



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103146259 A

(43) 申请公布日 2013.06.12

(21) 申请号 201310090061.7

(22) 申请日 2013.03.20

(71) 申请人 中国人民解放军国防科学技术大学
地址 410073 湖南省长沙市德雅路 109 号国防科技大学航天科学与工程学院
申请人 湖南有色中央研究院有限公司

(72) 发明人 秦峻 堵永国 刘阳 张磊
刘卓峰 张为军

(74) 专利代理机构 湖南兆弘专利事务所 43008
代理人 赵洪 杨斌

(51) Int. Cl.
C09D 11/10 (2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

丝网印刷导电油墨组合物及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种丝网印刷导电油墨组合物,其包含以下质量分数的组分:导电材料粉末 20%~70%;环氧树脂 1%~20%;环氧树脂潜伏性固化剂 0.2%~15%;热塑性树脂 1%~30%;有机溶剂 5%~60%和环氧树脂增韧剂 0~5%;其制备方法包括以下步骤:先将热塑性树脂粉末和有机溶剂混合,然后混合环氧树脂、环氧树脂增韧剂和环氧树脂潜伏性固化剂得到热固性树脂体系,再添加导电材料粉末至热塑性树脂体系,并将其与热固性树脂体系混合,最后添加有机溶剂调节粘度,得到丝网印刷导电油墨组合物。本发明的产品具有力学强度高、电学性能稳定、耐化学性能优良、对基材粘结力好、VOC 含量较低等优点。

1. 一种丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述导电油墨组合物包含以下质量分数的组分:

导电材料粉末	20% ~ 70% ;
环氧树脂	1% ~ 20% ;
环氧树脂潜伏性固化剂	0.2% ~ 15% ;
热塑性树脂	1% ~ 30% ;
有机溶剂	5% ~ 60% ;和
环氧树脂增韧剂	0% ~ 5%。

2. 根据权利要求1所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述导电材料粉末为银粉、镀银铜粉、导电石墨、导电炭黑中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述环氧树脂为低粘度双酚A型环氧树脂、双酚F型环氧树脂、脂环型液体环氧树脂中的一种或者多种;所述环氧树脂潜伏性固化剂为分散型固化剂、热固化型潜伏性固化剂或阳离子型潜伏性固化剂。

4. 根据权利要求1所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述热塑性树脂为聚乙烯醇缩丁醛、氯醋树脂、改性聚酯、改性丙烯酸树脂中的至少一种。

5. 根据权利要求1所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述有机溶剂包括二价酸酯、二乙二醇丁醚醋酸酯、二乙二醇乙醚醋酸酯、松油醇、二丙二醇甲醚、乙二醇苯醚、乙醇酸正丁酯、异佛尔酮、甲乙酮、环己酮、100# 溶剂油、150# 溶剂油、1,3-丁二醇、正丁醇中的一种或多种;所述有机溶剂为真溶剂、假溶剂和助溶剂组成的混合溶剂。

6. 根据权利要求1所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述环氧树脂增韧剂为丁腈橡胶、丁腈橡胶改性环氧树脂、聚氨酯、聚氨酯改性环氧树脂、核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂中的一种或多种。

7. 根据权利要求1~6中任一项所述的丝网印刷导电油墨组合物,其特征在于,所述丝网印刷导电油墨组合物中还包括有质量分数0.5%~5%的功能性助剂,所述功能性助剂包括消泡剂、流平剂、抗氧化剂、粘结力促进剂、流变助剂中的一种或多种;所述消泡剂为有机硅消泡剂;所述流平剂为有机硅流平剂和/或丙烯酸流平剂;所述粘结力促进剂为各种形式的硅烷偶联剂或低分子量聚酯树脂;所述流变助剂为气相二氧化硅、氢化蓖麻油、氢化蓖麻油改性物、聚酰胺蜡、BYK-410 或 BYK430。

8. 一种如权利要求1~7中任一项所述的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法,包括以下步骤:

