

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200380107998.5

[51] Int. Cl.

C08F 290/06 (2006.01)

C09J 7/02 (2006.01)

C09J 4/06 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008 年 10 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 100422231C

[22] 申请日 2003.11.5

[21] 申请号 200380107998.5

[30] 优先权

[32] 2002.12.30 [33] US [31] 10/331,374

[86] 国际申请 PCT/US2003/035245 2003.11.5

[87] 国际公布 WO2004/060946 英 2004.7.22

[85] 进入国家阶段日期 2005.6.30

[73] 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 杨杰 S·A·约翰逊

W·L·考什 卢盈裕

S·J·麦克马纳

[56] 参考文献

WO02086623 A 2002.10.31

US6042943 2000.3.28

US6194317 2001.2.27

US5747551 1998.5.5

审查员 刘瑶

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

代理人 沙永生

权利要求书 2 页 说明书 24 页

[54] 发明名称

可固化的压敏粘合剂组合物

[57] 摘要

可固化的压敏粘合剂组合物，其包含丙烯酸酯共聚物，单-丙烯酸酯低聚物，每个分子有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物和光引发剂；粘合剂显示压敏粘合剂特性并在固化后至少形成半互穿聚合物网络；其中，半-IPN 交联间平均分子量 (Mc) 大于约 3000，固化后粘合剂的剥离强度大于约 40N/dm。实例的所述粘合剂组合物，固化后是光学透明的，并能耐热和耐湿。

1. 一种粘合剂组合物，其包含：

丙烯酸酯共聚物；

单-丙烯酸酯低聚物；

有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物；

引发自由基聚合反应的光引发剂；

其中，所述单-丙烯酸酯低聚物存在量大于所述多-丙烯酸酯低聚物量，所述单-丙烯酸酯低聚物，多-丙烯酸酯低聚物和光引发剂与所述丙烯酸酯共聚物共混后，形成压敏粘合剂。

2. 如权利要求 1 所述的组合物，其特征在于，单-丙烯酸酯低聚物和多-丙烯酸酯低聚物中至少一种选自：聚氨酯丙烯酸酯低聚物；聚酯丙烯酸酯低聚物和聚醚丙烯酸酯低聚物。

3. 如权利要求 1 所述的组合物，还包含与所述丙烯酸酯共聚物反应的交联剂，所述交联剂是二-氮丙啶或多官能异氰酸酯中的至少一种。

4. 如权利要求 1 所述的组合物，其特征在于，所述单-丙烯酸酯低聚物和所述多-丙烯酸酯低聚物在组合物的存在量大于组合物总重量的 20 重量%，并小于 60 重量%。

5. 如权利要求 1 所述的组合物，其还包含：

紫外线吸收剂；

其特征在于，所述粘合剂组合物光固化后，形成具有相当大的光透明度和紫外光吸收能力的固化粘合剂。

6. 如权利要求 5 所述的组合物，其特征在于，所述单-丙烯酸酯低聚物和多-丙烯酸酯低聚物中的至少一种包含聚氨酯丙烯酸酯低聚物。

7. 如权利要求 5 所述的组合物，其特征在于，所述单-丙烯酸酯低聚物和多-丙烯酸酯低聚物中的至少一种的 T_g 低于 20°C 。

8. 一种光学结构，其包括：

有主表面的光学薄膜；

施涂在所述主表面的至少一部分上的粘合剂，所述粘合剂包含：

丙烯酸酯共聚物；

单-丙烯酸酯低聚物；

有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物；

引发自由基聚合反应的光引发剂；

其中，所述单-丙烯酸酯低聚物存在量大于所述多-丙烯酸酯低聚物量，所述单-丙烯酸酯低聚物，多-丙烯酸酯低聚物和光引发剂与所述丙烯酸酯共聚物共混后，形成压敏粘合剂；

和粘结到所述光学薄膜上的基片，所述粘合剂在基片和光学薄膜之间固化。

9. 如权利要求 8 所述的结构，其特征在于，所述光学薄膜选自多层光学薄膜，聚碳酸酯，聚酯，聚氨酯，聚丙烯酸酯，聚乙烯醇，聚乙烯，聚氯乙烯，三乙酸纤维素，以及它们的组合。

10. 一种制造光学结构的方法，包括下面步骤：

a) 提供一种光学基片；

b) 在所述光学基片的主表面上施涂粘合剂组合物，所述粘合剂组合物包含：丙烯酸酯共聚物；

单-丙烯酸酯低聚物；

有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物；

引发自由基聚合反应的光引发剂；

所述单-丙烯酸酯低聚物存在量大于所述多-丙烯酸酯低聚物量，所述单-丙烯酸酯低聚物，多-丙烯酸酯低聚物和光引发剂与所述丙烯酸酯共聚物共混后，形成压敏粘合剂；

c) 使第二基片的主表面与所述光学基片的主表面相邻，而所述粘合剂位于它们之间；

d) 光化固化所述粘合剂。

11. 如权利要求 10 所述的方法，其特征在于，所述光学薄膜是一种选自以下的薄膜：多层光学薄膜，聚碳酸酯，聚酯，聚氨酯，聚丙烯酸酯，聚乙烯醇，聚乙烯，聚氯乙烯，三乙酸纤维素，以及它们的组合。

可固化的压敏粘合剂组合物

技术领域

本发明涉及粘合剂组合物,更具体地,涉及可以是压敏性和可固化的粘合剂组合物。

发明背景

因为能提供诸多需要的特性如可除去性和易于施用,压敏粘合剂(PSA)一直用于各种应用。为达到更长期和很光滑的粘结,某些常用 PSA 不必具有很高强度来保持其在一定基片上的粘合。而且,施涂到一定材料上时,常用的 PSA 不能承受高温或高湿度。例如,将 PSA 施涂在称作“除气材料”并且难以粘合的丙烯酸片和聚碳酸酯片上可能导致起泡和分层。

可固化粘合剂(如热固化或光固化)一直用于要求基片基本是永久性并以高强度粘结的应用。然而,常规可固化粘合剂一般既不能以 PSA 提供,也不能以容易施用的形式如胶粘带提供。对光学产品应用(如窗玻璃),需要可固化粘合剂,因为它们能提供光学透明的强粘合的层合产品(如层状基片)。

为达到高强度并容易施用,研制出能用于光学应用的混合组合物。例如,可光固化的聚酯基粘合剂一直用于塑料窗玻璃应用。在数字视频盘(DVD 或光盘)粘结和 CRT 应用中,一种使用液体粘合剂制剂。对制造逆向反射制品中的珠粘合(bead bonding),一直建议使用可固化聚合物网状结构。

然而,强度和施用并不是许多光学基片/层合物需要的唯一标准。一些光学产品处于恶劣的环境条件,如加热,UV 光(日光),水等。例如,车辆的挡风玻璃一般处于户外条件,经历各种气候。这些挡风玻璃通常包括基片如丙烯酸类或聚碳酸酯,粘结到由多层光学膜(MLOF)(3M Co; St. Paul, MN)制成的日光或红外线(IR)反射膜上。如果层间粘合被破坏或受损,这种材料会变成光学上受阻。

