



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0084068
 (43) 공개일자 2015년07월21일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 11/08 (2006.01) *C08F 293/00* (2006.01)
C08F 297/02 (2006.01) *C09J 133/06* (2006.01)
C09J 133/08 (2006.01) *C09J 153/00* (2006.01)
C09J 9/00 (2006.01) *G02B 5/02* (2006.01)
G02F 1/1335 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C09J 11/08 (2013.01)
C08F 293/005 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-7017178(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2008년10월31일
 심사청구일자 없음
- (62) 원출원 특허 10-2010-7012455
 원출원일자(국제) 2008년10월31일
 심사청구일자 2013년10월31일
- (85) 번역문제출일자 2015년06월26일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2008/081957
- (87) 국제공개번호 WO 2009/061673
 국제공개일자 2009년05월14일
- (30) 우선권주장
 60/986,298 2007년11월08일 미국(US)
- (71) 출원인
 쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
 스 33427 쓰리엠 센터
- (72) 발명자
새페 캐빈 알
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
 피스 박스 33427 쓰리엠 센터
셔만 오드리 에이
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
 피스 박스 33427 쓰리엠 센터
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
 양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) 발명의 명칭 **화산 특성을 갖는 광학 접착제**

(57) 요 약

또한 가시광선을 확산시키는 광학 접착제는 광학 접착제인 접착제 매트릭스와 블록 공중합체의 블렌드를 포함한다. 접착제는 감압성 접착제일 수 있으며, 산성 또는 염기성 작용기를 포함한다. 다이블록 공중합체일 수 있는 블록 공중합체는 높은 Tg 블록 및 작용성 블록을 포함하며, 작용성 블록의 작용기는 산-염기 상호작용을 형성하도록 접착제 매트릭스의 작용기와 상보적이다. 접착제는 또한 가교제를 함유할 수 있다.

(52) CPC특허분류
C08F 297/026 (2013.01)
C09J 133/06 (2013.01)
C09J 133/08 (2013.01)
C09J 153/00 (2013.01)
C09J 9/00 (2013.01)
G02B 5/0242 (2013.01)
G02B 5/0294 (2013.01)
G02F 1/133606 (2013.01)

(72) 발명자

막스 리안 이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

밸슨 제임스 엠

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

명세서

청구범위

청구항 1

광학적으로 투명한 감압성 접착제 매트릭스; 및
접착제 매트릭스 내에 분산된 블록 공중합체를 포함하며,
가시광선의 파장보다 크고 1 내지 10마이크로미터의 크기를 갖는 상분리된 마이크로도메인을 포함하는 광투과성
접착제.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 광학 확산 특성을 갖는 접착제에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 정보 디스플레이, 예컨대 액정 디스플레이 및 리어 프로젝션 스크린은 종종 효율적인 동작 및 가독성 (readability) 향상을 위한 광 확산 광학 구성에 의존한다. 이러한 광 확산 구성은 전방 산란광 세기의 큰 손실없이 광원으로부터 광을 전방 산란시킴으로써, 이를 디스플레이에서 중요한 역할을 하는 것으로 추정된다. 이러한 산란되지만, 고 투과율을 갖는 생성된 광은 산란되거나 광원을 향해 다시 반사되는 입사광의 양을 감소 시킴으로써, 이러한 디스플레이에게 바람직한 백그라운드 휘도를 제공한다. 이러한 "후방 산란된" 광의 제거 또는 제한은 이러한 광 확산 구성을 디자인하는데 중요한 요소가 된다. 확산기 (diffuser)는 추가의 확산기 부품을 광학 시스템에 추가하거나, 경우에 따라서는 기존 부품에 확산 특성을 추가시킴으로써 광학 시스템에 포함될 수 있다.

[0003] 광학 시스템에로의 부가적인 부품 추가는 추가의 흡수 계면을 도입하여, 광을 반사할 수 있는 추가의 계면을 형성할 수 있으므로, 조도 손실 및 다른 형태의 이미지 열화를 일으키는 단점이 있다. 게다가, 일부의 다층 시스템에 있어서는 추가의 부품을 부가하는 것이 곤란하거나 불가능할 수 있다.

[0004] 확산 특성의 기존 광학 부품에로의 추가는 예를 들어, 기존 광학 부품 표면을 에칭하거나 샌드블라스팅하거나, 광학 부품, 예컨대 접착제층을 확산 입자로 충전시키거나 확산 입자를 접착제층에 매입함으로써 달성될 수 있다. 그러나, 시스템에서의 확산층의 기존 부품에로의 추가로 인해, 부품 디자인이 복잡하게 되고, 제조 단계가 추가되며, 제조 시에 성능 및 제품 수율에 대하여 악영향을 미칠 수 있다. 특히, 입자의 사용으로, 후방 산란을 통한 입사광의 전체 휘도 또는 투과율이 손상될 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 또한 입자 또는 충전제를 첨가하지 않고도 광을 확산시킬 수 있는 광학 부품 층, 예컨대 접착제층이 바람직하다. 입자 및 충전제의 첨가는 후방 산란 문제 때문 뿐만 아니라, 접착제의 순도를 높이는데 종종 바람직한 과정으로서 여과가 행해지는데, 이러한 입자 및 충전제로 인해 접착제가 여과될 수 없기 때문에, 문제가 많다.

과제의 해결 수단

[0006] 가시광선을 확산시킬 수 있는 접착제 조성물이 제공된다. 일부의 실시형태에 있어서, 이러한 확산 접착제 조성물은 광학적으로 투명한 감압성 접착제 매트릭스, 접착제 매트릭스 내에 분산된 블록 공중합체를 포함하며, 접착제는 가시광선 파장보다 큰 상분리된 마이크로도메인을 포함한다. 접착제 조성물은 추가로 가교제를 포함할 수 있다.

[0007] 광학 필름 및 광학 필름 상에 적어도 부분적으로 코팅된 확산 접착제를 포함하며, 확산 접착제가 광학적으로 투명한 감압성 접착제 매트릭스 및 접착제 매트릭스 내에 분산된 블록 공중합체를 포함하는 광학 제품도

제공된다. 접착제는 상분리된 마이크로도메인을 포함한다.

[0008] 또한, 광학 라미네이트가 제공된다. 광학 라미네이트는 기판, 및 기판에 라미네이팅된 광학 제품을 포함한다. 기판에 라미네이팅된 광학 제품은 광학 필름 및 광학 필름 상에 적어도 부분적으로 코팅된 확산 접착제를 포함하며, 확산 접착제가 광학적으로 투명한 감압성 접착제 매트릭스 및 접착제 매트릭스 내에 분산된 블록 공중합체를 포함한다. 접착제는 상분리된 마이크로도메인을 포함한다.

발명의 효과

[0009] 가시광선을 확산시킬 수 있는 접착제 조성물이 제공된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 또한 가시광선을 확산시키는 기능을 하는 광학 접착제가 개시된다. 확산 접착제 조성물은 접착제 매트릭스 내에 분산된 블록 공중합체를 포함한다. 분산된 블록 공중합체는 균일하게 또는 랜덤하게 분산될 수 있다. 접착제 매트릭스와 블록 공중합체 사이의 산-염기 상호작용은 가교제도 함유할 수 있는 접착제의 구조적 완전성을 돋는다. 확산 접착제는 가시광선 파장보다 큰 상분리된 마이크로도메인을 포함한다. 확산 접착제는 확산 입자를 함유하지 않거나 실질적으로 함유하지 않는다.

