



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105531339 B

(45)授权公告日 2017. 11. 21

(21)申请号 201480047191.5

(22)申请日 2014.08.25

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105531339 A

(43)申请公布日 2016.04.27

(30)优先权数据
61/870,826 2013.08.28 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.02.25

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2014/052502 2014.08.25

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/031246 EN 2015.03.05

(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 李海承 A·K·戴瑞
G·A·卡尔德维尔

(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所
11256
代理人 陈长会

(51)Int.Cl.
C09J 123/26(2006.01)
C09J 11/08(2006.01)
C09J 7/02(2006.01)

(56)对比文件
CN 103237820 A, 2013.08.07, 说明书第
0024-0027、0030-0032、0039、0043-0047、0049、
0071-0076段。
JP 特开平10-176156 A, 1998.06.30, 摘要。
US 6426392 B1, 2002.07.30, 摘要。

审查员 胡清慧

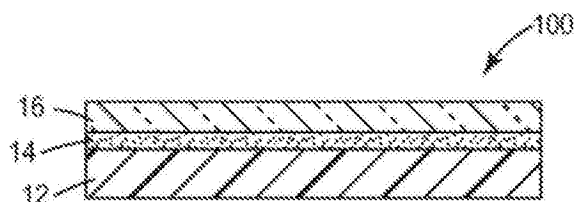
权利要求书2页 说明书19页 附图1页

(54)发明名称

可固化的异丁烯粘合剂共聚物

(57)摘要

本公开提供了由烷氧基硅烷改性的交联异丁烯共聚物制备的压敏粘合剂和粘合密封剂,以及由其制备的胶带制品。所述粘合剂尤其可用于粘结光学显示器。



1. 一种光学透明的层合体,其包括:

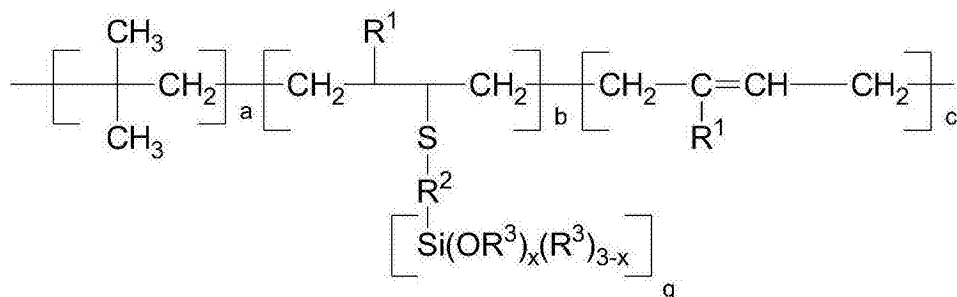
具有至少一个主表面的第一基底;

具有至少一个主表面的第二基底;和

可固化异丁烯共聚物组合物,所述组合物设置在所述第一基底的至少一个主表面与所述第二基底的至少一个主表面之间并与所述第一基底的至少一个主表面和所述第二基底的至少一个主表面接触,

其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含:

a) 下式的取代的异丁烯共聚物:



其中a为至少20,b为至少1,并且c可为0;

R¹为H或CH₃;

R²为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基,每个R³为烷基基团或芳基基团,x为1至3,并且q为1或2,和

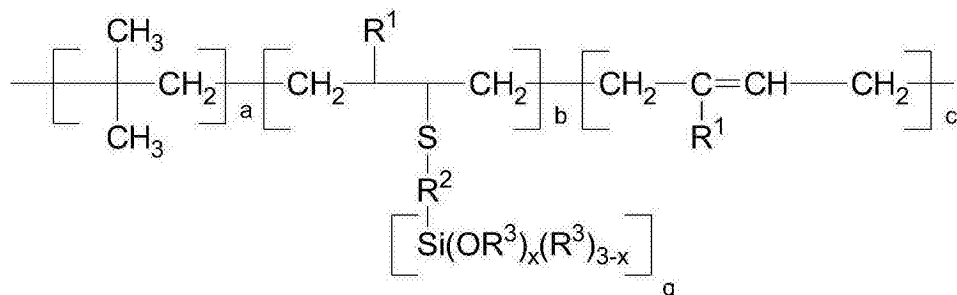
b) 增粘剂。

2. 一种制品,其包括:

具有导电迹线的光学透明的第一基底;

设置在所述第一基底上并与所述迹线接触的可固化异丁烯共聚物组合物,其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含:

a) 下式的取代的异丁烯共聚物:



其中a为至少20,b为至少1,并且c可为0;

R¹为H或CH₃;

R²为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基,每个R³为烷基基团或芳基基团,x为1至3,并且q为1或2,和

b) 增粘剂。

3. 根据权利要求2所述的制品,其还包括设置在所述可固化异丁烯共聚物组合物上的光学透明的第二基底。

4. 根据权利要求3所述的制品,其中所述第一基底和所述第二基底选自塑料、聚合物膜

和玻璃。

5. 根据权利要求3所述的制品, 其被整合进电子装置中, 所述电子装置选自LCD屏、移动电话、手持装置和膝上型计算机。

6. 根据权利要求3所述的制品, 其中所述导电迹线选自氧化铟锡、金、银、铜或铝。

7. 根据权利要求2所述的制品, 其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含大于0重量%但小于20重量%的具有侧链烷氧基硅烷基团的聚合单体单元。

8. 根据权利要求2所述的制品, 其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含相对于所述组合物的总重量计1至50重量%的增粘剂。

9. 根据权利要求2所述的制品, 其中所述可固化异丁烯共聚物组合物还包含非官能化聚(异丁烯)聚合物。

10. 根据权利要求9所述的制品, 其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含

a) 大于30重量%的具有侧链烷氧基硅烷基团的异丁烯共聚物;

b) 1至50重量%的增粘剂; 和

c) 10至50重量%的非官能异丁烯(共)聚合物。

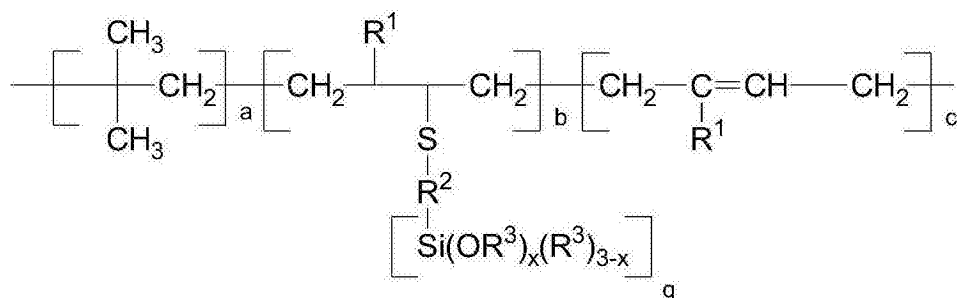
11. 一种制备根据权利要求2所述制品的方法, 所述方法包括以下步骤:

提供具有导电迹线的光学透明的第一基底;

提供可固化异丁烯共聚物组合物; 以及

将所述可固化异丁烯共聚物组合物与所述第一基底层合, 使得所述可固化异丁烯共聚物组合物与所述导电迹线接触, 其中所述可固化异丁烯共聚物组合物包含:

a) 下式的取代的异丁烯共聚物:



其中a为至少20, b为至少1, 并且c可为0;

R¹为H或CH₃;

R²为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基, 每个R³为烷基基团或芳基基团, x为1至3, 并且q为1或2, 和

b) 增粘剂。

12. 根据权利要求11所述的方法, 其中所述导电迹线选自氧化铟锡、金、银、铜或铝。

可固化的异丁烯粘合剂共聚物

技术领域

[0001] 本发明涉及由异丁烯共聚物制备的压敏粘合剂和粘合密封剂,以及由其制备的胶带制品。压敏粘合剂的特征在于表现出粘合特性和内聚特性的整体平衡以及在粘结基底方面的超常性能。

背景技术

[0002] 事实上,压敏胶带在家庭和工作场所中随处可见。在压敏胶带的最简单构造中,其包括粘合剂和背衬,并且整体构造在使用温度下是发粘的,并且仅使用适度压力来附着到多种基底以形成粘结。以此方式,压敏胶带构成了完整的、独立成套的粘结体系。

[0003] 根据压敏胶带协会,已知压敏粘合剂(PSA)具有包括以下的特性:(1)有力而持久的粘着力;(2)用不超过指压的压力即可粘附;(3)具有足够固定到粘附体上的能力;以及(4)足够的内聚强度以便使其从粘附体干净地移除。已发现作为PSA充分发挥作用的材料包括经设计和配制以表现出所需粘弹特性的聚合物,所述粘弹特性实现所期望的粘着力、剥离粘附力与剪切保持力的平衡。PSA的特征在于通常在室温(例如20℃)下发粘。PSA不仅仅因为组合物是粘性的或能够粘附到某种表面而涵盖这些组合物。

[0004] 这些要求通常使用被设计以单独地测量粘着力、粘附力(剥离强度)和内聚力(剪切保持力)的测试来进行评估,如A.V.Pocius在由俄亥俄州辛辛那提汉瑟加德纳出版社(Hanser Gardner Publication,Cincinnati,OH)于2002年出版的《粘附力和粘合剂技术:概论》(Adhesion and Adhesives Technology:An Introduction)第2版中所指明的那样。这些测量合在一起构成了通常用于表征PSA的特性的平衡。

[0005] 随着多年来压敏胶带使用的扩展,性能要求已变得更加苛刻。例如就操作温度和负载而言,对于许多应用来说,原来预期应用于在室温下支撑少量负载的剪切保持能力现已大幅度提高。所谓的高性能压敏胶带是能够在升高的温度下支撑负载达10,000分钟的那些。一般已通过使PSA交联来实现剪切保持能力的提高,但操作必须相当小心,以便保持高水平的粘性和粘附力,从而保持前述的特性平衡。

[0006] 如今存在多种可得的压敏粘合剂(PSA)材料,其包括天然未加工或合成橡胶、嵌段共聚物和丙烯酸酯基聚合物组合物。对于所有PSA极为重要的是粘附力和内聚力的期望的平衡,该平衡常常通过优化丙烯酸类弹性体的物理特性(诸如玻璃化转变温度和模量)来实现。例如,如果弹性体的玻璃化转变温度(T_g)或模量过高,并高于粘性的Dahlquist标准(在室温和1Hz的振动频率下 3×10^6 达因/cm²的储能模量),则所述材料将不是粘性的,且本身不可用作PSA材料。通常在这种情况下,低分子量高 T_g 的树脂聚合物(增粘剂)或低分子量低 T_g 的聚合物(增塑剂)常用于将 T_g 和模量调节至最佳PSA范围内。

