



## (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106795405 A

(43)申请公布日 2017. 05. 31

(21)申请号 201580046427.8

(22)申请日 2015.08.26

(30)优先权数据

2014-175736 2014.08.29 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2017.02.28

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2015/046881 2015.08.26

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/069097 EN 2016.05.06

(71)申请人 3M创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72)发明人 諏访敏宏 野崎友辅 中岛伸哉

中田绫 甘利伸五 铃木俊介

丁均怡 木下康宏

(74)专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理有限公司 11112

代理人 王静 丁业平

(51)Int.Cl.

G09J 133/00(2006.01)

G09J 133/04(2006.01)

G09J 133/26(2006.01)

G09J 7/00(2006.01)

G09J 11/08(2006.01)

G06F 3/042(2006.01)

G06F 3/044(2006.01)

B32B 27/30(2006.01)

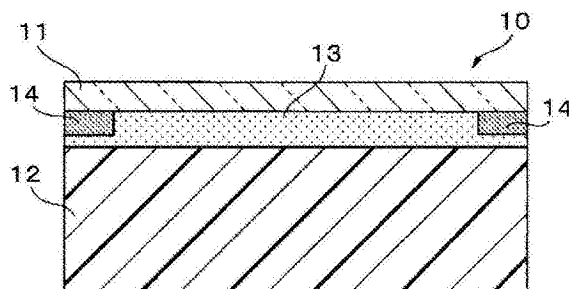
权利要求书1页 说明书19页 附图1页

(54)发明名称

光学透明粘合剂和光学层合体

(57)摘要

问题:本发明为了提供具有粘合强度和内聚强度的优异平衡以及优异光学特性的高介电常数的光学透明粘合剂,以及含有该光学透明粘合剂的光学层合体。解决方案:本公开的实施方案的光学透明粘合剂包含丙烯酸类单体组合物的聚合物,所述丙烯酸类单体组合物含有含羟基的单体和至少0.09质量%且小于50质量%的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯,其中100g粘合剂中的OH的摩尔数为至少0.3且至多0.90。



1. 一种包含丙烯酸类单体组合物的聚合物的光学透明粘合剂,所述丙烯酸类单体组合物含有含羟基基团的单体和至少0.09质量%且小于50质量%的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯,100g所述粘合剂中的OH的摩尔数为至少0.30且至多0.90。

2. 根据权利要求1所述的光学透明粘合剂,其中所述丙烯酸类单体组合物含有多于50质量%的所述含羟基基团的单体。

3. 根据权利要求1或2所述的光学透明粘合剂,其中所述光学透明粘合剂含有分子量为至少1,000且至多60,000的含羟基基团的丙烯酸类低聚物。

4. 根据权利要求1至3中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述粘合剂为非水性的。

5. 根据权利要求1至4中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述粘合剂的介电常数在100kHz下为至少8.0。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述丙烯酸类单体组合物还含有(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯。

7. 根据权利要求1至6中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述单官能(甲基)丙烯酸烷基酯具有含4至12个碳原子的直链烷基基团。

8. 根据权利要求1至7中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述粘合剂的储能模量 $G'$ 在25℃和1Hz下为至少 $1 \times 10^3 \text{Pa}$ 且至多 $5 \times 10^6 \text{Pa}$ 。

9. 根据权利要求1至8中任一项所述的光学透明粘合剂,其中所述粘合剂为可紫外线交联的;在紫外线交联之前所述粘合剂的储能模量 $G'$ 在30℃和1Hz下为至少 $5 \times 10^4 \text{Pa}$ 且至多 $1.0 \times 10^6 \text{Pa}$ ,并且在80℃和1Hz下为至多 $5.0 \times 10^4 \text{Pa}$ ;并且在紫外线交联之后所述粘合剂的储能模量在130℃和1Hz下为至少 $1.0 \times 10^3 \text{Pa}$ 。

10. 一种光学层合体,所述光学层合体包括:

具有至少一个主表面的第一基板;

具有至少一个主表面的第二基板;以及

根据权利要求1至9中任一项所述的光学透明粘合剂,所述光学透明粘合剂设置在所述第一基板的所述至少一个主表面与所述第二基板的所述至少一个主表面之间,以便与所述第一基板的所述至少一个主表面和所述第二基板的所述至少一个主表面接触。

11. 根据权利要求10所述的光学层合体,其中所述第二基板为静电电容型触摸面板。

12. 根据权利要求11所述的光学层合体,其中所述静电电容型触摸面板为单元上或单元内的触摸面板。

## 光学透明粘合剂和光学层合体

### 技术领域

[0001] 本公开涉及具有高介电常数的光学透明粘合剂和包含该光学透明粘合剂的光学层合体。

### 背景技术

[0002] 包含在电子设备诸如便携式移动终端、计算机显示器和触摸面板中的触摸面板模块由玻璃或塑料盖、触摸面板和液晶显示屏构成。已知将光学透明粘合剂(OCA)片材用于在这些构成部分之间的粘合增加了透明度,减少了光散射,从而产生更清晰的图像。

[0003] OCA的一个示例是可紫外线交联的压敏粘合剂(PSA)片材。可紫外线交联的PSA片材提供了光学层合体,其充分地符合由印刷等形成的高度差或突起,没有外观缺陷诸如不均匀性,并且通过在紫外线交联之前施加加热和/或压力而具有适度的内应力。

[0004] 专利文档1(国际公开第2010/147047号)描述了“含有粘合剂层的光学粘合剂片材,其中在频率1MHz下的介电常数为2至8,并且在频率1MHz下的介电损耗角正切大于0且为至多0.2”。

[0005] 专利文档2(日本未经审查的专利申请公开第2012-140605号)描述了“具有粘合剂层的光学粘合剂片材,其中在频率1MHz下的比介电常数为5到10,并且相对于玻璃的粘合强度(剥离角度:180°,张力速度:300mm/min,在附接到玻璃后30分钟测量)为3至15N/20mm”。。

[0006] 专利文档3(日本未经审查的专利申请公开第2013-186808号)描述了“用于粘合含有(甲基)丙烯酸酯共聚物(A)和交联剂(B)的触摸面板构件的粘合剂,其中(甲基)丙烯酸酯共聚物(A)是共聚物,该共聚物包含19至92质量%的衍生自具有碳原子数为4至6的烷基的(甲基)丙烯酸烷基酯单体(a1)的构成单元(a1)、7至80质量%的衍生自(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯单体(a2)的构成单元(a2)和衍生自含官能团的单体(a3)的构成单元(a3)”。

[0007] 专利文档4(日本未经审查的专利申请公开第2012-041456号)描述了“在用于触摸面板的粘合剂组合物中使用的丙烯酸类聚合物,其通过将(a)具有碳原子为1至12个的烷基的(甲基)丙烯酸酯单体、(b)含羟基的(甲基)丙烯酸酯单体、(c)含酰胺基的单体 and (d)含乙烯基酯单体的单体组分共聚合而获得,其中树脂酸值为至多0.1mg KOH/g,重均分子量为400,000至2,000,000,T<sub>g</sub>为-80至0°,并且介电常数为3至6”。

### 发明内容

[0008] 本发明要解决的问题

[0009] 近年来,单元上结构或单元内结构(即,具有在液晶显示屏上直接图案化的触摸传感器的结构)已经用于减少静电电容型触摸面板模块的重量和/或厚度。这些结构的一个缺点是,因为在触摸传感器和前面板之间的距离大于常规结构中的距离,所以触摸传感器的灵敏度趋于较低。

[0010] 另一方面,还存在这样的情况,其中从触摸面板模块的减重或安全角度考虑,希望使用塑料基板诸如聚碳酸酯(PC)或聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)。然而,因为这些基板具有比

玻璃基板低的材料介电常数,所以存在触摸传感器的灵敏度可能降低的风险。

[0011] 解决这些问题的一个方法是使用具有高介电常数的OCA,但是难以在维持OCA的基本特性(例如,粘合强度和内聚强度的平衡、雾度、光学特性,诸如透射率)的同时实现高介电常数。

[0012] 本公开的目的是提供具有粘合强度和内聚强度的优异平衡以及优异光学特性的高介电常数的光学透明粘合剂(OCA),以及含有该光学透明粘合剂的光学层合体。

## 附图说明

[0013] 图1为本公开的一个实施方案的光学层合体的剖视图。

## 具体实施方式

[0014] 用于解决该方法

[0015] 本公开的一个实施方案提供包含丙烯酸类单体组合物的聚合物的光学透明粘合剂,该丙烯酸类单体组合物含有含羟基的单体和至少0.09质量%且小于50质量%的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯,其中100g粘合剂中的OH的摩尔数为至少0.30且至多0.90。