需要一种粘合剂组合物,能用于需要光透明性以及容易施用以便高效制造的应用。还要求粘合剂组合物即使处于极端温度和湿度条件下也能保持其完整性。

发明概述

本发明提供一种光学透明和环境条件下稳定的粘合剂组合物。在某些实施方式中，粘合剂组合物以压敏粘合剂(因此在需要时可除去)施用，随后固化，通过形成一种牢固结构的粘合结合提供更长久的粘结。作为 PSA，组合物包含具有可固化官能团的组分，这些官能团能通过紫外线辐射或其它能源活化。可以通过自由基聚合反应进行固化，形成互穿聚合物网络。较好地，在某些粘合剂组合物中还可以存在 UV 吸收剂。

本发明的实施方式在固化后和未固化状态都是透光的。因此，这种组合物对要求光透明度以及足够粘结强度的粘结应用特别有用。本发明组合物还可以用于粘结处于高温和高湿度的基片。因此，示例的组合物还可用于层合除气基片如丙烯酸类或聚碳酸酯片材，形成的层合物能显示抗气泡，分层，雾化和白化。

一方面，粘合剂组合物包含丙烯酸酯共聚物；丙烯酸化低聚物和引发自由基聚合反应的引发剂。丙烯酸化低聚物组分可包含单-丙烯酸酯低聚物，以及每个分子有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物。全部组分的共混物提供一种可固化如可由 UV 辐射固化的压敏粘合剂，至少形成半穿聚合物网络(IPN)，其交联间平均分子量(M_c)大于约 3000。固化后的粘合剂的剥离强度大于约 40N/dm，按照在本文所述的测试方法测定。

另一方面，提供一种粘合剂组合物，其包含丙烯酸酯共聚物；丙烯酸化低聚物；引发自由基聚合反应的光引发剂；UV 吸收剂。

在某些方面，所述粘合剂是透光的，因此可用于光学元件的应用。因此，在另一方面，本发明提供一种光学元件，其包含至少一个其上施涂了可固化的压敏粘合剂的光学基片，以及与该粘合剂相邻的另一基片。任一基片或两个基片可以是除气材料。

又一方面，提供使用可固化的压敏粘合剂的方法，该方法包括：提供光学基片；在所述光学基片的主表面上施涂粘合剂组合物，所述组合物包含丙烯酸酯共聚物；单-丙烯酸酯低聚物；每个分子有 2-5 个丙烯酸酯官能团的多丙烯酸低聚物；光引发剂的共混组合物，该组合物具有压敏粘合剂特性；使第二基片与光学基片相邻而粘合剂位于两基片之间；采用光化能固化粘合剂，形成互穿聚合物网络。

在下面附图和说明中给出本发明一个或多个实施方式的细节。由说明书，附图和权利要求书，将可看出本发明的其它特征，目的和优点。

实施方式的详细描述

本发明的实施方式中，提供一种组合物，其包含丙烯酸酯共聚物，单-丙烯酸酯低聚物，多-丙烯酸酯低聚物，引发剂如光引发剂。这些组分共混后形式可以压敏粘合剂膜或胶带施用的粘合剂。在用光化辐射辐照时，施用的共混物会固化变硬，形成牢固的结构粘合。这种粘合可以是光学透明的，因此能制备对光学产品（如窗玻璃，层合物，元件等）有用的粘合剂组合物。

丙烯酸酯共聚物一般是预聚合的组分，在某些实施方式中，具有 PSA 特性。可以使用各种丙烯酸酯共聚物，并这些共聚物为聚合物和粘合剂领域已知，可用制备单体和聚合物的方法制备。丙烯酸酯共聚物一般可采用聚合（甲基）丙烯酸酯单体的方法制备，如，由一种或多种（甲基）丙烯酸酯单体，任选与任何一种或多种其它有用单体制备的聚合物；在此，“（甲基）丙烯酸酯”单体用于统指丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯单体。共聚物可以和其它非（甲基）丙烯酸酯，如乙烯基不饱和单体的组合存在。合适的丙烯酸酯共聚物包括但不限于，丙烯酸异辛酯/丙烯酸甲酯/丙烯酸（IOA/MA/AA）和丙烯酸异辛酯/丙烯酸（IOA/AA）。丙烯酸酯共聚物可以包含任选的交联剂，例如，二-氮丙啶或多官能异氰酸酯。本发明有用的丙烯酸酯共聚物的具体例子包括由可自由基聚合丙烯酸酯单体或低聚物制备的共聚物，如在美国专利 5,252,694 第 5 栏 35-68 行中所述。

对丙烯酸酯共聚物有用的单体例子包括但不限于是下类物质：

A 类—烷基醇（较好是非叔醇）的丙烯酸酯，所述醇含有 1-14 个（较好 4-14 个）碳原子，包括，例如丙烯酸甲酯，丙烯酸乙酯，丙烯酸正丁酯，丙烯酸叔丁酯，丙烯酸己酯，丙烯酸异辛酯，丙烯酸 2-乙基己酯，丙烯酸异壬酯，丙烯酸异冰片酯，丙烯酸苯氧基乙酯，丙烯酸癸酯和丙烯酸十二烷酯；

B 类—烷基醇（较好是非叔醇）的甲基丙烯酸酯，所述醇含有 1-14 个（较好 4-14 个）碳原子，包括，例如甲基丙烯酸甲酯，甲基丙烯酸乙酯，甲基丙烯酸正丙酯，甲基丙烯酸正丁酯，甲基丙烯酸异丁酯和甲基丙烯酸叔丁酯；

C 类—多羟基烷基醇，如 1,2-乙二醇，1,2-丙二醇，1,3-丙二醇，各种丁二醇，各种己二醇，甘油的（甲基）丙烯酸单酯，生成的酯称为（甲基）丙烯酸羟烷基酯；

D 类—多官能（甲基）丙烯酸酯，如二丙烯酸 1,4-丁二醇酯，二丙烯酸 1,6-己二醇酯，二丙烯酸甘油酯，三丙烯酸甘油酯，和二丙烯酸新戊二醇酯，尽管对反应性挤出或熔融共混一般不优选这些单体；

E 类—大分子单体(甲基)丙烯酸酯, 如(甲基)丙烯酸酯封端的苯乙烯低聚物和(甲基)丙烯酸酯封端的聚醚, 如在 PCT 专利申请 WO 84/03837 和欧洲专利申请 EP 140941 中所述;

F 类—(甲基)甲基丙烯酸和其与碱金属的盐, 包括, 例如, 锂, 钠和钾, 以及碱土金属的盐, 包括, 例如, 镁, 钙, 锶和钡。

如在本文和权利要求书中使用的, “单-丙烯酸酯低聚物”定义为只有一个丙烯酸酯官能团的低聚物。单-丙烯酸酯在与本文所述丙烯酸酯共聚物和多-丙烯酸酯低聚物混合形成聚合物时能形成聚合物主链。如在本文和权利要求书中使用的, “多-丙烯酸酯低聚物”用来表示有至少两个丙烯酸酯官能团的低聚物。丙烯酸酯官能团可以是端基, 或可以接枝到低聚物链内的位置。在与组合物的其它组分混合时, 多-丙烯酸酯低聚物提供与单-丙烯酸酯低聚物主链形成网络所需要的交联或支链。

