



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0098866
(43) 공개일자 2017년08월30일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C08L 83/04</i> (2006.01) <i>C08G 77/16</i> (2006.01) <i>C08G 77/24</i> (2006.01) <i>C08L 77/12</i> (2006.01) <i>C09J 183/04</i> (2006.01) <i>C09J 7/02</i> (2006.01) <i>G06F 3/041</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류 <i>C08L 83/04</i> (2013.01) <i>C08G 77/16</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2017-7019209 (22) 출원일자(국제) 2015년12월11일 심사청구일자 없음 (85) 번역문제출일자 2017년07월11일 (86) 국제출원번호 PCT/JP2015/006198 (87) 국제공개번호 WO 2016/098334 국제공개일자 2016년06월23일</p> <p>(30) 우선권주장 JP-P-2014-254384 2014년12월16일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인 다투 코닝 도레이 캄파니 리미티드 일본국 도쿄도 100-0004 치요다쿠 오테마치 1-5-1</p> <p>(72) 발명자 후쿠이, 히로시 일본 2990108 치바 이찌하라시 치구사까이간 2-2 도레이 다투 코닝 가부시끼가이샤 내 마사토미, 토루 일본 2990108 치바 이찌하라시 치구사까이간 2-2 도레이 다투 코닝 가부시끼가이샤 내 오가와, 타쿠야 일본 2990108 치바 이찌하라시 치구사까이간 2-2 도레이 다투 코닝 가부시끼가이샤 내</p> <p>(74) 대리인 장훈</p> |
|---|--|

전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 **플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물, 이의 경화물 및 상기 경화물을 구비한 전자 부품 또는 표시 장치**

(57) 요약

(A) $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2_2SiO)_b(R^3SiO_{3/2})_c(SiO_2)_d$ {식 중, 치환기의 10몰% 이상이 플루오로알킬기이며; 기타 치환기는 알킬기 등이며, a, b, c, d는 $0 \leqq a \leqq 0.5$, $0 \leqq b \leqq 0.7$, $0 \leqq c \leqq 1$, $0 \leqq d \leqq 0.7$, $0.3 \leqq c+d \leqq 1$, $a+b+c+d=1$ 을 만족하는 수이다.} (B) $R^4_3Si(OSiR^4_2)_cOSiR^4_3$ (II) {식 중, 치환기의 5몰% 이상이 플루오로알킬기이며; 그 외 R⁴ 중 적어도 2개는 알케닐기이다.} (C) 오가노하이드로젠폴리실록산, (D) 유효량의 하이드로실릴화 반응용 촉매, 및 (E) 용매를 함유하는, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물. 본 발명에 의해, 유전율이 높고 투명성도 양호한 경화성 조성물, 이의 경화물인 감압 접착제 및 표시 장치가 제공된다.

(52) CPC특허분류

C08G 77/24 (2013.01)

C08L 77/12 (2013.01)

C09J 183/04 (2013.01)

C09J 7/0225 (2013.01)

G06F 3/041 (2013.01)

C09J 2201/606 (2013.01)

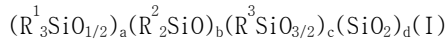
C09J 2203/326 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

(A) 평균 단위식 (I)으로 표시되는 오가노폴리실록산 (A)~(D) 성분의 합에 대해 1~80질량%

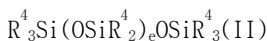


{식 중, R¹, R² 및 R³로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 10몰% 이상이 (C_pF_{2p+1})-R- (R은 탄소 원자수 1~10의 알킬렌기이며, p는 1 이상 8 이하의 정수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이며;

R¹, R² 및 R³로 표시되는 치환기는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이며,

a, b, c, d는 $0 \leq a \leq 0.5$, $0 \leq b \leq 0.7$, $0 \leq c \leq 1$, $0 \leq d \leq 0.7$, $0.3 \leq c+d \leq 1$, a+b+c+d=1을 만족하는 수이다.}

(B) 평균 단위식 (II)로 표시되는 오가노폴리실록산 (A)~(D) 성분의 합에 대해 20~99질량%



{식 중, R⁴로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 5몰% 이상이 (C_pF_{2p+1})-R- (R은 상기와 동일한 기이며, p는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이며;

R⁴는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이며, 또한

모든 R⁴ 중 적어도 2개는 탄소수 2~12의 알케닐기이며,

e는 5<e<100,000을 만족하는 수이다.}

(C) 분자 중에 적어도 2개의 규소 결합 수소 원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 (A) 성분과 (B) 성분의 알케닐기의 합계량 1몰에 대해 본 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자가 0.1~40몰이 되는 양,

(D) 유효량의 하이드로실릴화 반응용 촉매, 및

(E) 용매 (A)~(D) 성분의 합 100질량부에 대해 0~2000질량부

를 함유하는, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 평균 단위식 (I)에 있어서, c가 $0 < c \leq 1$ 의 범위의 수인, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 (A) 성분이 탄소수 2~12의 알케닐기를 함유하지 않는 오가노폴리실록산인, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 (A) 성분 및 (B) 성분 중의 (C_pF_{2p+1})-R- (R은 상기와 동일한 기이며, p는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기가 트리플루오로프로필기인, 플루오로알킬기

함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 (C) 성분이 불소 함유기를 갖는 오가노하이드로겐폴리실록산인, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 (C) 성분이 분자 중에 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R은 상기와 동일한 기이며, p는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기를 갖는 오가노하이드로겐폴리실록산인, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 (C) 성분이 분자 중에 트리플루오로프로필기를 갖는 수지상의 오가노하이드로겐폴리실록산인, 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물로 이루어지는 감압 접착제 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물.

청구항 10

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 감압 접착제층.

청구항 11

제10항에 있어서, 필름상이며 또한 실질적으로 투명한 감압 접착제층.

청구항 12

필름상 기재 상에, 제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층을 갖는 적층체.

청구항 13

제12항에 있어서, 상기 경화층이 감압 접착제층이며, 필름상 기재에 상기 감압 접착제층에 대한 박리층이 제공되어 있는, 적층체.

청구항 14

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 전자 재료 또는 표시 장치용 부재.

청구항 15

제14항에 기재된 전자 재료 또는 표시 장치용 부재를 포함하는 전자 부품 또는 표시 장치.

청구항 16

제11항에 기재된 필름상이며 또한 실질적으로 투명한 감압 접착제층을 포함하는 표시 패널 또는 디스플레이.

청구항 17

일면에 도전층이 형성되어 있는 기재, 및

상기 기재의 도전층 또는 그의 반대측의 면에 부착되어 있는 제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층을 포함하는, 터치 패널.

청구항 18

제17항에 있어서, 상기 도전층이 형성되어 있는 기재는 일면에 ITO층이 형성되어 있는 수지 필름 또는 유리판인, 터치 패널.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유전율이 높고 투명성도 양호한 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물, 이의 경화물인 감압 접착제로 이루어지는 적층체 필름, 및 적층체 필름을 포함하는 표시 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 폴리실록산계 감압 접착제 조성물은 아크릴계나 고무계 감압 접착제 조성물과 비교하여, 전기 절연성, 내열성, 내한성, 각종 피착체에 대한 점착성이 뛰어나기 때문에, 내열성 점착 테이프, 전기 절연성 점착 테이프, 히트 실 테이프, 도금용 마스크 테이프 등에 사용되고 있다. 이들 폴리실록산계 감압 접착제 조성물은 그의 경화 메커니즘에 따라 부가 반응 경화형, 축합 반응 경화형, 피옥사이드 경화형 등으로 분류된다. 실온 방치 혹은 가열에 의해 신속하게 경화하며 부생물을 발생하지 않기 때문에, 부가 반응 경화형 감압 접착제 조성물이 범용되고 있다.

[0003] 폴리실록산계 감압 접착제의 상기 특성 및 높은 투명성을 이용하여, 최근 스마트 디바이스 등의 첨단 일렉트로닉스 표시 소자 분야로의 응용이 검토되고 있다. 이러한 디바이스는 전극층, 표시층을 포함하는 복수층으로 이루어지는 필름을 투명 기재 사이에 끼워 넣은 구조를 취하고 있으며, 전극층, 표시층의 보호 및 층간 점착성 개량을 목적으로, 내열·내한성, 투명성이 높은 폴리실록산계 감압 접착제가 유용하게 작용할 것으로 기대된다.

[0004] 이들 스마트 기기 중에서, 압력 센서 등 센서 용도에 요구되는 감압 접착제의 재료 특성으로서, 뛰어난 투명성 이외에 고유전 특성을 들 수 있다. 센서 감도를 높이기 위해서는, 일정 전압하에서 높은 정전 용량을 얻을 필요가 있으며, 이를 위해서는, 사용하는 재료에 높은 비유전율이 요구된다. 비유전율이 높은 폴리머 재료로서 폴리비닐리덴 플루오라이드 및 폴리비닐리덴 플루오라이드계 공중합체가 있으며, 이들이 압전 재료 및 초전 재료로서 이용할 수 있는 것이 알려져 있다. 예를 들어, 일본 공개특허공보 제2010-108490호(특허문헌 1)에는 비닐리덴 플루오라이드-테트라플루오로에틸렌 공중합체를 포함하는 투명 압전 시트가 기재되어 있으며, 이를 터치 패널에 이용하는 것이 기재되어 있다. 또한, 일본 공개특허공보 제2011-222679호(특허문헌 2)에는 비닐리덴 플루오라이드-테트라플루오로에틸렌 공중합체에 더하여, 비닐리덴 플루오라이드-트리플루오로에틸렌 공중합체 및 폴리비닐리덴 플루오라이드를 투명 압전 시트의 투명 압전체막의 재료로서 이용하는 것이 기재되어 있다. 한편, 비닐리덴 플루오라이드계 폴리머는 그의 높은 결정성 때문에, 필름 등의 성형품을 제조하기 위한 가공성이 떨어진다는 문제가 있다.

[0005] 한편, 투명성 및 가공성이 뛰어난 범용 폴리머 재료의 비유전율은 통상 2~4의 값이지만, 폴리머 구조를 적절히 설계함으로써 이 값을 5~7 또는 그 이상으로 높이는 것이 가능하다. 폴리실록산의 비유전율을 높이기 위해서는, 규소 상(上)의 치환기로서 플루오로알킬기를 도입하는 것이 유효하다는 것은 이미 알려져 있으며, 본 발명자들도 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 경화물이 높은 비유전율을 가지며, 변환기(transducer)용 재료로서 유용하다는 것을 개시했다(국제 공개특허공보 제2014-105959호, 특허문헌 3).