[0016] 本公开的另一个实施方案提供光学层合体,其包括具有至少一个主表面的第一基板、具有至少一个主表面的第二基板和前述光学透明粘合剂,其设置在第一基板的至少一个主表面和第二基板的至少一个主表面之间,以便与第一基板的至少一个主表面和第二基板的至少一个主表面接触。

[0017] 本发明的效果

[0018] 根据本公开的光学透明粘合剂(OCA)具有多个羟基,并且因此具有高介电常数。因此,使用该OCA的光学层合体可以提供展示与常规结构相同厚度的高灵敏度的触摸面板模块,并且粘合的可靠性也高。另外,本公开可以提供即使当具有低介电常数的材料诸如塑料用作基板时也具有高灵敏度的触摸面板模块。

[0019] 因为可以通过使用具有高介电常数的材料作为电气设备的构成材料来缩短透射波长,所以根据本公开的层合体还可以有利地用于小型高频电路中。

[0020] 以上描述不应被解释为公开了本发明的所有模式或本发明的所有优点。

[0021] 用于实施本发明的方式

[0022] 为了说明本发明的代表性实施方案,下面将参考附图更详细地描述本发明,但是本发明不限于这些实施方案。

[0023] 本公开中使用的术语的定义如下。

[0024] “光学透明粘合剂”是指这样的粘合剂,其在400nm至700nm的波长范围内具有至少约85%或至少约90%的总透光率和至多约5%或至多约2%的雾度。总透光率和雾度可以分别根据JIS K 7361-1:1997(ISO 13468-1:1996)和JIS K 7136:2000(ISO 14782:1999)测定。光学透明粘合剂通常不含有视觉上可观察到的气泡。

[0025] “(甲基)丙烯酸”是指“丙烯酸”或“甲基丙烯酸”,并且“(甲基)丙烯酸酯”是指“丙烯酸酯”或“甲基丙烯酸酯”。

[0026] “可紫外线交联的位点”是指当通过紫外线辐照活化时,与聚合物分子中的另一部分或其它聚合物分子形成交联的位点。

[0027] “储能模量”是指当在-60℃至200℃的温度范围内以5℃/min的温升速率及1Hz的频率下以剪切模式执行粘弹性测量时,在指定温度下的储能模量。

[0028] 本公开的实施方案的光学透明粘合剂(OCA)包含丙烯酸类单体组合物的聚合物,该丙烯酸类单体组合物含有含羟基的单体和至少0.09质量%且小于50质量%的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯,其中100g粘合剂中的OH(羟基)的摩尔数为至少0.30且至多0.90。由于在OCA中含有的羟基的规定数量,所以OCA表现出高介电常数。

[0029] 本公开的光学层合体可以提供具有高灵敏度的触摸面板模块,因为构成层合体的OCA的介电常数高。本公开的光学层合体特别有利地用于包括可具有轻质和/或薄外形的单元上或单元内触摸面板的触摸面板模块。

[0030] OCA包括丙烯酸类单体组合物的聚合物。丙烯酸类单体组合物含有含羟基的单体和单官能(甲基)丙烯酸烷基酯。

[0031] 含羟基的单体由于高极性的羟基而赋予OCA高介电常数。另外,含羟基的单体还调节聚合物的弹性模量,这也有助于确保相对于粘合体的可润湿性。含羟基的单体通常具有至多约600、至多约400或至多约200的羟基(OH基)当量。羟基当量定义为通过将单体的分子量除以在单体中包含的羟基的数量而获得的值。可用的含羟基的单体的示例包括(甲基)丙烯酸2-羟乙酯、(甲基)丙烯酸2-羟丙酯、(甲基)丙烯酸3-羟丙酯、(甲基)丙烯酸2-羟丁酯、(甲基)丙烯酸4-羟丁酯、1,4-环己烷二甲醇单(甲基)丙烯酸酯、1-甘油(甲基)丙烯酸酯、2-羟乙基(甲基)丙烯酰胺、N-羟丙基(甲基)丙烯酰胺、乙烯醇和烯丙醇。也可以使用由环氧乙烷或环氧丙烷作为基料获得的聚(亚烷基)二醇而使用含羟基的单体。这种含羟基的单体的示例包括使用羟基作为末端基团的聚乙二醇单(甲基)丙烯酸酯和聚丙二醇单(甲基)丙烯酸酯,例如诸如Blemmer(商标)AE200( $n=4.5$ ,NOF公司)、Bisomer(商标)PPA 6(英国的GEO专用化学品英国有限公司(GEO Specialty Chemicals UK Ltd.,United Kingdom))等。含羟基的单体可以单独使用,或可以两种或更多种结合地使用。

[0032] 在这些含羟基的单体中,可以有利地使用(甲基)丙烯酸羟烷基酯,其中醇残基的碳原子数为2至4-例如(甲基)丙烯酸2-羟乙酯、(甲基)丙烯酸2-羟丙酯、(甲基)丙烯酸3-羟丙酯、(甲基)丙烯酸2-羟丁酯、(甲基)丙烯酸4-羟丁酯、1-甘油(甲基)丙烯酸酯-因为可以更有效地提高OCA的介电常数,并且可以特别有利地使用具有甚至高的可聚合性的丙烯酸2-羟乙酯、丙烯酸2-羟丙酯、丙烯酸3-羟丙酯、丙烯酸2-羟丁酯和丙烯酸4-羟丁酯。

[0033] 在一些实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有超过约50质量%的含羟基的单体。在若干实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有至少约51质量%、至少约53质量%、或至少约55质量%且至多约99.9质量%、至多约80质量%或至多约65质量%的量的含羟基的单体。通过将所使用的含羟基的单体的量设定在上述范围内,可以进一步提高OCA的介电常数。

[0034] 单官能(甲基)丙烯酸烷基酯是具有一个丙烯酰基或甲基丙烯酰基的(甲基)丙烯酸烷基酯。单官能(甲基)丙烯酸烷基酯赋予OCA粘合性或压力粘合性所需要的粘弹性特性(可润湿性、内聚强度等),并且也有助于确保OCA的耐候性。其中烷基具有2至12个碳原子的非叔醇的(甲基)丙烯酸酯可以用作单官能(甲基)丙烯酸烷基酯。此类单官能(甲基)丙烯酸烷基酯的示例包括但不限于(甲基)丙烯酸乙酯、(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸异丁酯、(甲基)丙烯酸异戊酯、(甲基)丙烯酸正己酯、(甲基)丙烯酸正辛酯、(甲基)丙烯酸2-乙基己酯、(甲基)丙烯酸异辛酯、(甲基)丙烯酸异壬酯、(甲基)丙烯酸正癸酯、(甲基)丙烯酸

异癸酯、丙烯酸2-丙基庚酯、(甲基)丙烯酸正十二烷基酯、(甲基)丙烯酸2-甲基丁酯、(甲基)丙烯酸4-甲基-2-戊酯、(甲基)丙烯酸4-叔丁基环己酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸异冰片酯等。单官能(甲基)丙烯酸烷基酯可以单独使用,或可以两种或多种结合地使用。

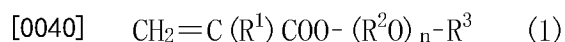
[0035] 具有碳原子为4至12个的直链烷基的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯(诸如(甲基)丙烯酸正丁酯、(甲基)丙烯酸正己酯、(甲基)丙烯酸正辛酯、(甲基)丙烯酸正癸酯和(甲基)丙烯酸正十二烷基酯)例如使OCA的玻璃化转变温度 $T_g$ 减少,因此使用这些单官能(甲基)丙烯酸烷基酯使得可以将许多羟基引入到OCA中并实现合适的粘弹性特性。此外,因为与具有带有相同碳原子数的支链烷基的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯相比,摩尔体积小,所以偶极矩高。因此,可以获得具有较高介电常数的OCA。另一方面,与具有带有相同碳原子数的直链烷基的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯相比,具有支链烷基或脂环族烷基的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯诸如(甲基)丙烯酸2-乙基己酯和(甲基)丙烯酸异冰片酯例如增加了OCA的玻璃化转变温度,因此使用这些单官能(甲基)丙烯酸烷基酯使得可以获得具有适用于所使用的应用和温度环境的内聚强度的OCA。单官能(甲基)丙烯酸烷基酯可以单独使用,或可以根据所期望的特性将两种或更多种单官能(甲基)丙烯酸烷基酯结合地使用。