(1)热塑性树脂体系的制备:按所述质量分数称取有机溶剂,再按所述质量分数称取热塑性树脂粉末,将其和有机溶剂混合,得到固含量为15%~30%的热塑性树脂体系;

(2)热固性树脂体系的制备:按所述质量分数称取环氧树脂、环氧树脂增韧剂和环氧树脂潜伏性固化剂,将三者混合均匀后得到热固性树脂体系;

(3)添加导电材料粉末:按所述质量分数称取导电材料粉末,将其与步骤(1)中配制得到的热塑性树脂体系混合;然后可选择性添加功能性助剂,并再次混合均匀;

(4)两种树脂体系的混合:按所述质量分数称取步骤(2)中制得的热固性树脂体系和步骤(3)中得到的混合产物,再次混合均匀;

(5)混合溶剂调节:添加步骤(1)中配制的有机溶剂调节步骤(4)中得到的混合产物的粘度后,再经三滚轧制,使油墨细度小于 $5\mu\text{m}$,得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。

9. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于:

所述步骤(2)中,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分两步进行,先在 $1000\text{r}/\text{min}\sim 1500\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $30\text{s}\sim 90\text{s}$,再在 $500\text{r}/\text{min}\sim 1000\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $60\text{s}\sim 180\text{s}$;

所述步骤(3)中,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分三步进行,先在 $800\text{r}/\text{min}\sim 1200\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $10\text{s}\sim 40\text{s}$,再在 $1200\text{r}/\text{min}\sim 1500\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $60\text{s}\sim 120\text{s}$,最后在 $500\text{r}/\text{min}\sim 900\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $30\text{s}\sim 60\text{s}$;

所述步骤(4)中,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分两步进行,先在 $1000\text{r}/\text{min}\sim 1500\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $30\text{s}\sim 90\text{s}$,再在 $500\text{r}/\text{min}\sim 1000\text{r}/\text{min}$ 公转速度下搅拌 $60\text{s}\sim 180\text{s}$ 。

10. 根据权利要求8或9所述的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中,所述混合是指在 $50^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 的油浴中使热塑性树脂粉末溶解于有机溶剂中。

丝网印刷导电油墨组合物及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于印刷的油墨组合物及其制备方法,尤其涉及一种导电油墨组合物及其制备方法。

背景技术

[0002] 导电油墨是一种具有一定程度导电性能的特殊油墨,由导电颗粒(银、铜、碳)分散在连接料中形成的一种导电性复合材料,印刷到承印物上后,起到导线、天线的作用。

[0003] 一般情况下,导电油墨应该具有良好的耐弯折性,其在柔性基材上(PET 等塑料膜片)印刷的导电路路不应在弯折处折断或者电阻发生较大变化;另外,导电油墨应该对各种不同基材具有广泛的适应性,对基材具有较强的附着力;导电油墨本身电阻率越低越好,有利于降低成本;由于部分塑料基材在高温下易翘曲、甚至损坏,导电油墨一般要求低温固化和较短的固化时间,低温固化导电油墨可减少工时,提高生产效率;最后导电油墨应具有良好的印刷适性。

[0004] 目前,市场上的导电油墨常采用热塑性树脂作为导电油墨的粘结剂,然而热塑性树脂本身的耐化学性、电阻稳定性不太理想,且制备的导电油墨中溶剂、稀释剂含量偏高,挥发性有机物(VOC)含量高。而热固性粘结剂体系本身稳定性和耐化学性能较好,且由于其分子量较小、多为液态,其制备的导电油墨溶剂、稀释剂使用量较低。但一般情况下,热固性树脂固化温度较高、固化时间较长,且其固化膜脆性较大。如何配制综合性能更优、且更符合应用要求的导电油墨组合物,是本领域人员长期面临的技术问题。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是克服现有技术的不足,提供一种力学强度高、电学性能稳定、耐化学性能优良、对基材粘结力好、VOC 含量较低的丝网印刷导电油墨组合物,还相应提供一种该丝网印刷导电油墨组合物的制备方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明提出的技术方案为一种丝网印刷导电油墨组合物,所述导电油墨组合物包含以下质量分数的组分:

- | | | |
|--------|------------|----------------------------|
| [0007] | 导电材料粉末 | 20% ~ 70% (优选 60% ~ 70%); |
| [0008] | 环氧树脂 | 1% ~ 20% (优选 1% ~ 10%); |
| [0009] | 环氧树脂潜伏性固化剂 | 0.2% ~ 15% (优选 0.2% ~ 5%); |
| [0010] | 热塑性树脂 | 1% ~ 30% (优选 1% ~ 5%); |
| [0011] | 有机溶剂 | 5% ~ 60% (优选 20% ~ 30%);和 |
| [0012] | 环氧树脂增韧剂 | 0% ~ 5%。 |

[0013] 上述的丝网印刷导电油墨组合物中,所述导电材料粉末优选为各种形貌的银粉、镀银铜粉、导电石墨、导电炭黑中的至少一种。但最优选为低松装比的高导电片状银粉,其最大片径优选不超过 50 μm ,这样有利于降低导电油墨电阻率。

[0014] 上述的丝网印刷导电油墨组合物中,特别采用了热固性-热塑性混合粘结剂树脂

体系。通过调整两种树脂的比例和不同组合,可实现导电油墨在不同基材上的广泛适用性和多种用途,使导电油墨既具有热固性体系的优良温度稳定性和耐化学性,又具有热塑性体系的柔韧性和对基材的高附着力。

[0015] 上述的丝网印刷导电油墨组合中,所述热固性树脂优选为环氧树脂,环氧树脂优选为低粘度(树脂在室温下粘度小于 $40\text{Pa}\cdot\text{s}$) 双酚 A 型环氧树脂、双酚 F 型环氧树脂、脂环型液体环氧树脂中的一种或者多种。所述环氧树脂潜伏性固化剂优选为分散型固化剂、热固化型潜伏性固化剂或阳离子型潜伏性固化剂。对于分散型固化剂,其应易于分散在环氧树脂中,且分散稳定性好,并具有很好的耐溶剂性;对于阳离子型潜伏性固化剂,由于其本身溶于树脂体系,有利于降低导电油墨粘度,提高导电油墨的固化量,降低挥发性有机化合物(VOC)含量。更优选的环氧树脂潜伏性固化剂在 $100^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 条件下且 30min 内能使所述环氧树脂固化完全,且室温下适用期长于半年,储存稳定性好,可实现低温短时固化。

[0016] 上述的丝网印刷导电油墨组合中,所述热塑性树脂优选为聚乙烯醇缩丁醛(PVB)、氯醋树脂(含羧基官能团)、改性聚酯、改性丙烯酸树脂中的至少一种。此类优选的热塑性树脂的特点在于:与环氧树脂具有较好的相容性,混合后的热固性-热塑性混合粘结剂树脂体系在储存和固化成膜后无分相和缺陷,添加的热塑性树脂不仅能够提高导电油墨对部分基材的附着力,同时还能起到一定的增韧效果。

[0017] 上述的丝网印刷导电油墨组合中,所述有机溶剂优选包括二价酸酯(DBE)、二乙二醇丁醚醋酸酯、二乙二醇乙醚醋酸酯、松油醇、二丙二醇甲醚、乙二醇苯醚、乙醇酸正丁酯、异佛尔酮、甲乙酮、环己酮、100# 溶剂油、150# 溶剂油、1,3-丁二醇、正丁醇中的一种或多种。所述有机溶剂优选为真溶剂与假溶剂和助溶剂组成的混合溶剂(其中,100# 溶剂油、150# 溶剂油为假溶剂;1,3-丁二醇、正丁醇为助溶剂;其余均为真溶剂),这些有机溶剂的组合可用来溶解该树脂体系和调整油墨的干燥速度以及粘度,以获得最适合于丝网印刷工艺和不同印刷工艺要求的导电油墨,以保证导电油墨在低温短时挥发彻底,较少残留,保证导电油墨组合物具有良好的溶剂释放性。