[0006] 한편, 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산을 포함하는 감압 접착제에 대해서도 이미 연구되고 있다. 예를 들어, 미국 특허공보 제5,436,303호(특허문헌 4)에는 R₃SiO_{1/2} 단위(식 중, R은 알킬기) 및 SiO_{4/2} 단위로 이루어지며, 실라놀기를 갖는 MQ 수지 및 플루오로알킬 실리콘을 포함하는 감압 접착제가 개시되어 있다. 또한, 국제 공개특허공보 제1994-6878호(특허문헌 5)에는 플루오로알킬 실리콘과 비닐 모노머로 이루어지는 코폴리머 및 이를 포함하는 용매내성이 양호한 감압 접착제가 기재되어 있다. 이들 기술에서는, 감압 접착의 열쇠가 되는 MQ 수지는 플루오로알킬기를 갖고 있지 않으며, 투명성은 불명하고, 실제로 기재되어 있지 않다. 한편, 미국 특허공보 제7,253,238호(특허문헌 6)에는 구조를 규정한 R₃SiO_{1/2} 단위(식 중, R은 알킬기), R(CH₂=CH)SiO_{2/2} 단위

(식 중, R은 알킬기), 및 $\text{SiO}_{4/2}$ 단위로 이루어지는 플루오로알킬기 함유 MQ 수지 및 이를 포함하는 감압 접착제가 기재되어 있다. 또한, 특허공보 제5,066,078호(특허문헌 7)에는 제조방법이 한정된 플루오로알킬기 함유 MQ 수지 및 이를 포함하는 감압 접착제가 개시되어 있다. 또한, 일본 공개특허공보 제 2010-502781호(특허문헌 8)에는 플루오로알킬 실리콘 감압 접착제 조성물 및 실리콘 라이너로 이루어지는 적층체도 개시되어 있다. 그러나, 이들 감압 접착제 조성물에서는, 과산화물 경화 시스템만이 개시되어 있으며, 경화 속도가 크고 또한 성형 가공 시의 수축이 거의 없어, 소망하는 경화 조건을 설정하기 쉬운 부가형 경화 시스템에 대해서는 검토되지 않았다. 또한, 유전 특성에 대해서도 검토되지 않았으며, 그에 대한 기재도 시사도 이루어지지 않았다. 따라서, 투명성이 뛰어나고 비유전율이 높은 부가 경화형 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산, 이를 포함하는 감압 접착제 적층체 필름, 및 감압 접착제 적층체 필름으로 구성되는 표시 장치에 대해서는 현재까지 보고되어 있지 않다.

[0007] 한편, 광학적으로 투명한 실리콘계 감압 접착제 필름 및 이를 이용한 터치 패널 등의 표시 장치의 제조는 일본 공표특허 제2014-522436호(특허문헌 9) 또는 일본 공표특허 제2013-512326(특허문헌 10) 등에 개시되어 있으나, 이들의 실리콘계 감압 접착제 필름의 성능은 여전히 개선의 여지를 남기고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 공개특허공보 제2010-108490호
 (특허문헌 0002) 특허문헌 2: 일본 공개특허공보 제2011-222679호
 (특허문헌 0003) 특허문헌 3: 국제 공개특허공보 제2014-105959호
 (특허문헌 0004) 특허문헌 4: 미국 특허공보 제5,436,303호
 (특허문헌 0005) 특허문헌 5: 국제 공개특허공보 제1994-6878호
 (특허문헌 0006) 특허문헌 6: 미국 특허공보 제7,253,238호
 (특허문헌 0007) 특허문헌 7: 일본 특허공보 제5,066,078호
 (특허문헌 0008) 특허문헌 8: 일본 공개특허공보 제2010-502781호
 (특허문헌 0009) 특허문헌 9: 일본 공표특허공보 제2014-522436호
 (특허문헌 0010) 특허문헌 10: 일본 공표특허공보 제2013-512326호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 상기 과제를 해결하기 위해 이루어진 것으로, 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 경화물의 뛰어난 투명성을 손상시키지 않고, 감압 접착제로서의 기능을 가지며, 필름 등의 성형품을 제조하기 위한 양호한 가공성을 가지며 또한 비유전율이 높은 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한, 성형 가공 시의 수축이 거의 없고, 경화 속도가 크고, 소망하는 경화 조건을 설정하기 쉬운 부가 경화형의 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한, 상기 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물의 전자 재료, 표시 장치용 전자 부재, 특히 센서 등의 변환기 재료로서의 용도를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기 과제를 해결하기 위해 예의 검토한 결과, 본 발명자들은 특정량 이상의 플루오로알킬기를 함유하는 직쇄상의 액상 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산과, 특정량 이상의 플루오로알킬기를 함유하는 삼차원 수지상의 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산을 주성분으로 하며, 오가노하이드로젠폴리실록산을 사용한 부가 반응에 의해 경화 가능한 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물에 의해 상기 과제를 해결 할 수 있다는 것을 발견하고 본 발명에 도달했다. 상기 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 경화물은 투

명성이 뛰어나며, 비유전율이 높은 새로운 감압 접촉제 재료로서 이용 가능하다. 아울러, 본 발명자들은 상기 플루오로알킬기가 트리플루오로프로필기일 때 상기 과제를 보다 바람직하게 해결할 수 있다는 것과, 상기 오가노하이드로젠폴리실록산이 분자 중에 트리플루오로프로필기를 갖는 수지상의 오가노하이드로젠폴리실록산인 경우에, 상기 과제를 더욱 바람직하게 해결할 수 있다는 것을 발견하고 본 발명에 도달했다.

- [0011] 즉, 본 발명의 제1 목적은,
- [0012] [1] (A) 평균 단위식 (I)으로 표시되는 오가노폴리실록산 (A)~(D) 성분의 합에 대해 1~80질량%
- [0013] $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2_2SiO)_b(R^3SiO_{3/2})_c(SiO_2)_d(I)$
- [0014] {식 중, R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 10몰% 이상이 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R 은 탄소 원자수 1~10의 알킬렌기이며, p 는 1 이상 8 이하의 정수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이며;
- [0015] R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 치환기는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이며,
- [0016] a , b , c , d 는 $0 \leq a \leq 0.5$, $0 \leq b \leq 0.7$, $0 \leq c \leq 1$, $0 \leq d \leq 0.7$, $0.3 \leq c+d \leq 1$, $a+b+c+d=1$ 을 만족하는 수이다.}
- [0017] (B) 평균 단위식 (II)로 표시되는 오가노폴리실록산 (A)~(D) 성분의 합에 대해 20~99질량%
- [0018] $R^4_3Si(OSiR^4_2)_eOSiR^4_3(II)$
- [0019] {식 중, R^4 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 5몰% 이상이 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R 은 상기와 동일한 기이며, p 는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이며;
- [0020] R^4 는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이고, 또한,
- [0021] 모든 R^4 중 적어도 2개는 탄소수 2~12의 알케닐기이며,
- [0022] e 는 $5 < e < 100,000$ 을 만족하는 수이다.}
- [0023] (C) 분자 중에 적어도 2개의 규소 결합 수소 원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산 (A) 성분과 (B) 성분의 알케닐기의 합계량 1몰에 대해 상기 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자가 0.1~40몰이 되는 양,
- [0024] (D) 유효량의 하이드로실릴화 반응용 촉매, 및
- [0025] (E) 용매 (A)~(D) 성분의 합 100질량부에 대해 0~2000질량부를 함유하는 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물에 의해 해결된다.
- [0026] 를 함유하는 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물에 의해 해결된다.
- [0027] 바람직하게는, 본 발명의 제1 목적은 하기 조성물에 의해 해결된다.
- [0028] [2] 상기 평균 단위식 (I)에 있어서, c 가 $0 < c \leq 1$ 의 범위의 수인 [1]의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0029] [3] 상기 (A) 성분이 탄소수 2~12의 알케닐기를 함유하지 않는 오가노폴리실록산인, [1] 또는 [2]의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0030] [4] 상기 (A) 성분 및 (B) 성분 중의 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R 은 상기와 동일한 기이며, p 는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기가 트리플루오로프로필기인, [1]~[3] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0031] 특히, 바람직하게는, 본 발명의 제1 목적은 (C) 성분에 대해서, 하기 조성물에 의해 해결된다.

- [0032] [5] 상기 (C) 성분이 불소 함유기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산인, [1]~[4] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0033] [6] 상기 (C) 성분이 분자 중에 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R은 상기와 동일한 기이며, p는 상기와 동일한 수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산인, [1]~[5] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0034] [7] 상기 (C) 성분이 분자 중에 트리플루오로프로필기를 갖는 수지상의 오가노하이드로젠폴리실록산인, [1]~[6] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물.
- [0035] 본 발명의 제2 목적은 감압 접착제로서의 사용이며, 이하의 발명에 의해 달성된다.
- [0036] [8] [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물로 이루어지는 감압 접착제 조성물.
- [0037] [9] [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물.
- [0038] [10] [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 감압 접착제층.
- [0039] [11] 필름상이며 또한 실질적으로 투명한, [10]에 기재된 감압 접착제층.
- [0040] 본 발명의 제3 목적은 본 발명의 경화성 조성물로 이루어지는 경화층을 갖는 적층체 및 그의 용도이며, 이하의 발명에 의해 달성된다.
- [0041] [12] 필름상 기재 상에, [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층을 갖는 적층체.
- [0042] [13] 상기 경화층이 감압 접착제층이며, 필름상 기재에 상기 감압 접착제층에 대한 박리층이 제공되어 있는, [12]에 기재된 적층체.
- [0043] 본 발명의 제4 목적은 본 발명의 경화성 조성물로 이루어지는 경화물의 전자 재료 또는 표시 장치용 부재로서의 용도 및 이를 포함하는 전자 부품/표시 장치이며, 이하의 발명에 의해 달성된다.
- [0044] [14] [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 전자 재료 또는 표시 장치용 부재.
- [0045] [15] [14]의 전자 재료 또는 표시 장치용 부재를 포함하는 전자 부품 또는 표시 장치.
- [0046] [16] [11]에 기재된 필름상이고 또한 실질적으로 투명한 감압 접착제층을 포함하는 표시 패널 또는 디스플레이.
- [0047] 본 발명의 제5 목적은 본 발명의 경화성 조성물로 이루어지는 경화물을 사용한 터치 패널이며, 이하의 발명에 의해 달성된다.
- [0048] [17] 일면에 도전층이 형성되어 있는 기재, 및
- [0049] 상기 기재의 도전층에 부착되어 있는 [1]~[7] 중 어느 한 항에 기재된 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층을 포함하며, 상기 경화층이 상기 도전층에 부착되어 있는 터치 패널.
- [0050] [18] 상기 도전층이 형성되어 있는 기재는 일면에 ITO층이 형성되어 있는 수지 필름 또는 유리인 [17]에 기재된 터치 패널.