[0036] 丙烯酸类单体组合物含有至少约0.09质量%且小于约50质量%的量的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯。在若干实施方案中,丙烯酸类单体组合物包含至少约0.09质量%、至少约20质量%或至少约40质量%的量的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯。在若干实施方案中,丙烯酸类单体组合物包含至多约49质量%、至多约40质量%或至多约30质量%的量的单官能(甲基)丙烯酸烷基酯。通过将单官能(甲基)丙烯酸烷基酯的量设定为小于约50质量%的丙烯酸类单体组合物,可以充分确保OCA的粘合强度,并且通过将该量设定为至少约0.09质量%,可以将OCA的弹性模量设定在适当范围内,并且可以改善OCA相对于粘合体的可润湿性,并且因此可以赋予OCA优异的耐候性,这有助于可靠性。

[0037] 在一些实施方案中,丙烯酸类单体组合物还含有(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯,其调节OCA的粘弹性特性,同时还有助于增加介电常数。(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯可以单独使用,或可以两种或更多种结合地使用。

[0038] 其中烷氧基烷基具有2至12个碳原子的非叔醇的(甲基)丙烯酸酯可以用作(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯。此类(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯的示例包括(甲基)丙烯酸2-甲氧基乙酯、(甲基)丙烯酸2-乙氧基乙酯、(甲基)丙烯酸3-甲氧基丙酯、(甲基)丙烯酸3-乙氧基丙酯、(甲基)丙烯酸4-甲氧基丁酯和(甲基)丙烯酸4-乙氧基丁酯。在这些(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯中,从反应性的角度来看,可以有利地使用丙烯酸烷氧基烷基酯,并且从可以获得具有高介电常数的OCA的角度来看,可以特别有利地使用丙烯酸2-甲氧基乙酯。

[0039] 由下式(1)表示的聚(亚烷氧基)(甲基)丙烯酸酯:



[0041] (在式(1)中, $\text{R}^1$ 是氢或甲基; $\text{R}^2$ 是从包括亚乙基、亚丙基和亚丁基以及它们的组合的组中选择的基团; $\text{R}^3$ 是具有2至12个碳原子的直链、支链或脂环族烷基;并且 $n$ 为至少2且至多10的整数)也可以用作(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯。此类(亚烷氧基)(甲基)丙烯酸酯的示例包括(甲基)丙烯酸2-(2-乙氧基乙氧基)乙酯、甲基丙烯酸甲氧基三乙二醇酯和(甲基)丙烯酸2-乙基己基二甘醇酯(例如可以EHDG-AT购自日本大阪市的共荣社化学品有限公

司(Kyoeisha Chemical Co.,Ltd.(Osaka,Japan)))。

[0042] 在使用(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯的实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有至少约5质量%、至少约10质量%、或至少约20质量%且至多约50质量%、至多约25质量%、或至多约10质量%的量的(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯。通过将所使用的(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯的量设定在上述范围内,可以获得这样的OCA,该OCA实现适合于OCA的粘弹性特性(内聚强度、可润湿性等),同时具有高介电常数。在其中需要高耐候性的应用中,更优选的是,所使用的(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯的量相对较少,并且量优选例如为至多约10质量%、至多约7.5质量%或至多约5质量%。在其中需要这种高耐候性的应用中,所使用的(甲基)丙烯酸烷氧基烷基酯的量可为至少约0.1质量%、至少约5质量%或至少约7.5质量%。

[0043] 为了增加组合物的固化性、OCA的内聚强度等,丙烯酸类单体组合物可以含有交联剂诸如多官能单体或具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯。在一些实施方案中,使用具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯使得可以获得可通过施加热和/或压力而变形的可紫外线交联的OCA,以便符合粘合体的表面形状。

[0044] 多官能单体的示例包括双官能(甲基)丙烯酸酯诸如1,10-癸二醇二(甲基)丙烯酸酯、1,6-己二醇二(甲基)丙烯酸酯、1,4-丁二醇二(甲基)丙烯酸酯、三环癸烷二羟甲基二(甲基)丙烯酸酯,(聚)乙二醇二(甲基)丙烯酸酯、(聚)丙二醇二(甲基)丙烯酸酯、新戊二醇二(甲基)丙烯酸酯和季戊四醇二(甲基)丙烯酸酯;诸如季戊四醇三(甲基)丙烯酸酯、二季戊四醇六(甲基)丙烯酸酯、三羟甲基丙烷三(甲基)丙烯酸酯和四羟甲基甲烷三(甲基)丙烯酸酯的三官能或更高级的(甲基)丙烯酸酯;(甲基)丙烯酸烯丙酯、(甲基)丙烯酸乙烯酯、二乙烯基苯、环氧丙烯酸酯、聚酯丙烯酸酯、氨基甲酸乙酯丙烯酸酯等。多官能单体可以单独使用,或可以两种或更多种结合地使用。

[0045] 具有当在分子中通过紫外线辐照活化时与聚合物分子中的其它部分形成交联或者与其它共聚物分子形成交联的位点的(甲基)丙烯酸酯可以用作具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯。例如,这样的结构可以用作可紫外线交联的位点,该结构通过紫外线辐照被激发以便从聚合物分子中的其它部分或从其它聚合物分子提取氢自由基,并且此类结构的示例包括二苯甲酮结构、苝基结构、邻苯甲酰基苯甲酸酯结构、噻吨酮结构、3-香豆素酮结构、2-乙基蒽醌结构、樟脑醌结构等。

[0046] 在上述结构中,二苯甲酮结构从透明性、反应性等角度来看是有利的。具有此类二苯甲酮结构的(甲基)丙烯酸酯的示例包括4-丙烯酰氧基二苯甲酮、4-丙烯酰氧基乙氧基二苯甲酮、4-丙烯酰氧基-4'-甲氧基二苯甲酮、4-丙烯酰氧基乙氧基-4'-甲氧基二苯甲酮、4-丙烯酰氧基-4'-溴二苯甲酮、4-丙烯酰氧基乙氧基-4'-溴二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基乙氧基二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基-4'-甲氧基二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基乙氧基-4'-甲氧基二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基-4'-溴二苯甲酮、4-甲基丙烯酰氧基乙氧基-4'-溴二苯甲酮等。具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯可以单独使用,或可以两种或更多种结合地使用。

[0047] 在使用交联剂诸如多官能单体或具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯的实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有交联剂的量为至少约0.1质量%、至少约1质量%、或至少约2质量%且至多约10质量%、至多约5质量%、或至多约3质量%。通过将所使用的交联剂的量设定在上述范围内,可以实现适合于OCA的粘弹性特性(内聚强度、可润湿性等)。

[0048] 丙烯酸类单体组合物可以包含能够通过控制聚合物的分子量和含量而赋予OCA所需要的粘弹性特性的链转移剂或缓凝剂。此类链转移剂的示例包括卤代烃,诸如四溴化碳或四氯化碳和含硫化合物,诸如巯基乙酸异辛酯、十二烷硫醇、丁基硫醇、叔十二烷基硫醇、2-巯基乙醇、1-巯基-2-丙醇、3-巯基-1-丙醇、对巯基苯酚等。缓凝剂的示例包括 $\alpha$ -甲基苯乙烯二聚体、醌诸如邻-苯醌、间-苯醌或对苯醌、硝基化合物诸如硝基苯、邻-二硝基苯、间-二硝基苯或对-二硝基苯和2,4-二硝基-6-氯苯、胺诸如二苯胺、儿茶酚衍生物,诸如叔丁基儿茶酚和1,1-二苯基乙烯等。这些链转移剂和缓凝剂可以单独使用,或可以两种或更多种结合地使用。缓凝剂和链转移剂还可以结合地使用。

[0049] 在使用链转移剂的实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有至少约0.1质量%、至少约0.5质量%、或至少约1质量%且至多约5质量%、至多约3质量%、或至多约2质量%的量的链转移剂。在使用缓凝剂的实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有至少约0.05质量%、至少约0.25质量%、或至少约0.5质量%且至多约5质量%、至多约3质量%、或至多约2质量%的量的缓凝剂。