[0011] 본 명세서에 사용되는 용어 "접착제"는 2개의 접착체 (adherend)를 함께 부착시키는데 유용한 중합체 조성물을 말한다. 접착제의 예로는 비점착성 접착제 (즉, 콜드 시일 접착제), 열활성화 접착제, 구조용 접착제 및 감압성 접착제가 있다.

[0012] 비점착성 접착제는 대부분의 기판에 대하여 점착성이 한정되거나 낮은 점착성을 나타내지만, 특정한 타겟 기판과 짹을 이루거나 2개의 비점착성 접착제 층을 접촉시키는 경우에 허용가능한 접착 강도를 나타낼 수 있다. 비점착성 접착제는 친화력에 의해 접착된다.

[0013] 열활성화 접착제는 실온에서 비점착성을 나타내지만, 고온에서 점착성을 갖게 되어, 기판에 접합될 수 있다. 이들 접착제는 통상 실온보다 높은 Tg 또는 융점 (Tm)을 갖는다. 온도가 Tg 또는 Tm보다 높게 상승되는 경우에는, 저장탄성률은 통상 감소되며, 접착제는 점착성을 갖게 된다.

[0014] 구조용 접착제란 접착제 접합 강도가 6.0 MPa (1000 psi)를 초과하도록 기타 고강도 재료 (예를 들어, 복합 재료, 또는 금속)를 접합시킬 수 있는 접착제를 지칭한다.

[0015] 감압성 접착제 (PSA) 조성물은 접착제로부터 깨끗하게 제거될 수 있도록 하기를 비롯한 특성을 갖는 것으로 당업자에게 공지되어 있다: (1) 강력하면서 영구적인 점착성, (2) 지압 이하의 접착성, (3) 접착제에 대한 충분한 보유력, 및 (4) 충분한 응집 강도. PSA로서 충분히 기능하는 것으로 밝혀진 재료는 점착성, 박리 접착력, 및 전단 유지력 간의 바람직한 밸런스를 가져오는 필요한 점탄성 특성을 나타내도록 설계되어 제제화된 중합체이다. 적절한 특성 밸런스를 얻는다는 것은 간단한 공정이 아니다.

[0016] 본 명세서에 사용되는 용어 "확산 접착제" 또는 "확산 감압성 접착제"는 가시광선을 광학적으로 투과시키고 또한 확산시키는 접착제 또는 감압성 접착제를 말한다.

[0017] 달리 명시되지 않는 한, "광학적으로 투명한"은 적어도 일부의 가시광선 스펙트럼 (약 400 nm 내지 약 700 nm)에 대하여 고 광투과율을 나타내며, 저 헤이즈를 나타내는 접착제 또는 제품을 말한다.

[0018] 달리 명시되지 않는 한, "광투과성 (optically transmissive)"은 적어도 일부의 가시광선 스펙트럼 (약 400 nm 내지 약 700 nm)에 대하여 고 광투과율을 나타내는 접착제 또는 제품을 말한다.

[0019] 본 명세서에 사용되는 용어 "중합체"는 단독중합체 또는 공중합체인 중합체 재료를 말한다. 본 명세서에 사용되는 용어 "단독중합체"는 1개의 모노머의 반응생성물인 중합체 재료를 말한다. 본 명세서에 사용되는 용어 "공중합체"는 적어도 2개의 상이한 모노머의 반응생성물인 중합체 재료를 말한다. 본 명세서에 사용되는 용어 "블록 공중합체"는 적어도 2개의 상이한 중합체 블록을 서로 공유 결합시켜 생성된 공중합체를 말한다. 2개의 상이한 중합체 블록은 A 블록 및 B 블록으로서 명명된다. 전형적으로, A 블록은 엘라스토머를 응집적으로 강화시키도록 A 블록과 B 블록 사이의 상분리에 의해 강성이 덜한 B 블록으로 형성된 압도적인 연속상 내에 별개의 강화 "마이크로도메인"을 제공한다. 본 명세서에 사용되는 용어 "상분리"는 보다 연성인 B 블록 및 접착제 매트릭스 상으로 구성되는 매트릭스 중의 별개의 강화 A 블록 도메인 (즉, 마이크로도메인)의 존재를 말한다. 확산기로서 기능하기 위해, 상분리된 마이크로도메인은 가시광선 파장 (약 400 nm 내지 약 700 nm) 보다 커야 한다.