[0018] 上述的丝网印刷导电油墨组合中,所述环氧树脂增韧剂优选为丁腈橡胶、丁腈橡胶改性环氧树脂、聚氨酯、聚氨酯改性环氧树脂、核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂中的一种或多种,其可有效提高导电油墨固化膜的柔韧性。

[0019] 上述的丝网印刷导电油墨组合中,还优选包括有质量分数 $0.5\%\sim 5\%$ 的功能性助剂;所述功能性助剂优选包括消泡剂、流平剂、抗氧化剂、粘结力促进剂、流变助剂中的一种或多种。所述消泡剂为有机硅消泡剂;所述流平剂优选为有机硅流平剂和/或丙烯酸流平剂;所述粘结力促进剂为各种形式的硅烷偶联剂、低分子量聚酯树脂等,硅烷偶联剂可用来提高对金属、玻璃和陶瓷的粘结力,低分子量聚酯树脂可用来提高对部分塑料的粘结力;所述流变助剂(触变剂)优选为气相二氧化硅、氢化蓖麻油、氢化蓖麻油改性物、聚酰胺蜡、BYK-410 或 BYK430,其可改良导电油墨的粘度特性、粘弹特性等流变学特性,改善导电油墨的抗沉降性能和印刷适性,保证导电油墨在不同应用场合都具有良好的应用效果。总的来说,上述优选的功能性助剂可以改良导电油墨组合物的粘度特性、粘弹特性等流变学特性和印刷特性。

[0020] 作为一个总的技术构思,本发明还提供一种上述的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法,包括以下步骤:

[0021] (1)热塑性树脂体系的制备:按所述质量分数称取有机溶剂,再按所述质量分数称取热塑性树脂粉末,将其和有机溶剂混合,得到固含量为 15%~30%的热塑性树脂体系;

[0022] (2)热固性树脂体系的制备:按所述质量分数称取环氧树脂、环氧树脂增韧剂和环氧树脂潜伏性固化剂,将三者混合均匀后得到热固性树脂体系;

[0023] (3)添加导电材料粉末:按所述质量分数称取导电材料粉末,将其与步骤(1)中配制得到的热塑性树脂体系混合;然后可选择性添加功能性助剂,并再次混合均匀;

[0024] (4)两种树脂体系的混合:按所述质量分数称取步骤(2)中制得的热固性树脂体系和步骤(3)中得到的混合产物,再次混合均匀;

[0025] (5)混合溶剂调节:添加步骤(1)中配制的有机溶剂调节步骤(4)中得到的混合产物的粘度后,再经三滚轧制,使油墨细度小于 $5\mu\text{m}$,得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。

[0026] 上述的制备方法,所述步骤(2)中,优选的,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分两步进行,先在 1000r/min~1500r/min 公转速度下搅拌 30s~90s,再在 500r/min~1000r/min 公转速度下搅拌 60s~180s;

[0027] 所述步骤(3)中,优选的,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分三步进行,先在 800r/min~1200r/min 公转速度下搅拌 10s~40s,再在 1200r/min~1500r/min 公转速度下搅拌 60s~120s,最后在 500r/min~900r/min 公转速度下搅拌 30s~60s;

[0028] 所述步骤(4)中,优选的,混合操作是在行星式搅拌机中进行,混合时分两步进行,先在 1000r/min~1500r/min 公转速度下搅拌 30s~90s,再在 500r/min~1000r/min 公转速度下搅拌 60s~180s。