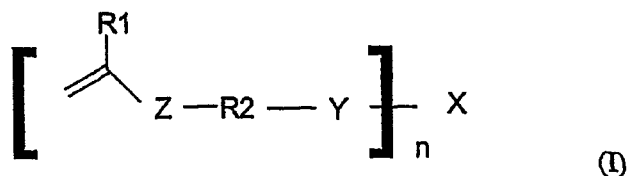
选择单-丙烯酸酯和多-丙烯酸酯低聚物并提供一定的量, 使粘合剂组合物具有要求的内聚强度和粘合强度的综合性能。在某些实施方式中, 以低聚物量来综合这样的特性与光透明性和热/定湿稳定性。低聚物以足够相对量存在, 以获得组合物并且保持这样的综合性能。多丙烯酸酯低聚物量不足例如会导致降低内聚强度。如果相对于单-丙烯酸酯浓度, 使用过量多-丙烯酸酯低聚物, 形成的组合物过度交联(如交联间的平均分子量 M_c 太小), 结果对组合物的粘合强度有不利影响。本发明粘合剂组合物例子的 M_c 值可大于约 3000。根据低聚物量的比例, 多-丙烯酸酯低聚物中的丙烯酸酯官能团数量(和该组分的分子量), 一些粘合剂组合物可形成 M_c 值大于约 5000 的半-IPN。

本发明的组合物中单-丙烯酸酯低聚物量可大于多-丙烯酸酯低聚物。这有助于提供光学透明的和稳定的固化粘合剂。在某些组合物中, 单-丙烯酸酯低聚物与多-丙烯酸酯低聚物的比例约为 1:1。预期单-与多-丙烯酸酯低聚物的比例可以是 3:1, 还可以高达约 6:1。当然, 该比例可根据丙烯酸化低聚物的分子量(和丙烯酸酯官能度大小进行调节。

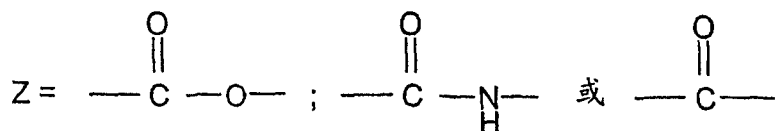
可根据要求的性能标准或制成的粘合剂组合物的特性选择丙烯酸酯-官能化低聚物。一方面, 可要求组合物具有容易施用到基片上的压敏粘合剂特性, 以及需要时可除去性。然而, 另一方面, 当施用于最终是用于户外或升温和/或高湿度环境的层合物的基片时, 特别合乎需要的粘合剂特性可以是热稳定性和定湿稳定性。因此根据通过选择低聚物形成的互穿聚合物网络, 可以改善固化后粘合剂组

合物的内聚强度和粘合强度。

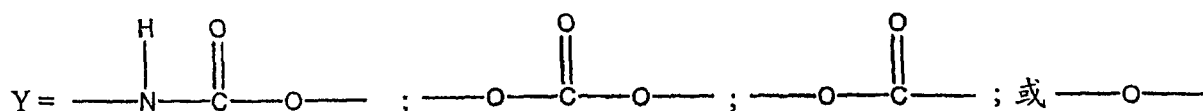
适合本发明组合物的单-和多-丙烯酸酯低聚物的玻璃化转变温度(T_g)低于约20°C。可用于这种粘合剂组合物的丙烯酸酯官能化的低聚物可由下面结构式(I)表示:



式中, R1 是 H 或 CH₃;



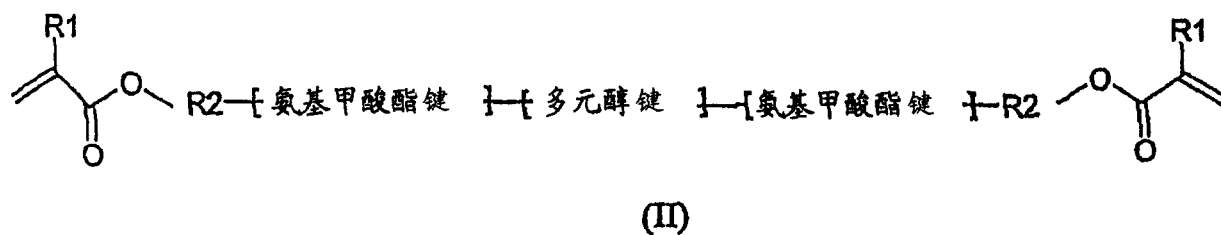
R2 是 (CH₂)_m, 其中 m 是 0-6;



X 是 n 价基团, 如多元醇键或烷基; n 大于或等于 1。

对结构式(I), 其中 n 等于 1, 提供单-丙烯酸酯低聚物。当 n 大于 1 时, 提供多-丙烯酸酯低聚物。在本发明的某些实施方式中, 使用 n 为 1-6 的低聚物。组合物的例子包括每个分子包含 2-约 5 个丙烯酸酯官能团的多-丙烯酸酯低聚物。在本发明一个方面, 粘合剂组合物具有与二丙烯酸酯低聚物(n=2)组合的单-丙烯酸酯低聚物(n=1)。

在一个示例的组合物中, 丙烯酸酯官能化的低聚物可以是氨基甲酸酯二丙烯酸酯低聚物(结构式(I)中的 Z 是 -COO, 且 n=2), 由下面结构式(II)表示:



这些低聚物可具有结构式(II)中的多元醇键(或上面结构式(I)表示的“X”), 包括, 例如, 甲烷部分, 碳酸酯部分, 酯部分或醚部分。可通过多元酸(如, 对苯二甲酸或马来酸)与多元醇(如, 乙二醇或 1,6-己二醇)反应形成聚酯多元醇。可

用于制备丙烯酸酯官能化的氨基甲酸酯低聚物的聚醚多元醇可选自，例如，聚乙二醇，聚丙二醇，聚(四氢呋喃)，聚(2-甲基-四氢呋喃)，聚(3-甲基-四氢呋喃)等。或者，丙烯酸化氨基甲酸酯低聚物(结构式(II))的多元醇键可以是聚碳酸酯多元醇。

丙烯酸酯官能化氨基甲酸酯低聚物可通过例如下面方法合成，使二异氰酸酯或其它多元异氰酸酯化合物与多元醇反应，形成异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物。然后，有羟基的丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯与该预聚物的端基异氰酸酯反应。可以使用芳族和脂族异氰酸酯与氨基甲酸酯反应，获得低聚物。可用于制备丙烯酸化低聚物的二异氰酸酯例子是 2,4-甲苯二异氰酸酯, 2,6-甲苯二异氰酸酯, 1,3-苯二亚甲基二异氰酸酯, 1,4-苯二亚甲基二异氰酸酯, 1,6-己烷二异氰酸酯, 异佛尔酮二异氰酸酯等。可用于制备丙烯酸化低聚物的羟端基的丙烯酸酯例子包括但不限于，(甲基)丙烯酸 2-羟乙基酯，(甲基)丙烯酸 2-羟丙基酯，丙烯酸 4-羟丁基酯，聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯等。氨基甲酸酯单-丙烯酸酯低聚物包含一个丙烯酸酯基团和至少一个氨基甲酸酯基团。使用市售的氨基甲酸酯-丙烯酸酯低聚物可提供单-丙烯酸酯低聚物，包括，例如，GENOMER 1122 (Rahn USA Corp. ; Aurora, IL) 和 EBECRYL CL 1039 (UCB Chemicals; Smyrna, GA)。氨基甲酸酯多-丙烯酸酯低聚物可以是，例如，有至少两个丙烯酸酯官能团的氨基甲酸酯低聚物，在一种情况下，小于约六个官能团。合适的氨基甲酸酯多-丙烯酸酯低聚物还可以购得，例如，Sartomer Co. (Exton, PA) 的 CN962, CN964, CN965, CN934 和 CN 972, Akzo Nobel Resins (Baxley, GA) 的 ACTILANE 130, 170, 270 和 290, Rahn USA Corp. (Aurora, IL) 的 GENOMER 4269, UCB Chemicals (Smyrna, GA) 的 EBECRYL 230, 270, 8803, 4827 和 6700。