发明内容

[0007] 本公开的粘合剂(共)聚合物包括:a)具有侧链烷氧基硅烷基团的丁基橡胶,b)增粘剂,和c)任选地非官能化聚(异丁烯)聚合物。在一个方面,压敏粘合剂包括异丁烯/异戊

二烯或异丁烯/丁二烯共聚物和巯基硅烷基团的自由基反应产物。

[0008] 本公开的压敏粘合剂提供了粘着力、剥离附着力和剪切保持力的期望的平衡,并且还符合Dahlquist标准;即在施用温度(通常为室温)下粘合剂在1Hz频率下的模量小于 3×10^6 达因/厘米。

[0009] 近年来,低表面能、烯烃基热塑性塑料(例如聚乙烯、聚丙烯、乙烯丙烯双烯单体橡胶(EPDM))在汽车、油漆、器具和电子器件市场中的使用显著增加。该新型材料的优点包括成本较低、易于加工和优异的机械特性。然而,这种趋势在对这些低表面能表面进行粘合剂粘结方面形成了一定的挑战。

[0010] 当考虑到粘合剂胶带时,压敏粘合剂(PSA)胶带是最容易使用的,但在大多数情况下,压敏粘合剂不会良好地粘附到低表面能基底。另外,大部分PSA不适用于需要在升高的温度下具有良好内部(内聚)强度的应用。例如,加热时橡胶-树脂PSA往往发生软化和降解。基于包含苯乙烯的嵌段共聚物的PSA在加热时也不会保持良好的内部强度,因为苯乙烯具有低 T_g ,所以在适度升高的温度下发生软化。目前通过用极性液体对基底涂底漆,然后再施用PSA来实现与低表面能表面的粘结。即使在这两个步骤的处理之后,现有的PSA还是不能满足客户要求。需要开发成本有竞争力但仍具有最佳特性的无底漆LSE PSA。

[0011] 最近,聚异丁烯(PIB)被认为是用于低表面能(LSE)粘结应用的值得注意的材料,因为它在烯烃基热塑性塑料上具有出色的粘附特性。另外,PIB的出色湿气和氧气阻隔特性表明PIB基材料在电子和光伏封装应用中具有潜在用途。尽管它具有有益的特性,但材料的低内聚强度限制了它在高剪切应用中的用途。PIB基材料的另一个可能的应用是医疗粘合剂领域。大部分丙烯酸酯基PSA不适用于医疗应用,因为丙烯酸酯PSA在高温下往往会散发有毒蒸汽。丙烯酸酯基PSA通常包含即使在普通的室温下也会散发气味的单体材料,这使得丙烯酸酯PSA胶带一般不适用于医疗用途。聚异丁烯PSA通常用于医疗用途,因为它们是具有生理惰性的,但它们在内部强度方面也往往不足。

[0012] 本公开的粘合剂组合物提供了改善的压敏组合物,其可以在宽泛的温度范围内粘附到包括低表面能(LSE)基底在内的多种基底,并提供了良好的粘附强度和保持特性。本公开的粘合剂组合物还提供了压敏粘合剂制品,诸如粘合剂胶带和密封剂。

[0013] 在一些实施例中,本公开提供了可用于粘结光学制品中的粘合剂。具体地,粘合剂具有可用于粘结光学制品中的期望特性,该特性包括透射性、清晰度、低介电常数、高折射率和低湿气敏感度,并且对电子器件/电部件没有腐蚀性。具体地,粘合剂可用于粘结电容触摸部件。

[0014] 如本文所用,

[0015] “烷基”意指具有一至约十二个碳原子的直链或支链、环状或无环的饱和单价烃基,例如甲基、乙基、1-丙基、2-丙基、戊基等。

[0016] “亚烷基”意指具有一至约十二个碳原子的直链饱和二价烃基或具有三至约十二个碳原子的支链饱和二价烃基,例如亚甲基、亚乙基、亚丙基、2-甲基亚丙基、亚戊基、亚己基等等。

[0017] “烯基”意指具有一至约十二个碳原子的直链不饱和单价烃基或具有三至约十二个碳原子的支链不饱和烃基。

[0018] “芳基”意指单价芳族基团,诸如苯基、萘基等等。

[0019] “亚芳基”意指多价芳族基团,诸如亚苯基、亚萘基等。

[0020] “亚芳烷基”意指芳基基团附接到亚烷基的以上所定义的基团,例如苄基、1-萘乙基等等。

[0021] 如本文所用,“(杂)烃基”包括烃基烷基和芳基基团,和杂烃基杂烷基和杂芳基基团,后者包含一个或多个链(链中)杂原子诸如醚或氨基基团。杂烃基可任选地包含一种或多种链(链中)官能团,所述官能团包括酯、酰胺、脲、氨基甲酸酯和碳酸酯官能团。除非另外指明,否则非聚合的(杂)烃基基团通常包含1至60个碳原子。除了以上对于“烷基”、“杂烷基”、“芳基”和“杂芳基”所述的那些外,如本文使用的这类杂烃基的一些示例还包括但不限于甲氧基、乙氧基、丙氧基、4-二苯基氨基丁基、2-(2'-苯氧基乙氧基)乙基、3,6-二氧杂庚基、3,6-二氧杂己基-6-苯基。

附图说明

[0022] 图1是本公开的示例性多层光学制品的截面。

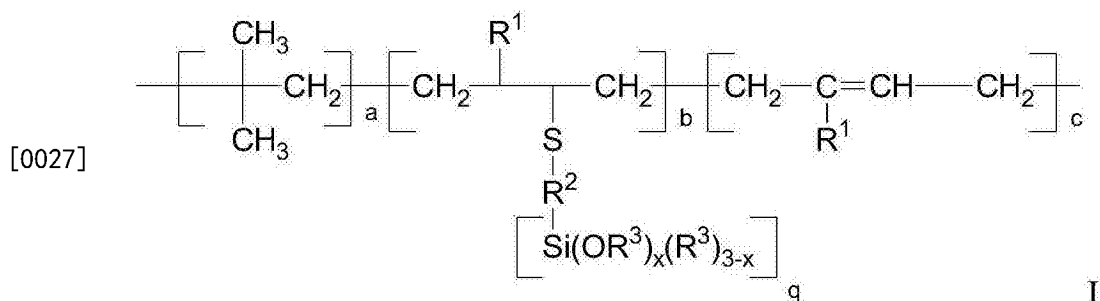
[0023] 图2是本公开的示例性多层光学制品的截面。

[0024] 图3是制备本公开的多层光学制品的示例性方法的示意图。

具体实施方式

[0025] 粘合剂共聚物包括:a)具有侧链烷氧基硅烷基团的取代的异丁烯共聚物,b)增粘剂,和c)任选地非官能化聚(异丁烯)聚合物。在一个方面,压敏粘合剂包含异丁烯与至少一个具有侧链烷氧基硅烷基团的单体的互聚反应产物。

[0026] 具有侧链烷氧基硅烷基团的取代的异丁烯共聚物可由以下通式表示:



[0028] 其中a为至少20,b为至少1,并且c可为0;

[0029] R^1 为H或 CH_3

[0030] R^2 为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基,优选具有1至10个碳原子,任选包含一个或更多个链中氧原子的饱和亚烷基;

[0031] 每个 R^3 为烷基基团或芳基基团,x为1至3,并且q为1或2。

[0032] 下标b代表被烷氧基硅烷基团取代的那些异戊二烯或丁二烯重复单元的份数,并且下标c代表未取代的异戊二烯或丁二烯单元。

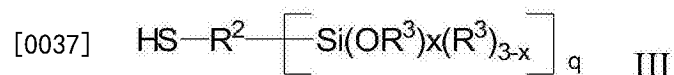
[0033] 另外,关于式I,将下标“b”和“c”选择为使得共聚物包含1至20重量%的相应的单体单元,例如将b和c选择为使得含硅氧烷的单体单元占共聚物的1至20重量%。通常,异丁烯共聚物中1至5%的重复单元将被烷氧基硅烷基团所取代。

[0034] s是大部分异丁烯与少量异戊二烯的共聚物,例如,可以商品名VISTANEX(埃克森

化学公司 (Exxon Chemical Co.)) 和 JSR BUTYL (日本丁基聚合物有限公司 (Japan Butyl Co., Ltd.)) 获得的丁基橡胶。在一些实施例中, 该共聚物还包括大部分异丁烯与丁二烯的共聚物, 其随后可被改性以包含侧链不饱和基团。

[0035] 在一些实施例中, 可以使用共聚物的混合物, 即, 第一聚异丁烯包含异丁烯的均聚物, 而第二聚异丁烯包含丁基橡胶, 或者第一聚异丁烯包含丁基橡胶, 而第二聚异丁烯包含异丁烯的共聚物, 随后进行改性。还设想异丁烯均聚物和改性的聚(异丁烯)的共混物。

[0036] 式I的共聚物通常通过将巯基硅烷对异丁烯/异戊二烯或异丁烯/丁二烯共聚物进行自由基加成来制备。巯基硅烷具有下式:



[0038] 其中

[0039] R^2 为化合价是 $q+1$ 的多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基, 每个 R^3 为烷基基团或芳基基团, x 为 1 至 3, 并且 q 为 1 或 2。

[0040] 可用的硫代硅烷包括 (巯甲基) 二甲基乙氧基硅烷、(巯甲基) 甲基二乙氧基硅烷、3-巯丙基甲基二甲氧基硅烷、3-巯丙基三乙氧基硅烷 (巯甲基) 甲基二乙氧基硅烷。