발명의 효과

- [0051] 본 발명에 의하면, 경화물의 투명성이 뛰어나고, 감압 접착제로서 사용할 수 있으며, 필름상 등의 성형 가공성이 양호한 동시에, 비유전율이 높은 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물을 제공할 수 있다. 상기 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물은 부가 경화형이며, 성형 가공 시의 수축이 거의 없고, 경화 속도가 크고 소망하는 경화 조건을 설정하기 쉽다는 이점이 있다. 이러한 플루오로알킬기 함유 오가노폴리실록산 조성물을 사용하여 이루어지는 감압 접착층, 특히 감압 접착 필름은 전자 재료, 표시 장치용 전자 부재, 특히 센서 등의 변환기 재료로서의 용도로 바람직하게 사용할 수 있으며, 특히 상기 감압 접착 필름을 포함하는 터치

패널 등의 표시 장치를 제공할 수 있다는 이점이 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0052] 이하, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물에 대해 상세히 설명한다. 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물은 이하의 (A)~(D) 성분을 함유하여 이루어지는 것이며, 먼저 각 성분에 대해 설명한다.
- [0053] [(A) 성분]
- [0054] (A) 성분은 평균 단위식 (I)으로 표시되는, 일정량 이상의 플루오로알킬기를 가지며 또한 $R^3SiO_{3/2}$ 단위(3관능성 실록시 단위) 또는 SiO_2 단위(4관능성 실록시 단위)를 필수로 하는 수지상의 오가노폴리실록산이다. (A) 성분은 플루오로알킬기를 일정량 갖기 때문에, 동일하게 플루오로알킬기를 갖는 (B) 성분과의 친화성이 뛰어나며, 투명성이 뛰어난 동시에, 비교적 높은 비유전율을 갖는 경화물을 제공한다. 또한, (A) 성분은 삼차원 수지상 구조를 갖기 때문에, 얻어지는 경화물에 감압 접착 특성을 부여할 수 있다.
- [0055] 구체적으로는, 평균 단위식:
- [0056] $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2_2SiO)_b(R^3SiO_{3/2})_c(SiO_2)_d(I)$
- [0057] 식 중, R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 10몰% 이상, 바람직하게는 20몰% 이상, 보다 바람직하게는 40몰% 이상이 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R은 탄소 원자수 1~10의 알킬렌기이며, p는 1 이상 8 이하의 정수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이다. 플루오로알킬기의 함유량이 상기 하한 미만이면, 후술하는 (B) 성분과의 친화성이 저하되고, 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 얻어지는 경화물의 투명성 및 비유전율이 저하되기 때문에 적합하지 않다. 아울러, $(C_pF_{2p+1})-R-$ 으로 표시되는 플루오로알킬기에서의 불소 원자의 함유량이 높은, 즉 p의 값이 큰, 예를 들어 $p \geq 4$ 인 동시에, R인 알킬렌기의 탄소 원자수가 적은 경우에는, 상기 플루오로알킬기의 함유량이 상기 범위의 하한에 가까운 값이어도 본 발명의 기술적 효과를 나타낼 수 있다. 특히, (A) 성분 중의 불소 원자의 함유율은 (B) 성분과의 친화성 및 비유전율을 고려하면 10질량% 이상인 것이 바람직하다. 또한, 플루오로알킬기로서 트리플루오로프로필기를 선택하는 경우, 상기 R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 40몰% 이상, 특히 50몰% 이상으로 하는 것이 본 발명의 가장 바람직한 형태 중 하나이다.
- [0058] $(C_pF_{2p+1})-R-$ 으로 표시되는 플루오로알킬기는 본 발명의 (A) 성분, (B) 성분에서의 필수 관능기이며, (C) 성분에서도 바람직한 관능기이다. 이러한 플루오로알킬기는 비유전율이 뛰어난 경화물을 제공하는 동시에, 각 성분이 불소 원자를 가짐으로써 각 성분의 상용성을 개선하고, 투명성이 뛰어난 경화물을 제공한다. 이러한 플루오로알킬기의 구체예로서는, 트리플루오로프로필기, 펜타플루오로부틸기, 헵타플루오로헥틸기, 노나플루오로헥실기, 운데카플루오로헵틸기, 트리데카플루오로옥틸기, 펜타데카플루오로노닐기, 헵타데카플루오로데실기이다. 이 중에서, 감압 접착성, 경제성, 제조 용이성, 얻어지는 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 성형 가공성의 관점에서 p=1의 기, 즉 트리플루오로프로필기가 바람직한 기이다.
- [0059] R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 치환기는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이다. 탄소수 1~12의 알킬기로서는, 경제성, 내열성을 고려하면 메틸기가 바람직하다. 탄소수 2~12의 알케닐기로서는, 경제성, 반응성의 관점에서 비닐기, 알릴기, 헥세닐기, 옥테닐기가 바람직하며, 비닐기 및 헥세닐기가 보다 바람직하게 사용된다. 또한, 탄소수 6~20의 아릴기로서는, 경제성의 관점에서 페닐기, 메틸페닐(톨릴)기, 나프틸기가 바람직하다. 탄소수 7~20의 아랄킬기로서는, 벤질기, 페네틸기가 바람직하게 사용된다. 또한, 탄소수 1~6의 알콕시기로서는, 메톡시기, 에톡시기, n-프로폭시기가 바람직하다. 또한, R^1 , R^2 및 R^3 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 일정량 이상은 상기 플루오로알킬기이며, 그 이외는 메틸기, 페닐기 또는 수산기인 것이 바람직하다.
- [0060] 본 발명의 (A) 성분은 경화물의 감압 접착성의 제어의 견지에서, 탄소수 2~12의 알케닐기를 실질적으로 함유하

지 않는 오가노폴리실록산인 것이 바람직하다. 구체적으로는, R¹, R² 및 R³로 표시되는 치환기가 상기 플루오로 알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이며, 탄소수 2~12의 알케닐기가 모든 치환기의 1몰% 이하, 0.5몰% 이하 또는 0.1몰% 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 탄소수 2~12의 알케닐기를 전혀 갖지 않는 것이 바람직하다. 이들 관능기를 포함하지 않는 오가노폴리실록산은 경화 후의 감압 접착제로서의 기능 제어를 용이하게 하기 때문이다.

[0061] 본 발명의 (A) 성분은 R³SiO_{3/2} 단위(3관능성 실록시 단위) 또는 SiO₂ 단위(4관능성 실록시 단위)를 필수로 하는 수지상의 오가노폴리실록산이며, 평균 단위식 (I)에 있어서, a, b, c, d는 $0 \leqq a \leqq 0.5$, $0 \leqq b \leqq 0.7$, $0 \leqq c \leqq 1$, $0 \leqq d \leqq 0.7$, $0.3 \leqq c+d \leqq 1$, a+b+c+d=1을 만족하는 수이다. 특히, 3관능성 실록시 단위 및 4관능성 실록시 단위의 합계의 전체 실록시 단위에 대한 비율, 즉 c+d의 범위는 0.30 이상인 것이 필요하며, 0.40 이상, 0.50 이상 또는 0.60 이상인 것이 바람직하고, 0.65~0.99의 범위인 것이 특히 바람직하다. 또한, 본 발명의 (A) 성분은 3관능성 실록시 단위 및 4관능성 실록시 단위를 함께 갖는, $0 < c \leqq 1$ 인 동시에 $0 < d \leqq 0.7$ 인 것이 바람직하고, 특히 3관능성 실록시 단위를 일정량 갖는($0.1 \leqq c \leqq 1$) 것이 바람직하다.

[0062] 즉, a, b, c, d는 보다 바람직하게는, $0 \leqq a \leqq 0.50$, $0 \leqq b \leqq 0.50$, $0.10 \leqq c \leqq 0.95$, $0.05 \leqq d \leqq 0.50$, $0.65 \leqq c+d \leqq 0.99$, a+b+c+d=1을 만족하는 수이다. 특히 b=0일 수 있으며, $0.01 \leqq a \leqq 0.50$ 일 수 있다.

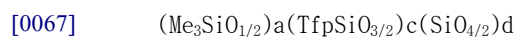
[0063] 본 발명의 (A) 성분의 분자량에 대해서는 특별히 제한은 없으나, 겔 침투 크로마토그래피(Gel Permeation Chromatography)법으로 측정된 중량 평균 분자량이 500 이상, 보다 바람직하게는 800 이상, 또는 1,000 이상인 것이 바람직하다. 상기 분자량이 상기 하한보다 작은 경우, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 얻어지는 경화물의 점착성 또는 접착성이 불충분해지며, 감압 접착제로서 기능하지 않는 경우가 있기 때문이다.

[0064] 본 발명의 (A) 성분은 상기 요건을 만족하는 1종의 오가노폴리실록산일 수도 있으며, 또한 적어도 2종의 오가노폴리실록산의 혼합물일 수도 있다. 적어도 2종의 오가노폴리실록산인 경우, 그의 혼합물이 상기 평균 단위식으로 표시되는 것일 수 있으며, 각각의 오가노폴리실록산이 상기 요건을 만족하는 평균 단위식 (I)으로 표시되는 오가노폴리실록산인 것이 보다 바람직하다.

[0065] 본 발명의 (A) 성분의 구체예로서는, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂ViSiO_{1/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂ViSiO_{1/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂ViSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂ViSiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (MeSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (MeSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂ViSiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (MeSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산,

(Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂PhSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (MeSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂SiO_{2/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, (MeSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, (PhSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, (MePhSiO_{2/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (TfpMe₂SiO_{1/2}) 단위, (MeTfpSiO_{2/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산 등을 들 수 있다. 여기서, Me는 메틸기를, Ph는 페닐기를, Vi는 비닐기를, Tfp는 트리플루오로프로필기를 나타낸다. 또한, 감압 접촉성 제어의 견지에서, 비닐기 등의 알케닐기를 포함하지 않는 폴리실록산이 바람직하다.

[0066] 본 발명의 (A) 성분은 이들 실록시 단위로 이루어지는 1종 이상의 오가노폴리실록산 또는 그의 혼합물인 것이 바람직하며, 특히 바람직한 예로서,



[0068] 로 표시되는 오가노폴리실록산을 들 수 있다. 여기서, a, c, d는 상기와 동일한 수이며, 0.01 ≦ a ≦ 0.50, 0.10 ≦ c ≦ 0.95, 0.05 ≦ d ≦ 0.50, 0.65 ≦ c+d ≦ 0.99, a+c+d=1을 만족하는 수인 것이 특히 바람직하다. 아울러, 그 적절한 분자량은 겔 침투 크로마토그래피법으로 측정된 중량 평균 분자량이 500 이상, 보다 바람직하게는 800 이상, 또는 1,000 이상이다.

[0069] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물 중에서 (A) 성분의 사용량(배합량)은 (A)~(D)

성분의 함(전체를 100질량%로 한다)에 대해 1~80질량%의 범위이며, 감압 접착제로서의 성능의 견지에서 10~75질량%가 바람직하고, 20~70질량%가 바람직하며, 25~65질량%의 범위가 보다 바람직하다. (A) 성분의 사용량이 상기 범위 내이면, 본 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물의 역학 강도가 충분히 높고 또한 상기 경화물이 감압 접착제로서 기능하기 때문이다.