或者，丙烯酸酯官能化低聚物可以是聚酯丙烯酸酯低聚物，丙烯酸化丙烯酸类低聚物，或聚醚丙烯酸酯低聚物。适合的丙烯酸酯低聚物包括，例如，市售产品，如 CN131(芳族单丙烯酸酯)和 CN132(脂族二丙烯酸酯)，都可从 Sartomer Co. (Exton, PA) 购得。有用的聚酯丙烯酸化低聚物包括 Sartomer Co. (Exton, PA) 的 CN292, CN2200 和 CN2255, UCB Chemicals (Smyrna, GA) 的 EBECRYL 81, 83, 450 和 2047。合适的聚醚丙烯酸化低聚物包括 Rahn USA Corp. (Aurora, IL) 的 GENOMER 3497, 和 Sartomer Co. (Exton, PA) 的 CN550。

本发明的粘合剂组合物可包含任何相对量的丙烯酸酯共聚物和丙烯酸化低聚物，并与自由基引发剂和其它存在的任选组分组合，结果得到未固化或固化态的

有用综合粘合剂性能(如,透明性,任选的PSA特性,剥离强度,热稳定性和定湿稳定性)。其中粘合剂可以具有的特别有用的特性是光透明性和热稳定性/定湿稳定性。对丙烯酸酯共聚物,其含量应能提供压敏粘合剂功能性质,如在此所述和本领域所理解的。

本发明的实施方式中,相对于丙烯酸酯共聚物量以及组合物总重量,单-丙烯酸酯和多-丙烯酸酯低聚物的存在量能提供需要的压敏粘合剂性质,结构粘结性能,光透明性以及这些性能随时间的稳定性的组合。在某些本发明的实施方式中,丙烯酸化低聚物在粘合剂组合物中的量,为粘合剂组合物总重量的约20-60重量%。

本发明粘合剂组合物包含至少一种自由基引发剂,以引发聚合反应,从而形成结构粘结。用于使丙烯酸酯物质反应或聚合的自由基引发剂如光引发剂为众所周知,本文描述了其用途以及在粘合剂中的含量。可用于使丙烯酸化低聚物聚合的自由基光引发剂的例子包括:苯偶姻醚,如苯偶姻甲醚或苯偶姻异丙醚,取代的苯偶姻醚,如茴香偶姻甲醚,取代的苯乙酮,如2,2-二乙氧基苯乙酮和2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮,取代的 α -酮醇,如2-甲基-2-羟基苯基乙基酮,芳族磺酰氯,如2-萘-磺酰氯,和光活性肟,如1-苯基-1,2-丙二酮-2(0-乙氧基羰基)肟。适用于本发明组合物的自由基光引发剂包括,但不限于市售化合物如Irgacure 651和819(CIBA Specialty Chemicals Corp.; Tarrytown, NJ)。

自由基引发剂量能充分引起粘合剂组合物的聚合反应,并形成半互穿聚合物网络。一方面,以粘合剂组合物总重量为100重量份,自由基引发剂量可以在约0.01-15重量份范围,优选在约0.1-5重量份范围。

本发明粘合剂组合物可以包含任选组分,包括,例如光敏剂,接枝剂,交联剂,增粘剂,增强剂和其它改性剂(如增塑剂)。可使用光敏剂来改变光引发剂的波长敏感性。可使用接枝剂以使丙烯酸酯共聚物和丙烯酸化低聚物相互作用。例如,接枝剂如4-丙烯酰氧基二苯酮(ABP)能在丙烯酸酯共聚物上产生自由基,该自由基然后可与(甲基)丙烯酸酯基反应。

粘合剂中可包含有用量的交联剂,例如通过交联丙烯酸酯共聚物,能提高粘合剂的性质。这一量一般为本领域已知并能为技术人员理解。交联剂示例量约在0-10重量%范围,较好在约0.1-5重量%范围。也可以采用超出该范围的量,对任一粘合剂组合物的交联剂具体量取决于诸多因素,包括交联剂化学性质,丙烯酸酯共聚物和丙烯酸化低聚物的化学性质,以及固化后或未固化的粘合剂的需要的

性能。有用的一类交联剂例子是二-氮丙啶和多-官能异氰酸酯。

任选和较好地，本发明实施方式可包括位阻胺的光稳定剂(HALS)。加入这样的稳定剂的好处是不会降低粘合剂为压敏和可固化的能力，也不会对光透明度有不利影响。合适的位阻胺稳定剂化合物已在美国专利 5,668,198；5,668,199；5,679,794；6,166,212 和 6,465,645 中有描述。一种市售化合物为 TINUVIN 123 (CIBA Specialty Chemicals Corp; Tarrytown, NJ)。

本发明粘合剂组合物可以任选地包含 UV 吸收剂组分。这样的一种组分有助于粘合剂，使由这种粘合剂制成的任何产品具有耐 UV 性，特别在 UV-A 范围，小于约 410nm 的辐射。合适的 UV 吸收剂包括但不限于，苯并三唑，如 TINUVIN 928 (CIBA Specialty Chemicals Corp; Tarrytown, NJ)，三嗪，如 TINUVIN 1577 (CIBA Specialty Chemicals Corp; Tarrytown, NJ)，二苯酮，如 UVINUL 3039 (BASF; Ludwigshafen, Germany)，苯并噁嗪酮，如 UV-3638 (Cytec; Charlotte, NC)，和/或 N,N'-二苯基乙二酰胺。本发明的实施方式显示在施用期间，但在最后固化为 IPN 之前为压敏粘合剂组合物的特性。压敏粘合剂 (PSA) 组合物为本领域技术人员皆知，具有以下性质，包括：(a) 干粘性和永久的粘性；(b) 用不大于指压的压力进行粘合；(c) 能充分固定在被粘物上的能力；(d) 足够的内聚强度。一些 PSA 还可以从其原来的目标基片上完全除去。已发现具有和 PSA 同样优良功能的材料包括特别设计和配制的聚合物，具有必要的粘弹性，导致粘性，剥离粘合和剪切保持力(holding power)的所需综合性能。根据本发明的实施方式，共混丙烯酸酯共聚物，单丙烯酸酯低聚物，和多-丙烯酸酯低聚物能使粘合剂组合物具有压敏特性。