[0041] 可以使用自由基引发剂实现巯基硅烷 (III) 对不饱和丁烯化合物 (II) 的加成。可用的自由基引发剂包括无机和有机过氧化物、氢过氧化物、过硫酸盐、偶氮化合物、氧化还原体系 (例如, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 的混合物), 以及自由基光引发剂, 诸如 K.K.Dietliker 在 “Chemistry & Technology of UV & EB Formulation for Coatings, Inks & Paints, 第 3 卷, 276-298 页, SITA Technology Ltd., 1991 年” 中所述的那些。代表性的示例包括过氧化氢、过硫酸钾、叔丁基过氧化氢、过氧化苯甲酰、过苯甲酸叔丁酯、异丙基苯过氧化氢、2,2'-偶氮双(2-甲基丁腈) (VAZO 67) 和偶氮双(异丁腈) (AIBN)。技术人员将会认识到, 引发剂的选择将取决于具体的反应条件, 例如溶剂的选择。

[0042] 本公开的可固化的组合物任选地还包含非官能异丁烯(共)聚合物。非官能化异丁烯(共)聚合物合成橡胶通常为具有聚异丁烯主链或侧链的树脂。在一些实施例中, 异丁烯(共)聚合物基本上为异丁烯的均聚物, 例如, 可以商品名 OPPANOL (BASF AG) 和 GLISSOPAL (BASF AG) 获得的聚(异丁烯)树脂。在一些实施例中, 异丁烯(共)聚合物型树脂包含异丁烯的共聚物, 例如, 其中异丁烯与另一种单体共聚的合成橡胶。合成橡胶包括丁基橡胶, 该丁基橡胶是大部分异丁烯与少量异戊二烯的共聚物, 例如, 可以商品名 VISTANEX (埃克森化学公司 (Exxon Chemical Co.)) 和 JSR BUTYL (日本丁基聚合物有限公司 (Japan Butyl Co., Ltd.)) 获得的丁基橡胶。合成橡胶还包括大部分异丁烯与正丁烯或丁二烯的共聚物。在一些实施例中, 可使用异丁烯均聚物与丁基橡胶的混合物, 即第一聚异丁烯包含异丁烯的均聚物, 而第二聚异丁烯包含丁基橡胶; 或第一聚异丁烯包含丁基橡胶, 而第二聚异丁烯包含异丁烯的均聚物。

[0043] 非官能化的异丁烯(共)聚合物合成橡胶(例如 PIB) 材料通常具有基本上比硅烷官能化(例如 PIB) 合成橡胶材料(下文进一步所述) 高的分子量。在一些实施例中, 非官能化异丁烯(共)聚合物合成橡胶(例如 PIB) 的重均分子量 (M_w) 为至少 35,000 克/摩尔、至少 100,000 克/摩尔、至少 250,000 克/摩尔、至少 500,000 克/摩尔或甚至至少 1,000,000 克/摩尔。重均分子量通常不大于 4,000,000 克/摩尔。

[0044] 非官能化异丁烯(共)聚合物合成橡胶可为均聚物、共聚物或它们的混合物。共聚物可为无规共聚物或嵌段共聚物。嵌段共聚物可在聚合物的主链、侧链或主链和侧链两者中包含聚异丁烯部分。通常通过在存在诸如氯化铝、三氯化硼(四氯化钛作为助催化剂)或三氯化硼的路易斯酸催化剂的情况下,单独地聚合异丁烯或通过聚合异丁烯和附加的烯键式不饱和单体(责任异戊二烯)来制备聚异丁烯材料。

[0045] 非官能化异丁烯(共)聚合物橡胶可从多个制造商处商购获得。均聚物可例如以商品名OPPANOL(例如,OPPANOL B10、B15、B30、B50、B80、B100、B150和B200)从新泽西州弗洛勒姆帕克的巴斯夫公司(BASF Corp. (Florham Park, NJ))商购获得。这些聚合物的重均分子量(M_w)通常在约35,000克/摩尔至4,000,000克/摩尔的范围内。其他示例性的均聚物可以宽泛的分子量范围从俄罗斯圣彼得堡的联合化工产品公司(United Chemical Products (UCP) (St. Petersburg, Russia))商购获得。例如,可以商品名SDG从UCP商购获得的均聚物具有在约35,000至65,000克/摩尔的范围内的粘均分子量(M_v)。可以商品名EFROLEN从UCP商购获得的均聚物具有在约480,000克/摩尔至约4,000,000克/摩尔的范围内的粘均分子量(M_v)。可商品名JHY从UCP商购获得的均聚物具有在约3000克/摩尔至约55,000克/摩尔的范围内的粘均分子量。这些均聚物通常不具有反应性双键。应当理解,非官能化合成橡胶(例如PIB)可具有极小浓度的反应性双键或其聚合残基的其他官能团。此类反应性双键或其他官能团的浓度通常小于5、4、3或2mol%。此类烯属不饱和基团也通常不是经由自由基聚合形成共价键的合适官能团。

[0046] 压敏粘合剂组合中非官能化异丁烯(共)聚合物合成橡胶材料的浓度相对于所述组合物的总重量计通常小于50重量%、优选大于10重量%。

[0047] 常规的粘合剂对某些基底(诸如某些类型的汽车油漆和低能表面)不会良好地粘附。已努力改进粘合剂的粘附力,即开发对这些类型的表面更有力的粘性;常常实践将基体聚合物增粘。各种类型的增粘剂包括酚改性的萘烯、烃类树脂(诸如聚乙烯基环己烷和聚(叔丁基苯乙烯)),和松香酯(诸如松香的甘油酯和松香的季戊四醇酯)。

[0048] 各种类型的增粘剂包括酚改性的萘烯和松香酯,诸如可以商品名NurozTM、NutacTM(纽卜特工业有限公司(Newport Industries))、PermalynTM、StaybeliteTM、ForalTM(伊士曼公司(Eastman))得到的松香的甘油酯和松香的季戊四醇酯。通常来自石油脑裂解的C5和C9单体副产物的烃类树脂增粘剂也可得到,并可以商品名PiccotacTM、EastotacTM、RegalrezTM、RegaliteTM(Eastman)、ArkonTM(Arakawa)、NorsoleneTM、WintackTM(Cray Valley)、Nevtack、LX(Neville Chemical Co.)、HikotackTM、HikorezTM(Kolon Chemical)、NovaresTM(Rutgers N.V.)、QuintoneTM(Zeon)、EscorezTM(Exxonmobile Chemical)、NuresTM和H-RezTM(Newport Industries)得到。

[0049] 常规的经增粘的压敏粘合剂也可显得浑浊,显示出存在于许多常规压敏粘合剂组合物中的透明特性的损失。浑浊为增粘剂与聚合物的有限的相容性或不完全的相容性的指示。降低的相容性可导致老化时粘合特性的劣化,如粘性的损失或降低的剥离粘附力所证实。在一些情况下,将增粘剂加入粘合剂组合物中可为澄清的,并显得可相容。然而,在去除溶剂、固化粘合剂之后,或在老化时,粘合剂可变得浑浊,说明在增粘剂与丙烯酸基聚合物之间的一些不相容性。

[0050] 在许多实施例中,本公开提供了克服本领域中所述的问题的经增粘的粘合剂组合

物。增粘剂优选地选自基本上不含任何烯键式不饱和键或炔键式不饱和键的材料。增粘剂包括但不限于氢化松香树脂、氢化和酯化的松香树脂、氢化萜烯树脂、脂族石油树脂、芳族石油树脂、通过氢化芳族石油树脂而获得的脂环族石油树脂等。优选地，所用的增粘剂选自氢化的C₉石油树脂，诸如但不限于Regalrez™增粘剂（伊士曼公司（Eastman））或Arkon™（荒川化学工业株式会社（Arakawa））增粘剂。相对于所述组合物的总重量计，此类“疏水性增粘剂”可以大于0重量%，通常小于50%重量%、优选大于1重量%的量使用。

[0051] 增塑剂也可以用于粘合剂配方中，以提供润湿作用和/或粘度控制。这些增塑剂在本领域中是熟知的，并且可以包括烃油；液态或柔软的增粘剂，包括液态烃类树脂、液态聚萜烯、液态聚（异丁烯）诸如Glissopal™等；蜡；以及油的混合物。相对于所述组合物的总重量计，增塑剂可以通常小于30重量%、优选大于1重量%的量存在于本发明的压敏粘合剂中。

[0052] 在许多实施例中，粘合剂组合物可包含：

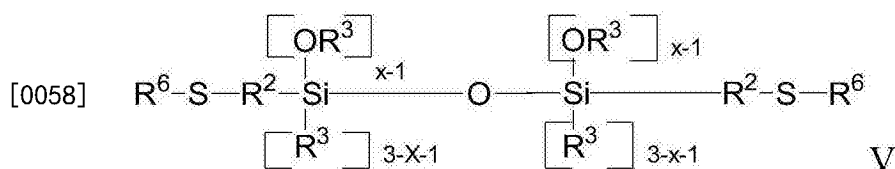
[0053] a) 大于30重量%、优选大于50重量%的具有侧链烷氧基硅烷基团的异丁烯共聚物；

[0054] b) 0至50重量%、优选1至50重量%的增粘剂；和

[0055] c) 0至50重量%、优选10至50重量%的非官能聚（异丁烯）。

[0056] 本发明的粘合剂可使用常规涂布技术涂布在多种柔性和非柔性背衬材料上以制备粘合剂涂布的材料。柔性基底在本文中定义为通常用作胶带背衬或可具有任何其他柔性材料的任何材料。示例包括但不限于塑性膜，诸如聚丙烯、聚乙烯、聚氯乙烯、聚酯（聚对苯二甲酸乙二醇酯）、聚碳酸酯、聚甲基（甲基）丙烯酸酯（PMMA）、乙酸纤维素、三乙酸纤维素和乙基纤维素。可使用泡沫背衬。非柔性基底的示例包括但不限于金属、金属化聚合物膜、氧化铟锡涂布的玻璃和聚酯、PMMA板、聚碳酸酯板、玻璃或陶瓷片材料。粘合剂涂布的片材料可采用常规已知能够与粘合剂组合物一起使用的任何制品的形式，诸如标签、胶带、指示牌、封面、标记标志、显示器部件、触摸面板等等。也设想了具有微复制表面的柔性背衬材料。

[0057] 暴露于水或湿气时，烷氧基硅烷基团水解成硅醇基基团，这通过与相邻烷氧基硅烷基团形成硅氧烷键来使聚合物交联。水解和交联的结果导致粘合剂的内聚强度特性随时间逐渐增强。硅氧烷基团的交联和形成如方案V所示，其中R⁶代表具有至少20个重复单元的聚合的异丁烯基团。不需要额外的交联剂（诸如二价或多价醇或胺）即可形成离子交联。应当理解，硅氧烷键在湿气的存在下是不稳定的，并且不断地断裂并再形成。