[0050] 丙烯酸类单体组合物通常包含热引发剂或光引发剂。热引发剂的示例包括过氧化物,诸如过氧化苯甲酰和过苯甲酸叔丁酯,以及偶氮化合物诸如2,2'-偶氮二异丁腈、2,2'-偶氮二(2-甲基丁腈)和2,2'-偶氮二(2,4-二甲基戊腈)。光引发剂的示例包括1-羟基环己基苯基酮、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮、2-甲基-1-[4-(甲硫基)苯基]-2-吗啉代丙烷-1-酮、2-羟基-2-甲基-1-苯丙烷-1-酮、2-苄基-2-二甲基氨基-1-(4-吗啉代苯基)-丁烷-1-酮、1-[4-(2-羟基乙氧基)-苯基]-2-羟基-2-甲基-1-丙烷-1-酮、2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦、2,6-二甲基苯甲酰基二苯基氧化膦、苯甲酰基二乙氧基氧化膦、双(2,6-二甲氧基苯甲酰基)-2,4,4-三甲基戊基氧化膦、苯偶姻烷基醚(例如苯偶姻甲醚、苯偶姻乙醚、苯偶姻异丙醚、苯偶姻异丁醚、正丁基苯偶姻醚等)、1-(4-异丙基苯基)-2-羟基-2-甲基丙烷-1-酮、2-羟基-2-甲基-1-苯丙烷-1-酮、对叔丁基三氯苯乙酮、对叔丁基二氯苯乙酮、苄基、苯乙酮、噻吨酮(2-氯噻吨酮、2-甲基噻吨酮、2,4-二乙基噻吨酮和2,4-二异丙基噻吨酮)、樟脑醌、3-香豆素酮、蒽醌类(例如蒽醌、2-乙基蒽醌、 $\alpha$ -氯蒽醌、2-叔丁基蒽醌等)、茛菪戊烷、4,4'-二甲氧基苄基、4,4'-二氯苄基等。市售的光引发剂的示例包括以商品名Irgacure和Darocur由巴斯夫公司(BASF)销售的光引发剂和以商品名Velsicure由氯丹化工有限公司(Velsicol Chemical Corporation)销售的光引发剂。热引发剂和光引发剂可以单独使用或作为两种或更多种的组合使用。

[0051] 丙烯酸类单体组合物还可以含有除含羟基的单体和烷氧基烷基(甲基丙烯酸酯)之外的含极性基团的单体作为任选组分。含极性基团的单体含有极性基团诸如羧基、酰胺基和氨基,并且可以用于调节例如OCA的内聚力。此类含极性基团的单体的示例包括含羧基单体诸如(甲基)丙烯酸、衣康酸、马来酸、富马酸、巴豆酸和异巴豆酸及它们的酸酐(马来酸酐等);含有酰氨基的单体诸如N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基吡咯烷酮、(甲基)丙烯酰胺,N-甲基(甲基)丙烯酰胺、N,N-二甲基(甲基)丙烯酰胺和N-辛基(甲基)丙烯酰胺;含有氨基的单体诸如N,N-二甲基氨基乙基(甲基)丙烯酸酯、N,N-二乙基氨基乙基(甲基)丙烯酸酯和N,N-二甲基氨基乙基(甲基)丙烯酰胺。

[0052] 丙烯酸类单体组合物还可以包含其它单体作为任选组分,只要它们基本上不减弱OCA的特性即可。此类单体的示例包括除上述那些之外的(甲基)丙烯酸类化合物,诸如(甲

基)丙烯酸四氢糠基酯、烯烃诸如乙烯、丁二烯、异戊二烯和异丁烯,以及乙烯基单体诸如乙酸乙烯酯、丙酸乙烯酯和苯乙烯。

[0053] 在使用含极性基团的单体或其它单体的实施方案中,丙烯酸类单体组合物含有的每种含极性基团的单体或其它单体的量为至少约0.1质量%、至少约1质量%或至少约5质量%、以及至多约25质量%、至多约15质量%或至多约10质量%,并且当使用多个组分时,丙烯酸类单体组合物包含总量为至少约0.2质量%、至少约1质量%或至少约5质量%以及至多约25质量%、至多约15质量%或至多约10质量%的组分。

[0054] 通过使用加热丙烯酸类单体组合物或将组合物辐射暴露在紫外线射线或电子束的聚合,可以形成OCA。可以通过在向丙烯酸类单体组合物加入交联剂、链转移剂和/或缓凝剂之前,经由加热或辐射暴露执行部分聚合来形成部分聚合物。将交联剂、链转移剂、缓凝剂和/或另外的热引发剂或光引发剂加入含有部分聚合物的丙烯酸类单体组合物,并且在将所得的组合物涂覆到经受剥离处理的衬件诸如硅氧烷涂层上之后,OCA可以通过经由加热或辐射暴露固化(或交联)而形成。另选地,通过从开始向丙烯酸类单体组合物中加入交联剂、链转移剂和/或缓凝剂,聚合和固化均可以在单一步骤中执行。

[0055] 含有或不含有部分聚合物的丙烯酸类单体组合物可以使用已知的涂覆技术诸如辊涂、喷涂、刮涂或模涂来涂覆。另选地,丙烯酸类单体组合物可以作为液体供应以便填充两个基板之间的间隙,并且然后可通过加热或辐射暴露使组合物聚合和固化。

[0056] 丙烯酸类单体组合物的聚合物可为重均分子量至少100,000的含羟基的丙烯酸类聚合物。重均分子量的值通过凝胶渗透色谱法(GPC)测量,并且转变成聚苯乙烯为基准的值。在一些实施方案中,含羟基的丙烯酸类聚合物的重均分子量为至少100,000、至少500,000或至少1,000,000。

[0057] 通过将重均分子量设定为至少100,000,可以表现出足够的内聚强度和粘合强度。

[0058] OCA可以含有重均分子量为至少1,000且至多60,000的含羟基的丙烯酸类低聚物。重均分子量的值通过凝胶渗透色谱法测量,并且转变成聚苯乙烯为基准的值。在一些实施方案中,含羟基的丙烯酸类低聚物的重均分子量为至少1,000、或至少5,000且至多60,000、至多50,000或至多30,000。通过将重均分子量设定为至少1,000,可以保持长期的可靠性。通过将重均分子量设定为至多60,000,当与不含有含羟基的丙烯酸类低聚物相比时,可以有效地增加介电常数(比介电常数)。也获得与聚合物的混溶性。含羟基的丙烯酸类低聚物可以按照与含羟基的丙烯酸类聚合物相同的方式形成。此外,其也可以用水性体系诸如水溶液聚合或乳液聚合形成。在任何情况下,重均分子量可以通过调节聚合条件来调节。在一些实施方案中,OCA含有含羟基的丙烯酸类低聚物的量为至少5质量%、至少10质量%、或至少20质量%且至多40质量%、至多30质量%或至多20质量%。通过含有至少5质量%的低聚物,与不含有低聚物的OCA相比,可以获得介电常数更高的OCA。此外,通过加入分子量比较低的组分,可以改善OCA的流动性(或者在可交联的OCA的情况下,可以改善在交联之前OCA的流动性),因此,还存在可以改善高度差填充性质或抗颜色不规则性的优点。另外,通常在含羟基的单体中也含有例如至少0.1质量%或至少0.5质量%的量的二(甲基)丙烯酸酯作为杂质,但通过加入低聚物,针对该低聚物预先完成聚合,可以获得其中抑制由杂质效应引起的意外交联的OCA。

[0059] OCA通常形成为片状。OCA片材的厚度可以根据应用而适当地确定,并且可以例如

设定为至少约5 $\mu$ m且至多约1mm。用于确定OCA片材的厚度的一个标准是在粘合体的表面上的高度差或突起的高度。当沿着相对于施加到粘合体的OCA片材的宽度平面的垂直方向(OCA片材的厚度方向)确定粘合体表面上的高度差或突起的高度时,OCA片材的厚度可被设定为高度差或突起的最大高度的至少约0.8倍、至少约1倍或至少约1.2倍,并且至多约5倍、至多约3倍或至多约2倍。通过将厚度设定为此类范围,可以将含有粘合体的层合体的厚度抑制得较薄,并且因此可以实现改善触摸面板传感器的灵敏度,和减少图像显示设备的尺寸或轮廓等。

[0060] 100g OCA中OH的摩尔数为至少约0.30且至多约0.90。在一些实施方案中,在100g OCA中OH的摩尔数为至少约0.40或至少约0.50且至多约0.80或至多约0.70。通过将100g OCA中的OH的摩尔数设定为至少约0.30,可以实现高介电常数,并且通过将摩尔数设定为至多约0.90,可以实现高可靠性粘合。在100g的OCA中OH的摩尔数是由下式计算的数字。即,它是在100g OCA中包含的各种含羟基的单体的OH的摩尔数的总和。

[0061] 式2:

$$[0062] \quad 100\text{g OCA 中 OH 的摩尔数} = \sum_{n=1 \sim i} \frac{W_i}{M_i} \times N_i$$