[0029] 上述的制备方法,所述步骤(1)中,所述混合优选是指在 50°C ~ 150°C 的油浴中使热塑性树脂粉末溶解于有机溶剂中。

[0030] 本发明通过选择合理的热固性树脂及其固化剂,并通过添加其它热塑性树脂、增韧剂等手段,制备得到一种综合性能优良的导电油墨。与现有技术相比,本发明的优点在于:

[0031] (1)本发明的丝网印刷导电油墨组合物对金属、陶瓷、玻璃及聚合物表面均具有很好的附着力,且印刷性能良好;

[0032] (2)该丝网印刷导电油墨组合物由于采用了热固性树脂配方,导电性能稳定,耐化学性能优良;

[0033] (3)该丝网印刷导电油墨组合物中溶剂含量相对较低,有利于降低油墨挥发性有机物(VOC)含量。

[0034] 总的来说,本发明提供了一种综合性能优良的低温导电油墨组合物,该导电油墨具有力学强度高、电学性能稳定、耐化学性能优良等优点,对金属、陶瓷、PET等多种基材具有良好的粘结力、良好的丝网印刷性能和较低的VOC含量等特点,可用于薄膜开关、印刷触点、射频识别、柔性电路及多层线路板等领域。

具体实施方式

[0035] 下面通过具体实施例对本发明作进一步详细说明,但并不因此而限制本发明的保护范围。

[0036] 除另有说明,本发明下列实施例中所采用的原料加入量百分数均为质量百分比。

[0037] 实施例 1：

[0038] 一种本发明的丝网印刷导电油墨组合物，该导电油墨组合物包含以下质量份数的组分(可参见下表 1)：

[0039] 片状银粉 Ferro SF70A 100 份；
[0040] 脂环族三官能团环氧树脂 TDE-85 11.20 份；
[0041] 环氧树脂潜伏性固化剂(深圳初创应用材料有限公司 ICAM-8409) 0.33 份；
[0042] 三元氯醋树脂 3.36 份；
[0043] 异佛尔酮 10.26 份；
[0044] 二丙二醇甲醚 20.55 份；
[0045] 150# 溶剂油 5.13 份；
[0046] 核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂 5.60 份；
[0047] 触变剂 BYK-410 (BYK 公司) 1.00 份；
[0048] 抗氧化剂 SRE-701 (美国施瑞科技) 0.80 份；和
[0049] 消泡剂 SRE-2022A (美国施瑞科技) 0.80 份。

[0050] 本实施例的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法包括以下步骤：

[0051] 1. 热塑性树脂体系的制备：按大约 4 : 2 : 1 的质量比分别称取二丙二醇甲醚、异佛尔酮和 150# 溶剂油，将三种溶剂混合均匀后制得混合溶剂；再按上述质量配比适当称取三元氯醋树脂粉末和混合溶剂，使其在 90℃ 的油浴中溶解彻底，制得固含量约在 30% 左右的氯醋树脂溶液待用。

[0052] 2. 热固性树脂体系的制备：按上述质量配比称取适量的环氧树脂 TDE-85、核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂(深圳初创应用材料有限公司 H0037) 和环氧树脂潜伏性固化剂(ICAM-8409)，在行星式搅拌机中混合均匀得到环氧树脂体系，混合时的工艺条件为 1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。

[0053] 3. 添加导电材料粉末：按上述质量配比称取片状银粉 Ferro SF70A，将片状银粉 Ferro SF70A 与步骤 1 中配制得到的氯醋树脂溶液混合，然后采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。

[0054] 4. 添加功能性助剂：按上述质量配比分别称取触变剂、抗氧化剂、消泡剂与上述步骤 3 后得到的产物混合均匀，混合时采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。

[0055] 5. 两种树脂体系的混合：按上述质量配比称取步骤 2 中制得的环氧树脂体系和步骤 4 中得到的混合产物，经行星式搅拌机混合均匀，为抑制发热，混合工艺条件控制为：1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。