[0059] 其中

[0060] R²为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基；

[0061] R³为烷基基团或芳基基团；

[0062] x为1至3，优选3；

[0063] R⁶代表式I的聚合物异丁烯共聚物。

[0064] 更快速的交联在硅烷醇缩合催化剂的存在下实现。合适的催化剂包括有机金属化合物,诸如羧酸锡和钛酯或螯合物,例如钛酸正丁酯和双(乙酰丙酮基)二-异丙基钛酸酯;有机碱,诸如乙胺、己胺和哌啶;和酸,诸如矿物酸和脂肪酸。优选的催化剂是有机锡化合物,例如二月桂酸二丁基锡、二乙酸二丁基锡和二辛酸二丁基锡。通常,此类催化剂以每100重量份可湿气固化的聚异丁烯聚合物1重量份至约3重量份之间的量加入。

[0065] 在不存在硅烷醇缩合催化剂的情况下,水解在低相对湿度(低于50%相对湿度)下缓慢地进行,使得可能期望的是使涂布的胶带经受高相对湿度(至少50%)和中等高温(例如,30°至100℃)的条件,优选在涂布步骤之后立即进行。相反,可造成涂层吸收湿气(例如,通过暴露于蒸汽),并且带有湿气的胶带可卷绕成巨大的卷,其中支撑体在其背侧上可具有剥离涂层,然后在烘箱中加热直至PSA涂层已经变得湿气固化的。另一种技术涉及在涂布和过后加热胶带以产生湿气固化之前,在胶带为卷形式时或在其已投入使用之后,将PIB聚合物与一至十重量百分比,优选一至二重量百分比的水合盐共混。合适的水合盐包括 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{BaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

[0066] 使用经改进适用于特定基底的常规涂布技术,将上述组合物涂布在基底上。例如,这些组合物可通过诸如辊涂、流涂、浸涂、旋涂、喷涂、刮刀涂布和模涂的方法施用到多种固体基底。这些多种涂布方法允许这些组合物以不同厚度设置在基底上,因此允许组合物的宽泛范围的用途。涂层厚度可变化,但设想2微米至500微米(干燥厚度),优选约25微米至250微米的涂层厚度。

[0067] 在一个实施例中,粘合剂组合物可以直接涂布在基底上(以溶液、乳液或100%固体形式)并暴露于高湿度环境中发生水解。在另一个实施例中,可以按照上述方式涂布粘合剂组合物,但通过暴露于环境湿度中使其被动地水解。在任何一种方法中,异丁烯聚合物都可以同时包含烷氧基硅烷基团和硅氧烷键(随交联程度不同而变化)。

[0068] 在一些实施例中,粘合剂组合物(特别是压敏粘合剂组合物)以溶剂溶液或分散体的形式施用,在湿气上溶剂蒸发,并且粘合剂组合物发生交联。此类溶剂基组合物的交联可以在涂布和溶剂去除之前进行,但优选在涂布和溶剂去除之后进行。合适的溶剂诸如烷烃、乙酸乙酯、甲苯和四氢呋喃,其与共聚物组分的官能团不发生反应。

[0069] 本公开的粘合剂特别可用于形成对低表面能(LSE)基底的强粘结。如本文所用,低表面能基底为具有表面能小于约45达因/厘米,更典型地小于约40达因/厘米,并且最典型地小于约35达因/厘米的那些。此类材料中包括聚丙烯、聚乙烯(例如高密度聚乙烯或HDPE)、聚苯乙烯和聚(甲基丙烯酸甲酯)(PMMA)。其他基底也可由于在基底的表面上有残余物(诸如油状残余物)或膜(诸如涂料)的原因而具有低表面能特性。然而,即使本发明的粘合剂良好地粘结到低表面能表面,本发明也不局限于粘结至低表面能基底,因为已发现,本发明的粘合剂也可良好地粘结到较高表面能的基底,诸如例如其他塑料、陶瓷、玻璃和金属。

[0070] 根据基底待用于的特定应用来选择基底。例如,可将粘合剂施用至片材产品(例如,装饰性图形和反射性产品)、标签纸和胶带背衬。另外,可将粘合剂直接施用至基底诸如汽车面板或玻璃窗口上,使得另一个基底或物体可被附着至所述面板或窗口。

[0071] 粘合剂也可以压敏粘合剂转移带的形式提供,其中粘合剂中的至少一层设置于剥离衬件以用于在以后施用至持久基底。粘合剂也可以作为单一涂布或双涂布的胶带提供,

其中粘合剂设置于持久背衬上。背衬可由塑料(例如聚丙烯(包括双轴取向的聚丙烯)、乙烯基塑料、聚乙烯、聚酯(诸如聚对苯二甲酸乙二醇酯))、非织造物(例如纸、布、非织造稀松布)、金属箔、泡沫(例如聚丙烯酸类、聚乙烯、聚氨酯、氯丁橡胶)等制成。泡沫可从各个供应商购得,诸如3M公司、沃泰克公司(Volttek)、积水公司(Sekisui)等。泡沫可成型为共挤出的片材,该片材在泡沫的一侧或两侧上具有粘合剂,或者粘合剂可被层合至该片材。当粘合剂被层合至泡沫时,可能期望的是处理表面以改善粘合剂对泡沫或对任何其他类型的背衬的粘附力。此类处理通常基于粘合剂的材料实质和泡沫或背衬的实质进行选择,并包括底漆和表面改性(例如电晕处理、表面磨蚀)。附加的胶带构造包括描述于U.S. 5,602,221 (Bennett等人)中的那些,所述专利以引用方式并入本文。本领域的技术人员还将知道,可将其他添加剂诸如填料、抗氧化剂、稳定剂和着色剂与粘合剂共混,用于获得有益的特性。

[0072] 针对单侧胶带,背衬表面的与设置粘合剂之处相对的一侧通常涂布有合适的剥离材料。例如,剥离材料是已知的,并包括诸如有机硅、聚乙烯、聚氨基甲酸酯、聚丙烯酸等的材料。针对双涂布胶带,另一粘合剂层设置于与本发明的粘合剂设置之处相对的背衬表面上。另一粘合剂层可不同于本发明的粘合剂,例如,常规丙烯酸类PSA,或者其可为具有相同或不同配方的与本发明相同的粘合剂。双涂布的胶带通常承载在剥离衬件上。

[0073] 本公开提供了可用于粘结光学制品的粘合剂,例如压敏粘合剂。通常,粘合剂是光学透明的粘合剂(OCA)。粘合剂在光学显示器中得到广泛的应用。这种应用包括但不限于在液晶显示器(LCD)的模块上粘结偏振器和在移动手持设备(MHH)的玻璃透镜上附接各种光学膜。可以使偏振器与OCA直接或间接接触。

[0074] 具体地,粘合剂具有可用于粘结光学制品的期望特性,包括透射性、清晰度、低介电常数、高折射率和低湿气敏感度,并且对电子器件/电部件没有腐蚀性。具体地,粘合剂可用于粘结电容触摸部件。

[0075] 在一个方面,提供了光学透明的层合体,其包括具有至少一个主表面的第一基底、具有至少一个主表面的第二基底、以及位于第一基底的至少一个主表面与第二基底的至少一个主表面之间并与所述主表面接触的光学透明的粘合剂组合物层。在另一方面,提供了光学透明的层合体,其包括具有至少一个主表面的第一基底、具有至少一个主表面的第二基底、以及位于第一基底的至少一个主表面与第二基底的至少一个主表面之间并与所述主表面接触的光学透明的粘合剂组合物层。

[0076] 压敏粘合剂层可为光学透明的。如本文所用,术语“光学透明的”是指在400nm至700nm的波长范围内光透射率大于约90%、浊度小于约2%、并且不透明度小于约1%的材料。可采用例如ASTM-D 1003-95来测定光透射率和浊度两者。通常,光学透明的粘合剂可在视觉上不含气泡。有利地,粘合剂是无色的,具有小于0.25、优选小于0.20的Cielab b*值。

[0077] 有利地,本公开的粘合剂具有>1.50的折射率以更好地匹配其他光学部件的折射率并减少光散射。一个主要问题是,尤其是在电容触摸屏应用中,氧化铟锡(ITO)图案因ITO、基底和(如果使用的话)OCA之间的折射率失配而常保持为高度可见的。由于ITO迹线的较高反射,它们处在周围区域之外。尤其从一些视角和/或在特定光条件下来看,图案是清楚可见的,这对装置制造者及其消费者是不利的。本发明的粘合剂减少或最小化了容易可见导电迹线,尤其是ITO迹线的问题。如果需要,粘合剂的折射率可进一步通过掺入无机纳米粒子来提高,如2014年5月22日公布并且以引用方式并入本文的美国专利申请公布2014-

0138131中所述的。

[0078] 当粘合剂用于将电容触摸传感器直接粘结到显示器时,粘合剂的介电常数是显著的。显示器可产生噪音,该噪音可传输到电容触摸传感器。此外,显示器行业趋势是制备甚至更薄的装置,这意味着将实际触摸传感器移动至更接近显示器。设计者通常用两种方式解决这种显示器噪音问题:(1)选择最低的介电常数介质,即空气,空气具有大约1的介电常数。这种方法在最佳地解决了显示器噪音问题时,也带来了减小显示器亮度和对比度时的巨大成本,从而损害强光可视性和显示器关闭时所期望的“黑色”外观。在集成有窗口的触摸和集成有显示器的触摸的情况下,气隙不是选择,因为窗口和显示器必须是光学耦合的。(2)设计内置的固件,该内置的固件可消除显示器噪音。然而这种方法实际带来了更昂贵的显示器成本,因此不是大多数消费者的选择。

[0079] 本公开提供了低介电常数OCA,其保持最佳显示器对比度的光学有益效果并提供更安静的显示器。典型的丙烯酸基OCA在100KHz和室温下可具有3-5的介电常数。有利地,本公开的粘合剂在100KHz和室温下可具有<2.5的介电常数。