- [0020] 용어 "Tg" 및 "유리 전이 온도"는 교호적으로 사용되며, 특정 온도로 가열되고 경질, 글래스상, 또는 취성 상태로부터 가요성 또는 엘라스토머 상태로 다소 급격한 전이를 행하는 경우에 가역적 변화가 무정형 중합체에서 일어날 때의 온도를 말한다. 달리 언급하지 않는 한, Tg 값은 시차주사열량측정법 (DSC)에 의해 측정된 값을 말한다.
- [0021] 본 명세서에 기재된 중합체 사이에 존재하는 "산-염기 상호작용"은 루이스 산-염기형 상호작용으로서 기재될 수 있다. 루이스 산-염기 상호작용은 하나의 화학 성분이 전자 수용체 (산)이고, 다른 하나가 전자 공여체 (염기)인 것을 필요로 한다. 전자 공여체는 추가의 비공유 전자쌍을 제공하며, 전자 수용체는 추가의 비공유 전자쌍을 수용할 수 있는 오비탈 시스템을 제공한다.
- [0022] 본 발명의 확산 접착제의 전형적인 실시형태는 접착제 매트릭스, 접착제 매트릭스에 분산된 블록 공중합체 및 가교제를 포함한다. 접착제 매트릭스와 블록 공중합체 사이의 산-염기 상호작용은 확산 접착제 조성물의 구조적 완전성을 돋는다.
- [0023] 확산 접착제 조성물의 접착제 매트릭스는 일반적으로 광학적으로 투명한 접착제이다. 일부의 실시형태에 있어서, 광학적으로 투명한 접착제는 % 투과율이 95% 이상, 또는 심지어는 99% 이상이다. 또한, 일부의 실시형태에 있어서, 광학적으로 투명한 접착제는 헤이즈 값이 3% 이하, 또는 심지어는 1% 이하이다. 일부의 실시형태에 있어서, 광학적으로 투명한 접착제는 투명도 값이 99% 이상이다. 일부의 실시형태에 있어서, 접착제는 광학적으로 투명한 감압성 접착제이다. 감압성 접착제 성분은 단일 감압성 접착제일 수 있거나, 감압성 접착제는 2개 이상의 감압성 접착제의 배합물일 수 있다.
- [0024] 본 발명에 유용한 광학적으로 투명한 감압성 접착제는 예를 들어, 천연 고무, 합성 고무, 스티렌 블록 공중합체, 폴리비닐아테르, 폴리(메트)아크릴레이트 (아크릴레이트 및 메타크릴레이트 포함), 폴리올레핀, 및 실리콘을 기제로 하는 것들을 들 수 있다.
- [0025] 광학적으로 투명한 감압성 접착제는 일반적으로 아크릴레이트계 감압성 접착제이며, 산성 또는 염기성 공중합체를 포함한다. 대부분의 실시형태에 있어서, 아크릴레이트계 감압성 접착제는 산성 공중합체이다. 일반적으로, 산성 공중합체를 제조하는데 사용되는 산성 모노머의 비율이 증가함에 따라, 생성된 접착제의 응집 강도가 증가된다. 산성 모노머의 비율은 통상 본 발명의 블렌드에 존재하는 산성 공중합체의 비율에 따라 조절된다.
- [0026] 감압성 접착제 특성을 달성하기 위해, 대응하는 공중합체는 얻어진 유리 전이 온도 (Tg) 가 약 0°C 미만이 되도록 조절될 수 있다. 특히 바람직한 감압성 접착제 공중합체는 (메트)아크릴레이트 공중합체이다. 이러한 공중합체는 전형적으로 단독중합체로서 Tg가 약 0°C 미만인 적어도 하나의 알킬 (메트)아크릴레이트 모노머 약 40 중량% 내지 약 98 중량%, 종종 적어도 70 중량%, 또는 적어도 85 중량%, 또는 심지어는 약 90 중량%를 포함하는 모노머로부터 유도된다.
- [0027] 이러한 알킬 (메트)아크릴레이트 모노머의 예로는 알킬기가 약 4개의 탄소 원자 내지 약 12개의 탄소 원자를 포함하는 것으로, n-부틸 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 아이소옥틸 아크릴레이트, 아이소노닐 아크릴레이트, 아이소데실 아크릴레이트, 및 이들의 혼합물을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다. 임의로, 단독 중합체로서 Tg가 0°C를 초과하는 다른 비닐 모노머 및 알킬 (메트)아크릴레이트 모노머, 예컨대 메틸 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 아이소보르닐 아크릴레이트, 비닐 아세테이트, 스티렌 등은 Tg가 낮은 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 모노머 및 공중합성 염기성 또는 산성 모노머와 함께 사용될 수 있지만, 단, 얻어진 (메트)아크릴레이트 공중합체의 Tg는 약 0°C 미만이다.
- [0028] 일부의 실시형태에 있어서, 알콕시기를 포함하지 않는 (메트)아크릴레이트 모노머를 사용하는 것이 바람직하다. 알콕시기는 당업자에게 명백하다.
- [0029] 사용시, 감압성 접착제 매트릭스로서 유용한 염기성 (메트)아크릴레이트 공중합체는 전형적으로 공중합성 염기성 모노머 약 2 중량% 내지 약 50 중량%, 또는 약 5 중량% 내지 약 30 중량%를 포함하는 염기성 모노머로부터 유도된다.
- [0030] 감압성 접착제 매트릭스를 형성하는데 사용되는 경우, 산성 (메트)아크릴레이트 공중합체는 전형적으로 공중합성 산성 모노머 약 2 중량% 내지 약 30 중량%, 또는 약 2 중량% 내지 약 15 중량%를 포함하는 산성 모노머로부터 유도된다.
- [0031] 특정한 실시형태에 있어서, 폴리(메트)아크릴계 감압성 접착제 매트릭스는 아크릴산 약 1 내지 약 20 중량%, 및 아이소옥틸 아크릴레이트, 2-에틸-헥실 아크릴레이트 또는 n-부틸 아크릴레이트 조성물 중 적어도 하나의 약

99 내지 약 80 중량%로부터 유도된다. 일부의 실시형태에 있어서, 감압성 접착제 매트릭스는 아크릴산 약 2 내지 약 10 중량%, 및 아이소옥틸 아크릴레이트, 2-에틸-헥실 아크릴레이트 또는 n-부틸 아크릴레이트 조성을 중 적어도 하나의 약 90 내지 약 98 중량%로부터 유도된다.

[0032] 감압성 접착제는 본질적으로 접착성을 나타낼 수 있다. 필요에 따라, 접착부여제는 감압성 접착제를 형성하도록 기본 재료에 첨가될 수 있다. 유용한 접착부여제로는 예를 들어, 로진 에스테르 수지, 방향족 탄화수소 수지, 지방족 탄화수소 수지, 및 테르펜 수지를 들 수 있다. 감압성 접착제의 광학적 투명도를 감소시키지 않으면, 예를 들어, 오일, 가소제, 산화방지제, 자외선 ("UV") 안정제, 수소화 부틸 고무, 안료, 경화제, 중합체 첨가제, 중점제, 연쇄이동제 및 다른 첨가제를 비롯한 다른 재료가 특수 용도를 위해 첨가될 수 있다.

[0033] 접착제 매트릭스에 분산된 블록 공중합체는 다양한 블록 공중합체 타입 중에서 선택될 수 있다. 블록 공중합체는 예를 들어, 다이블록 공중합체, 트라이블록 공중합체, 스타 (star) 블록 공중합체 또는 이들의 배합물일 수 있다.

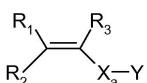
[0034] 일부의 실시형태에 있어서, 블록 공중합체는 A가 Tg가 높은 블록을 나타내고, B가 산성 또는 염기성 작용기를 포함하는 엘라스토머 블록을 나타내는 AB 타입의 다이블록 공중합체이다. A 블록이 B 블록과 충분히 상이한 용해도 파라미터를 가지기 때문에, A 블록 상 및 B 블록 상은 통상 분리된다. 블록 공중합체가 접착제 매트릭스 내에 분산되고 B 블록이 산-염기 상호작용을 통해 접착제 매트릭스와 상호작용하기 때문에, A 블록은 상분리되어, 보다 연성인 엘라스토머 B 블록/접착제 매트릭스의 연속 도메인 내에 별개의 영역 (예를 들어, 마이크로도메인)을 형성할 수 있다. 마이크로도메인이 입사광을 전방 산란시킬 만큼 충분히 크지만, 입사광을 후방 산란시킬 만큼 크지 않는 것이 바람직하다. 전형적으로, 이러한 마이크로도메인은 가시광선의 과장 (약 400 내지 약 700 nm)보다 크다. 일부의 실시형태에 있어서, 마이크로도메인 사이즈는 1.0 내지 10 마이크로미터, 1.0 내지 5.0 마이크로미터 또는 1.0 내지 4.0 마이크로미터, 또는 심지어는 1.05 내지 3.0 마이크로미터이다.

[0035] 일반적으로, A 블록은 Tg가 비교적 높은 모노머를 포함한다. Tg가 높은 모노머는 일반적으로 단독중합체로서 유리 전이 온도 (Tg)가 약 20°C를 초과하는 모노에틸렌성 불포화 모노머이다. 경우에 따라서는, 모노머는 단독 중합체로서 Tg가 40°C를 초과하거나 60°C를 초과한다. 전형적으로, A 블록은 스티렌, 또는 비삼차 (non-tertiary) 알킬 알콜의 (메트)아크릴레이트 에스테르로 구성되는 그룹 중에서 선택되는 모노에틸렌성 불포화 모노머로부터 독립적으로 유도된다. 스티렌은 특히 바람직한 모노머이다.