[0063]  $W_1, W_2, \dots, W_i$ : 在100g OCA中的含羟基的单体1, 2,  $\dots$ , i的质量

[0064]  $M_1, M_2, \dots, M_i$ : 含羟基的单体1, 2,  $\dots$ , i的分子量

[0065]  $N_1, N_2, \dots, N_i$ : 含羟基的单体1, 2,  $\dots$ , i中含有的羟基的数量

[0066] 一些实施方案的OCA是压敏粘合剂。根据需要,可以向OCA中加入增粘剂。增粘剂的示例包括松香酯树脂、芳香烃树脂、脂肪族烃树脂和萜烯树脂。

[0067] 已知的添加剂诸如多官能异氰酸酯、交联促进剂诸如氮丙啶和环氧化合物、抗氧化剂、填料、着色剂(颜料、染料等)、紫外线吸收剂、抗氧化剂、增塑剂和纳米填料也可以包含在OCA中,只要它们不显着地减少OCA的特性。

[0068] 一些实施方案的OCA是非水性的。“非水性”意指OCA不是由水性溶液或乳液的丙烯酸类单体组合物形成。非水性OCA通常不含有表面活性剂——特别是阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂和两性表面活性剂——因此当形成片状时有利于增加介电常数的面内均匀度。优选地,OCA可以通过本体聚合形成。

[0069] 在一些实施方案中,OCA的介电常数在100kHz的频率下为至少约8.0、至少约8.5或至少约9.0且至多约20、至多约15或至多约13。例如,当应用于静电电容型触摸面板时——特别是单元上或单元内触摸面板时——将OCA的介电常数设定为至少约8.0使得可以实现足够水平的传感器灵敏度和操作稳定性,并且将介电常数设定为至多约20使得可以有效地利用驱动触摸面板所需要的电能。在本公开中,“介电常数”是指“比介电常数 $\epsilon_R (= \epsilon / \epsilon_0)$ ”,其是OCA的介电常数 $\epsilon$ 和真空的介电常数 $\epsilon_0$ 的比。介电常数是依据JIS K 6911:1995在25 $^{\circ}$ C和频率100kHz的条件下测量的值。

[0070] 在一些实施方案中,OCA的储能模量G'在25 $^{\circ}$ C和1Hz下为至少约 $1 \times 10^3$ Pa或至少约 $1 \times 10^4$ Pa且至多约 $5 \times 10^6$ Pa或至多约 $5 \times 10^5$ Pa。具有在上述范围内的储能模量的OCA具有内聚强度和粘合强度的优异平衡。可以通过适当调节构成OCA中所含有的聚合物的单体的类型、分子量和配混比以及聚合物的聚合度来调节OCA的储能模量。

[0071] 本公开的另一个实施方案的光学层合体包括具有至少一个主表面的第一基板,具有至少一个主表面的第二基板,以及设置在第一基板的至少一个主表面和第二基板的至少一个主表面之间的前述光学透明粘合剂,以便与第一基板的至少一个主表面和第二基板的至少一个主表面接触。

[0072] 第一基板可为各种光学膜诸如表面保护膜、抗反射(AR)膜、偏振器、相差板、光学补偿膜、亮度改善膜、光导或透明导电膜(诸如ITO膜)。第一基板的示例包括聚碳酸酯、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(例如聚乙烯和聚丙烯)、三乙酰纤维素、聚合物诸如环烯烃聚合物和由玻璃制备的物质。第一基板可为光学透明基板。“光学透明基板”是指在400nm至700nm的波长范围内具有至少约85%或至少约90%的总透光率和至多约5%或至多约2%的雾度的基板。总透光率和雾度可以分别根据JIS K 7361-1:1997(ISO 13468-1:1996)和JIS K 7136:2000(ISO 14782:1999)测定。

[0073] 第二基板可以是与针对第一基板描述的相同的物质,并且可以是液晶显示器、OLED显示器、触摸面板或触摸面板模块、电润湿显示器或阴极射线管、电子纸、窗口、装配玻璃等。在一些实施方案中,第二基板是静电电容型触摸面板——特别是单元上或单元内触摸面板——并且具有高介电常数的OCA有助于改善这些触摸面板的传感器灵敏度和操作稳定性。

[0074] 上述第一基板和第二基板的厚度不具体限制。当基板是膜或为片状时,基板的厚度可以设定为例如至少约50 $\mu$ m、至少约500 $\mu$ m或至少约1mm,并且基板的厚度可以被设定为至多约5mm、至多约500 $\mu$ m或至多约100 $\mu$ m。与OCA接触的基板表面可以经受物理处理诸如电晕放电或等离子处理,或经受化学处理诸如底漆。

[0075] 图1中示出了本公开的实施方案的光学层合体的剖视图。光学层合体10包括第一基板11、第二基板12和设置在第一基板11的主表面和第二基板12的主表面之间以便与这些主表面接触的光学透明粘合剂(OCA)13。OCA 13具有例如可以附接到第一基板11的主面上的粘合剂片材的形状。例如通过将包括第一基板11和OCA 13的层合体附接到第二基板12(例如,单元上或单元内触摸面板的显示屏幕)的主表面,可以获得光学层合体10。

[0076] 在图1中,示出了提供于第一基板11的下表面的部分区域中的光屏蔽层14,该光屏蔽层14在基板表面上形成高度差或突起。光屏蔽层14可以形成,例如通过将液体(其通过着色剂混合到可固化树脂组合物的涂覆溶液中而制备)以适当方法诸如丝网印刷法施加到第一基板11的规定区域,并且用适当的固化方法诸如紫外线辐照使液体固化。

[0077] 在图1所示的光学层合体10中,OCA 13与具有形成高度差或突起的光屏蔽层14的第一基板11的表面接触,并且其符合这些高度差或突起,因此光屏蔽层14的附近被粘合剂片材和未形成的空隙填充。

[0078] 例如,可以通过包括以下步骤的方法来制备此类层合体:通过使用含具有可紫外线交联的位点的(甲基)丙烯酸酯的丙烯酸类单体组合物并且根据需要在其中可紫外线交联的位点未被活化的条件下执行聚合和固化,获得可紫外线交联的OCA片材的步骤;将可紫外线交联的OCA片材布置邻近于具有高度差或突起的f表面侧上的第一基板的步骤;将第二基板布置邻近于可紫外线交联的OCA片材的步骤;加热可紫外线交联的OCA片材和/或对其施加压力使得其符合高度差或突起的步骤;以及通过用紫外线辐照片材使可紫外线交联的

OCA片材交联的步骤。这些步骤可以各种顺序进行。

[0079] 可紫外线交联的OCA片材具有足够的流动性以在加热和/或加压时符合高度差或突起。例如,在紫外线交联之前的OCA片材中所含有的OCA的储能模量在30℃和1Hz下为至少约 $5.0 \times 10^4$ Pa且至多约 $1.0 \times 10^6$ Pa并且在80℃和1Hz下为至多约 $5.0 \times 10^4$ Pa,并且在紫外线交联后OCA的储能模量在130℃和1Hz下为至少约 $1.0 \times 10^3$ Pa。因为OCA具有此类粘弹性特性,所以在正常操作温度下在将OCA片材附接到粘合体之后施加热和/或压力使得可紫外线交联的OCA片材可以符合例如在表面保护层的表面上的高度差、突起等。此后执行紫外线交联增加OCA片材的内聚强度,并使得可以实现高度可靠的粘合。

[0080] 加热步骤可以使用对流烘箱、热板、热层压机、高压釜等执行,并且有利的是在使用热层压机、高压釜等加热的同时施加压力。使用高压釜的加压对于从OCA片材去除气泡而言特别有利。OCA片材的加热温度应当是在该温度下OCA片材软化或流动以便充分地符合高度差或突起的温度,并且其通常设定为至少约30℃、至少约40℃或至少约60℃且至多约150℃、至多约120℃或至多约100℃。当OCA片材被加压时,所施加的压力通常可以设定为至少约0.05MPa或至少约0.1MPa并且至多约2MPa或至多约1MPa。

[0081] 紫外线辐照步骤可使用典型紫外线辐照装置来执行,诸如例如带传送式紫外线辐照装置,其使用低压汞灯、中压汞灯、高压汞灯、超高压汞灯、氙灯、金属卤化物灯、无电极灯、LED灯等作为光源。紫外线辐照的量通常为约1,000mJ/cm<sup>2</sup>到约5,000mJ/cm<sup>2</sup>。