[0070] 본 발명의 (A) 성분은 $(R^1_3SiO_{1/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물, (R^2_2SiO) 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물, $(R^3_3SiO_{3/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물, 및 (SiO_2) 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물의 혼합물의, 산 또는 염기 화합물, 혹은 그 양자의 존재하에 혹은 비존재하에, 가수분해 및 축합 반응을 적어도 포함하는 공지의 반응에 의해 제조된다.

[0071] $(R^1_3SiO_{1/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, R^1_3SiCl , $(R^1_3Si)_2O$, 및 R^1_3SiOMe 가 예시된다. 여기서, Me는 메틸기를 나타낸다. (R^2_2SiO) 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, $R^2_2SiCl_2$, $R^2_2Si(OMe)_2$, $HO(R^2_2SiO)_nH$, 및 $(R^2_2SiO)_x$ [x는 3~8의 정수]가 예시된다. 또한, $(R^3_3SiO_{3/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, $R^3_3SiCl_3$ 및 $R^3_3Si(OMe)_3$ 가 예시된다. 또한, (SiO_2) 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, $SiCl_4$, $Si(OMe)_4$, $Si(OEt)_4$, 및 이들 테트라알콕시실란의 부분 가수분해 축합물이 예시된다. 여기서, Et는 에틸기를 나타낸다.

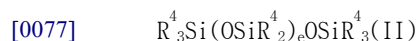
[0072] 가수분해 반응은, 예를 들어 염산, 황산, 트리플루오로아세트산, p-톨루엔설폰산, 또는 트리플루오로메탄설폰산 등의 강산 촉매 존재하에서 수행할 수 있다. 가수분해의 반응 온도는 $-10\sim 100^\circ C$ 인 것이 바람직하며, $20\sim 80^\circ C$ 인 것이 보다 바람직하다. 이 때, 축합 반응도 통상 동시에 진행한다. 이 축합 반응을 원활하게 진행시키기 위해, 상기 가수분해에 의해 생성하는 부생성물(알코올, 할로겐화 수소 등)을 반응계 외로 제거하면서 반응을 수행할 수도 있다. 또한, 축합 반응의 도중에 이 반응 혼합물에 염기성 화합물을 첨가하여, 반응계 내를 염기성으로 함으로써 축합 반응을 더욱 진행시키는 것도 가능하다. 이 때의 염기성 화합물로서는 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화세슘 등이 예시된다.

[0073] 축합 반응 종료 후, 반응계 내를 중화하기 위해 염기성 화합물 또는 산성 화합물을 첨가하는 것이 권장된다. 반응계 내가 산성인 경우에는, 예를 들어 수산화칼륨, 탄산수소나트륨, 탄산나트륨, 및 탄산칼륨 등의 염기성 무기염; 및 트리에틸아민, 트리부틸아민, 암모니아, 및 피리딘 등의 유기 염기를 사용할 수 있다. 이들 염기성 화합물의 사용량은 중화 당량 이상인 것이 바람직하다. 한편, 반응계 내가 염기성인 경우에는, 예를 들어 아세트산, 포름산, 구연산, 인산, 옥살산, 탄산 가스, 드라이 아이스 등을 사용하여 반응계 내를 중화할 수 있다. 중화 공정에 의해 생성된 염류는 유기상(有機相)과 수상(水相) 사이에서의 추출 조작 혹은 여과 조작에 의해 용이하게 제거할 수 있다.

[0074] [(B) 성분]

[0075] (B) 성분은 평균 단위식 (II)로 표시되는, 일정량 이상의 플루오로알킬기를 가지며, 적어도 2개의 알케닐기를 가지며, 또한 특정 분자쇄 길이를 갖는 직쇄상의 오가노폴리실록산이다. (B) 성분은 플루오로알킬기를 일정량 갖기 때문에, 동일하게 플루오로알킬기를 갖는 (A) 성분과의 친화성이 뛰어나며, 투명성이 뛰어나며, 또한 비교적 높은 비유전율을 갖는 경화물을 제공한다. 또한, (B) 성분은 분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖기 때문에, (C) 성분과의 부가 반응(하이드로실릴화 반응)에 의해 가교하여, 성형성 및 반응 제어성 및 투명성이 뛰어난 경화물을 제공한다.

[0076] 구체적으로는, 평균 단위식:



[0078] 식 중, R^4 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 5몰% 이상, 바람직하게는 10몰% 이상, 보다 바람직하게는 15몰% 이상이 $(C_pF_{2p+1})-R-$ (R 은 탄소 원자수 1~10의 알킬렌기이며, p는 1 이상 8 이하의 정수이다)으로 표시되는 플루오로알킬기이다. 여기서, 플루오로알킬기의 종류 및 바람직한 예시는 (A) 성분에서의 플루오로알킬기와 동일하며, 트리플루오로프로필기가 가장 바람직하다. 플루오로알킬기의 함유량이 상기 하한 미만이면, 상기 (A) 성분과의 친화성이 저하되고, 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 얻어지는 경화물의 투명성 및 비

유전율이 저하되기 때문에 적합하지 않다.

- [0079] R^4 로 표시되는 치환기는 동일하거나 또는 독립적으로 상기 플루오로알킬기, 탄소수 1~12의 알킬기, 탄소수 2~12의 알케닐기, 탄소수 6~20의 아릴기, 탄소수 7~20의 아랄킬기, 수산기, 혹은 탄소수 1~6의 알콕시기이며, 상기와 동일한 기가 예시된다. 여기서, 본 발명의 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 얻어지는 경화물에 실용적인 역학 강도를 부여하기 위해, R^4 로 표시되는 치환기 중 적어도 2개의 탄소수 2~12의 알케닐기이며, 경제성, 반응성의 관점에서 비닐기, 알릴기, 헥세닐기, 옥테닐기가 바람직하고, 비닐기 및 헥세닐기가 보다 바람직하게 사용된다. 즉, R^4 로 표시되는 규소 원자 상의 모든 치환기의 일정량 이상은 상기 플루오로알킬기이며, 적어도 2개는 탄소수 2~12의 알케닐기이며, 그 이외의 기는 상기 알킬기 등이다. 바람직하게는, (B) 성분 중의 탄소수 2~12의 알케닐기의 함유량은 0.01~1.00질량%, 0.02~0.25질량%일 수 있으며, 상기 플루오로알킬기 및 탄소수 2~12의 알케닐기 이외의 기는 메틸기, 페닐기 또는 수산기인 것이 바람직하다.
- [0080] 식 중, e의 값은 $5 < e < 100,000$ 을 만족하는 수이며, 바람직하게는 $20 < e < 10,000$, 보다 바람직하게는 $25 < e < 5,000$ 이다. e의 값이 이 범위를 벗어나면, 얻어지는 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 성형 가공성이 악화되거나, 얻어지는 경화물의 역학 강도가 불충분해지는 경우가 있다. (B) 성분인 오가노폴리실록산의 중합도는 $^{29}\text{Si-NMR}$ 을 이용한 피크 강도의 적분비에 의해 결정 가능하다.
- [0081] 본 발명의 (B) 성분은 상기 요건을 만족하는 1종의 오가노폴리실록산일 수도 있으며, 또한 적어도 2종의 오가노폴리실록산의 혼합물일 수도 있다. 적어도 2종의 오가노폴리실록산인 경우, 그의 혼합물이 상기 평균 단위식으로 표시되는 것일 수 있으며, 각각의 오가노폴리실록산이 상기 요건을 만족하는 평균 단위식 (II)로 표시되는 오가노폴리실록산인 것이 보다 바람직하다.
- [0082] 본 발명의 (B) 성분의 구체예로서는, 양말단 트리메틸실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 트리메틸실릴-폴리메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸페닐실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸페닐실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸페닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸페닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 하이드록시디메틸실릴-폴리메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 하이드록시디메틸실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸페닐실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸페닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리디메틸페닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 하이드록시디메틸실릴-폴리디메틸메틸비닐메틸페닐메틸트리플루오로프로필실록산 공중합체, 양말단 디메틸비닐실릴-폴리메틸트리플루오로프로필실록산 등을 들 수 있다.
- [0083] 본 발명의 (B) 성분은 $(R^1_3\text{SiO}_{1/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물 및 $(R^1_2\text{SiO})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물의 혼합물의, 산 또는 염기 화합물, 혹은 그 양자의 존재하에 혹은 비존재하에, 통상 공지의 반응, 즉 가수분해 및 축합 반응을 포함하는 반응, 혹은 개환 및 중합 말단 정지를 포함하는 반응, 혹은 이들을 조합시킨 반응에 의해 제조된다.
- [0084] $(R^1_3\text{SiO}_{1/2})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, $R^1_3\text{SiCl}$, $(R^1_3\text{Si})_2\text{O}$, 및 $R^1_3\text{SiOMe}$ 가 예시된다. 여기서, Me는 메틸기를 나타낸다. $(R^1_2\text{SiO})$ 단위를 형성할 수 있는 전구체 화합물로서는, $R^1_2\text{SiCl}_2$, $R^1_2\text{Si}(\text{OMe})_2$, $\text{HO}(R^1_2\text{SiO})_n\text{H}$, 및 $(R^1_2\text{SiO})_x$ [x는 3~8의 정수]가 예시된다.
- [0085] 본 발명의 조성물에서 (B) 성분은 경화성 조성물의 주성분이며, 그 사용량은 (A)~(D) 성분의 합(전체를 100질량%로 한다)에 대해 20~99질량%의 양이고, 바람직하게는 30~80질량%, 보다 바람직하게는 40~70질량%이다. 상기 범위의 상한 이하이면, 본 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물의 역학 강도가 충분히 높고, 한편 상기 범위 하한 이상이면, 상기 경화물이 감압 접촉체로서 기능하기 때문이다.
- [0086] [(C) 성분]
- [0087] (C) 성분은 본 발명 조성물의 가교제이며, 분자 중에 적어도 2개의 규소 결합 수소 원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산이다. 상기 오가노하이드로젠폴리실록산은 불소 원자를 갖거나 갖지 않을 수도 있으나, 불소 함유

틸하이드로젠메틸트리플루오로프로필시클로폴리실록산, 1, 1, 3, 5, 5-펜타메틸-3-트리플루오로프로필트리실록산, 트리스(디메틸실록시실릴)트리플루오로프로필실란, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₃SiO_{1/2}) 단위, (MeHSiO_{2/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, (MeHSiO_{2/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (MeSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (PhSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, (TfpSiO_{3/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 폴리실록산 등을 들 수 있다. 이들은, 1종을 단독으로 사용할 수도 있고, 또한 적어도 2종의 오가노폴리실록산의 혼합물일 수도 있다. 여기서, Me는 메틸기를, Ph는 페닐기를, Tfp는 트리플루오로프로필기를 나타낸다.