[0036] 일반적으로, B 블록은 엘라스토머성을 나타내며, 접착제 매트릭스 중합체와 보다 큰 상용성을 갖는 모노머를 포함한다. 게다가, B 블록은 접착제 매트릭스의 작용기와 상보적인 작용기를 포함한다. 접착제 매트릭스가 산성 모노머를 포함하는 경우, B 블록은 염기성 모노머를 포함하며, 접착제 매트릭스가 염기성 모노머를 포함하는 경우, B 블록은 산성 모노머를 포함한다. 일부의 실시형태에 있어서, 접착제 매트릭스는 카르복실산 모노머를 포함하며, B 블록은 염기성 모노머를 포함한다.

[0037] 다양한 염기성 모노머가 블록 공중합체를 제조하는데 유용하다. 일부의 실시형태에 있어서, 염기성 모노머는 질소 함유 모노머, 예컨대 화학식 (I)의 모노머이다:

[0038] [화학식 I]



[0039]

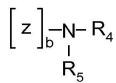
[0040] 상기식에서,

[0041] a는 0 또는 1이고;

[0042] R₁, R₂, 및 R₃는 H- 및 CH₃- 또는 다른 알킬기 중에서 독립적으로 선택되며;

[0043] X는 에스테르기 또는 아미드기 중에서 선택되고;

[0044] Y는 알킬기, 질소 함유 방향족기, 질소 함유기, 예컨대 하기 기:



[0045] (여기서,

[0047] Z는 2가 연결기 (전형적으로 약 1 내지 5개의 탄소 원자)이고;

[0048] b는 0 또는 1이며;

[0049] R₄ 및 R₅는 수소, 알킬기, 아릴기, 사이클로알킬기, 및 아레닐기 중에서 선택된다)이다.

[0050] 상기 기에서의 R₄ 및 R₅는 또한 헤테로사이클을 형성할 수 있다. 모든 실시형태에 있어서, Y, R¹, 및 R²는 또한 헤테로원자, 예컨대 O, S, N 등을 포함할 수 있다. 화학식 I이 본 발명에 유용한 대부분의 염기성 모노머를 요약하고 있지만, 염기성 모노머의 정의를 충족시키는 경우에 (즉, 산으로 적정될 수 있음), 다른 질소 함유 모노머가 가능하다.

[0051] 예시적인 염기성 모노머로는 N,N-다이메틸아미노프로필 메타크릴아미드 (DMAPMAm); N,N-다이에틸아미노프로필 메타크릴아미드 (DEAPMAm); N,N-다이메틸아미노에틸 아크릴레이트 (DMAEA); N,N-다이에틸아미노에틸 아크릴레이트 (DEAEA); N,N-다이메틸아미노프로필 아크릴레이트 (DMAPA); N,N-다이에틸아미노프로필 아크릴레이트 (DEAPA); N,N-다이메틸아미노에틸 메타크릴레이트 (DMAEMA); N,N-다이에틸아미노에틸 메타크릴레이트 (DEAEMA); N,N-다이메틸아미노에틸 아크릴아미드 (DMAEAm); N,N-다이메틸아미노에틸 메타크릴아미드 (DMAEMAm); N,N-다이에틸아미노에틸 아크릴아미드 (DEAEAm); N,N-다이에틸아미노에틸 메타크릴아미드 (DEAEMAm); N,N-다이에틸아미노에틸 비닐 에테르 (DMAEVE); N,N-다이에틸아미노에틸 비닐 에테르 (DEAEVE); 및 그 혼합물을 들 수 있다. 다른 유용한 염기성 모노머로는 비닐피리딘, 비닐이미다졸, 삼차 아미노 작용기를 갖는 스티렌 (예를 들어, 4-(N,N-다이메틸아미노)-스티렌 (DMAS), 4-(N,N-다이에틸아미노)-스티렌 (DEAS)), N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카프로락탐, 아크릴로니트릴, N-비닐 포름아미드, (메트)아크릴아미드, 및 이들의 혼합물을 들 수 있다.

[0052] 전형적으로, 블록 공중합체는 분자량이 10,000 그램/몰을 초과한다. 일부의 실시형태에 있어서, 분자량은 12,000 그램/몰을 초과하거나 심지어는 15,000 그램/몰을 초과한다. 일부의 실시형태에 있어서, 블록 공중합체는 분자량이 10,000 그램/몰을 초과하는 A 블록 및 분자량이 300 그램/몰 이상인 B 블록을 포함한다.

[0053] 일부의 실시형태에 있어서, 조성물이 가교제를 함유하는 것이 바람직하다. 일반적으로, 가교제는 아크릴 공중합체의 카르복실산기와 반응하는 작용기를 포함한다. 이러한 가교제의 예로는 다작용성 아지리딘, 아이소시아네이트 및 에폭시 화합물을 들 수 있다. 아지리딘형 가교제의 예로는 예를 들어, 1,4-비스(에틸렌이미노카보닐아미노)벤젠, 4,4'-비스(에틸렌이미노카보닐아미노)다이페닐메탄, 1,8-비스(에틸렌이미노카보닐아미노)옥탄, 및 1,1'-(1,3-페닐렌 디아카보닐)-비스-(2-메틸아지리딘)을 들 수 있다. 본 명세서에서 "비스아미드"로 명명되는 아지리딘 가교제, 1,1'-(1,3-페닐렌 디아카보닐)-비스-(2-메틸아지리딘) (CAS No. 7652-64-4)가 특히 유용하다. 통상적인 다작용성 아이소시아네이트 가교제로는 예를 들어, 트라이메틸올프로판 톨루엔 디아이소시아네이트, 톨릴렌 디아이소시아네이트, 및 헥사메틸렌 디아이소시아네이트를 들 수 있다.

[0054] 본 발명의 확산 감압성 접착제는 또한 상당량의 후방 산란광 없이 가시광선을 확산시키는 기능을 하는 광학 접착제이다. 광 확산에 의해, % 투과율 또는 투명도가 크게 감소되지 않고서 접착제의 헤이즈 레벨이 증가된다. 전형적으로, 확산 감압성 접착제는 이하의 실시예 색션에 언급된 시험 방법에 의해 측정된 것으로서, 헤이즈 값이 20% 이상이다. 일부의 실시형태에 있어서, 헤이즈 값은 30% 이상이다. 이들 헤이즈 값은 확산 감압성 접착제에 대하여 얻어진 것이며, 또한 접착제는 이하의 실시예 색션에 언급된 시험 방법에 의해 측정된 것으로서, % 투과율 값이 90% 이상이고, 투명도 값이 80% 또는 심지어는 90%이다.

[0055] 본 발명의 확산 감압성 접착제는 바람직한 광학 특성을 나타내는 것 외에도, 이들의 접착 특성을 유지한다. 전형적으로, 확산 감압성 접착제는 이하의 실시예 색션에 언급된 시험 방법을 이용하여, 클래스 기관으로부터 박리되는 경우에 180° 박리 강도가 적어도 10 뉴턴/데시미터이다. 일부의 실시형태에 있어서, 180° 박리 강도는 이하의 실시예 색션에 언급된 시험 방법을 이용하여, 클래스 기관으로부터 박리되는 경우에 적어도 20 뉴턴/데시미터이다.