[0082] 本公开的另一实施方案提供包括上述光学层合体的电子设备。此类电子设备的示例包括但不限于移动电话、个人数字助理(PDA)、移动式游戏机、电子阅读终端、汽车导航系统、移动式音乐播放器、时钟、电视机(TV)、摄像机、视频播放机、数码相机、全球定位系统(GPS)设备和个人计算机(PC)。

#### [0083] 实施例

[0084] 下面的工作实施例中阐述了本公开的具体实施方案,但本发明不局限于这些实施例。除非另外指明,否则所有份数和百分比均以质量计。

[0085] 在工作实施例中使用的材料在表1中示出。

#### [0086] 表1

[0087]

| 类型     | 商品名或缩写 |                                                                                               |
|--------|--------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| 含羟基的单体 | HEA    | 丙烯酸 2-羟乙酯                                                                                     |
|        | 4 HBA  | 丙烯酸 4-羟丁酯                                                                                     |
|        | 2 HPA  | 丙烯酸 2-羟丙酯                                                                                     |
|        | CHDMMA | 购自日本东京中央区的化成化学公司<br>(Nippon Kasei Chemical Co. Ltd. Chuo-ku,<br>Tokyo, Japan) 的 1,4-环己烷二甲醇单丙烯 |

[0088]

|               |                       |                                                                                               |
|---------------|-----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
|               |                       | 酸酯                                                                                            |
|               | HEMA                  | 甲基丙烯酸 2-羟乙酯                                                                                   |
|               | Blemmer (商标)<br>GLM   | 1-甲基丙烯酸甘油酯, 购自日本东京涩谷区的 NOF 公司 (NOF Corporation (Shibuya-ku, Tokyo, Japan))                    |
|               | Blemmer (商标)<br>AE200 | 聚乙二醇单丙烯酸酯, 购自日本东京涩谷区的 NOF 公司 (NOF Corporation (Shibuya-ku, Tokyo, Japan))                     |
|               | Bisomer (商标)<br>PPA6  | 聚丙二醇单丙烯酸酯, 购自英国南汉普敦市的 GEO 专用化学品英国有限责任公司 (GEO Specialty Chemicals UK Ltd. (South Hampton, UK)) |
| 单官能(甲基)丙烯酸烷基酯 | BA                    | 丙烯酸正丁酯                                                                                        |
|               | HA                    | 丙烯酸正己酯                                                                                        |
|               | NOA                   | 丙烯酸正辛酯                                                                                        |
|               | 2EHA                  | 丙烯酸 2-乙基己酯                                                                                    |
|               | 2EHMA                 | 甲基丙烯酸 2-乙基己酯                                                                                  |
|               | IBXA                  | 丙烯酸异冰片酯                                                                                       |
|               | IBXMA                 | 甲基丙烯酸异冰片酯                                                                                     |
| 烷氧基烷基(甲基)丙烯酸酯 | EEEA                  | 丙烯酸 2-(2-乙氧基乙氧基)乙酯                                                                            |
|               | MEA                   | 丙烯酸 2-甲氧基乙酯                                                                                   |
| 其它单体          | THF-A                 | 丙烯酸四氢糠酯                                                                                       |
|               | AA                    | 丙烯酸                                                                                           |
|               | AcAm                  | 丙烯酰胺                                                                                          |
| 交联单体          | ABP                   | 4-丙烯酰氧基二苯甲酮                                                                                   |
|               | HDDA                  | 1,6-己二醇二丙烯酸酯                                                                                  |
| 链转移剂          | IOTG                  | 巯基乙醇酸异辛酯                                                                                      |
|               | t-DDM                 | 叔十二烷基硫醇                                                                                       |
| 光引发剂          | Irgacure (注册商标) 184   | 1-羟基环己基苯基甲酮, 购自日本大阪市港区的巴斯夫日本有限公司 (BASF Japan Co., Ltd. (Minato-ku, Japan))                    |

## [0089] 低聚物的制备

[0090] 丙烯酸类低聚物按如下方法制备。制备了 4HBA/NOA/AcAm 等于 60/37/3 (质量份) 的混合物, 并用甲乙酮/异丙醇 (MEK/IPA=50 质量%/50 质量%) 的混合溶剂将其稀释, 形成 30 质量% 的单体浓度。以 0.2 质量% 的比率 (以单体组分计) 加入热引发剂 2,2'-偶氮二 (2,4-二甲基戊腈) 作为引发剂, 所述体系进行氮气吹扫 10 分钟。随后, 在 25℃ 下的恒温浴中使反应进行 24 小时。由此, 获得透明粘性溶液。该聚合溶液涂覆在硅氧烷涂覆的膜上并且在烘箱中在 80℃ 下干燥 7 分钟。然后, 获得干燥的低聚物 (低聚物-1)。低聚物的重均分子量是 22,000 (以聚苯乙烯为基准通过凝胶渗透色谱法测定)。

[0091] 以与上述类似的方式获得另一种低聚物 (低聚物-2), 除了用 MEK 稀释 4HBA/NOA/AcAm 等于 60/37/3 (质量份) 的混合物, 以形成 25 质量% 的单体浓度。低聚物的重均分子量为 49,000。

[0092] OCA片材的制备

[0093] 在表2、表3和表4所示的单体组分中,使用除交联剂(ABP和HDDA)和链转移剂(IOTG)以外的单体和0.15质量份的Irgacure(注册商标)184以制备预混物。通过在富氮气氛中使单体预混物暴露于紫外线而部分聚合,并获得粘度为约 $2\text{Pa}\cdot\text{s}$  ( $2,000\text{cP}$ )的可涂覆型浆料。

[0094] 接下来,将0.5质量份的Irgacure(注册商标)184和剩余的单体(交联剂和链转移剂)或低聚物(当使用时)加入并混合到浆料中,并去除气泡。

[0095] 将获得的粘性混合物在两个硅氧烷处理的剥离衬件之间以 $100\mu\text{m}$ 的厚度刮涂。接下来,将所得的涂覆材料暴露于在 $351\text{nm}$ 处具有 $300\text{nm}$ 至 $400\text{nm}$ 的最大光谱输出的低强度紫外线(总能量: $1,200\text{mJ}/\text{cm}^2$ ),以便获得OCA片材。

[0096] 比介电常数测量

[0097] 根据JIS K 6911:1995,在包括 $25^\circ\text{C}$ 的温度和 $100\text{kHz}$ 的频率的条件下测量OCA的比介电常数 $\epsilon_r$ 。

[0098] 100g OCA中OH的摩尔数

[0099] 使用下式计算在100g OCA中OH的摩尔数。此外,在100g OCA中还含有添加剂诸如热引发剂、光引发剂、交联剂、链转移剂和缓凝剂或其改性产物。

[0100] 式2:

$$[0101] \quad 100\text{g OCA 中 OH 的摩尔数} = \sum_{n=1 \sim i} \frac{W_i}{M_i} \times N_i$$

[0102]  $W_1, W_2, \dots, W_i$ : 在100g OCA中的含羟基的单体 $1, 2, \dots, i$ 的质量

[0103]  $M_1, M_2, \dots, M_i$ : 含羟基的单体 $1, 2, \dots, i$ 的分子量

[0104]  $N_1, N_2, \dots, N_i$ : 含羟基的单体 $1, 2, \dots, i$ 中含有的羟基的数量

[0105] 总透光率和雾度测量

[0106] 使用橡胶辊将OCA片材层压在浮法玻璃基板( $80\text{mm} \times 55\text{mm} \times 0.7\text{mm}$ )上。接下来,使用真空附接处理设备(商品名TPL-0209MH,由Takatori有限公司(Takatori Co., Ltd.)制造)将独立的浮法玻璃基板( $80\text{mm} \times 55\text{mm} \times 0.7\text{mm}$ )和OCA/玻璃层合体彼此附接。附接条件包括 $100\text{Pa}$ 的真空度、 $0.225\text{MPa}$ 的层压压力和5秒的层压时间。然后在高压釜中处理玻璃/OCA/玻璃层合体( $0.5\text{MPa}$ 、 $25^\circ\text{C}$ 、15分钟)。

[0107] 使用雾度计NDH2000(日本电色实业有限公司(Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.))分别根据JIS K 7361-1:1997和JIS K 7136:2000测量所得玻璃/OCA/玻璃层合体的总透光率和雾度。

[0108] 印刷高度差填充性质

[0109] 使用具有印刷框架的浮法玻璃基板( $80\text{mm} \times 55\text{mm} \times 0.7\text{mm}$ )进行印刷高度差填充。印刷区域从基板一个侧面的外周边缘向内扩展约 $6\text{mm}$ 的宽度。印刷区域的高度差为约 $28\mu\text{m}$ 。

