的环氧胶的搭接剪切强度过低(例如,4.2MPa),无法满足电子工业组装中对环氧胶的粘接性能的基本要求。

[0087] 由比较例4(C4)的结果可知,当单组分环氧粘合剂组合物中的不含苯环结构的环氧树脂的含量过低(例如,38.1重量%)且多硫醇的含量高(例如,61.7重量%)时,所得到的环氧胶的搭接剪切强度过低(例如,4.3MPa),无法满足电子工业组装中对环氧胶的粘接性能的基本要求。

[0088] 由比较例5(C5)的结果可知,当单组分环氧粘合剂组合物中的引发剂的含量过高(例如,12.8重量%)时,所得到的环氧胶在固化以后的透光率过低(例如,92.0%)并且在老化测试以后的透光率进一步大幅下降(例如,87.0%、),无法满足电子显示器件的组装和密封工艺中对结构胶产品的透光性能要求。

[0089] 尽管本发明中已经示出和描述了具体的实施方式,但本领域技术人员将懂得,可以用各种替代的和/或等同的实施方式代替所示和所描述的具体实施方式,而不脱离本发明的范围。本申请意欲包括对本发明中讨论的具体实施方式的任何改进或更改。因此,本发明仅受限于权利要求及其等同物。

[0090] 本领域技术人员应当理解,在不背离本发明范围的情况下,可以进行多种修改和改变。这样的修改和改变意欲落入如后附权利要求所限定的本发明的范围之内。