[0056]

일부의 실시형태에 있어서, 확산 감압성 접착제는 내환경성을 나타낸다. 내환경성 접착제는 기판, 특히 가스 방출 기판 (가스 방출 기판은 후술됨)에 접합되어, 가속 에이징 조건하에 시험되는 경우에, 접착 본드 (adhesive bond)를 유지하는 것이다. 기판에 접합된 확산 감압성 접착제를 시험하기에 유용한 가속 에이징 조건 중에서, 예를 들어, 95°C 및 95% 상대 습도 (RH)에서의 1 주간의 에이징을 들 수 있다. 일반적으로, 가속 에이징 시험을 통과하기 위해서는, 접착 본드는 이하의 실시예 섹션에 언급된 시험 방법에 기재된 바와 같이 본드 라인에서 충간 박리 또는 기포를 나타내지 않는다.

[0057]

접착제 매트릭스 중합체 및 블록 공중합체는 전형적으로 별도로 제조되며, 가교제와 블렌드되어 확산 접착제 조성물이 생성된다.

[0058]

접착제 매트릭스 공중합체는 용액, 방사선, 벌크, 분산, 애멸전, 및 혼탁 중합법을 비롯한 임의의 통상적인 자유 라디칼 중합법에 의해 제조될 수 있다. 하나의 용액 중합법에서, 모노머는 적절한 불활성 유기 용매와 함께, 교반기, 온도계, 냉각기, 첨가 깔때기, 및 온도 조절기를 갖춘 사구 반응용기에 주입된다.

[0059]

농축된 열 자유 라디칼 개시제 용액이 첨가 깔때기에 첨가된다. 그 다음에, 전체 반응 용기, 첨가 깔때기, 및 이들의 내용물이 질소로 펴징되어, 불활성 분위기가 형성된다. 일단 펴징되면, 용기 내의 용액은 첨가되는 자유 라디칼 개시제를 활성화시키도록 적절한 온도로 가열되고, 개시제가 첨가되며, 혼합물은 반응 과정 시에 교반된다. 98% 내지 99%의 전환율은 전형적으로 약 20 시간 내에 얻어질 수 있다.

[0060]

벌크 중합법, 예컨대 미국 특허 제4,619,979호 및 제4,843,134호 (Kotnour 등)에 기재된 연속 자유 라디칼 중합법; 미국 특허 제5,637,646호 (Ellis)에 기재된 배취 반응기를 이용한 실질적인 단열 중합법; 미국 특허 제4,833,179호 (Young 등)에 기재된 혼탁 중합법; 및 PCT 국제 특허공개 제WO 97/33945호 (Hamer 등)에 기재된 폐키징된 예비 접착제 (pre-adhesive) 조성물을 중합하기 위해 기재된 방법도 중합체를 제조하기 위해 사용될 수 있다.

[0061]

사용될 수 있는 적절한 열 자유 라디칼 개시제로는 아조 화합물, 예컨대 2,2'-아조비스(아이소부티로니트릴); 하이드로페온사이드, 예컨대 tert-부틸 하이드로페온사이드; 및 페온사이드, 예컨대 벤조일 페온사이드 및 사이클로헥산온 페온사이드를 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다. 본 발명에 따라 유용한 광개시제는 벤조인 에테르, 예컨대 벤조인 메틸 에테르 또는 벤조인 아이소프로필 에테르; 치환된 벤조인 에테르, 예컨대 아니솔 메틸 에테르; 치환된 아세토페논, 예컨대 2,2-다이-에톡시아세토페논 및 2,2-다이메톡시-2-페닐 아세토페논; 치환된 알파-케톨, 예컨대 2-메틸-2-하이드록시 프로페온; 방향족 설포닐 클로라이드, 예컨대 2-나프탈렌 설포닐 클로라이드; 및 광활성 옥심, 예컨대 1-페닐-1,2-프로판다이온-2-(에톡시카보닐)옥심 중에서 선택되는 것들을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다. 열 유도 및 방사선 유도 중합에 관해서는, 개시제는 모노머의 전체 중량에 대하여 약 0.05 중량% 내지 약 5.0 중량%의 양으로 존재한다.

[0062]

다양한 상이한 공지된 방법은 블록 공중합체의 합성에 유용하다. 이들은 음이온 및/또는 자유 라디칼 중합법을 비롯한 부가 메카니즘에 의해 용매 중에서 제조될 수 있다. 게다가, 이들은 교반된 튜브 반응기를 이용한 연속 법, 예컨대 미국 특허 제6,448,353호 (Nelson 등)에 기재된 방법으로 제조될 수 있다.

[0063]

무용매 실시형태가 본 발명의 범위 내에서 구상화되어 있지만, 전형적으로 확산 접착제 조성물을 블렌드하여 코팅하는데 용매를 사용하는 것이 바람직하다. 특히, 무용매 코팅법, 예컨대 핫 멜트 코팅은 접착제 코팅에 배향을 일으키는 것으로 관찰되며, 이러한 배향은 광학적 복굴절을 일으킬 수 있다 (예를 들어, PCT 국제 특허공개 제WO 97/22675호 참조). 광학적 복굴절은 광학적 이방성 매질에 의한 2개의 불균일하게 반사되거나 투과된 파에로의 광파의 분해 또는 분할이다. 적절한 용매로는 에틸 아세테이트, 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 헵탄, 톨루엔, 및 알콜, 예컨대 메탄올, 에탄올 및 아이소프로판올 및 이들의 혼합물을 들 수 있다. 사용되는 경우, 용매의 양은 통상 성분 (중합체, 가교제 및 임의의 첨가제) 및 용매의 전체 중량에 대하여, 약 30 내지 80 중량 %이다.

[0064]

용매계 (solvent borne) 확산 접착제 혼합물은 임의의 적절한 공정, 예를 들어, 나이프 코팅, 룰 코팅, 그라비아 코팅, 로드 코팅, 커튼 코팅, 및 에어 나이프 코팅에 의해 코팅될 수 있다. 확산 접착제 혼합물은 또한 공지된 방법, 예컨대 스크린 프린팅 또는 잉크젯 프린팅에 의해 프린트될 수 있다. 확산 접착제 코팅은 그 다음에 전형적으로 용매를 제거하도록 건조된다. 일부의 실시형태에 있어서, 코팅은 접착제의 건조를 촉진시키기 위해, 온도 상승되는데, 예컨대 온도 상승은 오븐 (예를 들어, 강제 공기 (forced air) 오븐)에 의해 제공된다.

[0065]

일부의 실시형태에 있어서, 미세 구조 표면을 접착제의 한쪽 또는 양쪽 주표면에 부여하는 것이 바람직할 수 있다. 라미네이션 시에 공기 방출을 돋도록 접착제의 적어도 하나의 표면에 미세 구조 표면을 갖는 것이 바람직

할 수 있다. 접착제층의 한쪽 또는 양쪽 표면에 미세 구조 표면을 갖는 것이 요구되는 경우, 접착제 코팅 또는 층은 미세 구조화 (microstructuring)를 포함하는 공구 또는 라이너 상에 배치될 수 있다. 라이너 또는 공구는 미세 구조 표면을 갖는 접착제층을 노출시키도록 제거될 수 있다. 일반적으로 광학적 적용에 관해서는, 광학 특성과의 간섭을 저지시키도록 미세 구조가 시간이 경과함에 따라 소실되는 것이 바람직하다.