[0110] 使用橡胶辊将OCA片材层压在浮法玻璃基板( $80\text{mm} \times 55\text{mm} \times 0.7\text{mm}$ )上。接下来,使用真空附接处理设备(商品名TPL-0209MH,由Takatori有限公司(Takatori Co., Ltd.)制造)将在印刷区域侧面上的浮法玻璃基板的表面和OCA/玻璃层合体彼此附接。附接条件包括 $100\text{Pa}$ 的真空度、 $0.225\text{MPa}$ 的层压压力和5秒的层压时间。然后将所得层合材料在 $65^\circ\text{C}$ 下

放置在烘箱中30分钟。在从烘箱中移出层合体并在室温下静置30分钟后,用高压釜(0.5MPa、25℃、15分钟)处理层合体。

[0111] 使用装备有金属卤化物灯UVL-7000M4-N(120W/cm)的UVX-02528S1XK01(Ushio公司)对所获得的层合体进行紫外线射线辐照。对于UV-A(320nm到390nm),使用UV POWER PUCK(注册商标)II(EIT公司)测量的总辐照量设定为2,000mJ/cm<sup>2</sup>。紫外线辐照后的层合体的外观目视检查有无气泡或剥离等缺陷。

[0112] 粘弹性特性

[0113] 使用动态粘弹性测量设备ARES(TA仪器有限公司(TA Instruments, Inc.))测量紫外线交联之前和之后的OCA片材的粘弹性特性。对于紫外线交联之前的样品,将OCA片材层压至2mm的厚度,并且用直径8mm冲压以形成样品。对于紫外线交联之后的样品,使用装备有金属卤化物灯UVL-7000M4-N(120W/cm)的UVX-02528S1XK01(Ushio公司)对紫外线交联之前的OCA片材用紫外线射线辐照。对于UV-A(320nm到390nm),使用UV POWER PUCK(注册商标)II(EIT公司)测量的总辐照量设定为2,000mJ/cm<sup>2</sup>。然后将OCA片材层压至2mm的厚度,并且用8mm的直径冲压以形成样品。测量条件包括频率为1Hz、温度范围为-60℃至200℃和热速率为5℃/分钟的剪切模式,并且对于紫外线交联之前的样品在25℃、30℃和80℃下记录储能模量(G'),并且紫外线交联后的样品在130℃下记录。

[0114] OCA片材和层合体的评估结果在表2和表3中示出。

[0115]

表 2- (与单体组分有关的数值表示质量份)

| 单体组分                                   | 实施例 1 | 实施例 2 | 实施例 3 | 实施例 4 | 实施例 5 | 实施例 6 | 实施例 7 | 实施例 8 | 实施例 9 | 实施例 10 | 实施例 11 |
|----------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|
| HEA                                    | 49.9  | 69.9  | 69.9  | 52.5  | 60.0  |       |       |       |       | 10     | 11     |
| 4HBA                                   | 40.0  | 30.0  |       |       |       | 60.0  | 51.0  | 40.0  | 40.0  | 40.0   | 52.5   |
| 2HPA                                   |       |       | 30.0  |       |       |       |       |       |       |        |        |
| CHDMMA                                 |       |       |       |       |       |       |       | 11.0  |       |        |        |
| HEMA                                   | 10.0  |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| GLM                                    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| AE210                                  |       |       |       |       |       |       |       |       | 11.0  |        |        |
| PPA6                                   |       |       |       |       |       |       |       |       |       | 11.0   |        |
| BA                                     | 0.10  |       |       |       | 40.0  | 40.0  | 49.0  | 49.0  | 49.0  | 49.0   |        |
| HA                                     |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| NOA                                    |       | 0.10  | 0.10  | 1.0   |       |       |       |       |       |        | 47.5   |
| 2EHA                                   |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| 2EHMA                                  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| IBXA                                   |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| IBXMA                                  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| EEEA                                   |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| MEA                                    |       |       |       | 46.5  |       |       |       |       |       |        |        |
| THF-A                                  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| AA                                     |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| AcAm                                   |       |       |       |       |       |       |       |       |       |        |        |
| ABP                                    |       |       |       | 0.2   | 0.2   | 0.1   | 0.1   | 0.1   |       |        |        |
| HDDA                                   | 0.1   | 0.1   | 0.1   |       |       | 0.1   | 0.1   | 0.1   | 0.1   | 0.1    | 0.1    |
| 比介电常数 $\epsilon_r$<br>(100kHz,<br>25℃) | 13.3  | 14.5  | 13.4  | 12.6  | 10.5  | 10.3  | 9.4   | 8.9   | 9.4   | 8.8    | 8.7    |
| OH 的摩尔数<br>(mol/100g)                  | 0.778 | 0.804 | 0.827 | 0.448 | 0.512 | 0.413 | 0.351 | 0.330 | 0.316 | 0.301  | 0.449  |

[0116] (表2的延续)

[0117]

| 单体组分                                   | 实施例 12 | 实施例 13 | 实施例 14 | 实施例 15 | 实施例 16 |
|----------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| HEA                                    |        |        | 20.0   | 20.0   | 20.0   |
| 4HBA                                   | 55.0   | 55.0   | 32.5   | 30.0   | 35.0   |
| 2HPA                                   |        |        |        |        |        |
| CHDMMA                                 |        |        |        |        |        |
| HEMA                                   |        |        |        | 5.0    |        |
| GLM                                    |        |        |        | 20.0   | 5.0    |
| AE200                                  |        |        |        |        |        |
| PPA6                                   |        |        |        |        |        |
| BA                                     |        |        |        |        |        |
| HA                                     |        | 45.0   |        |        |        |
| NOA                                    | 45.0   |        | 35.0   |        |        |
| 2EHA                                   |        |        |        |        |        |
| 2EHMA                                  |        |        |        |        |        |
| IBXA                                   |        |        |        | 0.5    |        |
| IBXMA                                  |        |        |        |        | 0.5    |
| EEEA                                   |        |        |        | 19.5   | 19.5   |
| MEA                                    |        |        | 10.0   |        |        |
| THF-A                                  |        |        |        |        | 20.0   |
| AA                                     |        |        |        | 5.0    |        |
| AcAm                                   |        |        | 2.5    |        |        |
| ABP                                    | 0.1    |        | 0.3    | 0.1    | 0.1    |
| HDDA                                   | 0.1    | 0.1    |        |        |        |
| 比介电常数 $\epsilon_r$<br>(100kHz,<br>25℃) | 8.7    | 9.2    | 8.2    | 11.1   | 12.6   |
| OH 的摩尔数<br>(mol/100g)                  | 0.378  | 0.379  | 0.394  | 0.664  | 0.474  |

[0118]

(表 2 的进一步延续)

| 单体组分                                | 比较例 1 | 比较例 2 | 比较例 3 | 比较例 4 | 比较例 5 | 比较例 6 | 比较例 7 | 比较例 8 | 比较例 9 |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| HEA                                 |       | 30.0  | 14.0  |       |       |       |       |       | 20.0  |
| 4HBA                                |       |       |       | 40.0  | 42.5  |       |       | 30.0  |       |
| 2HPA                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| CHDMMA                              |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| HEMA                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| GLM                                 |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| AE200                               |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| PPA6                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| BA                                  |       |       |       |       |       | 40.0  |       |       |       |
| HA                                  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| NOA                                 | 47.5  | 70.0  |       | 60.0  | 57.5  |       | 40.0  | 51.0  | 61.0  |
| 2EHA                                |       |       | 65.0  |       |       |       |       |       |       |
| 2EHMA                               |       |       | 18.0  |       |       |       |       |       |       |
| IBXA                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| IBXMA                               |       |       |       |       |       |       |       | 4.0   | 4.0   |
| EEEA                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| MEA                                 | 52.5  |       |       |       |       | 60.0  | 60.0  | 7.5   | 7.5   |
| THF-A                               |       |       |       |       |       |       |       | 7.5   | 7.5   |
| AA                                  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| AcAm                                |       |       | 3.0   |       |       |       |       |       |       |
| ABP                                 |       |       | 0.2   | 0.1   | 0.1   | 0.2   | 0.2   | 0.2   | 0.2   |
| HDDA                                | 0.1   | 0.1   | 0.06  | 0.06  | 0.06  | 0.1   | 0.1   |       | 0.3   |
| 比介电常数 $\epsilon_r$<br>(100kHz, 25℃) | 6.4   | 6.3   | 4.6   | 7.1   | 7.3   | 7.5   | 6.7   | 7.9   | 6.3   |
| OH 的摩尔数<br>(mol/100g)               | 0.000 | 0.256 | 0.119 | 0.275 | 0.292 | 0.000 | 0.000 | 0.207 | 0.170 |