[0080] 本发明提供了这样的层合体或多层制品,其包括光学膜或光学透明的基底以及邻近光学膜或基底的至少一个主表面的光学透明的压敏粘合剂层。制品还可包括另一基底(例如永久性或暂时性地附接至压敏粘合剂层)、另一粘合剂层或它们的组合。如本文所用,术语“邻近”可用于指直接接触的或由一个或多个薄层(诸如底漆或硬涂层)隔开的两个层。通常,邻近的层直接接触。另外,本发明提供了这样的层合体,其包括设置在两个基底之间的压敏粘合剂层,其中所述基底中的至少一个为光学膜。

[0081] 光学膜意在增强、调控、控制、保持、透射、反射、折射、吸收、延迟、过滤或以其他方式改变入射在膜表面上的光。层合体中所包括的膜包括具有光学功能的材料类型,诸如偏振器、干涉型偏振器、反射型偏振器、漫射器、有色光学膜、镜子、百叶式光学膜、光控制膜、透明片、增亮膜、抗炫光和抗反射膜等等。用于所提供的层合体的膜还可包括延迟板,诸如四分之一波长和半波长相位延迟光学元件。其他光学透明的膜包括抗裂膜和电磁干扰过滤器。

[0082] 在一些实施例中,所得的层合体可为光学元件或可用于制备光学元件。如本文所用,术语“光学元件”是指具有光学效应或光学应用的制品。光学元件可用于例如电子显示器、建筑应用、传输应用、投影应用、光子学应用和图形应用。合适的光学元件包括但不限于玻璃窗(例如,窗和挡风玻璃)、屏幕或显示器、阴极射线管和反射器。

[0083] 示例性的光学透明的基底包括但不限于显示面板(诸如液晶显示器、OLED显示器、触摸面板、电润湿显示器或阴极射线管)、窗或玻璃窗、光学部件(诸如反射器、偏振器、衍射光栅、反射镜或覆盖透镜)、另一种膜(诸如装饰膜或另一种光学膜)。

[0084] 光学透明的基底的代表性示例包括玻璃和聚合物基底,所述玻璃和聚合物基底包括含有聚碳酸酯、聚酯(例如,聚对苯二甲酸乙二醇酯和聚萘二甲酸乙二醇酯)、聚氨酯、聚(甲基)丙烯酸酯(例如聚甲基丙烯酸甲酯)、聚乙烯醇、聚烯烃(诸如聚乙烯、聚丙烯)和三乙酸纤维素的基底。通常,覆盖透镜可由玻璃、聚甲基丙烯酸甲酯或聚碳酸酯制成。

[0085] 在其他实施例中,基底可为剥离衬件。可以使用任何合适的剥离衬件。示例性剥离衬件包括由纸材(例如牛皮纸)或聚合物材料(例如,聚烯烃(诸如聚乙烯或聚丙烯)、乙烯-乙酸乙烯酯、聚氨酯、聚酯(诸如聚对苯二甲酸乙二醇酯)等)制备的剥离衬件。至少一些剥

离衬件涂布有剥离剂层,所述剥离剂诸如含有机硅的材料或含碳氟化合物的材料。示例性的剥离衬件包括但不限于可以商品名“T-30”和“T-10”从CP Film(弗吉尼亚州马丁斯维尔(Martinsville,VA))商购获得的衬件,所述衬件在聚对苯二甲酸乙二醇酯膜上具有有机硅剥离涂层。

[0086] 可移除剥离衬件以将光学膜粘附至另一基底(即,剥离衬件的移除暴露了随后可粘结至另一基底表面的粘合剂层的表面)。通常将粘合剂层永久性地粘结至此另一基底,但在一些情况下,粘附可以是有限的,以容许显示器的再加工。

[0087] 层合体具有下述特性中的至少一个:压敏粘合剂层在制品的可用的使用寿命内具有光学透光度、压敏粘合剂可保持制品的各层之间足够的粘结强度、压敏粘合剂可抵抗或避免分层、以及压敏粘合剂可在可用的使用寿命内抵抗粘合剂层的起泡。可使用加速老化试验来评价对气泡形成的抗性和对光学透光度的保持性。层合体通常可耐受暴露于高温(例如,60℃至90℃)任选地高湿条件(例如,80%至90%的相对湿度)达一段时间(例如,1天至1月)。具体地,本公开的层合体甚至在长时间暴露于高温和高湿(如,60℃至90℃以及80%至90%的相对湿度)并随后快速冷却至环境条件(例如,在暴露于高热和高湿之后的数分钟内冷却至室温)之后仍保持其低浊度和高透光率。

[0088] 可将本公开的粘合剂组合物直接施用至光学元件诸如偏振器的一侧或两侧。偏振器可包括额外的层,诸如防炫光层、保护层、反射层、相位延迟层、广角补偿层和亮度增强层。在一些实施例中,可将本公开的压敏粘合剂施用至液晶元件的一侧或两侧。其也可用于将偏振器粘附至液晶元件。另一组示例性的光学层合体包括将覆盖透镜施加到LCD面板、将触摸面板施加到LCD面板、将覆盖透镜施加到触摸面板或它们的组合。

[0089] 图1是所提供的光学透明的层合体的实施例的剖视图。层合体100具有涂布到基底12上的即用粘合剂组合物14。光学膜16与粘合剂组合物14接触。该层合体提供了光学透明的光学元件。关于这些光学制品的其他细节可见于U.S.8361633(Ellis等人)中,该专利以引用的方式并入本文中。

[0090] 已经发现,在包括移动手持设备、上网本和膝上型计算机的多种应用中,电容触摸技术越来越实用。与其他触摸技术相比,电容触摸能够非常敏感地响应以及具有诸如多点触控的特征。在电容触摸面板组件中,光学透明的粘合剂(OCA)通常用于粘结目的(例如,不同的显示器部件层的附接)。

[0091] OCA不仅提供机械粘合,而且它们还可通过消除降低亮度和对比度的气隙来极大增加显示器的光学质量。显示器的光学性能可通过使内部反射表面的数量最小化而得到改善,因此可期望消除显示器中光学元件之间的气隙或至少使气隙数量最小化。

[0092] 在显示器组件中,使用光学透明的粘合剂将触摸面板或显示面板(诸如液晶显示(LCD)面板)粘结至三维(3D)盖玻璃有时可以是富有挑战性的。实际上,较新颖的设计使用这样的盖玻璃,在所述盖玻璃的周边或框架周围具有厚(接近50微米)油墨梯级,从而产生不再平坦而是为3-D透镜的基底。被油墨梯级所包围的区域常称为间隙。除了大油墨梯级之外,可能要求任何显示器部件具有良好粘合剂润湿的其他3D特征,包括像挠性接头的存在、部件的轻微弯曲、较厚的ITO图案、在触摸面板上凸起的集成电路的存在等的那些。

[0093] 可以使用光学材料来填充光学部件或光学组件基底之间的间隙。光学组件包括粘结到光学基底的显示面板,如果用匹配或几乎匹配面板和基底的折射率的光学材料填充两

者之间的间隙,则该光学组件可具有有益效果。例如,可减少介于显示面板和外覆盖片之间固有的阳光和环境光线反射。可在环境条件下改善显示面板的色域和对比度。具有填充间隙的光学组件与具有气隙的相同组件相比,还可表现出改善的抗震性。

[0094] 特别是需要高效和严格的光学质量时,可能难以制造尺寸或面积大的光学组件。光学部件之间的间隙可通过如下方法填充:向间隙中浇注或注射可固化的组合物,然后使组合物固化,以使部件粘结在一起。然而,这些常用组合物的流出时间较长,这造成用于制造大型光学组件的制造方法效率低下。

[0095] 光学透明的粘合剂也可以转移带的形式使用以填充介于显示器基底之间的气隙。在该过程中,本发明的液态粘合剂组合物可施用在两块硅化剥离衬件之间,所述剥离衬件中的至少一个对于可用于固化的紫外线辐射是透明的。然后,该粘合剂组合物可通过暴露于在至少部分地被其中包含的光引发剂吸收的波长下的光化辐射而固化(聚合)。另选地,可使用热活化的自由基引发剂,其中本发明的液体粘合剂组合物可涂布在两块硅化剥离衬件之间,并暴露于热以完成组合物的聚合反应。因此可形成包含压敏粘合剂的转移带。转移带的形成可通过允许固化的粘合剂在层合之前松弛而降低粘合剂中的应力。例如,在通常的组装过程中,可移除转移带的其中一块剥离衬件并且可将粘合剂施用到显示器组件。然后,可移除第二剥离衬件并且可完成对基底的层合。当基底和显示面板是刚性粘合剂粘结时,可在真空层合设备的帮助下确保粘合剂中或粘合剂与基底或显示面板之间的界面处不形成气泡。最后,可使所组装的显示器元件经受高压釜步骤以完成粘结并使得光学组件不具有层合缺陷。

[0096] 当固化的粘合剂转移带层合在印刷透镜和第二显示器基底之间时,避免光学缺陷甚至可能更具有挑战性,因为完全固化的粘合剂可能必须符合有时较大的油墨梯级(即,50-70 μm)并且显示器中可接受的总粘合剂厚度可仅为150-250 μm 。在初始组装期间(例如,当使用本发明的光学透明的粘合剂转移带将印刷透镜层合至第二基底时)完全润湿该较大的油墨梯级是非常重要的,因为要在后续的显示器组装步骤中移除任何夹带的气泡可能变得非常困难。光学透明的粘合剂转移带需要具有足够的顺应性(例如,当在1Hz频率下测量时,在通常25 $^{\circ}\text{C}$ 的层合温度下,具有 $<10\text{e}^5$ 帕斯卡(Pa)的低剪切储能模量 G')以通过能够快速变形而实现良好的油墨润湿,并且顺应油墨梯级轮廓的尖锐的边缘。转移带的粘合剂也必须具有足够的流速,以便不仅顺应油墨梯级而且还更彻底地润湿油墨表面。粘合剂的流速在宽泛范围的温度内被反射在高损耗角正切值的材料中(即,粘合剂的玻璃化转变温度(T_g)和约50 $^{\circ}\text{C}$ 或略微更高温度之间的 $\tan\delta>0.5$)。由光学透明的粘合剂胶带通过油墨梯级产生的快速变形而造成的应力需要粘合剂的响应速度比由热膨胀失配系数造成的常规应力快得多,诸如,在应力可于数小时而非数秒或更短时间内解除的偏振器附接应用中。然而,甚至能够实现该初始油墨梯级润湿的那些粘合剂可能仍然具有太大的由整体流变性产生的弹性影响,并且这能够引起粘结部件变形(这是不可接受的)。即使这些显示器部件在尺寸上是稳定的,但所存储的弹性能量(由于粘合剂在油墨梯级中的快速变形)可能通过连续地对粘合剂施加应力而找到解除本身的方式,从而最终导致失效。因此,正如在液态粘结显示器部件的情况下,要将转移带设计为能够成功地粘结显示器部件,需要粘合力、光学性质、下落试验耐受性以及对于高油墨梯级的一致性和甚至当油墨梯级推入高达其厚度的30%之多或更多的粘合剂层中时的良好流动性具有微妙的平衡。