[0093] 바람직한 (C) 성분은 수지상의 오가노하이드로젠폴리실록산이며, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (TfpSiO_{3/2}) 단위로 이루어지는 수지상의 오가노하이드로젠폴리실록산, (Me₂HSiO_{1/2}) 단위, 및 (SiO_{4/2}) 단위로 이루어지는 수지상의 오가노하이드로젠폴리실록산이 예시된다. (TfpSiO_{3/2}) 단위 또는 (SiO_{4/2}) 단위에 대한 (Me₂HSiO_{1/2}) 단위의 몰 비는 1.0~2.0의 범위인 것이 특히 바람직하다.

[0094] 본 발명의 (C) 성분은 공지의 제조 방법, 예를 들어 불소 원자 함유 유기기 혹은 비함유 유기기 및/또는 반응성 관능기를 갖는 알콕시실란류, 클로로실란류, 또는 실록산류를 산 또는 염기 화합물, 혹은 그 양자의 존재하에 혹은 비존재하에 가수분해 및 축합 반응을 적어도 포함하는 반응이나, 개환 중합을 포함하는 반응으로 제조할 수 있다. 특히, 플루오로알킬기를 갖는 (C) 성분은 플루오로알킬기를 갖는 알콕시실란류를 원료로서 사용하는 가수분해 및 축합 반응을 적어도 포함하는 방법이나, 개환 중합 반응을 포함하는 방법으로 제조할 수 있다.

[0095] 본 발명의 조성물에서 (C) 성분의 사용량은 (A) 성분과 (B) 성분의 알케닐기의 합계량 1몰에 대해 본 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자가 0.1~40몰이 되는 양이다. (C) 성분의 사용량이 상기 범위 외이면, 본 조성물의 경화가 불충분해지거나, 경화 후의 경화물의 역학 강도가 저하되는 경우가 있다. 바람직한 (C) 성분의 사용량은 (B) 성분의 분자량에 의존하는데, (A) 성분과 (B) 성분의 알케닐기의 합계량 1몰에 대해 본 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자가 0.5~20몰이 되는 양이다. (B) 성분의 분자량이 커질수록, (C) 성분의 적절한 사용량은 많아지는 경향이 있다. (A) 성분이 알케닐기를 포함하지 않고, (B) 성분의 중합도 e가 100~1000의 범위인 경우, (C) 성분은 (B) 성분의 알케닐기의 합계량 1몰에 대해 본 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자가 0.5~5.0 몰의 범위에 있는 것이 바람직하고, 0.5~3.0몰의 범위인 것이 특히 바람직하다.

[0096] [(D) 성분]

[0097] (D) 성분인 하이드로실릴화 반응용 촉매는 하이드로실릴화 반응을 촉진할 수 있는 한 특정한 것으로 한정되지 않는다. 하이드로실릴화 반응 촉매로서 지금까지 많은 금속 및 화합물이 알려져 있으며, 이들 중에서 적절히 선택하여 본 발명에 사용할 수 있다. 하이드로실릴화 반응 촉매의 예로서, 구체적으로는 실리카 미세 분말 또는 탄소 분말 담체 상에 흡착시킨 미립자상 백금, 염화 백금산, 알코올 변성 염화 백금산, 염화 백금산의 올레핀 착체, 염화 백금산과 비닐실록산의 배위 화합물, 백금흑, 팔라듐, 및 로듐 촉매를 들 수 있다.

[0098] 하이드로실릴화 반응용 촉매의 사용량은 유효량이며, 본 발명의 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 경화를 촉진하는 양이면 특별히 한정되지 않는다. 구체적으로는, (A)~(D) 성분의 합(전체를 100질량%로 한다)에 대해, 이 촉매 중의 금속 원자가 질량 단위로 0.01~1,000 ppm, 바람직하게는 (D) 성분 중의 백금 금속 원자가 0.1~500 ppm의 범위 내가 되는 양이다. 이는, (D) 성분의 함유량이 상기 범위의 하한 미만이면, 경화가 불충분해지는 경우가 있으며, 상기 범위의 상한을 초과하면, 경제적이지 못할 뿐 아니라 얻어지는 경화물의 착색 등, 투명성에 악영향을 미치는 경우가 있다.

[0099] [(E) 용매]

[0100] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물은 그대로 경화 반응에 제공할 수 있으나, 한편, 상기 조성물이 고형상인 경우나 점성 액상인 경우에는, 그의 혼화성 및 취급성을 향상시키기 위해 필요에 따라 유기 용매를 사용할 수도 있다. 특히, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을

필름상으로 도공(塗工)하는 경우, 전체 점도가 100~10,000 mPa·s가 되는 범위로 용매를 사용하여 점도 조절을 하는 것이 바람직하며, 용매로 희석하는 경우, 상기 (A)~(D) 성분의 함(100질량부)에 대해 0~2000질량부의 범위로 사용할 수 있다. 즉, 본 발명 조성물에 있어서, (E) 용매는 0질량부일 수도 있다.

- [0101] 여기서 사용하는 유기 용매로서는, 조성물 중의 전체 구성 성분 또는 일부 구성 성분을 용해시킬 수 있는 화합물이면 그 종류는 특별히 한정되지 않으며, 끓는점이 80℃ 이상 200℃ 미만인 것이 바람직하게 사용된다. 예를 들어, i-프로필 알코올, t-부틸 알코올, 시클로헥산올, 시클로헥사논, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 톨루엔, 자일렌, 메시틸렌, 1, 4-디옥산, 디부틸 에테르, 아니솔, 4-메틸 아니솔, 에틸벤젠, 에톡시벤젠, 에틸렌 글리콜, 에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 에틸렌 글리콜 디에틸 에테르, 2-메톡시에탄올(에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르), 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 디에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르, 1-메톡시-2-프로필 아세테이트, 1-에톡시-2-프로필 아세테이트, 옥타메틸시클로테트라실록산, 및 헥사메틸디실록산 등의 비할로젠계 용매, 트리플루오로메틸벤젠, 1, 2-비스(트리플루오로메틸)벤젠, 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠, 1, 4-비스(트리플루오로메틸)벤젠, 트리플루오로메틸클로로벤젠, 트리플루오로메틸플루오로벤젠, 하이드로 플루오로 에테르 등의 할로젠계 용매를 들 수 있다. 이들 유기 용매는 단독으로 사용할 수도 있으며, 2종 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다. 경화성 조성물 중에 플루오로알킬기의 함유량이 높을수록, 상기 할로젠계 용매의 사용 비율을 높일 필요가 있다.
- [0102] 여기서 사용하는 유기 용매의 양은 상기 (A)~(D) 성분의 함을 100질량부로 했을 때, 0~2,000질량부의 범위가 바람직하고, 5~500질량부, 10~300질량부가 보다 바람직하다.
- [0103] 본 조성물의 25℃에서 점도는 특별히 한정되지 않으나, 바람직하게는 100~100,000 mPa·s의 범위 내, 더욱 바람직하게는 300~10,000 mPa·s, 특히 바람직하게는 1,000~8,000 mPa·s의 범위 내이다. 바람직한 점도 범위로 설정하는 목적으로 상기 유기 용매의 사용량을 조정하는 것도 가능하다.
- [0104] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물에는 상기 성분 외에, 본 발명의 목적을 해치지 않는 한, 필요에 따라 이들 이외의 성분을 첨가하여 배합할 수 있다. 다른 성분으로서, 하이드로실릴화 반응 억제제, 접착성 향상제, 내열성 향상제, 충전제, 안료 그 외 종래 공지의 각종 첨가제가 예시된다. 예를 들어, 전체의 점도 조정이나 유전성의 향상 등의 기능성 개선을 목적으로, 무기 충전제를 배합할 수도 있다.
- [0105] 하이드로실릴화 반응 억제제는 (A), (B) 및 (C) 성분과의 사이에서 발생하는 가교 반응을 억제하여, 상온에서의 사용 가능 시간을 연장하고, 보존 안정성을 향상하기 위해 배합하는 것이다. 따라서, 본 발명의 경화성 조성물에 있어서, 실용상 필연적으로 배합되는 성분이다.
- [0106] 하이드로실릴화 반응 억제제로서, 아세틸렌계 화합물, 엔인(enyne) 화합물, 유기 질소 화합물, 유기 인 화합물, 옥심 화합물이 예시된다. 구체적으로는, 3-메틸-1-부틴-3-올, 3, 5-디메틸-1-헥신-3-올, 3-메틸-1-펜텐-3-올, 1-에틴일-1-시클로헥산올, 페닐부틴올 등의 알킨 알코올; 3-메틸-3-펜텐-1-인, 3, 5-디메틸-1-헥신-3-인 등의 엔인 화합물; 1, 3, 5, 7-테트라메틸-1, 3, 5, 7-테트라비닐시클로테트라실록산, 1, 3, 5, 7-테트라메틸-1, 3, 5, 7-테트라헥세닐시클로테트라실록산 등의 메틸알케닐시클로테트라실록산; 벤조트리아졸이 예시된다.
- [0107] 하이드로실릴화 반응 억제제의 배합량은 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 상온에서의 사용 가능 시간을 연장하고, 보존 안정성을 향상하는데 유효한 양이다. 통상, 성분 (A) 100질량%당 0.001~5질량%의 범위 내이며, 바람직하게는 0.01~2질량%의 범위 내이나, 본 성분의 종류, 백금계 촉매의 성능과 함유량, (A) 성분과 (B) 성분 중의 알케닐기양, (C) 성분 중의 규소 원자 결합 수소 원자량 등에 따라 적절히 선정할 수 있다.
- [0108] 접착성 향상제는 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물이 경화 도중에 접착하고 있는 기재에의 접착성 향상을 위한 것이다. 상기 조성물의 경화물인 감압 접착제층을 갖는 감압 접착 테이프 혹은 시트를 재박리하지 않는 경우에 유효한 첨가제이다. 접착성 향상제로서, 비닐트리에톡시실란, 알릴트리에톡시실란, 알릴트리에톡시실란, 3-글리시독시프로필트리에톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필트리에톡시실란 등의 유기 관능성 알콕시 실란 화합물, 그의 실록산 유도체가 예시된다.
- [0109] 기타 임의 성분으로서, 본 발명의 기술적 효과를 손상시키지 않는 한, 페놀계, 퀴논계, 아민계, 인계, 포스파이트계, 황계, 티오에테르계 등의 산화방지제; 트리아졸계, 벤조페논계 등의 광안정제; 인산 에스테르계, 할로젠계, 인계, 안티몬계 등의 난연제; 양이온계 계면활성제, 음이온계 계면활성제, 비이온계 계면활성제 등으로 이루어지는 1종 이상의 대전방지제; 염료, 안료 등이 예시된다.
- [0110] 본 발명에 관한 조성물에 있어서, 충전제는 필요에 따라 사용할 수도 사용하지 않을 수도 있다. 충전제를 사용

하는 경우에는 무기 충전제 및 유기 충전제 중 어느 하나 또는 모두를 사용할 수 있다. 사용하는 충전제의 종류는 특별히 한정되지 않으나, 예를 들어 고유전성 충전제, 도전성 충전제, 절연성 충전제 및 보강성 충전제를 들 수 있으며, 이들의 1종 이상을 사용할 수 있다. 특히, 본 발명의 조성물에는 그의 투명성, 도공성 및 취급 작업성을 해치지 않는 범위에서, 점도의 조정 또는 기능성의 부여를 목적으로 고유전성 충전제, 도전성 충전제, 절연성 충전제 및 보강성 충전제로 이루어지는 군에서 선택되는 1종 이상의 충전제를 함유할 수 있다. 충전제의 일부 또는 전부는 1종 이상의 표면 처리제에 의해 표면 처리되어 있을 수도 있다.