在用任何光化或其它辐射固化本发明组合物时，可形成半互穿聚合物网络 (IPN)；半-IPN 是只有 1 个交联网络的网络，而全 IPN 可以具有至少两个交联网络。本发明各方面中，半-IPN 包含交联的低聚物的网络。任选地，但仅在不损害性能特性的范围内，而且可以存在交联的丙烯酸酯共聚物的第二网络。因此，该第二网络可以将固化的粘合剂称为全-IPN。

本发明的某些粘合剂组合物在其未固化和/或固化态可以是透光的，(如，光学透明的)。光透明性使这种粘合剂可用于制备光学元件，如窗玻璃(如窗，挡风玻璃)，计算机监视显示器, CRT, 减反射膜，偏振器等。本发明的实施方式中，粘合剂组合物在常规使用条件下的有效期间以及长期处于常规和极端条件下可保持其透光性(如透明性)。通过改进对粘合剂中包含的组分或成分的选择，包括，例

如，对多-丙烯酸酯低聚物(和其构成单体)，单-丙烯酸酯低聚物，丙烯酸酯共聚物和自由基引发剂选择，本发明的粘合剂组合物可以获得要求特性，如透明性，稳定性，粘结强度和完整性的综合性能。可理解，综合这些性能特性的另外但是任选的组分，包括，例如，交联剂，接枝剂，光敏剂等，其量应能综合和提高粘合剂的性能。

这种粘合剂组合物具有要求的光透明度水平。可采用各种方法测定光透明度。包括 ASTM D 1003-95 中所述的测试。本发明示例的粘合剂组合物采用这种测试在未固化下测试时，光透射率大于约 90%，雾度小于约 2%，并且不透明度小于约 1%。固化时，在类似的条件下测试，某些固化后粘合剂显示类似的光透明度。

本发明示例的粘合剂用于制造光学层合物时，产品在干燥条件下测试时在 90℃ 稳定，在 60℃ 和 90% 相对湿度(RH)下稳定至少 1 周。某些制剂可以在 80℃ 和 90% RH 下稳定至少 1 周。本文中“稳定”是表示由固化粘合剂的牢固结构粘结形成的的粘结未受损害。

本发明的固化粘合剂组合物具有和基片的“永久性”粘结。本发明的实施方式中，采用下面所述的测试方法进行测定时，固化的粘合剂的剥离强度大于约 40 N/dm。通过改变各组分和其相应各浓度可以获得更高的强度，例如，剥离强度大于约 50 N/dm 或大于约 60 N/dm。

本发明粘合剂可用于例如粘结各种基片材料，包括但不限于，聚合物材料(如聚酯)，基本为刚性的材料(如，某些聚碳酸酯和丙烯酸类)，聚甲基丙烯酸甲酯，柔性薄膜(如 IR 反射膜，MLOF)，增强亮度薄膜，玻璃，偏振膜。许多这些薄膜，特别是具有光透明性或透光性的那些常用于制造光学产品如窗玻璃，光敏元件，镜子，偏振器，安全膜等。(下面，用于制造光学产品的材料称作“光学基片”)。有利的是，由于本发明实施方式能显示良好的光透明度，这种粘合剂组合物对粘结各种光学部件，光学元件和光学产品特别有用。

光学元件包括具有光学效果或应用的制品和产品，如计算机或其它显示器用的显示屏；这样的显示屏的部件如偏振层，反射层，和减反射层，选择性反射层如反射红外线的光学透明层；窗户用的涂层或薄膜，它们可以是偏振的或反射的；其它部分反射或全反射的光透射产品等。光学元件经常包括一层或多层不同的光学基片层，它们通常是层或薄膜，至少是部分光透射的，反射，偏振或光学透明的。粘合剂用于将这些层粘合在一起。光学基片可以包含各种不同材料，包括，例如，聚合物，玻璃，金属或金属化聚合物，或它们的组合。聚合物的代表性例

子包括聚碳酸酯，聚酯，聚氨酯，聚丙烯酸酯，聚乙烯醇，聚乙烯，聚氯乙烯，三乙酸纤维素以及它们的组合。这些材料的任何一种或多种还可以提供要求的物理性质，包括柔性，刚性，强度，或支撑，反射性，减反射性，偏振性，透射性(如对不同波长的选择性)等。

然而，某些光学基片的特性是本领域称作“除气”或“除气剥离”一种现象。例如，刚性层如聚碳酸酯，聚丙烯酸酯，聚酯等会除气，特别是在它们以相对厚的部件提供时(如，在毫米或厘米级范围，与小尺寸相反)。除气材料的例子包括聚碳酸酯和聚丙烯酸酯，如聚甲基丙烯酸甲酯，厚度约为1-3毫米。除气材料对粘合剂的稳定性，透明性，粘结强度或其它性能有不利影响。粘结包含至少一个除气基片的各层来制造例如光学层合物，面临寻找相容而又稳定和高强度的粘合剂的困难。将不相容的粘合剂施涂到除气材料上会导致缺陷，如气泡或除气材料与另一层之间的粘合剂粘结处的部分或全部分层。尤其在(与除气材料)相对的层或相邻的层显示低的透气性，这样抑制或禁止任何释放的气体通过时会发生这种情况。透气性低的材料可以作为气体的阻挡层，导致气体在粘合剂界面积聚并引起起泡，分层，降低粘结强度或透明度。有利的是，本发明粘合剂组合物可用于这些和其它的应用。本发明的实施方式提供提高了的粘结强度和稳定性，因此，即使用这种粘合剂将除气层粘合到透湿气性低的层时，也能减少或消除起泡或分层。

会使粘合剂粘结受到影响的透湿气性阈值取决于各种因素，如除气材料的组成，产生的气体量，使用条件，组合物和总体强度，完整性，粘合剂稳定性。一个方面，湿气渗透率(按照 ASTM E96-80 测定)约 30 克/(米²×24 小时)或更小的薄膜可认为是低透湿气性材料。然而，确定这样一种材料是否会引起不稳定的粘合剂粘结，起泡，分层或降低透明度，取决于如粘合剂组合物和与之粘合的相邻基片的因素。低湿气渗透率薄膜例子包括金属化薄膜，在光学元件中利用其减反射或导电性(例如对 EMI 屏蔽)。金属化薄膜包括薄膜，如聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)或包含部分或全部涂敷金属或含金属材料的表面的其它聚合物材料。这样的一种聚对苯二甲酸乙二醇酯薄膜是 ICI 617，127 微米厚的薄膜，来自 Imperial Chemical Industries Films(Hopewell, VA)。金属化薄膜的其它例子包括多层 AR (减反射)薄膜，如在美国专利 6,277,485, 13 和 14 栏所述；和微层薄膜，如在美国专利 6,049,419 中所述的那些。

偏振器通常已知是热敏和湿敏材料，也可以用本发明的粘合剂组合物进行粘

合。这些材料如工业上常称之为“KE 偏振器”常以极薄的薄膜提供。由于很薄，这些薄膜在处于一定的最低温度和湿度下会收缩。通过施涂并固化本发明的粘合剂组合物，从而制成的 IPN 能提供该薄膜一定强度。