[0056] 6. 混合溶剂调节：通过适当添加步骤 1 中配制的混合溶剂调节步骤 5 中得到的混合产物的粘度后，再经三滚轧制，使得油墨细度小于 5 μm，得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。

[0057] 本实施例制得的丝网印刷导电油墨组合物的性能测试结果如下表 2 所示。

[0058] 实施例 2：

[0059] 一种本发明的丝网印刷导电油墨组合物，该导电油墨组合物包含以下质量份数的组分(可参见下表 1)：

- [0060] 片状银粉 Ferro SF70A 100 份；
- [0061] 环氧树脂 DER-331 (陶氏化学双酚 A 型环氧树脂) 9.97 份；
- [0062] 环氧树脂潜伏性固化剂(ICAM-8403) (深圳初创应用材料有限公司) 2.09 份；
- [0063] PVB (B-98) (益世通化学新型材料有限公司) 2.98 份；
- [0064] DBE 5.94 份；
- [0065] 二丙二醇甲醚 23.73 份；
- [0066] 150# 溶剂油 5.94 份；
- [0067] 丁腈橡胶改性环氧树脂 861340 (深圳佳迪达化工有限公司) 3.99 份；
- [0068] 触变剂 BYK-410 (BYK 公司) 0.90 份；
- [0069] 抗氧化剂 SRE-701 (美国施瑞科技) 0.80 份；和
- [0070] 消泡剂 SRE-2022A (美国施瑞科技) 0.50 份。

[0071] 本实施例的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法包括以下步骤：

[0072] 1. 热塑性树脂体系的制备：按大约 4 : 1 : 1 的质量比分别称取二丙二醇甲醚、DBE 和 150# 溶剂油，将三种溶剂混合均匀后制得混合溶剂；再按上述质量配比适当称取 PVB (B-98) 树脂粉末和混合溶剂，使其在 90℃ 的油浴中溶解彻底，制得固含量约在 15% 左右的 PVB (B-98) 溶液待用。

[0073] 2. 热固性树脂体系的制备：按上述质量配比称取适量的环氧树脂 DER-331、丁腈橡胶改性环氧树脂和环氧树脂潜伏性固化剂(ICAM-8403)，在行星式搅拌机中混合均匀得到环氧树脂体系，混合时的工艺条件为 1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。

[0074] 3. 添加导电材料粉末：按上述质量配比称取片状银粉 Ferro SF70A，将片状银粉 Ferro SF70A 与步骤 1 中配制得到的 PVB 溶液混合，然后采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。

[0075] 4. 添加功能性助剂：按上述质量配比称取触变剂、抗氧化剂和消泡剂与上述步骤 3 后得到的产物混合均匀，混合时采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。

[0076] 5. 两种树脂体系的混合：按上述质量配比称取步骤 2 中制得的环氧树脂体系和步骤 4 中得到的混合产物，经行星式搅拌机混合均匀，混合工艺条件控制为：1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。

[0077] 6. 混合溶剂调节：通过适当添加步骤 1 中配制的混合溶剂调节步骤 5 中得到的混合产物的粘度后，再经三滚轧制，使得油墨细度小于 5 μm，得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。

[0078] 本实施例制得的丝网印刷导电油墨组合物的性能测试结果如下表 2 所示。

[0079] 实施例 3：

[0080] 一种本发明的丝网印刷导电油墨组合物，该导电油墨组合物包含以下质量配比的组分(可参见下表 1)：

- [0081] 片状银粉 Ferro SF70A 100 份；
- [0082] 环氧树脂 DER-331 8.82 份；
- [0083] 环氧树脂潜伏性固化剂(深圳初创 ICAM-8403) 3.14 份；