[0119]

表 3- (与单体组分有关的数值表示质量份)

| 单体组分                                 | 实施例 5 | 实施例 17 | 实施例 4 | 实施例 18 | 实施例 14 | 实施例 19 |
|--------------------------------------|-------|--------|-------|--------|--------|--------|
| HEA                                  | 60.0  | 60.0   | 52.5  | 52.5   | 20.0   | 20.0   |
| 4HBA                                 |       |        |       |        | 32.5   | 32.5   |
| 2HPA                                 |       |        |       |        |        |        |
| CHDMMA                               |       |        |       |        |        |        |
| HEMA                                 |       |        |       |        |        |        |
| GLM                                  |       |        |       |        |        |        |
| AF200                                |       |        |       |        |        |        |
| PPA6                                 |       |        |       |        |        |        |
| BA                                   | 40.0  | 40.0   |       |        |        |        |
| HA                                   |       |        |       |        |        |        |
| NOA                                  |       |        | 1.0   | 1.0    | 35.0   | 35.0   |
| 2EHA                                 |       |        |       |        |        |        |
| 2EHMA                                |       |        |       |        |        |        |
| IBXA                                 |       |        |       |        |        |        |
| IBXMA                                |       |        |       |        |        |        |
| EEEA                                 |       |        |       |        |        |        |
| MEA                                  |       |        | 46.5  | 46.5   | 10.0   | 10.0   |
| THF-A                                |       |        |       |        |        |        |
| AA                                   |       |        |       |        |        |        |
| AcAm                                 |       |        |       |        | 2.5    | 2.5    |
| ABP                                  | 0.2   | 0.2    | 0.2   | 0.2    | 0.3    | 0.3    |
| HDDA                                 |       |        |       |        |        |        |
| IOTG                                 |       | 0.4    |       | 0.6    |        | 0.5    |
| 比介电常数 $\epsilon_r$<br>(100kHz, 25°C) | 10.5  | 10.9   | 12.6  | 13.1   | 8.2    | 8.4    |
| OH 的摩尔数 (mol/100g)                   | 0.512 | 0.510  | 0.448 | 0.446  | 0.394  | 0.392  |
| 总透光率(%)                              | 91.3  | 91.3   | 91.3  | 91.3   | 91.2   | 91.2   |
| 雾度(%)                                | 0.1   | 0.1    | 0.1   | 0.1    | 0.1    | 0.1    |
| 印刷的高度差填充性质                           | 气泡存在  | 无缺陷    | 气泡存在  | 无缺陷    | 气泡存在   | 无缺陷    |

[0120]

|                                |                     |                     |                     |                     |                     |                     |
|--------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 在紫外线交联之前的储能模量 G'<br>(1Hz、25℃)  | 8.1×10 <sup>4</sup> | 1.2×10 <sup>5</sup> | 1.5×10 <sup>5</sup> | 8.8×10 <sup>5</sup> | 2.7×10 <sup>5</sup> | 8.5×10 <sup>4</sup> |
| 在紫外线交联之前的储能模量 G'<br>(1Hz、30℃)  | 7.6×10 <sup>4</sup> | 9.6×10 <sup>4</sup> | 1.4×10 <sup>5</sup> | 7.5×10 <sup>4</sup> | 2.4×10 <sup>5</sup> | 7.1×10 <sup>4</sup> |
| 在紫外线交联之前的储能模量 G'<br>(1Hz、80℃)  | 5.8×10 <sup>4</sup> | 1.6×10 <sup>4</sup> | 1.3×10 <sup>5</sup> | 1.3×10 <sup>4</sup> | 8.8×10 <sup>4</sup> | 1.6×10 <sup>4</sup> |
| 在紫外线交联之后的储能模量 G'<br>(1Hz、130℃) | N.A.                | 5.3×10 <sup>3</sup> | N.A.                | 9.0×10 <sup>3</sup> | N.A.                | 9.4×10 <sup>3</sup> |

[0121] 表4-(与单体组分有关的数值表示质量份)

[0122]

| 单体组分                                 | 实施例 20 | 实施例 21            | 实施例 22 | 实施例 23 |
|--------------------------------------|--------|-------------------|--------|--------|
| HEA                                  |        |                   |        |        |
| 4HBA                                 | 44     | 55                | 60.4   | 50.5   |
| 2HPA                                 |        |                   |        |        |
| CHDMMA                               |        |                   |        |        |
| HEMA                                 |        |                   |        |        |
| GLM                                  |        |                   |        |        |
| AE200                                |        |                   |        |        |
| PPA6                                 |        |                   |        |        |
| BA                                   |        |                   |        |        |
| NOA                                  | 29.5   | 29.5              | 32.6   | 26.0   |
| HA                                   |        |                   |        |        |
| 2EHA                                 |        |                   |        |        |
| 2EHMA                                |        |                   |        |        |
| IBXA                                 |        |                   |        |        |
| IBXMA                                |        |                   |        |        |
| EEEE                                 |        |                   |        |        |
| MEA                                  | 4      | 4                 | 4.5    | 3.5    |
| THF-A                                |        |                   |        |        |
| AA                                   |        |                   |        |        |
| AcAm                                 | 2.5    | 2.5               | 2.5    | 2.0    |
| ABP                                  |        | 0.1               |        |        |
| HDDA                                 | 0.1    |                   | 0.1    | 0.1    |
| 低聚物-1                                | 20     |                   |        | 18.0   |
| 低聚物-2                                |        | 9                 |        |        |
| IOTG                                 |        |                   |        |        |
| t-DDM                                | 0.5    | 0.5               | 0.5    | 0.5    |
| 比介电常数 $\epsilon_r$<br>(100kHz, 25°C) | 10.5   | 10.3              | 10.1   | 10.6   |
| OH 的摩尔数 (mol/100g)                   | 0.384  | 0.414             | 0.414  | 0.419  |
| 总透光率(%)                              | 91.0   | 91.0              | 91.4   | 91.0   |
| 雾度(%)                                | 0.2    | 0.2               | 0.2    | 0.1    |
| 印刷的高度差填充性质                           | 无缺陷    | 无缺陷               | 无缺陷    | 无缺陷    |
| 在紫外线交联之前的储能模量 $G'$ (1Hz、25°C)        | N.A.   | $6.1 \times 10^4$ | N.A.   | N.A.   |
| 在紫外线交联之前的储能模量 $G'$ (1Hz、30°C)        | N.A.   | $5.1 \times 10^4$ | N.A.   | N.A.   |
| 在紫外线交联之前的储能模量 $G'$ (1Hz、80°C)        | N.A.   | $1.1 \times 10^4$ | N.A.   | N.A.   |
| 在紫外线交联之后的储能模量 $G'$ (1Hz、130°C)       | N.A.   | $4.6 \times 10^3$ | N.A.   | N.A.   |

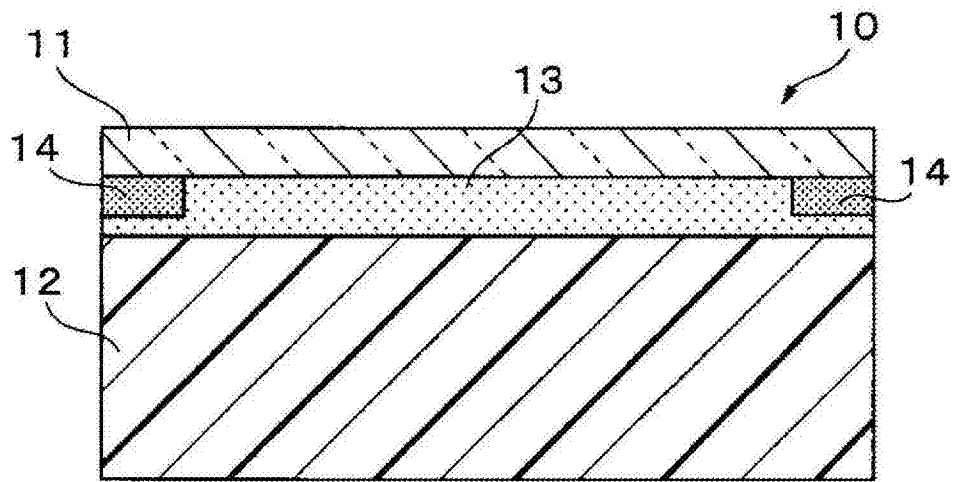


图1