[0066] 확산 접착제는 광학 제품을 제조하는데 사용될 수 있다. 이러한 제품은 광학 필름, 기판 또는 이들 둘다를 포함할 수 있다. 확산 접착제는 분리 확산기 층 또는 필름이 현재 사용되고 있는 용도에 특히 유용하다. 이러한 용도로는 정보 디스플레이, 예컨대 액정 디스플레이 및 리어 프로젝션 스크린을 들 수 있다.

[0067] 광학 필름 및 광학 필름의 적어도 하나의 주표면에 인접한 확산 감압성 접착제층을 포함하는 제품이 제공된다. 상기 제품은 추가로 또 하나의 기판 (예를 들어, 감압성 접착제층에 영구적으로 또는 일시적으로 부착됨), 또 하나의 접착제층, 또는 이들의 조합체를 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "인접한"은 직접 접촉하거나 하나 이상의 층에 의해 분리되어 있는 2개의 층을 지칭하는데 사용될 수 있다. 종종, 인접한 층은 직접 접촉하고 있다.

[0068] 게다가, 적어도 하나의 기판이 가스 방출 기판인 2개의 기판 사이에 위치된 감압성 접착제층을 포함하는 제품이 제공된다. 감압성 접착제층은 가스 방출 기판에 인접한 경우, 기포 형성에 저항성을 나타낸다.

[0069] 일부의 실시형태에 있어서, 얻어진 제품은 광학 소자이거나, 광학 소자를 제조하는데 사용될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "광학 소자"는 광학적 효과 또는 광학적 용도를 갖는 제품을 말한다. 광학 소자는 예를 들어, 전자 디스플레이, 건축 용도, 수송 용도, 프로젝션 용도, 포토닉스 용도, 및 그래픽스 용도에 사용될 수 있다. 적절한 광학 소자로는 스크린 또는 디스플레이, 음극선관, 편광자, 반사기 등을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다.

[0070] 임의의 적절한 광학 필름은 제품에 사용될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "광학 필름"은 광학적 효과를 산출하는데 사용될 수 있는 필름을 말한다. 광학 필름은 전형적으로 단일 층 또는 다층일 수 있는 중합체 함유 필름이다. 광학 필름은 가요성을 나타내며, 임의의 적절한 두께로 될 수 있다. 광학 필름은 종종 전자기 스펙트럼의 일부 파장 (예를 들어, 전자기 스펙트럼의 가시 자외선, 또는 적외선 영역의 파장)에 대하여 적어도 부분적으로 투과성, 반사성, 반사방지성, 편광성, 광학적 투명성 또는 확산성을 나타낸다. 예시적인 광학 필름으로는 가시광선 미러 (visible mirror) 필름, 컬러 미러 필름, 태양 반사 필름, 적외선 반사 필름, 자외선 반사 필름, 반사 편광 필름, 예컨대 휴드 향상 필름 및 이중 휴드 향상 필름, 흡수 편광 필름, 광학적으로 투명한 필름, 틴트 필름, 및 반사방지 필름을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다.

[0071] 일부의 광학 필름은 다층, 예컨대 중합체 함유 재료 (예를 들어, 염료를 함유하거나 함유하지 않는 중합체)로 된 다층 또는 금속 함유 재료 및 중합체 재료로 된 다층을 갖는다. 일부의 광학 필름은 상이한 굴절률을 갖는 중합체 재료로 된 교대 층을 갖는다. 다른 광학 필름은 교대하는 중합체 층 및 금속 함유 층을 갖는다. 예시적인 광학 필름은 하기 특허에 기재되어 있다: 미국 특허 제6,049,419호 (Wheatley 등); 미국 특허 제5,223,465호 (Wheatley 등); 미국 특허 제5,882,774호 (Jonza 등); 미국 특허 제6,049,419호 (Wheatley 등); 미국 특허 제RE 34,605호 (Schrenk 등); 미국 특허 제5,579,162호 (Bjornard 등), 및 미국 특허 제5,360,659호 (Arends 등).

[0072] 제품에 포함된 기판은 중합체 재료, 글래스 재료, 세라믹 재료, 금속 함유 재료 (예를 들어, 금속 또는 금속 산화물), 또는 이들의 배합물을 함유할 수 있다. 기판은 재료로 된 다층, 예컨대 지지층, 프라이머 층, 하드 코트 층, 장식 디자인 등을 포함할 수 있다. 기판은 접착제층에 영구적으로 또는 일시적으로 부착될 수 있다. 예를 들어, 이형 라이너는 접착제층을 또 하나의 기판에 부착시키기 위해 일시적으로 부착된 다음에, 제거될 수 있다.

[0073] 기판은 다양한 기능을 갖는데, 예를 들어, 가요성, 강성, 강도 또는 지지, 반사성, 반사방지성, 편광, 또는 투과율 (예를 들어, 상이한 파장에 대하여 선택적임)을 제공할 수 있다. 즉, 기판은 가요성 또는 강성; 반사성 또는 비반사성; 육안으로 뚜렷하고, 착색되나 투과성 또는 불투명성 (예를 들어, 비투과성); 및 편광성 또는 비편광성을 나타낼 수 있다.

[0074] 예시적인 기판으로는 전자 디스플레이, 예컨대 액정 디스플레이 또는 음극선관의 외부 표면, 윈도 또는 글레이징의 외부 표면, 광학 부품, 예컨대 반사기, 편광자, 회절 격자, 미러, 또는 렌즈의 외부 표면, 또 하나의 필름, 예컨대 장식용 필름 또는 또 하나의 광학 필름 등을 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다.

[0075] 중합체 기판의 대표적인 예로는 폴리카보네이트, 폴리에스테르 (예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 폴리

에틸렌 나프탈레이트), 폴리우레탄, 폴리(메트)아크릴레이트 (예를 들어, 폴리메틸 메타크릴레이트), 폴리비닐 알콜, 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌, 폴리비닐 클로라이드, 폴리이미드, 셀룰로오스 트라이 아세테이트, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체 등을 포함하는 것들을 들 수 있다.

[0076] 일부의 중합체 기판은 "가스 방출" 또는 "아웃가스 방출 (out-gas releasing)"로 명명되는 현상을 행한다. 예를 들어, 강성 층, 예컨대 폴리(메트)아크릴레이트, 폴리카보네이트 등은 특히 비교적 두터운 경우에 (예를 들어, 약 1 밀리미터 내지 수 센티미터의 범위에서), 가스 방출되려는 성향이 있다. 가스 방출 기판은 이들 기판에 인접한 접착제층의 안정성, 투명도, 접착 강도, 또는 다른 바람직한 성능 특성에 악영향을 미칠 수 있다. 가스 방출 기판에 비상용성 접착제층을 사용하면, 결함, 예컨대 기포를 발생시킬 수 있다. 게다가, 가스 방출 기판에 비상용성 접착제층을 사용하면, 가스 방출 기판과 다른 층, 예컨대 광학 필름 사이의 접착 본드의 부분 또는 완전 층간 박리도 일어날 수 있다.