- [0084] 三元氯醋树脂 3.17 份；
- [0085] 异佛尔酮 9.46 份；
- [0086] 二丙二醇甲醚 18.92 份；
- [0087] 150# 溶剂油 4.73 份；
- [0088] 丁腈橡胶改性环氧树脂 861340 (深圳佳迪达化工有限公司) 4.41 份；
- [0089] 触变剂 BYK-410 (BYK 公司) 1.10 份；
- [0090] 抗氧化剂 SRE-701 (美国施瑞科技) 0.80 份；和
- [0091] 消泡剂 SRE-2022A (美国施瑞科技) 0.80 份。
- [0092] 本实施例的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法包括以下步骤：
- [0093] 1. 热塑性树脂体系的制备：按大约 4 : 2 : 1 的质量比分别称取二丙二醇甲醚、异佛尔酮和 150# 溶剂油，将三种溶剂混合均匀后制得混合溶剂；再按上述质量配比适当称取三元氯醋树脂粉末和混合溶剂，使其在 90℃ 的油浴中溶解彻底，制得固含量约在 30% 左右的氯醋树脂溶液待用。
- [0094] 2. 热固性树脂体系的制备：按上述质量配比称取适量的环氧树脂 DER-331、丁腈橡胶改性环氧树脂和环氧树脂潜伏性固化剂 (ICAM-8403)，在行星式搅拌机中混合均匀得到环氧树脂体系，混合时的工艺条件为 1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。
- [0095] 3. 添加导电材料粉末：按上述质量配比称取片状银粉 Ferro SF70A，将片状银粉 Ferro SF70A 与步骤 1 中配制得到的氯醋树脂溶液混合，然后采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。
- [0096] 4. 添加功能性助剂：按上述质量配比称取触变剂、抗氧化剂、消泡剂与上述步骤 3 后得到的产物混合均匀，混合时采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。
- [0097] 5. 两种树脂体系的混合：按上述质量配比称取步骤 2 中制得的环氧树脂体系和步骤 4 中得到的混合产物，经行星式搅拌机混合均匀，为抑制发热，混合工艺条件控制为：1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。
- [0098] 6. 混合溶剂调节：通过适当添加步骤 1 中配制的混合溶剂调节步骤 5 中得到的混合产物的粘度后，再经三滚轧制，使得油墨细度小于 5 μm，得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。
- [0099] 本实施例制得的丝网印刷导电油墨组合物的性能测试结果如下表 2 所示。
- [0100] 实施例 4：
- [0101] 一种本发明的丝网印刷导电油墨组合物，该导电油墨组合物包含以下质量配比的组分(可参见下表 1)：
- [0102] 片状银粉 Ferro SF70A 100 份；
- [0103] 环氧树脂 TDE-85 10.37 份；
- [0104] 环氧树脂潜伏性固化剂 (ICAM-8409) (深圳初创应用材料有限公司) 0.38 份；
- [0105] PVB (B-98) (益世通化学新型材料有限公司) 3.12 份；
- [0106] DBE 5.27 份；
- [0107] 二丙二醇甲醚 21.10 份；