[0097] 在用于刚性对刚性(例如,用于电话或平板装置中的盖玻璃与触摸传感器玻璃层合)层合的粘合剂组合物的典型应用中,首先在室温或高温下执行层合。在一个实施例中,层合在约20℃和约60℃之间进行。在层合温度下,粘合剂组合物的损耗角正切值在约0.5和约1.0之间。当损耗角正切值太低(即低于0.5)时,粘合剂的初始润湿可能是困难的,并且可能需要较高层合压力和/或较长按压时间以实现良好润湿。这可导致较长的循环时间和显示器基底中的一个或多个的可能变形。同样,如果损耗角正切值变得太高(即>1.0),则粘合剂组合物可太软从而不能抵抗层合压力,并且可导致粘合剂挤出或渗出。这种高损耗角正切值还可导致衍生自这种粘合剂的任何切口的贮存不稳定性。例如,如果存放在室温下,则可能导致渗出。

[0098] 在后续步骤中,该层合体随后经受高压釜处理,其中施加压力和温度(例如,5个大气压和60至100℃)以去除在刚性对刚性层合处理中任何夹带的气泡。粘合剂的流动特性越好,粘合剂可越容易覆盖厚油墨梯级。此外,良好的粘合剂流动性允许来自层合步骤的截留气泡容易地逸出粘合剂基体,从而在高压釜处理之后得到无气泡的层合体。在高压釜温度下,粘合剂组合物的损耗角正切值在约0.6和约1.0之间。具体地,粘合剂组合物具有的损耗角正切值在约0.7和约1.0之间。当在典型高压釜温度下的损耗角正切值下降为低于0.6时,粘合剂可能不足够快速地发生软化,以进一步润湿基底并允许任何层合步骤截留的空气气泡逸出。同样,如果损耗角正切值大于约1.0,则粘合剂的粘性特征可太高,并可导致粘合剂挤出和渗出。因此,良好基底润湿和易于移除气泡的总有益效果使得能够在大大缩短的循环时间进行有效层合显示器组件处理。在一个实施例中,真空层合的循环时间小于约15秒,并且用于高压釜处理的循环时间小于约30分钟。

[0099] 可利用动态机械分析(DMA)测量粘合剂流动的能力。压敏粘合剂(PSA)是粘弹性材料。来自DMA测量结果的损耗角正切值是PSA的粘性组分(剪切损耗模量 G'')与PSA的弹性组分(剪切储能模量 G')的比率。在PSA的玻璃化转变温度以上的温度下,较高的损耗角正切值表示较好的粘合剂流动性。

[0100] 当在光学组件中使用时,粘合剂组合物需要适用于光学应用。例如,粘合剂组合物在460nm至720nm波长范围内的透射率可为至少85%。对于460nm、530nm和670nm波长的光,粘合剂组合物的按每毫米厚度的透射率可分别大于约85%、大于约90%和大于约90%。这些透射率特征在整个电磁波谱的可见区域内提供了均匀的光透射,这对于维持全彩显示器中的色点而言是重要的。

[0101] 一个主要问题是,尤其是在电容触摸屏应用中,ITO图案因ITO、基底和(如果使用的话)OCA之间的折射率失配而常保持为高度可见的。由于ITO迹线的较高反射,它们处在周围区域之外。尤其从一些视角和/或在特定光条件下来看,图案是清楚可见的,这对装置制造者及其消费者是不利的。根据各种前述解决该问题的尝试,例如,通过使用具有高折射率的OCA来匹配ITO迹线的标记,巨大技术挑战仍保持隐藏ITO迹线和其他导电迹线。

[0102] 即用粘合剂比典型的丙烯酸类OCA具有更高的折射率。典型的丙烯酸类OCA在632.8nm下具有1.47-1.48的折射率,而即用粘合剂在632.8nm下具有1.52的折射率。即用粘合剂可与其他材料结合使用以提供甚至更高折射率的OCA用于隐藏ITO迹线。

[0103] 对于一些显示器而言,湿气和空气渗透是另一种挑战。例如,湿气和空气渗透到有机发光装置(OLED)和电泳装置中可显著限制显示器的使用寿命。制备具有可接受的使用寿

命的装置需要用来防止湿气和空气渗透到显示器的有效封装。即用OCA可提供阻隔特性,并且可与具有非常低的湿气阻隔性能的阻隔膜结合地使用。

[0104] 本公开的制品中的粘合剂层的厚度往往大于约5微米、大于约10微米、大于约15微米、或甚至大于约20微米。该厚度通常小于约1000微米、小于约250微米、小于约200微米、或甚至小于约175微米。例如,该厚度可为约5微米至约1000微米、约10微米至约500微米、约25微米至约250微米、或约50微米至约175微米。

[0105] 在一个实施例中,粘合剂组合物用于包括显示面板的光学组件中。显示面板可包括任何类型的面板,诸如液晶显示面板。液晶显示面板是熟知的,通常包括设置在两块基本上透明的基底(诸如玻璃基底或聚合物基底)之间的液晶材料。如本文所用,基本上透明的是指适用于光学应用的基底,例如在460nm至720nm范围内具有至少85%透射率的基底。光学基底每毫米厚度的透射率可为大于约85%(在460nm处)、大于约90%(在530nm处)以及大于约90%(在670nm处)。用作电极的透明导电材料可存在于基本上透明的基底的内表面上。在一些情况下,基本上透明的基底的外表面上可设有基本上可只通过一种偏振态光的偏振膜。当在电极两端选择性地施加电压时,液晶材料可重新定向以调整光的偏振态,从而可形成图像。液晶显示面板还可包含液晶材料,该液晶材料设置在薄膜晶体管阵列面板与共用电极面板之间,所述薄膜晶体管阵列面板具有多个以矩阵图案排列的薄膜晶体管,共用电极面板具有共用电极。

[0106] 在一些其他实施例中,显示面板可包括等离子体显示面板。等离子体显示面板是熟知的,并通常包含设置在位于两块玻璃面板之间的微小气室中的稀有气体(诸如氖气和氙气)的惰性混合物。控制电路对面板内的电极充电可使得气体离子化并形成等离子,然后该等离子可激发包含在其中的荧光粉发光。

[0107] 在其他实施例中,显示面板可包括发光二极管(LED)显示面板。可使用有机或无机电致发光材料制成发光二极管,该发光二极管对于本领域的普通技术人员是熟知的。这些面板实质上是设置在两个导电玻璃面板之间的电致发光材料层。有机电致发光材料包括有机发光二极管(OLED)或聚合物发光二极管(PLED)。

[0108] 在一些实施例中,显示面板可包括电泳显示器。电泳显示器是熟知的,并通常用于称为电子纸的显示技术。电泳显示器可包括设置在两个透明电极面板之间的液体带电材料。液体带电材料包含悬浮在非极性烃中的纳米粒子、染料和带电试剂,或用悬浮在烃类材料中的带电粒子填充的微胶囊。微胶囊也可悬浮在液体聚合物层中。在一些实施例中,显示面板可包括阴极射线管显示器。

[0109] 所提供的光学组件包括基本上透明的基底。该基本上透明的基底可包括玻璃或聚合物。可用的玻璃可包括硼硅酸盐玻璃、碱石灰玻璃和其他作为护盖适用于显示器应用中的玻璃。可被使用的一种特定玻璃包括可得自纽约州科宁的康宁有限公司(Corning Inc., Corning NY)的EAGLE XG和JADE玻璃基底。可用的聚合物包括聚酯膜诸如聚对苯二甲酸乙二醇酯、碳酸酯膜或板、丙烯酸类膜诸如聚甲基丙烯酸甲酯膜以及环烯烃聚合物膜诸如购自肯塔基州路易斯维尔的瑞翁化工公司(Zeon Chemicals, (Louisville, KY))的ZEONOX和ZEONOR。基本上透明的基底通常具有与显示面板和/或粘合剂层的折射率相近的折射率,例如约1.4和约1.7。基本上透明的基底通常具有约0.5mm至约5mm的厚度。

[0110] 所提供的光学组件可以是触敏式的。触敏光学组件(触敏面板)可包括电容传感

器、电阻式传感器和投射式电容传感器。此类传感器包括位于覆盖显示器的基本上透明的基底上的透明的导电元件。导电元件可以与可使用电信号探测导电元件的电子部件结合使用,以便确定靠近或接触显示器的物体的位置。触敏光学组件是熟知的,并且公开于例如美国专利公布2009/0073135 (Lin等人)、2009/0219257 (Frey等人) 和PCT公布W0 2009/154812 (Frey等人) 中。

[0111] 包括力传感器的位置触敏触摸面板也是熟知的并且公开于例如包括力值测量的触摸屏显示器传感器中,其包括基于应变仪的示例,诸如在美国专利5,541,371 (Baller等人) 中所公开的;基于导电迹线或电极之间的电容变化的示例,所述导电迹线或电极存在于传感器内的、由电介质材料或包括材料和空气的电介质结构分离的不同层上,诸如在美国专利7,148,882 (Kamrath等人) 和7,538,760 (Hotelling等人) 中所公开的;基于导电迹线之间的电阻变化的示例,所述导电迹线存在于传感器内的、由压敏电阻复合材料分离的不同层上,诸如在美国专利公布2009/0237374 (Li等人) 中所公开的;以及,基于导电迹线之间的偏振发展的示例,所述导电迹线存在于传感器内的、由压电材料分离的不同层上,诸如在美国专利公布2009/0309616 (Klinghult等人) 中所公开的。位置触摸屏也公开于例如美国专利公布2013/0082970 (Frey等人) 中。