本发明还涉及使用可固化的 PSA 粘合剂的方法。可固化粘合剂组合物可采用任何常规涂布方法施涂，包括但不限于，凹槽辊涂布，幕涂，窄缝涂布，旋转涂布，丝网涂布，移转涂布，刷涂或辊涂等。涂布的粘合剂层厚度(有时以液体形式提供)，在固化前可以是能产生要求的性质的任何厚度，这点为本领域很好理解。未固化的可固化粘合剂层的厚度例如可以在约 0.05-125 微米范围。

硬化或固化粘合剂的固化时间可依据各种因素变化，如粘合剂组合物中的组分，使用的基片，以及施涂层的厚度。采用 UV 辐射源能明显缩短固化本发明粘合剂所需的固化时间，与例如热固化方法相比。因此，实施本发明方法能提供快速的制造过程，并能降低操作费用。

在一个方面，粘合剂组合物可以施涂到基片的一个表面上，使可固化粘合剂与另一种材料接触，然后固化该粘合剂组合物。可以采用层合，使两种材料接触，在这两种材料之间有这种粘合剂。任选地，使用方法还包括将粘合剂施涂到一剥离衬料上；干燥粘合剂中的溶剂；层合；聚合或固化丙烯酸酯低聚物和任选的丙烯酸酯共聚物；以及其它已知在制备多层制品中采用的步骤，技术或方法。

在某些光学应用中，光学薄膜层合到其它光学基片上，随后，切下光学薄膜的需要部分并干净地取下，制成特定的图案。本发明的粘合剂能用于这些类型的应用，因为粘合剂以及不需要的薄膜部分(如没用部分)能在第一个步骤被干净地除去，然后进行能束(如 UV 辐射)固化。光学薄膜的图案和设样设定后，随后施加能量来固化和硬化粘合剂，提供牢固和稳定的粘合。

粘合剂组合物可采用用于组合，掺混，并任选反应(甲基)丙烯酸酯，丙烯酸酯共聚物，丙烯酸化低聚物，引发剂和任何添加剂的许多常规方法中的任一方法进行制备。参见例如，美国专利 5,252,694，5,897,727 和 6,180,200。通常，丙烯酸酯共聚物材料如上面所述的那些可以直接与所述的丙烯酸化低聚物和其它可固化粘合剂组合物的组分，包括交联剂，引发剂等组合，其量如本文所述并是有效的。尽管无溶剂实施方式设想在本发明的范围之内，但预期可以使用溶剂来制备粘合剂组合物的实施方式。代表性的溶剂可以是有机溶剂，包括丙酮，甲基-乙基-酮，乙酸乙酯，庚烷，甲苯，环戊酮，甲基溶纤剂乙酸酯，二氯甲烷，硝基甲烷，甲酸甲酯， γ -丁内酯，碳酸丙二酯和 1,2-二甲氧基乙烷(甘醇二甲醚)。

如果使用光引发剂,可以使用提供在 200-800nm 范围能量(如,光)的辐射源来固化粘合剂组合物。在一个方面,有用的光范围是约 250-700nm。引发光固化的合适辐射源包括汞蒸汽放电灯,碳弧,石英卤素灯,钨灯,氙灯,荧光灯,激光器,阳光等。进行聚合的辐射量取决于如具体可自由基聚合的低聚物的特性和浓度,被辐照材料的厚度,基片类型,辐射源强度以及与辐射源相关的热量等因素。或者,可以使用其它能源如 e-束和 γ 射线来固化粘合剂,可以加入或不加入引发剂。

实施例

这些实施例仅用于说明目的,不构成对本发明范围的限制。实施例中所有的份,百分数,比例等都是以重量计,除非另有说明。

缩写表

AA	丙烯酸
BA	丙烯酸正丁酯
CGL 139	苯并三唑UV吸收剂((CIBA Specialty Chemicals Corp;Tarrytown, NJ)
CN131	单-丙烯酸酯低聚物,从 Sartomer 获得, Tg 为 4°C
CN135	单-丙烯酸酯低聚物,从 Sartomer 获得, Tg 为 20°C
CN137	单-丙烯酸酯低聚物,从 Sartomer 获得, Tg 为 40°C
CN964	氨基甲酸酯二丙烯酸酯低聚物,从 Sartomer 获得,以 33%的乙酸乙酯溶液使用
EBECRYL CL 1039	氨基甲酸酯单-丙烯酸酯低聚物,(UCB Chemicals; Smyrna, GA)
EtOAc	乙酸乙酯
玻璃显微镜载片	75 毫米×50 毫米×1 毫米, Corning No.2947 Microslides (Corning Glass Works; Corning, NY)
IOA	丙烯酸异辛酯
IR 薄膜	多层 IR 反射膜包含交替的 PET (A-层)和共-PMMA (B-层)。这些层以下列 6 层的光学重复单元排列: 7A, 1B, 1A, 7B, 1A, 1B, 有 96 个这样的光学重复单元,总共 576 层。该薄膜反射在约 900-1300nm 的红外波长区域的光,而透射在 380-770nm 的可见光区域的光。
IRGACURE 819	光固化剂,(CIBA)
MA	丙烯酸甲酯
MELAK	三聚氰胺交联的聚丙烯酸酯底涂层
PF 薄膜	多层光敏元件薄膜, 96.5 微米厚 (3M Co.; St. Paul, MN)
PC 片材	聚碳酸酯片, 3mm 厚 ((Bayer-Sheffield Plastics Inc.;

	Sheffield, MA)
PET	聚对苯二甲酸乙二醇酯
PET 薄膜	ICI 617 127 微米厚 PET 薄膜 (Imperial Chemical Industries Films; Hopewell, VA)
PMMA	聚甲基丙烯酸甲酯片, 3mm 厚
PSA-1	溶剂基 PSA, 按照常规自由基热聚合反应方法, 使用比例为 57.5/35/7.5 的 IOA/MA/AA 单体, 以在乙酸乙酯/甲苯中的 26% 固体的溶液使用
PSA-2	溶剂基 PSA, 按照常规自由基热聚合反应方法, 使用比例为 81/19 的 IOA/AA 单体, 以在乙酸乙酯/甲苯中的 19% 固体的溶液使用
RH	相对湿度
T-10 剥离衬料	在 51 微米的 PET 薄膜上的 CP 薄膜 T-10 有机硅剥离涂层 (CP Film; Martinsville, VA)
T-30 剥离衬料	在 51 微米的 PET 薄膜上的 CP 薄膜 T-30 有机硅剥离涂层 (CP Film; Martinsville, VA)
TINUVIN 123	位阻胺光稳定剂 (CIBA Specialty Chemicals Corp.; Tarrytown, NJ)
Xlinker	二-氮丙啶交联剂的 5 重量%溶液, 如美国专利 5,874,143 第 4 栏, 49 行中所述

测试方法

加速老化试验

在以下三种不同条件下进行加速老化试验: 90°C; 60°C/90%RH 和 80°C/90% RH。通过肉眼观察决定老化试验结果, 如果样品在老化试验中保持其光透明度并没有形成任何缺陷, 则列为“合格”, 如果在粘合剂粘结线上有气泡或出现分层, 则列为“不合格”。