- [0108] 150# 溶剂油 5.27 份；
- [0109] 核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂 H0037 (深圳初创) 5.18 份；
- [0110] 触变剂 BYK-410 (BYK 公司) 0.90 份；
- [0111] 抗氧化剂 SRE-701 (美国施瑞科技) 0.80 份；和
- [0112] 消泡剂 SRE-2022A (美国施瑞科技) 0.60 份。
- [0113] 本实施例的丝网印刷导电油墨组合物的制备方法包括以下步骤：
- [0114] 1. 热塑性树脂体系的制备：按大约 4 : 1 : 1 的质量比分别称取二丙二醇甲醚、DBE 和 150# 溶剂油，将三种溶剂混合均匀后制得混合溶剂；再按上述质量配比适当称取 PVB (B-98) 树脂粉末和混合溶剂，使其在 90℃ 的油浴中溶解彻底，制得固含量约在 15% 左右的 PVB (B-98) 溶液待用。
- [0115] 2. 热固性树脂体系的制备：按上述质量配比称取适量的环氧树脂 TDE-85、核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂和环氧树脂潜伏性固化剂 (ICAM-8409)，在行星式搅拌机中混合均匀得到环氧树脂体系，混合时的工艺条件为 1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。
- [0116] 3. 添加导电材料粉末：按上述质量配比称取片状银粉 Ferro SF70A，将片状银粉 Ferro SF70A 与步骤 1 中配制得到的 PVB 溶液混合，然后采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。
- [0117] 4. 添加功能性助剂：按上述质量配比称取触变剂、抗氧化剂和消泡剂与上述步骤 3 后得到的产物混合均匀，混合时采用行星式搅拌机分别在 960r/min、1460r/min 和 850r/min 公转速度下分别搅拌 30s、120s 和 50s。
- [0118] 5. 两种树脂体系的混合：按上述配比称取步骤 2 中制得的环氧树脂体系和步骤 4 中得到的混合产物，经行星式搅拌机混合均匀，混合工艺条件控制为：1260r/min 和 860r/min 公转速度下分别搅拌 60s、120s。
- [0119] 6. 混合溶剂调节：通过适当添加步骤 1 中配制的混合溶剂调节步骤 5 中得到的混合产物的粘度后，再经三滚轧制，使得油墨细度小于 5 μm，得到最终的丝网印刷导电油墨组合物。
- [0120] 本实施例制得的丝网印刷导电油墨组合物的性能测试结果如下表 2 所示。
- [0121] 表 1：各实施例的导电油墨组合物的组分配比
- [0122]

导电油墨组合物 组分	各组分用量 (质量份数)			
	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
环氧树脂 TDE-85	11.2			10.37
环氧树脂 DER-331		9.97	8.82	
三元氯醋树脂	3.36		3.17	
PVB B-98		2.98		3.12
丁腈橡胶改性环氧树脂		3.99	4.41	
核壳结构橡胶微纳米颗粒改性环氧树脂	5.6			5.18
固化剂 ICAM-8403		2.09	3.14	
固化剂 ICAM-8409	0.33			0.38
片状银粉 Ferro SF70A	100	100	100	100
异佛尔酮	10.26		9.46	
DBE		5.94		5.27
二丙二醇甲醚	20.55	23.73	18.92	21.10
150#溶剂油	5.13	5.94	4.73	5.27
BYK-410	1.0	0.9	1.1	0.9
SRE-701	0.8	0.8	0.8	0.8
SRE-2022A	0.8	0.5	0.8	0.6

[0123] 表 2 :各实施例的导电油墨组合物的性能测试结果

[0124]

测试项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4
体积电阻($\Omega \cdot \text{cm}$)	2.4×10^{-5}	5.8×10^{-5}	3.7×10^{-5}	4.3×10^{-5}
附着力	PET	4-5 级	5 级	5 级
	不锈钢	5 级	5 级	5 级
	玻璃	5 级	5 级	5 级
抗弯折性能 (电阻变化)	21%	15%	27%	18%

[0125] 上表 2 中,导电油墨组合物体积电阻率的测试方法为:在印刷基材上用两块玻璃条作为导引,以涂布的方式制得一定长宽厚比的导电油墨体积电阻率测试样品,固化工艺为 120℃ 固化 30 分钟。待样品冷却至室温后,采用低电阻测试仪测量固化膜的电阻。

[0126] 上表 2 中,附着力的测试方法为:采用划格实验的方法,利用附着力测试仪测试导电油墨对基材的附着强度,采用 20mm 宽的 3M 胶带(3M Scotch™ Tape)黏贴在烘干后的印刷墨层上,以最小角度揭下,将导电油墨粘附力分为 0 ~ 5 级。其中 0 级为附着在胶带上的墨层大于 95%,1 级大于 50%,2 级少于 30%,3 级少于 20%,4 级少于 10%,5 级少于 2%。

[0127] 上表 2 中,导电油墨抗弯折性能测试方法为:将薄膜线路正反对折,分别用 1kg 重砝码静置于折痕处各 15min,测试线路电阻变化率。