[0112] 本公开解决了对OCA的需要,该OCA与包含ITO、金、银、铝、铜等的导电迹线相容。OCA与例如触摸屏中的迹线直接接触。迹线相容的OCA由无腐蚀性的压敏粘合剂 (PSA) 构成。

[0113] 在一个方面,本公开涉及制品,所述制品包括 (a) 具有导电迹线的光学透明的第一基底,所述导电迹线包含氧化铟锡;(b) 光学透明的压敏粘合剂,其设置在第一基底上并与所述迹线、本公开的粘合剂接触。在另一方面,本公开涉及制备制品的方法,所述方法包括以下步骤:(a) 提供具有导电迹线的光学透明的第一基底,所述导电迹线包含氧化铟锡;(b) 提供压敏粘合剂,所述压敏粘合剂包括具有主表面的光学透明的第二基底,并且所述光学透明的粘合剂设置在所述第二基底的主表面上;以及 (c) 将压敏粘合剂层合至第一基底使得光学透明的粘合剂与导电迹线接触。在一个示例性应用中,可以在电子装置中整合进本公开中所述的制品以及制备制品的方法,这些电子装置诸如但不限于LCD屏、移动电话、手持设备和膝上型计算机。

[0114] 返回到附图,图2描述了具有第一基底22的示例性制品200的剖视图。包含氧化铟锡的导电迹线24设置在基底的第一表面22a上。迹线在第一表面22a上形成网格。迹线的边缘终止于电连接器垫26。光学透明的粘合剂28设置在迹线上。因为迹线呈网格的形式,因此粘合剂28的一部分可与第一基底22的第一表面22a直接接触。任选地,该实施例包括设置在粘合剂28上的第二基底21。如果使用第一基底和第二基底,则它们是光学透明的。在一些示例性实施例中,它们可以是塑料(诸如塑料板)、聚合物膜或玻璃。

[0115] 图3描述了制备图2的制品的示例性方法的示意图。所述方法包括提供具有第一表面32a的第一基底32的步骤。导电迹线34与电连接器垫36设置在第一表面32a上。提供转移带卷300。胶带卷包括涂布在衬件31上的光学透明的压敏粘合剂38。任选地,衬件包括剥离涂层以便于退绕胶带卷。将转移带层合至第一基底32的第一表面32a,使得粘合剂38与迹线34接触。在一种方法中,衬件31用作第二基底并成为制品的一部分。在另一种方法中,可以移除衬件并丢弃,并且可将第二基层合至粘合剂38上。虽然图3描述了转移带的使用,但也可以使用转移带的切片实施该方法。制品和方法的其他细节可见于U.S. 2009/0087629

(Everaerts等人)中,该专利以引用方式并入本文。

[0116] 实例

[0117] 下面的实例对本发明的目的和有益效果作出更进一步的解释,但这些实例中列举的具体材料和用量以及其他条件和细节不应解释为是对本发明不当的限制。这些实例仅用于示例性目的并且无意于限制所附权利要求书的范围。

[0118] 如实例中所用,“pph”是指每百份聚合物的份数。一百份聚合物包括烷氧基硅烷改性的聚异丁烯聚合物和任何非官能化聚异丁烯(例如MWPIB)的总量。

[0119] 材料

[0120] “BUTYL RUBBER B268”是异丁烯和异戊二烯的共聚物,其以商品名“Exxon™ Butyl Rubber B268”从德克萨斯州贝敦的艾克森美孚公司(ExxonMobil Corporation, Baytown, TX)获得。

[0121] “TACKIFIER”是脂环族烃基增粘剂,其以商品名“Escorez™ 5340”从德克萨斯州贝敦的艾克森美孚公司获得。

[0122] “MWPIB”是非官能化的、中等分子量(80,000g/mol)的聚异丁烯,其以商品名“Oppanol® B15”从新泽西州弗洛厄姆帕尔克的巴斯夫公司(BASF, Florham Park, NJ)获得。

[0123] “PET-1”是涂底漆的聚酯膜,约50微米厚,其以商品名“Hostaphan® 3SAB”从南卡罗来纳州格里尔三菱聚合物薄膜公司(Mitsubishi Polyester Film, Greer, SC)获得。

[0124] “PET-2”是聚酯剥离衬件,其以商品名“SILPHAN S 36M”从伊利诺伊州芝加哥的矽利康公司(Siliconature, Chicago, IL)获得。

[0125] 3-巯基丙基三甲氧基硅烷,一种可湿气固化的官能化学物质,从宾夕法尼亚州莫里斯维尔的盖勒斯特公司(Gelest Inc., Morrisville, PA)获得。

[0126] “IRGACURE 651”是光自由基产生剂,其以商品名“Ciba® IRGACURE® 651”从新泽西州弗洛厄姆帕尔克的巴斯夫公司获得。

[0127] 甲苯从马萨诸塞州比尔里卡的密理博公司(EMD, Billerica MA)获得。

[0128] “SANTOPRENE”是热塑性弹性体,其可以商品名“SANTOPRENE™”购自德克萨斯州贝敦的艾克森美孚公司。

[0129] 测试方法:

[0130] 90°角剥离粘附强度测试

[0131] 使用ASTM国际标准D3330方法F中所述的工序,用IMASS SP-200滑动/剥离测试仪(购自马萨诸塞州阿科德的艾玛氏有限公司(IMASS, Inc., Accord MA))以305mm/分钟(12英寸/分钟)的剥离速率测量90°角的剥离粘附强度。测试面板通过如下来制备:用溶剂润湿的纸巾擦拭面板,用重的手压擦拭该板8到10次。再次用溶剂润湿的干净纸巾将该工序重复两次。所用的测试面板是高密度聚乙烯(HDPE)、聚丙烯(PP)、热塑性弹性体(TPE)、不锈钢(SS)或碱石灰玻璃(玻璃)。使用两种类型的热塑性弹性体:基于乙烯丙烯双烯单体(EPDM)和聚丙烯的TPE-1或基于山都平(SANTOPRENE)的TPE-2。用于清洁HDPE、PP、TPE-1和TPE-2面板的溶剂是异丙醇,并且用于清洁SS和玻璃面板的溶剂是庚烷。然后使清洁后的面板干燥。将粘合剂胶带切割成测量尺寸为1.27cm×20cm(1/2英寸×8英寸)的条带,然后用2.0kg(4.5磅)的橡胶辊将条带辊到清洁后的面板上,共辊两次。测试前,将所制备样本在23℃和50%相对

湿度的条件下储存24小时。针对每个实例测试两个样品,平均值用N/dm表示。注意失效模式,并记录为内聚(COH)(即胶带和测试表面上均有粘合剂裂缝留下的残余物),粘合(ADH)(即粘合剂从测试表面上干净地剥离),以及COH和ADH失效的混合(MIX)(即粘合剂从一些区域干净地剥离并附着到其他区域中的表面)。

[0132] 静态剪切强度

[0133] 如ASTM国际标准D3654工序A中所述在23℃和50%RH下用1000g负荷评估静态剪切强度。用剥离粘附测试中所述的清洁面板和粘附胶带的方法将测量尺寸为1.27cm×15.24cm(1/2英寸×6英寸)的胶带测试样本粘附到3.8cm×5cm(1.5英寸×2英寸)的不锈钢(SS)面板。胶带与面板重叠的部分为1.27cm×2.5cm,将胶带在粘合剂侧自身折叠,然后再折叠。将钩子挂在第二折叠部分中,并通过将胶带钉在钩子上进行固定。将砝码附接到钩子,然后将面板悬挂在设为23℃和50%RH的室中。记录失效时间,以分钟为单位。如果10,000分钟后没有观察到失效,则停止测试并记录10,000分钟的值。也要注意剥离粘附测试中所述的失效模式。

[0134] 光学特性测量

[0135] 粘合剂的光学特性通过将干燥后的胶带夹在1.0mm厚的5cm×7.5cm(2英寸×3英寸)载玻片(获自宾夕法尼亚州拉德诺的VWR International,Radnor,PA),显微镜载玻片(Micro Slides),目录号48382-179)之间进行测量。光学透明的粘合剂(OCA)的浊度、透射率和颜色使用HunterLab UltraScan PRO(购自弗吉尼亚州雷斯顿的亨特联合实验室公司(Hunter Associates Laboratory, Inc, Reston, Virginia))进行测量。

[0136] 制备例1(PE1)

[0137] 3-巯基丙基三甲氧基硅烷接枝PIB(聚合物1)的制备

[0138] 在配备有机械搅拌器、温度计和氮气入口的三颈圆底烧瓶中放入BUTYL RUBBER B268(30.0g)、3-巯基丙基三甲氧基硅烷(1.76g)、IRGACURE 651(0.46g)和甲苯(170.0g)。在升高的温度下(例如40–50℃)在氮气气氛下用磁力搅拌棒搅拌烧瓶的内容物。待所有组分完全溶解后,将烧瓶冷却至室温。然后将混合物用紫外线灯(Sylvania Blacklight Blue F15T8/BLB, 15, 购自马萨诸塞州丹弗斯的欧司朗西尼尔公司(Osram Sylvania, Danvers, MA))紫外线照射6分钟。在紫外线辐照期间,用机械搅拌器搅拌该溶液。该溶液用于另外的制剂而无需纯化。

[0139] 实例1-2(EX1-EX2)和比较例1-2(CE1-CE2)

[0140] 通过将100份上文制备例1中制备的聚合物1和20份ESCOREZ 5340在包含400份甲苯的100mL广口瓶中混合,然后将混合物在辊磨上研磨过夜,来制备实例1的粘合剂组合物。以与实例1相同的方式制备实例2的粘合剂组合物,不同的是将70份聚合物1、30份MWPIB和20份ESCOREZ 5340在包含400份甲苯的100mL广口瓶中混合。分别以与实例1和实例2相同的方式制备比较例1和比较例2的粘合剂组合物,不同的是用BUTYL RUBBER B268替代聚合物1。

[0141] 将所得实例1-实例2和比较例1-比较例2的粘合剂组合物刮刀涂布到15cm×63.5cm(6英寸×25英寸)的PET-1膜条的涂底漆侧上至约381μm(15密耳)的润湿厚度。在设定为70℃的烘箱中将涂布的膜干燥60分钟,以提供具有50μm(2密耳)粘合剂涂层厚度的胶带。将胶带在23℃和50%RH下调节24小时,然后测试90°剥离粘附力和室温剪切强度(RT剪