[0077] 가스 방출은 접착제층을 통해 가스 방출 기판에 접합된 다른 층이 저 수분 투과율을 나타내는 경우에 특히 불리 할 수 있다. 적어도 일부의 광학 필름은 저 수분 투과율을 갖는다. 저 수분 투과율 층은 접착 계면이나 접착 제층 내에 가스 축착을 일으키는 가스 방출에 대한 배리어로서 작용할 수 있다. 축착된 가스는 기포 형성, 층간 박리, 접착 강도 감소, 투명도 손실, 또는 이들의 조합의 원인이 될 수 있다. 본 발명의 확산 감압성 접착 제는 종종 가스 방출 기판을 사용한 용도에 사용될 수 있다.

[0078] 다른 실시형태에 있어서, 기판은 이형 라이너이다. 임의의 적절한 이형 라이너가 사용될 수 있다. 예시적인 이형 라이너로는 종이 (예를 들어, 크라프트지) 또는 중합체 재료 (예를 들어, 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌, 에틸렌 비닐 아세테이트, 폴리우레탄, 폴리에스테르, 예컨대 폴리에틸렌 테레프탈레이트 등)로 제조된 것들을 들 수 있다. 적어도 일부의 이형 라이너는 이형제, 예컨대 실리콘 함유 재료 또는 플루오로카본 함유 재료로 된 층으로 코팅된다. 예시적인 이형 라이너로는 상표명 "T-30" 및 "T-10" 하에 CP 필름 (미국 버지니아주 마틴스빌 (Martinsville, Va.) 소재)에서 시판하는, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 필름 상에 실리콘 이형 코팅을 갖는 라이너를 들 수 있으나, 이들에 한정되지 않는다. 당해 라이너는 접착제층의 표면 상에 미세 구조를 형성하기 위하여 접착제에 부여되는 미세 구조를 표면 상에 가질 수 있다. 그 다음에, 라이너는 제거되어, 미세 구조 표면을 갖는 접착제층을 노출시킬 수 있다.

[0079] 이형 라이너는 광학 필름을 또 하나의 기판에 부착시키도록 제거될 수 있다 (즉, 이형 라이너를 제거하여, 접착 제층의 표면을 노출시키고, 이어서 또 하나의 기판 표면에 접합시킬 수 있다). 종종, 접착제층은 이러한 다른 기판에 영구적으로 접합된다.

[0080] 본 발명의 제품의 접착제층의 두께는 적어도 약 1 마이크로미터, 적어도 5 마이크로미터, 적어도 10 마이크로미터, 적어도 15 마이크로미터, 또는 적어도 20 마이크로미터인 성향이 있다. 두께는 종종 약 200 마이크로미터 이하, 약 175 마이크로미터 이하, 약 150 마이크로미터 이하, 또는 약 125 마이크로미터 이하이다. 예를 들어, 두께는 1 내지 200 마이크로미터, 5 내지 100 마이크로미터, 10 내지 50 마이크로미터, 20 내지 50 마이크로미터, 또는 1 내지 15 마이크로미터일 수 있다.

[0081] <실시예>

[0082] 이들 실시예는 단지 예시 목적만을 위한 것이며, 첨부된 청구의 범위의 범주를 제한하려는 것이 아니다. 달리 지시되지 않는 한, 실시예 및 나머지 명세서에서의 모든 부, 백분율, 비 등은 중량 기준이다. 사용한 용매 및 기타 시약은 달리 지시되지 않는 한, 미국 위스콘신주 밀워키 (Milwaukee, Wisconsin) 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니 (Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 획득하였다.

약어에 대한 표

약어 또는 상표명	설명
PSA-1	미국 특허 제 RE 24,906 호 (Ulrich)에 기재된 바와 같이 제조된, IOA 90 부 및 AA 10 부를 함유하고, 에틸 아세테이트 중의 고형분이 28%인 용액 중합된 접착제.
BC-1	블록 공중합체-1, 미국 특허 제 6,969,491 호에 개요된 방법에 따라 시퀀셜리빙 (sequential living) 음이온 중합에 의해 제조된, 스티렌 99 부 : DMAEMA 1 부의 PS-DMAEMA 블록 공중합체, Mn = 37,400, Mw = 78,000.
BC-2	블록 공중합체-2, 미국 특허 제 6,969,491 호에 개요된 방법에 따라 시퀀셜리빙 음이온 중합에 의해 제조된, 스티렌 94 부: DMAEMA 6 부의 PS-DMAEMA 블록 공중합체, Mn = 15,000, Mw = 67,700.
BC-3	블록 공중합체-3, 미국 특허 제 6,969,491 호에 개요된 방법에 따라 시퀀셜리빙 음이온 중합에 의해 제조된, 스티렌 99 부: 비닐피리딘 1 부의 PS-PVP 블록 공중합체, Mn = 20,000.
비스아미드	아지리딘 가교제, 1,1'-(1,3-페닐렌 다이카보닐)-비스-(2-메틸아지리딘) (CAS No. 7652-64-4).
IOA	아이소옥틸 아크릴레이트
AA	아크릴산
이형 라이너	상표명 "T-10" 하에 CP 필름 (미국 버지니아주 마틴스빌 소재)에서 시판되는 이형 라이너.
PS	폴리스티렌
PVP	폴리비닐피리딘
DMAEMA	N,N-2-다이메틸아미노-에틸 메타크릴레이트
PET 필름	폴리에틸렌 테레프탈레이트로 된 프라임된 (primed) 폴리에스테르 필름, 두께 38 마이크로미터

[0083]

시험 방법

[0084]

180° 박리 접착력

[0085]

이러한 박리 접착력 시험은 ASTM D 3330-90에 기재된 시험 방법과 유사한데, 시험에 기재된 스텐레스 강 기판 대신에 글래스 기판을 사용한다 (본 용도에서는 "글래스 기판 박리 접착력 시험"으로도 명명됨).

[0086]

폴리에스테르 필름 상의 접착제 코팅을 1.27 센티미터 × 15 센티미터의 스트립으로 절단하였다. 이어서, 2 칼로그램 롤러를 스트립 위로 1회 통과시키는 것을 이용하여 10 센티미터 × 20 센티미터의 청결하고 용매 세척된 유리 쿠폰 (glass coupon)에 각각의 스트립을 부착시켰다. 접합된 조립체를 실온에 약 1분 동안 두고, 아이마스 (IMASS) 슬립/박리 시험기 (모델 3M90, 미국 오하이오주 스트롱스빌 소재의 인스트루멘터스 인크. (Instrumentors Inc.)로부터 구매가능)를 사용하여 2.3 m/분 (90 인치/분)의 속도로 5 초간의 테이터 수집 시간에 걸쳐 180° 박리 접착력에 대하여 시험하였다. 2개의 샘플을 시험하였으며, 보고한 박리 접착력 값은 2개의 샘플 각각으로부터의 박리 접착력 값의 평균이다.

[0087]

광학 특성

[0088]

7.6 센티미터 × 5 센티미터, 1 밀리미터 두께의 글래스판 상에 접착제 라미네이트를 제조하고, 25.4 마이크로미터 두께의 폴리프로필렌 필름으로 커버하여, BYK-가드너 (Gardner) USA (미국 매릴랜드주 콜롬비아 (Columbia, MD) 소재)에서 시판되는 HB 4725 헤이즈-가드 플러스 (Haze-Gard Plus)를 이용하여 특성을 측정하여, 접착제 샘플의 투과율, 헤이즈 및 투명도를 시험하였다.