光学性能测定

光透射比和雾度

使用 BYK-Gardner Inc.; Silver Springs, MD. 的 TCS Plus 分光光度计测定所有样品的光透射比和雾度。雾度和不透明度值以标准照明 C 和 CIE2 标准观察者 (C2°) 以及标准照明 A 和 CIE2 标准观察者 (A2°) 给出。在本文中描述了制备样品的细节。

不透明度测定

使用和用于雾度和光透射比测定相同的样品进行不透明度测定。使用 BYK Gardner TCS Plus 分光光度计测定不透明度，装有标准尺寸的反射端口(25mm)，测定漫反射(不包括镜面反射)。

180°剥离粘合性

这种剥离粘合性试验类似于 ASTM D 3330-90 中所述的测试方法。将 2.54cm ×15cm 尺寸的粘合剂层合物粘合到 IMASS 滑动/剥离测试仪(型号 3M90 或 SP-2000，从 Instrumentors Inc.，Strongsville，OH 购得)。粘结后的组件在室温保持约 1 分钟后，在 5 秒数据收集时间内以 0.30 米/分钟(12 英寸/分钟)速率测试 180°剥离粘合性。测试两个样品；报道的剥离粘合性值是两个样品的剥离粘合性值的平均值。

90°剥离粘合性

使用 INSTRON 拉伸试验机(从 Instron Corp.；Canton，MA 购得)，以 90°剥离角和 0.30 米/分钟(12 英寸/分钟)剥离速率测定剥离力。

实施例 1-4

粘合剂制备

在一个棕色玻璃反应器中放入表 1 所示量的 IRGACURE 819 和 EtOAc。溶解后，加入表 1 所示的其余组分，很好混合形成的混合物，得到粘合剂混合物，其丙烯酸化低聚物含量为 30 重量%。

表 1

实施例	CN964 (克)	EtOAc (克)	IRGACURE 819(克)	PSA-1 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)	Xlinker (毫克, 重量%)	
1	17.5	5	172	20	1.733	104	0.1%
2	17.5	5	172	20	1.733	208	0.2%
3	17.5	5	172	20	1.733	312	0.3%
4	17.5	5	172	20	1.733	416	0.4%

层合物制备

将上述粘合剂溶液涂敷在 IR 薄膜的 MELAK 底涂过面上, 在 70℃干燥 10 分钟, 得到 37.5 μ m 厚的干 PSA 带。将这种 PSA 带样品层合到聚碳酸酯片和 PMMA 片上。24 小时以后, 用 Fusion UV Curing System, 在下面条件下, 以约 2 J/cm² 总 UVA(320-390nm) 剂量通过 IR 薄膜, 辐照这些层合物: Fusion “D” 灯泡, 300 W/英寸, 25 英尺/分钟, 2 次通过。辐照后, 这些样品在环境温度下储存至少 24 小时, 然后进行老化试验。

老化试验

采用上面所述的测试方法, 在 90℃和 60℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片的层合物。在各种测试条件下进行 1 周老化试验, 实施例 1-4 的所有样品得到“合格”评分。

剥离粘合性

采用上面所述测试方法, 对上面制备的层合物进行 180°剥离粘合性测试。结果列于表 2。

表 2

实施例 粘合剂	IR 薄膜/粘合剂/PMMA 固化的 层合物的平均 180°剥离 (N/dm)	IR 薄膜/粘合剂/PC 固化的层 合物的平均 180°剥离 (N/dm)
1	80.8	129.8
2	76.7	87.6
3	79.6	81.8
4	120.6	109.6

实施例 5

将实施例 1 制备的粘合剂溶液涂布在 IR 薄膜已底涂 MELAK 的面上, 在 70℃干燥 10 分钟, 得到 37.5 μ m 厚的干 PSA 带。

然后, 将此带 UV 固化(Fusion “D” 灯泡, 300 W/英寸, 25 英尺/分钟, 2 次通过), 采用下面方法加热层合到 PMMA 片上: 将 PSA 带和 PMMA 片都放在 85℃烘箱中 2 分钟, 然后用橡胶辊将 PSA 带手工层合到 PMMA 片上。保持 24 小时后, 这些层合物通过在 90℃和 60℃/90%RH 条件下的 1 周老化试验。

实施例 6-9

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 3 所示的组分并很好混合。

表 3

实施例	丙烯酸酯 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (克)	CGL 139 (毫克)	PSA-2 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)
6	35	2.12	172	160	27.37	2.1
7	40	2.62	172	173	27.37	2.6
8	45	3.22	172	189	27.37	3.2
9	50	3.94	172	208	27.37	3.9

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃和 60℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片的层合物。在各种测试条件下进行 42 天老化试验，实施例 6-9 的所有样品得到“合格”评分。

实施例 10-15

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 4 所示的组分并很好混合。

表 4

实施例	CN964 (克)	IRGACURE 819 (克)	CGL 139 (毫克) (重量%)		PSA-2 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)	TINUVIN (毫克)
10	2.63	172	173	2%	27.37	2.6	0
11	2.63	172	346	4%	27.37	2.6	0
12	2.63	172	519	6%	27.37	2.6	0
13	2.63	172	173	2%	27.37	2.6	430
14	2.63	172	346	4%	27.37	2.6	430
15	2.63	172	519	6%	27.37	2.6	430

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃和 60℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片的层合物。在各种测试条件下进行 30 天老化试验，实施例 10-15 的所有样品得到“合格”评分。

实施例 16-21 和比较例 C1-C3

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 5 所示的组分并很好混合。

表 5

实施例	丙烯酸化 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (毫克)	PSA-2 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)
C1	0	0	0	27.37	0
C2	10	0.44	172	27.37	0.43
C3	15	0.70	172	27.37	0.69
16	20	0.98	172	27.37	0.98
17	25	1.31	172	27.37	1.3
18	35	2.12	172	27.37	2.1
19	40	2.63	172	27.37	2.6
20	45	3.22	172	27.37	3.2
21	50	3.94	172	27.37	3.9

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃和 60℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片的层合物。结果列于表 6-8

表 6

IR 薄膜/粘合剂/PMMA 层合物 中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 54 天)
C2	不合格
C3	不合格
16	合格
17	合格

表 7

IR 薄膜/粘合剂/PMMA 层合物 中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 34 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 34 天)
C1	不合格	不合格
18	合格	合格
19	合格	合格
20	合格	合格
21	合格	合格

表 8

IR 薄膜/粘合剂/PC 层合物 中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 34 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 34 天)
C1	不合格	不合格
18	合格	合格
19	合格	合格
20	合格	合格
21	合格	合格

实施例 22

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 9 所示的组分并很好混合。

表 9

实施例	丙烯酸化 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (毫克)	PSA-2 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)
22	30	1.75	172	27.37	1.73

光学测定

按照实施例 1-4 所述制备上述粘合剂的层合物，但是使用 Glass Microscope Slide 代替 PMMA 或 PC。采用上面所述测试方法测定光学性能。结果列于表 10。还包括对 Glass Microscope Slides，有 MELAK 底涂层的 IR 薄膜的参考资料。