[0111] 충전제는 1종 또는 2종 이상일 수 있으며, 그의 형상은 특별히 한정되는 것은 아니며, 입자상, 판상, 침상, 섬유상 등의 임의의 형상의 것을 사용할 수 있다. 필러의 형상이 입자인 경우, 필러의 입자 지름은 특별히 한정되는 것은 아니나, 예를 들어 레이저 광 회절법으로 측정된 경우, 그 부피 평균 입자 지름은, 예를 들어 0.001 ~ 500 μm 의 범위로 할 수 있다. 또한, 필러의 사용 목적에 따라, 필러의 부피 평균 입자 지름은 300 μm 이하, 200 μm 이하, 100 μm 이하, 10 μm 이하, 혹은 0.01 μm 이상, 0.1 μm 이상, 1 μm 이상으로 할 수 있다. 필러의 형상이 판상, 침상, 섬유상 등의 이방성인 경우, 필러의 애스펙트비는 1.5 이상, 5 이상, 또는 10 이상일 수 있다. 부피 평균 입자 지름이 0.01 μm 이하이고, 또한 최대 입자의 입자 지름이 0.02 μm 이하인 미립자를 사용하면, 실질적으로 투명성이 높은 경화물, 특히 감압 접착 필름을 제조할 수 있다.

[0112] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물은 상기 (A)~(D) 성분을 균일하게 혼합함으로써, 또한 필요에 따라 기타 임의의 성분을 첨가하여 균일하게 혼합함으로써 제조할 수 있다. 각종 교반기 혹은 혼련기를 사용하여 상온에서 혼합할 수 있으나, 혼합 중에 경화하지 않는 성분의 조합이면 가열하에서 혼합할 수도 있다.

[0113] 혼합 중에 경화하지 않으면, 각 성분의 배합 순서는 특별히 제한되는 것은 아니다. 혼합 후, 즉시 사용하지 않을 때는, (C) 성분과 (D) 성분이 동일한 용기 내에 존재하지 않도록 복수의 용기에 나누어 보관해 두고, 사용 직전에 전체 용기 내의 성분을 혼합하는 것이 바람직하다.

[0114] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물의 경화 반응은 통상 상기 조성물을 가열 혹은 활성 에너지선에 노출시킴으로써 달성된다. 열에 의한 경화 반응 온도는 특별히 한정되지 않으나, 50 $^{\circ}\text{C}$ 이상 200 $^{\circ}\text{C}$ 이하가 바람직하며, 60 $^{\circ}\text{C}$ 이상 200 $^{\circ}\text{C}$ 이하가 보다 바람직하고, 80 $^{\circ}\text{C}$ 이상 180 $^{\circ}\text{C}$ 이하가 더욱더 바람직하다. 또한, 경화 반응에 요하는 시간은 상기 (A), (B), (C) 성분의 구조에 의존하지만, 통상 1초 이상 3시간 이하이다. 일반적으로는, 90~180 $^{\circ}\text{C}$ 의 범위 내에서 10초~30분 유지함으로써 경화물을 얻을 수 있다.

[0115] 경화 반응에 사용될 수 있는 활성 에너지선으로서, 자외선, 전자선, 및 방사선 등을 들 수 있으나, 실용성의 면에서 자외선이 바람직하다. 자외선에 의해 경화 반응을 수행하는 경우는, 사용하는 자외선에 대해 높은 활성을 갖는 하이드로실릴화 반응용 촉매, 예를 들어 비스(2, 4-펜탄디오나토) 백금 착체, (메틸시클로펜타디에닐) 트리메틸 백금 착체를 첨가하는 것이 바람직하다. 자외선 발생원으로서, 고압 수은 램프, 중압 수은 램프, Xe-Hg 램프, 및 딥 UV 램프 등이 바람직하며, 이 때의 조사량은 100~8,000 mJ/cm^2 가 바람직하다.

[0116] 본 발명의 경화물은 상기 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 것을 특징으로 한다. 경화물의 형상은 특별히 한정되지 않으며, 예를 들어 시트상, 필름상, 테이프상을 들 수 있다.

[0117] [감압 접착제층으로서의 사용]

[0118] 본 발명의 경화물은 특히 실질적으로 투명한 감압 접착제층으로서 사용할 수 있다. 여기서, 실질적으로 투명이란, 두께 10~1000 μm 의 필름상의 경화물을 형성시킨 경우, 육안으로 투명한 것을 의미하는 것이며, 대체로 파장 450 nm의 광의 투과율이 공기의 값을 100%로 한 경우에 80% 이상이다.

[0119] 본 발명에 따른 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물은 필름상 기재, 테이프상 기재, 또는 시트상 기재(이하, 「필름상 기재」라고 한다)에 도공한 후, 상기 온도 조건하에서 가열함으로써 경화시켜 상기 기재의 표면에 감압 접착제층을 형성할 수 있다. 이들 필름상 기재 상에 본 발명에 따른 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층, 특히 필름상의 감압 접착제층을 갖는 적층체는 점착 테이프, 반창고, 저온 지지체, 전자 필름, 라벨, 엠블럼(emblem) 및 장식 또는 설명용 표시에 사용할 수 있다. 또한, 본 발명에 따른 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층은 자동차 부품, 완구, 전자 회로, 또는 키보드의 조립에 사용할 수 있다. 혹은, 본 발명에 따른 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층, 특히 필름상의 감압 접착제층은 적층 터치 스크린 또는 평판 디스플레이(Flat Panel Display)의 구축 및 이용에 사용할 수도 있다.

[0120] 기재의 종류로서, 판지, 골판지, 클레이 코팅지, 폴리올레핀 라미네이트지, 특히 폴리에틸렌 라미네이트지, 합

성 수지 필름·시트, 천연 섬유포, 합성 섬유포, 인공 피혁포, 금속박이 예시된다. 특히, 합성 수지 필름·시트가 바람직하며, 합성 수지로서, 폴리아미드, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 폴리염화비닐, 폴리염화비닐리덴, 폴리카보네이트, 폴리에틸렌테레프탈레이트, 나일론이 예시된다. 특히 내열성이 요구되는 경우에는, 폴리아미드, 폴리에테르 에테르 케톤, 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN), 액정 폴리아릴레이트, 폴리아미드이미드, 폴리에테르 술폰 등의 내열성 합성 수지의 필름이 바람직하다. 한편, 표시 장치 등 시인성이 요구되는 용도에서는, 투명 기재, 구체적으로는 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 폴리염화비닐리덴, 폴리카보네이트, 폴리에틸렌테레프탈레이트, PEN 등의 투명 재료가 바람직하다.

[0121] 상기 기재는 필름상 또는 시트상인 것이 바람직하다. 그의 두께는 특별히 제한되지 않으나, 통상 5~300 μm 정도이다. 또한, 지지 필름과 감압 접착층의 밀착성을 향상시키기 위해, 프라이머 처리, 코로나 처리, 에칭 처리, 플라즈마 처리된 지지 필름을 사용할 수도 있다. 또한, 필름상 기재의 감압 접착층면과 반대면에는 흡집 방지, 오염 방지, 지문 부착 방지, 눈부심 방지, 반사 방지, 대전 방지 등의 처리 등의 표면 처리된 것일 수도 있다.

[0122] 기재에의 도공 방법으로서, 그라비아 코팅, 오프셋 코팅, 오프셋 그라비아, 오프셋 전사 롤 코터 등을 이용한 롤 코팅, 리버스 롤 코팅, 에어나이프 코팅, 커튼 플로 코터(curtain flow coater) 등을 이용한 커튼 코팅, 콤팩트 코팅, 메이어 바, 그 외 공지의 경화층을 형성하는 목적으로 사용되는 방법을 제한없이 사용할 수 있다.

[0123] 도공량은 용도에 따라 설정되지만, 특히 유전층 및 투명한 감압 접착층으로서 이용되는 경우에는, 경화한 후의 감압 접착층의 두께로서 1~1,000 μm이며, 20~900 μm일 수 있고, 100~800 μm일 수 있다.

[0124] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층이 감압 접착층, 특히 실질적으로 투명한 감압 접착제 필름인 경우, 상기 경화층은 박리 코팅능을 갖는 박리층을 갖는 필름 기재 상에 박리 가능한 상태로 점착한 적층체 필름으로서 취급하는 것이 바람직하다.

[0125] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물은 전자 재료, 표시 장치용 부재 또는 변환기용 부재(센서, 스피커, 액추에이터, 및 제너레이터용을 포함한다)로서 유용하며, 상기 경화물의 바람직한 용도는 전자 부품 또는 표시 장치의 부재이다. 특히, 필름 형태의 경화물, 특히 실질적으로 투명한 감압 접착제 필름은 표시 패널 또는 디스플레이용 부재로서 바람직하며, 특히 화면을 손가락 끝 등으로 접촉함으로써 기기, 특히 전자 기기를 조작 가능한 소위 터치 패널 용도로 특히 유용하다.

[0126] [표시 패널 또는 디스플레이용 부재]

[0127] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물은 적층 터치 스크린 또는 평판 디스플레이의 구축 및 이용에 사용할 수 있으며, 그의 구체적인 사용 방법은 감압 접착층(특히, 실리콘 PSA)의 공지의 사용 방법을 특별히 제한없이 사용할 수 있다.

[0128] 예를 들어, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물은 상기 일본 공표특허 제2014-522436호(특허문헌 9) 또는 일본 공표특허 제2013-512326(특허문헌 10) 등에서 개시된 광학적으로 투명한 실리콘계 감압 접착제 필름 혹은 점착체층으로서, 터치 패널 등의 표시 장치의 제조에 사용할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물은 특허문헌 10에 기재된 점착층 또는 점착 필름으로서 특별히 제한없이 사용할 수 있다.