[0089]

도메인 사이즈 측정

[0090]

상분리된 마이크로도메인에 대한 도메인 사이즈를 호리바 (Horiba) LA-910 입경 분석기를 사용하여 광산란시켜 측정하였다. 샘플 셀에서의 25.4 마이크로미터 두께의 폴리프로필렌 필름으로 커버된 7.6 센티미터 × 5 센티미터, 1 밀리미터 두께의 글래스판과, 블랭크 셀에서의 블록 공중합체를 함유하지 않는 접착제를 갖는 1 밀리미터 글래스판 상에 시험 접착제 라미네이트를 배치하여 샘플을 시험하였다.

[0092] 내환경성 시험

[0093] 가스 방출 기관 (폴리카보네이트)에 라미네이트를 제조하여, 시험 접착제에 대한 내환경성을 측정하였다. 시험 할 25.4 마이크로미터 (1 밀) 두께의 확산 접착제 샘플을 3.18 밀리미터 (0.125 인치) 두께의 폴리카보네이트 시트에 라미네이팅하여, 그 상부에 51 마이크로미터 (2 밀)의 PET 필름을 라미네이팅하였다. 라미네이트를 금속판 사이에서 100°C에서 1 시간 동안 열처리하였다. 샘플을 95°C 및 95% 상대 습도에서 1 주간 정치시켰다. 그 다음에, 샘플을 육안으로 검사하여, 기포 또는 충간 박리가 육안으로 관찰되지 않으면, "합격"으로서 나타내거나, 기포 또는 충간 박리가 육안으로 관찰되면, "불합격"으로서 나타내었다.

[0094] 실시예 1 내지 11 및 비교예 C1

[0095] 실시예 1 내지 11 각각에 대하여, 에틸 아세테이트 중의 PSA-1 저장 용액을 에틸 아세테이트 : 메탄올의 50 : 30 혼합물로 회석시켜, 15% 고형분 용액을 수득하였다. 이 용액에, 표 1에 나타낸 에틸 아세테이트 중의 블록 공중합체-1, -2, 또는 -3의 용액 (15% 고형분) 및 비스아미드 가교제 0.1 내지 0.2 중량%를 첨가하였다. 비교예 C1에 대해서는, 다만 비스아미드 가교제를 첨가하였다. 얻어진 용액을 캡 코터로 이형 라이너에 254 마이크로미터 (10 밀)의 습윤 두께로 코팅하여, 25.4 마이크로미터 (1 밀)의 건조 두께를 얻었다. 코팅을 70°C 강제 공기 오븐에서 10 분간 건조시켜, 제 2 이형 라이너로 커버하였다. 샘플을 상술한 시험 방법을 이용하여 광학 특성을 시험하였다. 그 결과가 표 2에 예시되어 있다.

표 1

실시예	블록 공중합체 아이덴티티 (Identity)	블록 공중합체 (wt%)
1	BC-1	1
2	BC-1	2
3	BC-1	10
4	BC-2	1
5	BC-2	2
6	BC-2	6
7	BC-2	10
8	BC-3	1
9	BC-3	2
10	BC-3	6
11	BC-3	10

[0096]

표 2

실시예	% 투과율	% 헤이즈	% 투명도	평균 도메인 사이즈 (마이크로미터)
비교예 C1	96.6	0.93	99.2	----
1	93.8	30.4	99	1.84
2	93.6	37.5	98.7	1.23
3	91.9	97.8	79.1	1.90
4	93.7	24.7	99	1.08
5	93.7	24.7	99	1.48
6	92.4	63.2	98	1.41
7	92.7	73	96.8	1.12
8	94	22.9	99.1	1.07
9	93.6	35.9	98.5	1.34
10	92.8	72.5	86.9	2.71
11	92.7	91.7	54.1	2.63

[0098] 실시예 12 내지 29 및 비교예 C2

[0099] 실시예 12 내지 29에 대해서는, 상기 실시예 1 내지 11에 대하여 기재된 절차를 이용하여, 표 3에 나타낸 바와 같이, 두께, 가교제 레벨 및 BC-1의 중량%가 상이한 샘플을 제조하였다. 광학 특성 시험 이외에도, 상술한 시험 방법을 이용하여 샘플에 대하여 또한 180° 박리 시험을 행하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

표 3

실시 예	두께 (마이크로미터)	중량% BC-1	중량% 비스아미드
12	254 (10 밀)	2	0.13
13	254 (10 밀)	5	0.11
14	254 (10 밀)	5	0.14
15	254 (10 밀)	11	0.10
16	254 (10 밀)	11	0.13
17	254 (10 밀)	11	0.15
18	254 (10 밀)	17	0.11
19	254 (10 밀)	17	0.14
20	254 (10 밀)	20	0.13
21	381 (15 밀)	2	0.13
22	381 (15 밀)	5	0.11
23	381 (15 밀)	5	0.14
24	381 (15 밀)	11	0.10
25	381 (15 밀)	11	0.13
26	381 (15 밀)	11	0.15
27	381 (15 밀)	17	0.11
28	381 (15 밀)	17	0.14
29	381 (15 밀)	20	0.13

[0100]

표 4

실시 예	% 투과율	% 해이 즈	% 투명도	180° 박리 접착력 (N/dm)
12	92.9	39.5	97.4	53.5
13	87.0	73.6	90.7	21.4
14	92.2	63.5	96.6	26.0
15	90.0	85.4	95.9	25.1
16	91.7	87.3	88.6	10.1
17	91.5	85.8	92.6	13.8
18	89.6	95.4	89.0	10.9
19	91.0	93.5	81.9	8.1
20	90.1	99.5	20.8	11.0
21	92.4	55.8	96.3	49.4
22	91.8	79.0	93.5	68.0
23	91.8	82.0	73.4	56.9
24	90.3	98.3•68.0		51.4
25	91.0	96.5	55.5	19.4
26	91.4	96.1	52.3	31.4
27	88.1	98.4	48.5	15.6
28	91.1	97.2	18.7	20.9
29	87.6	100	10.8	18.3

[0101]

실시 예 30 내지 31

PSA-1, BC-1 및 비스아미드를 함유하는 제조된 접착제 샘플을 사용하여, 상기 시험 방법에 기재된 바와 같이 내환경성 시험을 위한 샘플을 제조하였다. 실시예 30에 있어서는 접착제가 98 중량% PSA-1, 2 중량% BC-1 및 0.1 중량% 비스아미드 가교제를 함유하였다. 실시예 31에 있어서는 접착제가 85 중량% PSA-1, 15 중량% BC-1 및 0.1 중량% 비스아미드 가교제를 함유하였다. 폴리카보네이트/접착제/PET 필름 라미네이트에 대한 내환경성 시험 결과 및 광학 특성 시험 결과를 표 5에 나타낸다.

표 5

실시 예	내환경성	% 투과율	% 해이 즈	% 투명도
30	합격	84.5	43.0	92.9
31	합격	77.0	90.3	85.4

[0104]