表 10

样品	T%	雾度% C2°/A2°	不透明度% C2°/A2°
Glass Microscope Slide	92.3	0.5/0.5	0.3/0.3
IR 薄膜/MELAK 底涂层	89.5	0.7/0.7	0.7/0.7
IR 薄膜/实施例 22 粘合剂/玻璃; UV 处理前	86.1	1.1/1.1	0.5/0.5
IR 薄膜/实施例 22 粘合剂/玻璃; UV 处理后	88.68	1.0/1.0	0.5/0.5
*IR 薄膜/实施例 22 粘合剂/玻璃; UV 处理前	93.2	N/A	N/A
*IR 薄膜/实施例 22 粘合剂/玻璃; UV 处理后	96.0	N/A	N/A

*使用玻璃校正，即玻璃 T% = 100%，测定样品。

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备 PF/粘合剂/PF 层合物，但是使用 PF 基片代替 IR 薄膜和 PC 或 PMMA。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃，60℃/90%RH 和 80℃/90%RH 条件下测试上面制备的 PF/粘合剂/PF 片。在各种测试条件下进行 30 天老化试验，实施例 22 的粘合剂得到“合格”评分。

剥离粘合性

90°剥离粘合性样品通过下面方法制备：将粘合剂涂布在 T-30 剥离衬料上，在 70℃干燥 10 分钟，再与另一个 T-10 剥离衬料层合，制得 114 微米厚的 PSA 的转移 PSA。将此转移 PSA 层合到阳极化铝箔背衬薄膜上，再层合到一玻璃基片上。

采用上面所述的测试方法进行 90° 剥离试验。该层合物在光活化之前的保持时间为零，测定剥离强度为 70.0 N/dm。使该层合物在光活化之前保持过夜，测定的剥离强度为 105.0 N/dm。

实施例 23-26 和比较例 C4

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 11 所示的组分并很好混合。

表 11

实施例	丙烯酸化 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (毫克)	PSA-2 (克)	EBECRYL CL 1039 (克)
C4	10	0.44	0	27.37	0.43
23	20	0.98	172	27.37	0.98
24	30	1.75	172	27.37	1.7
25	40	2.62	172	27.37	2.6
26	50	3.94	172	27.37	3.9

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃，60℃/90%RH 和 80℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片。结果列于表 12-13。

表 12

IR 薄膜/粘合剂/PMMA 层 合物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 30 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 30 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C4	不合格	不合格	不合格
23	合格	合格	合格
24	合格	合格	合格
25	合格	合格	合格
26	合格	合格	合格

表 13

IR 薄膜/粘合剂/PC 层合 物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 30 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 30 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C4	不合格	不合格	不合格
23	合格	合格	合格
24	合格	合格	合格
25	合格	合格	合格
26	合格	合格	合格

光学测定

采用上面所述测试方法测定上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物光学性能。结果列于表 14。

表 14

实施例	丙烯酸化低聚物 重量%	T%*	雾度% C2°/A2°	不透明度% C2°/A2°
C4	10	97.04	1.4/1.4	1.0/1.0
23	20	97.19	1.4/1.4	1.0/1.0
24	30	95.58	1.6/1.5	1.0/1.0
25	40	91.52	3.7/3.3	1.8/1.7
26	50	87.14	15.5/14.2	3.8/3.6

*使用 PC 校正，即 PC 的 T%=100%，测定样品。

比较例 C5-C9

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 15 所示的组分并很好混合。

表 15

实施例	丙烯酸化 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (毫克)	PSA-2 (克)	CN 135 (克)
C5	10	0.44	172	27.37	0.43
C6	20	0.98	172	27.37	0.98
C7	30	1.75	172	27.37	1.7
C8	40	2.62	172	27.37	2.6
C9	50	3.94	172	27.37	3.9

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃，60℃/90%RH 和 80℃/90%RH 条件下测试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片层合物和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片的层合物。结果列于表 16-17。

表 16

IR 薄膜/粘合剂/PMMA 层 合物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 7 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 7 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C5	不合格	不合格	不合格
C6	不合格	不合格	不合格
C7	合格	合格	不合格
C8	合格	合格	不合格
C9	不合格	合格	不合格

表 17

IR 薄膜/粘合剂/PC 层合 物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 7 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 7 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C5	不合格	不合格	不合格
C6	不合格	不合格	不合格
C7	不合格	不合格	不合格
C8	不合格	不合格	不合格
C9	不合格	不合格	不合格

光学测定

采用上面所述测试方法测定上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片层合物光学性能。结果列于表 18。

表 18

实施例	丙烯酸化低聚物 重量%	T%*	雾度% C2°/A2°	不透明度% C2°/A2°
C5	10	91.9	5.4/5.2	1.8/1.7
C6	20	88.5	16.2/15.2	2.7/2.6
C7	30	88.9	38.0/36.1	4.1/3.9
C8	40	87.4	45.8/43.3	4.5/4.4
C9	50	78.7	47.8/46.5	5.2/5.0

*使用 PMMA 校正，即 PMMA 的 T%=100%，测定样品。

比较例 C10-C14

粘合剂制备

在一棕色反应器中放入表 19 所示的组分并很好混合。

表 19

实施例	丙烯酸化 低聚物 重量%	CN964 (克)	IRGACURE 819 (毫克)	PSA-2 (克)	CN 137 (克)
C10	10	0.44	172	27.37	0.43
C11	20	0.98	172	27.37	0.98
C12	30	1.75	172	27.37	1.7
C13	40	2.62	172	27.37	2.6
C14	50	3.94	172	27.37	3.9

层合物制备

按照实施例 1-4 所述制备层合物。

老化试验

采用上面所述的测试方法，在 90℃，60℃/90%RH 和 80℃/90%RH 条件下测

试上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PC 片和 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片。结果列于表 20-21。

表 20

IR 薄膜/粘合剂/PMMA 层合物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 7 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 7 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C10	不合格	不合格	不合格
C11	合格	不合格	不合格
C12	合格	不合格	不合格
C13	不合格	不合格	不合格
C14	不合格	不合格	不合格

表 21

IR 薄膜/粘合剂/PC 层合物中的实施例粘合剂	老化试验条件 (90℃, 7 天)	老化试验条件 (60℃/90%RH, 7 天)	老化试验条件 (80℃/90%RH, 7 天)
C10	不合格	不合格	不合格
C11	不合格	不合格	不合格
C12	不合格	不合格	不合格
C13	不合格	不合格	不合格
C14	不合格	不合格	不合格

光学测定

采用上面所述测试方法测定上面制备的 IR 薄膜/粘合剂/PMMA 片层合物光学性能。结果列于表 22。

表 22

实施例	丙烯酸化低聚物 重量%	T%*	雾度% C2°/A2°	不透明度% C2°/A2°
C10	10	91.6	10.4/9.7	2.3/2.3
C11	20	90.9	19.1/18.1	2.5/2.4
C12	30	91.5	29.6/28.1	3.0/3.0
C13	40	90.8	41.4/39.4	3.7/3.6
C14	50	88.4	44.3/42.6	4.3/4.3

*使用 PMMA 校正, 即 PMMA 的 T%=100%, 测定样品。

已经描述了本发明的许多实施方式。但是, 应理解, 在不偏离本发明精神和范围下可以进行各种修改。因此, 其它实施方式在权利要求书的范围之内。