切力)。测试结果示于下表1中。

[0142] 表1

[0143]

实例	对基底的 90°剥离粘附力(N/dm)							RT 剪切	
	HDPE	PP	TPE-1	TPE-2	SS	玻璃	失效	时间 (分钟)	失效
实例 1	16.7	55.4	22.8	61.7	47.1	41.4	ADH	10000	N/F
实例 2	18.2	66.5	31.4	103.6	41.6	42.1	ADH	10000	N/F
比较例 1	16.5	47.4	26.8	34.1	54.9	41.0	MIX	5400	COH
比较例 2	16.2	59.4	35.6	77.2	38.7	36.6	COH	1250	COH

[0144] N/F=未失效

[0145] 实例3-6 (EX3-EX6)

[0146] 如实例1所述制备实例3和实例4的粘合剂组合物和胶带,不同的是粘合剂厚度是变化的(即对于实例3和实例4,分别为50m和100μm厚),并且涂层基底为PET-2,剥离衬件。如实例2所述制备实例5和实例6的粘合剂组合物和胶带,不同的是粘合剂厚度是变化的(即对于实例3和实例4,分别为50m和100μm厚),并且涂层基底为PET-2,剥离衬件。PET-2剥离衬件上的实例3至实例6的干燥的粘合剂被转移并层合在1.0mm厚的5cm×7.5cm(2英寸×3英寸)显微玻片(获自宾夕法尼亚州拉德诺的VWR国际有限公司,显微玻片,目录号48382-179)上并且如上所述测量它们的光学特性。下表2汇总了实例3至实例6的粘合剂组合物的光学特性的结果。

[0147] 表2

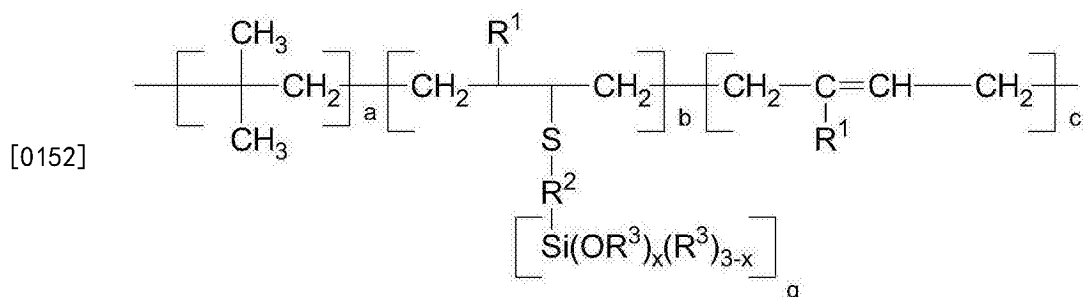
[0148]

实例	透射率%	浊度%	b*
实例3	91.0	0.4	0.19
实例4	90.7	0.4	0.21
实例5	90.9	0.4	0.21
实例6	91.1	0.4	0.20

[0149] 本公开提供以下实施例:

[0150] 1.一种可固化的异丁烯共聚物组合物,其包含:

[0151] 下式的取代的异丁烯共聚物:



[0153] 其中

[0154] 其中a为至少20,b为至少1,并且c可为0;

[0155] R2为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基,每个R3为烷基基团或芳基基团,x为1

至3,并且q为1或2,和增粘剂。

[0156] 2.根据实施例1所述的可固化的异丁烯共聚物,其中所述异丁烯共聚物的1%至5%的重复单元将被烷氧基硅烷基团所取代。

[0157] 3.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物,其包含大于0重量%但小于20重量%的具有侧链烷氧基硅烷基团的聚合单体单元。

[0158] 4.根据实施例3所述的可固化的异丁烯共聚物,其中具有侧链烷氧基硅烷基团的所述聚合单体单元为异戊二烯单体单元。

[0159] 5.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其包含相对于所述组合物的总重量计1至50重量%的增粘剂。

[0160] 6.根据实施例1所述的可固化的异丁烯共聚物,其中R1为二价亚烷基或亚芳基,并且R2为二价亚烷基。

[0161] 7.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其还包含非官能化聚(异丁烯)聚合物。

[0162] 8.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其包含

[0163] a) 大于30重量%的具有侧链烷氧基硅烷基团的异丁烯共聚物;

[0164] b) 1至50重量%的增粘剂;和

[0165] c) 10至50重量%的非官能异丁烯(共)聚合物。

[0166] 9.根据前述实施例中任一项所述的交联的可固化的异丁烯共聚物组合物。

[0167] 10.根据实施例9所述的交联组合物,其具有硅氧烷交联。

[0168] 11.一种粘合剂制品,其包括根据实施例9或10所述的可固化的异丁烯共聚物在背衬上的交联涂层。

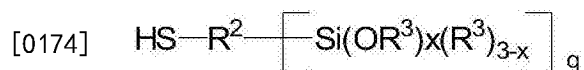
[0169] 12.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其包含相对于所述组合物的总重量计10至50重量%的所述增粘剂。

[0170] 13.根据前述实施例中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其中所述共聚物具有50,000至5,000,000的分子量(Mw)。

[0171] 14.根据前述权利要求中任一项所述的可固化的异丁烯共聚物组合物,其中具有侧链烷氧基硅烷基团的所述异丁烯共聚物通过将巯基硅烷化合物自由基加成到异丁烯共聚物来制备。

[0172] 15.根据实施例1所述的可固化的组合物,其中所述取代的异丁烯共聚物通过将巯基硅烷自由基加成到异丁烯共聚物来制备。

[0173] 16.根据实施例15所述的可固化的组合物,其中所述巯基硅烷具有式:



[0175] 其中

[0176] R²为多价饱和或不饱和的亚烷基或亚芳基,每个R³为烷基基团或芳基基团,x为1至3,并且q为1或2。

[0177] 17.一种光学透明的层合体,其包括:

[0178] 具有至少一个主表面的第一基底;

[0179] 具有至少一个主表面的第二基底;和

[0180] 根据实施例1所述的粘合剂组合物,所述粘合剂组合物设置在所述第一基底的至少一个主表面与所述第二基底的至少一个主表面之间并与所述第一基底的至少一个主表面和所述第二基底的至少一个主表面接触。

[0181] 18.根据实施例17所述的光学透明的层合体,其中所述层合体在450纳米和650纳米之间具有大于约85%的平均透射率。

[0182] 19.一种制品,其包括:

[0183] 具有导电迹线的光学透明的第一基底;

[0184] 设置在所述第一基底上并与所述迹线接触的根据实施例1所述的光学透明的压敏粘合剂。

[0185] 20.根据实施例19所述的制品,其还包括设置在所述粘合剂上的光学透明的第二基底。

[0186] 21.根据实施例20所述的制品,其中所述第一基底和第二基底选自塑料、聚合物膜和玻璃。

[0187] 22.根据实施例19所述的制品,其被整合进电子装置中,所述电子装置选自LCD屏、移动电话、手持装置和膝上型计算机。

[0188] 23.根据实施例19所述的制品,其中所述导电迹线选自氧化铟锡、金、银、铜或铝。

[0189] 24.一种制备制品的方法,所述方法包括以下步骤:

[0190] 提供具有导电迹线的光学透明的第一基底;

[0191] 提供根据实施例1所述的压敏粘合剂;以及

[0192] 将所述压敏粘合剂与所述第一基底层合,使得所述光学透明的粘合剂与所述导电迹线接触。

[0193] 25.根据实施例24所述的制品,其中所述导电迹线选自氧化铟锡、金、银、铜或铝。

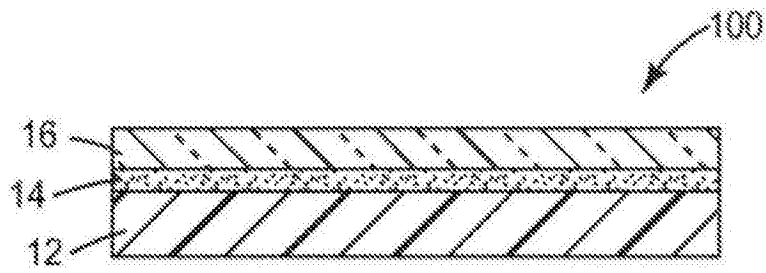


图1

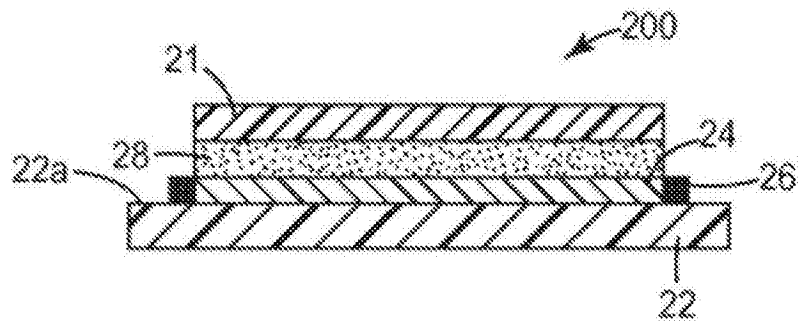


图2

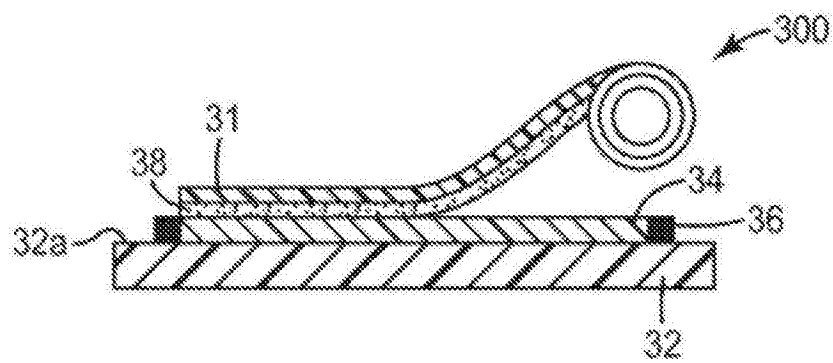


图3