[0129] 일례로서, 본 발명에 따른 터치 패널은 일면에 도전층이 형성되어 있는 전도성 플라스틱 필름 등의 기재, 및 상기 도전층이 형성된 측 또는 그 반대측의 면에 부착되어 있는 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화층을 포함하는 터치 패널일 수 있다. 상기 기재는 시트상 또는 필름상 기재인 것이 바람직하며 수지 필름 또는 유리판이 예시된다. 또한, 상기 전도성 플라스틱 필름은 일면에 ITO층이 형성되어 있는 수지 필름 또는 유리판, 특히 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름일 수 있다. 이들은 상기 일본 공표특허 제2013-512326(특허문헌 10) 등에 개시되어 있다.

[0130] 그 외에, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물은 터치 패널 등의 표시 장치의 제조에 사용하는 편광판용 점착 필름으로서 사용할 수도 있으며, 일본 공개특허공보 제2013-065009호에 기재된 터치 패널과 디스플레이 모듈간의 접합에 사용되는 감압 접착층으로서 사용할 수도 있다.

[0131] **산업상 이용 가능성**

[0132] 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물, 이를 경화하여 이루어지는 경화물의 용도로서

는 상기에 개시한 외에 아무런 제약이 없으며, 본 발명의 플루오로알킬기 함유 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화하여 이루어지는 경화물을 포함하여 이루어지는 감압 접착 필름은 텔레비전 수상기, 컴퓨터용 모니터, 휴대 정보 단말용 모니터, 감시용 모니터, 비디오 카메라, 디지털 카메라, 휴대 전화, 휴대 정보 단말, 자동차 등의 계기판용 디스플레이, 다양한 설비·장치·기기의 계기판용 디스플레이, 자동 발매기, 현금 자동 입출금기 등, 문자나 기호, 화상을 표시하기 위한 다양한 평판 디스플레이(FPD)에 사용할 수 있다. 장치로서는 CRT 디스플레이, 액정 디스플레이, 플라즈마 디스플레이, 유기 EL 디스플레이, 무기 EL 디스플레이, LED 디스플레이, 표면 전해 디스플레이(SED), 전계 방출형 디스플레이(FED) 등의 표시 장치나, 이들을 이용한 터치 패널에 응용이 가능하다. 본 발명의 필름은 이들 디스플레이 표면의 흠집 방지, 오염 방지, 지문 부착 방지, 대전 방지, 반사 방지, 피킹(peeking) 방지 등의 목적으로 사용할 수도 있다.

[0133] 실시예

[0134] 이하, 본 발명에 대해 실시예를 들어 설명하지만, 본 발명은 이들에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0135] 이하에 나타내는 실시예에서는 하기의 화합물을 사용했다.

[0136] <(A) 성분>

[0137] 성분 (A1): $M_{0.13}T_{0.78}^{Tfp}Q_{0.09}$ ($Mw=1.85 \times 10^3$)

[0138] 성분 (A2): $M_{0.05}T_{0.73}^{Tfp}Q_{0.22}$ ($Mw=1.09 \times 10^3$)

[0139] 성분 (A3): $M_{0.14}T_{0.55}^{Tfp}Q_{0.31}$ ($Mw=1.09 \times 10^3$)

[0140] 성분 (A4): $M_{0.13}T_{0.66}^{Tfp}Q_{0.21}$ ($Mw=1.88 \times 10^3$)

[0141] 성분 (A5): $M_{0.10}T_{0.69}^{Tfp}Q_{0.21}$ ($Mw=1.52 \times 10^3$)

[0142] 성분 (A6): $M_{0.13}T_{0.54}^{Tfp}Q_{0.33}$ ($Mw=3.82 \times 10^3$)

[0143] 성분 (A7): $M_{0.35}T_{0.19}^{Tfp}Q_{0.46}$ ($Mw=3.60 \times 10^3$)

[0144] 성분 (A8): $M_{0.21}T_{0.68}^{Tfp}Q_{0.11}$ ($Mw=6.90 \times 10^2$)

[0145] 위의 식 중, T^{Tfp} 는 (3, 3, 3-트리플루오로프로필)SiO_{3/2}기를 나타내며, M은 트리메틸실릴기를 나타내며, Q는 SiO_{4/2}기를 나타낸다.

[0146] Mw는 각 성분의 중량 평균 분자량이며, 테트라하이드로푸란(THF)을 용매로 사용하여 GPC(겔 침투 크로마토그래피)로 측정된 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량이다.

[0147] 오가노폴리실록산의 구조는 ²⁹Si-핵자기공명 스펙트럼 분석(니혼덴시가부시키가이샤(JEOL Ltd.) 제품 JNM-ECA500)에 의해 확인을 수행했다.

[0148] [상기 (A1)~(A8) 성분의 합성]

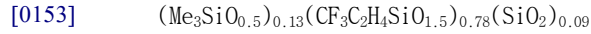
[0149] 이하의 방법에 의해 상기 (A1)~(A8) 성분을 합성하고, 겔 침투 크로마토그래피를 이용한 분석에 의해 중량 평균 분자량을 구했다. 또한, 오가노폴리실록산의 구조는 ²⁹Si-핵자기공명 스펙트럼 분석(니혼덴시가부시키가이샤 제품 JNM-ECA500)에 의해 확인을 수행했다.

[0150] [합성예 1: (A1)]

[0151] 적하 깔때기(dropping funnel), 온도계 및 Dean-Stark관과 환류 냉각관을 부착한 200 ml의 플라스크에 3.15 g의 헥사메틸디실록산, 12.96 g의 물 및 0.04 g의 트리플루오로메탄 설폰산을 투입하고, 실온에서 5.39 g의 테트라에톡시실란 및 45.24 g의 트리플루오로프로필트리메톡시실란의 혼합물을 적하했다. 적하 후 1시간 교반하고, 그 후 4시간 가열 환류를 수행했다. 생성한 메탄올 및 에탄올을 제거한 후, 32.98 g의 1, 3-비스(트리플루오로

메틸)벤젠 및 0.17 g의 수산화칼륨을 가했다. 가열하면서 생성한 물을 증류 제거하고, 추가로 6시간 가열 환류를 수행했다. 냉각 후, 이 계에 0.08 g의 아세트산을 투입하고 중화 처리를 수행했다. 이어서, 생성한 염을 여과하고, 고형분이 70.9중량%가 되도록 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠을 증류 제거하여 생성물을 얻었다.

[0152] 겔 침투 크로마토그래피를 이용한 분석에 의해, 중량 평균 분자량은 1.85×10^3 이었다. 또한 ^{29}Si -핵자기공명 스펙트럼 분석에 의해 구조식



[0154] 로 표시되는 트리플루오로프로필기 함유 실록산 화합물인 것이 확인되었다.

[0155] [합성에 2~10: (A2)~(A10)의 합성]

[0156] 상기 합성에 1에 있어서, 각 성분의 질량(g)을 표 1에 나타내는 바와 같이 한 것 외에는 합성에 1과 동일하게 하여 (A2)~(A10) 성분을 합성했다.

[0157] 합성한 각 성분의 구조, 중량 평균 분자량 및 플루오로알킬기의 함유량을 표 2에 나타낸다.

[표 1]

| | | | | | |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 합성에 번호 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 성분 | A1 | A2 | A3 | A4 | A5 |
| 헥사메틸디실록산 | 3.15 | 0.97 | 3.16 | 3.16 | 2.02 |
| 물 | 12.96 | 13.83 | 14.00 | 13.48 | 13.66 |
| 트리플루오로메탄 설폰산 | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.04 |
| 테트라에톡시실란 | 5.39 | 9.99 | 16.23 | 10.80 | 10.38 |
| 트리플루오로프로필트리메톡시실란 | 45.24 | 41.94 | 33.33 | 39.30 | 40.67 |
| 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠 | 32.98 | 32.98 | 32.98 | 32.98 | 32.98 |
| 수산화칼륨 | 0.17 | 0.17 | 0.17 | 0.17 | 0.17 |
| 합성에 번호 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 성분 | A6 | A7 | A8 | A9 | A10 |
| 헥사메틸디실록산 | 47.45 | 26.55 | 11.42 | 6.09 | 47.34 |
| 물 | 210.1 | 34.02 | 25.01 | 25.2 | 202.2 |
| 트리플루오로메탄 설폰산 | 0.60 | 0.10 | 0.08 | 0.06 | 0.60 |
| 테트라에톡시실란 | 243.5 | 68.12 | 11.72 | 10.42 | 162.0 |
| 트리플루오로프로필트리메톡시실란 | 499.9 | 38.14 | 85.31 | 81.84 | 589.4 |
| 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠 | 494.7 | 82.45 | 65.96 | 65.0 | 494.7 |
| 수산화칼륨 | 2.55 | 0.43 | 0.34 | 0.08 | 2.50 |

[0159]

[표 2]

| | | | | | |
|------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 성분 | A1 | A2 | A3 | A4 | A5 |
| M 단위 | 0.13 | 0.05 | 0.14 | 0.13 | 0.10 |
| Tfip 단위 | 0.78 | 0.73 | 0.55 | 0.66 | 0.69 |
| Q 단위 | 0.09 | 0.22 | 0.31 | 0.21 | 0.21 |
| 중량 평균 분자량 | 1.85×10^3 | 1.09×10^3 | 1.09×10^3 | 1.88×10^3 | 1.52×10^3 |
| 플루오로알킬기*의 비율(몰%) | 67% | 83% | 57% | 63% | 70% |
| 성분 | A6 | A7 | A8 | A9 | A10 |
| M 단위 | 0.13 | 0.35 | 0.21 | 0.14 | 0.13 |
| Tfip 단위 | 0.54 | 0.19 | 0.68 | 0.74 | 0.66 |
| Q 단위 | 0.33 | 0.46 | 0.11 | 0.12 | 0.21 |
| 중량 평균 분자량 | 3.82×10^3 | 3.60×10^3 | 6.90×10^2 | 2.17×10^3 | 3.09×10^3 |
| 플루오로알킬기*의 비율(몰%) | 58% | 15% | 52% | 64% | 63% |

[0161] *플루오로알킬기는 트리플루오로프로필기이다.

[0162] <(B) 성분>

[0163] 성분 (B1): 양말단 비닐디메틸실록시기 봉쇄, 3, 3, 3-트리플루오로프로필메틸실록산 폴리머(실록산 중합도 (e1): 250, 플루오로알킬기의 함유량: 50몰%)

[0164] 성분 (B2): 양말단 비닐디메틸실록시기 봉쇄, 3, 3, 3-트리플루오로프로필메틸디메틸실록산 코폴리머(실록산 중합도(e2): 390, 플루오로알킬기의 함유량: 20몰%)

[0165] <(C) 성분>

- [0166] 성분 (C1): $M_{1.31}^H T^{Tfp}$ ($M_w=1.11 \times 10^3$)
- [0167] 성분 (C2): $M_{1.7Q}^H$ ($M_w=1.00 \times 10^3$)
- [0168] 성분 (C3): $M_{13M^H}^{D Tfp}$ (규소 원자 결합 수소 원자 0.092중량%)
- [0169] 식 중, M^H 는 $(CH_3)_2(H)SiO_{1/2}$ 기를 나타내며, T^{Tfp} 는 (3, 3, 3-트리플루오로프로필)SiO_{3/2}기를 나타내며, Q는 SiO_{4/2}기를 나타낸다. M_w 는 각 성분의 중량 평균 분자량이며, 테트라하이드로푸란(THF)을 용매로 사용하여 GPC(겔 침투 크로마토그래피)로 측정된 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량이다. 각 성분은, 공지된 방법에 의해 합성했다.
- [0170] <(D) 성분>
- [0171] 성분 (D): 백금-디비닐테트라메틸디실록산 착체(백금 농도로 약 0.6중량%)
- [0172] <(E) 성분>
- [0173] 성분 (E): 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠
- [0174] <하이드로실릴화 반응 억제제>
- [0175] 성분 (I): 1, 3, 5, 7-테트라메틸-1, 3, 5, 7-테트라비닐시클로테트라실록산
- [0176] [얻어진 재료의 물성 측정 방법]
- [0177] 본 발명에 따른 경화물의 물리적 특성은 이하의 방법에 의해 측정했다.
- [0178] 1. 동적 점탄성 측정
- [0179] 이하 실시예 1, 4, 5, 8~12, 16 및 17에 대해, 동적 점탄성 측정에는 안톤 파사(Anton Paar GmbH) 제품 MCR301을 사용했다. 본 발명의 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 실온에서 하룻밤 방치하고, 그 후 150℃에서 15분간 경화시켰다. 그 후, 두께 약 1 mm, 직경 8 mm의 디스크상 시료를 제작하고, 평행판(parallel plate)법을 이용하여 왜곡(distortion) 0.1% 및 주파수 1 Hz로 -60℃에서 150℃까지 매분 3℃의 속도로 승온하여 측정했다.
- [0180] 2. 광투과율의 측정
- [0181] Konica Minolta사 제품 Spectrophotometer CM-5를 사용하여 전광선 투과율을 측정했다.
- [0182] 본 발명의 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 경화 후의 두께가 약 300 μm가 되도록 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET, 두께 50 μm; 도레이(TORAY) 제품, 루미러(Lumirror) S10) 상에 도포했다. 이를 실온에서 하룻밤 방치하고, 그 후 150℃에서 15분간 경화시켜 얻어진 필름상 시료를 측정에 제공했다. 이하 실시예 12에 기재한 샘플을 포함하는 시험편의 전광선 투과율은 89%였으며, 그 외의 실시예에 기재한 샘플을 사용한 경우도 동일했다. 사용한 PET의 전광선 투과율을 고려하면, 실시예에 기재한 샘플은 사용상 충분한 투명성을 갖는다.
- [0183] 3. 유전율의 측정
- [0184] Wayne kerr사 제품 LCR6530P를 사용하여 유전율을 측정했다. 측정에는 PET(제이테크놀로지사 제품, FL50-3)을 기재로 사용한 것 외에는 상기 2와 동일한 방법으로 제작한 두께 1 mm의 필름상 시료를 사용하여 수행했다.
- [0185] 4. 점착력의 측정
- [0186] 자동 도공기(테스터 산교 가부시키가이샤(TESTER SANGYO CO., LTD.) 제품, PI-1210)를 사용하여 PET 기재(두께 50 μm) 상에 경화 후의 두께가 약 100 μm가 되도록 본 발명의 경화성 오가노폴리실록산 조성물을 도포했다. 70℃에서 약 60분 방치하고, 그 후 150℃에서 15분간 경화시켰다. 그의 경화 필름상 시료 상에 PET 기재(두께 50 μm; 도레이 제품, 루미러 S10)를 맞붙여 시험편을 제작했다. 측정은 23℃, 습도 50%의 환경에서 수행하고, 속도 300 mm/분, 180° 필로 수행했다 (Orientec사 제품, RTC-1210).
- [0187] 5. 박리력의 측정
- [0188] 이하 실시예 5~17에 대해, PET(제이테크놀로지사 제품, FL50-3)를 도포층 기재로 사용한 것 외에는 점착력 측

정과 동일한 방법으로 수행했다.

[0189]

[실시에 1]

[0190]

유리 바이얼(glass vial) 중에서, 성분 (A1)(단, (E) 1, 3-비스(트리플루오로메틸)벤젠의 70질량% 용액 9.87 g) 6.91 g, 성분 (E) 2.96 g, 성분 (B1) 6.90 g, 성분 (C1) 0.09 g, 성분 (D) 0.01 g 및 성분 (I) 0.01 g을 혼합함으로써, 실시예 1의 샘플 용액을 제조했다. 표 3에 시험에 사용한 성분의 조성 및 각종 물성을 나타낸다.

[0191]

[실시에 2~17]

[0192]

표 3~표 4에 기재한 양으로 각 성분을 사용한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 하여 샘플 용액을 제조하고, 상술한 각종 측정을 수행했다.

[0193]

[비교예 1]

[0194]

표 5에 기재한 양으로 성분 (B1), (C1), (D) 및 (I)를 사용한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 샘플을 제조했다.

[0195]

[비교예 2]

[0196]

표 5에 기재한 양으로 성분 (A7), (B1), (C1), (D), (E) 및 (I)를 사용한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 샘플 용액을 제조했다.

[0197]

[비교예 3]

[0198]

표 5에 기재한 양으로 성분 (A6), (B2), (C2), (D), (E) 및 (I)를 사용한 것 외에는 실시예 1과 동일하게 샘플 용액을 제조했다.

[0199]

[표 3]

| 실시예 번호 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 성분 (A1) | 6.91 | 6.91 | 6.91 | | | | | | | |
| 성분 (A2) | | | | 6.91 | | | | | | |
| 성분 (A3) | | | | | 6.91 | | | 6.91 | | |
| 성분 (A4) | | | | | | 9.87 | | | 6.91 | |
| 성분 (A5) | | | | | | | 6.91 | | | 6.91 |
| 성분 (A6) | | | | | | | | | | |
| 성분 (A7) | | | | | | | | | | |
| 성분 (A8) | | | | | | | | | | |
| 성분 (B1) | 6.90 | 6.87 | 6.84 | 6.87 | 6.87 | 9.81 | 6.87 | 6.90 | 6.90 | 6.90 |
| 성분 (B2) | | | | | | | | | | |
| 성분 (C1) | 0.09 | 0.11 | 0.14 | 0.11 | 0.11 | 0.16 | 0.11 | 0.09 | 0.09 | 0.09 |
| 성분 (C2) | | | | | | | | | | |
| 성분 (D) | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.012 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 성분 (E) | 2.96 | 2.96 | 2.96 | 2.96 | 2.96 | 4.23 | 2.96 | 2.96 | 2.96 | 2.96 |
| 성분 (I) | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.014 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| SiH/Vi 비 | 1.0 | 1.3 | 1.6 | 1.3 | 1.3 | 1.3 | 1.3 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 25℃ 저장탄성률 G'(MPa) | 0.009 | - | - | 0.10 | 0.09 | - | - | 0.07 | 0.03 | 0.03 |
| 투명성(육안) | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 |
| 비유전율(1k Hz) | 5.7 | 5.7 | 5.7 | 6.2 | 5.2 | 5.8 | 5.9 | 5.2 | 5.6 | 5.6 |
| 점좌력(N/m) | 66.7 | 127.5 | 109.8 | 598.0 | 539.2 | 284.3 | 357.8 | 529.4 | 161.8 | 318.6 |
| 박리력(N/m) | - | - | - | - | 37.3 | 29.9 | 102.0 | 37.3 | 15.7 | 36.3 |

[0200]

[0201] [표 4]

| 실시예 번호 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 |
|---------------------|-------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| 성분 (A1) | | | | | | | |
| 성분 (A2) | | | | | | | |
| 성분 (A3) | | | | | | | |
| 성분 (A4) | | | | | | | |
| 성분 (A5) | | | | | | | |
| 성분 (A6) | 6.91 | 6.91 | 6.91 | | | | |
| 성분 (A7) | | | | 9.87 | | | |
| 성분 (A8) | | | | | 9.99 | | |
| 성분 (A9) | | | | | | 50.00 | |
| 성분 (A10) | | | | | | | 50.00 |
| 성분 (B1) | 6.92 | 6.90 | 6.87 | | 9.81 | 47.52 | 47.52 |
| 성분 (B2) | | | | 9.89 | | | |
| 성분 (C1) | 0.06 | 0.09 | 0.11 | | 0.16 | 0.235 | 0.235 |
| 성분 (C2) | | | | 0.09 | | | |
| 성분 (C3) | | | | | | 2.115 | 2.115 |
| 성분 (D) | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.07 | 0.07 |
| 성분 (E) | 2.96 | 2.96 | 2.96 | 4.23 | 2.50 | 16.67 | 16.67 |
| 성분 (I) | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.059 | 0.059 |
| SiH/Vi 비 | 0.7 | 1.0 | 1.3 | 1.3 | 1.3 | 1.0 | 1.0 |
| 25℃ 저장 탄성률 G' (MPa) | 0.08 | 0.06 | - | - | - | 0.016 | 0.034 |
| 투명성 (육안) | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 | 투명 |
| 비유전율 (1k Hz) | 5.2 | 5.0 | 5.2 | 3.7 | 5.3 | 5.4 | 5.6 |
| 점착력 (N/m) | 676.5 | 627.5 | 656.9 | 70.6 | 32.8 | 163 | 279 |
| 박리력 (N/m) | 90>* | 45>* | 25>* | 12.7 | 2.6 | 16 | 37 |

* 최대값을 기재. 감압 접착제로서 실용상 문제가 없는 수준의 박리력이다.

[0202]

[0203] [표 5]

| 비교예 번호 | 비교예 1 | 비교예 2 | 비교예 3 |
|---------------------|-------------|------------------|------------------|
| 성분 (A1) | | | |
| 성분 (A2) | | | |
| 성분 (A3) | | | |
| 성분 (A4) | | | |
| 성분 (A5) | | | |
| 성분 (A6) | | | 9.87 |
| 성분 (A7) | | 6.91 | |
| 성분 (A8) | | | |
| 성분 (B1) | 6.87 | 6.90 | |
| 성분 (B2) | | | 9.89 |
| 성분 (C1) | 0.11 | 0.09 | |
| 성분 (C2) | | | 0.09 |
| 성분 (D) | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 성분 (E) | | 2.96 | 4.23 |
| 성분 (I) | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| SiH/Vi 비 | 1.3 | 1.0 | 1.3 |
| 25℃ 저장 탄성률 G' (MPa) | - | - | - |
| 투명성 (육안) | 투명 | 상용되지 않고 백색으로 흐려짐 | 상용되지 않고 백색으로 흐려짐 |
| 비유전율 (1k Hz) | - | - | - |
| 점착력 (N/m) | 점착성 발현하지 않음 | - | - |
| 박리력 (N/m) | - | - | - |

[0204]