



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년10월27일
(11) 등록번호 10-1669681
(24) 등록일자 2016년10월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 183/04 (2006.01) C09J 183/05 (2006.01)
C09J 7/02 (2006.01) C09J 9/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-0110792
(22) 출원일자 2010년11월09일
심사청구일자 2015년05월26일
(65) 공개번호 10-2011-0052483
(43) 공개일자 2011년05월18일
(30) 우선권주장
JP-P-2009-256728 2009년11월10일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2004307653 A
US20060094834 A1

(73) 특허권자
신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤
일본 도쿄도 지요다꾸 오테마치 2조메 6방 1고
(72) 발명자
구로다, 야스요시
일본 군마켄 안나카시 마쓰이다마찌 히토미 1반지
10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 덴
시 자이료 기쥬쥬 쟁쥬쇼 내
아오끼, 순지
일본 군마켄 안나카시 마쓰이다마찌 히토미 1반지
10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 덴
시 자이료 기쥬쥬 쟁쥬쇼 내
(74) 대리인
장수길, 김성완, 박보현

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 양정화

(54) 발명의 명칭 실리콘 점착제 조성물 및 점착 필름

(57) 요 약

(A) 1 분자 중에 2개 이상의 알케닐기 및 페닐기를 가지고, 디오르가노폴리실록산의 전체 유기기 중 페닐기가 1.0 내지 12 몰%로 포함되며, 디오르가노폴리실록산 100 g 중에 알케닐기가 0.0005 내지 0.05 몰로 포함되고, 25 °C에서의 점도가 100,000 mPa·s 이상인 디오르가노폴리실록산 100 내지 80 질량부,

(B) $R_3SiO_{0.5}$ 단위 및 SiO_2 단위를 함유하고, $R_3SiO_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위의 몰비가 0.6 내지 1.7인 오르가노폴리실록산 0 내지 20 질량부,

(C) SiH기를 3개 이상 함유하는 오르가노하이드로젠폴리실록산,

(E) 부가 반응 촉매,

(F) 유기 용제

를 포함하는 실리콘 점착제 조성물.

명세서

청구범위

청구항 1

기재 필름과, 상기 기재 필름의 적어도 한쪽면 상에 형성된 점착층을 구비하고, 상기 점착층이 하기 성분을 포함하는 실리콘 점착제 조성물의 경화물이고, 기재 필름과 점착층과의 사이에 프라이머층을 가지지 않는 것을 특징으로 하는 점착 필름.

(A) 1 분자 중에 2개 이상의 알케닐기 및 페닐기를 가지고, 디오르가노폴리실록산의 전체 유기기 중 페닐기가 1.0 내지 12 몰%로 포함되며, 디오르가노폴리실록산 100 g 중에 알케닐기가 0.0005 내지 0.05 몰로 포함되고, 25 °C에서의 점도가 100,000 mPa·s 이상인 디오르가노폴리실록산 100 내지 80 질량부,

(B) $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위 및 SiO_2 단위를 함유하고, $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위의 몰비가 0.6 내지 1.7인 오르가노폴리실록산(R^1 은 탄소수 1 내지 10의 1가 탄화수소기임) 0 내지 20 질량부,

(C) SiH기를 3개 이상 함유하는 오르가노하이드로젠폴리실록산 (A), (B) 성분 중의 알케닐기에 대한 SiH기의 몰비가 0.5 내지 20이 되는 양,

(D) 제어제 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 0 내지 8.0 질량부,

(E) 부가 반응 촉매 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 귀금속 성분으로서 5 내지 2,000 ppm,

(F) 유기 용제 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 25 내지 900 질량부

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 기재 필름이, 폴리에스테르 필름, 폴리(메트)아크릴레이트 필름, 폴리카보네이트 필름, 폴리에틸렌 필름, 폴리프로필렌 필름, 폴리아미드 필름, 폴리이미드 필름, 폴리페닐렌술폰 필름, 폴리테트라플루오로에틸렌 필름, 폴리염화비닐 필름으로부터 선택되는 것인 점착 필름.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 기재 필름의 표면이 코로나 처리되어 있고, 코로나 처리된 상기 표면 상에 점착층을 구비하는 점착 필름.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 점착층의 두께가 2 내지 200 μm 인 점착 필름.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 점착층이, 두께 23 μm 의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름과, 상기 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름 상에 구비된 두께 30 μm 의 점착제층으로 이루어지는 필름에 대하여, JIS Z 0237에 따른 180° 박리 시험 방법에 의해 측정된 점착력 0.001 내지 1.0 N/10 mm을 가지는 것을 특징으로 하는 점착 필름.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 점착 필름 및 상기 필름의 점착층을 형성하기 위해 사용되는 실리콘 점착제 조성물에 관한 것이다.

[0001]

상기 점착 필름은 평판 디스플레이에 첩부하거나, 광학 필름 등의 광학 부재나 인쇄 배선판 등의 전자 부품 가공 시에 보호나 마스크의 목적으로 첩부하는 용도에 적합하다.

배경 기술

- [0002] 평판 디스플레이(FPD)는 각종 전자·전기 기기의 표시 장치로서 많이 사용되고 있다. 예를 들면 CRT 디스플레이, 액정 디스플레이, 플라즈마 디스플레이, 유기 EL 디스플레이, 무기 EL 디스플레이, LED 디스플레이, 표면전해 디스플레이(SED), 전계 방출형 디스플레이(FED) 등의 표시 장치나, 이들을 이용한 터치 패널이 있고, 이러한 디스플레이 표면의 흠집 방지, 오염 방지, 지문 부착 방지, 대전 방지, 반사 방지, 방현, 들어다봄 방지 등의 목적으로 각종 필름이 첩부된다.
- [0003] 이 필름에는, 표시 장치 내부에 삽입되는 경우더라도, 첩부할 때에 기포가 말려들어가지 않는 기포 빠짐성이 좋음 등의 특성이 필요하다. 첩부된 필름은 저절로 떨어지거나, 박리되거나 하지 않는 것이 필요하지만, 갈아 붙일 때에는 재박리(벗기는 것)가 용이한 것이 필요하다.
- [0004] 종래, 이 필름용 점착제로서 아크릴계 점착제, 우레탄계 점착제 등 유기 수지계 점착제가 사용되었지만, 이러한 점착제를 이용한 점착 필름은, 첩부할 때에 기포가 말려들어가었다. 기포를 말려들게 한 경우, 상기 기포에 의해 디스플레이의 휘도, 밝기, 색이 불균일해지는 표시 얼룩이 발생하기 때문에, 고쳐 붙이거나 기포의 압출 등의 작업이 필요해진다. 말려들어난 기포를 압출하기 위해, 점착 필름의 표면에서 기포를 손가락으로 강하게 압출하거나, 고쳐 붙임을 반복하는 중에 디스플레이 자체를 손상시키는 경우가 있었다.
- [0005] 점착 필름을 제조하고 나서 사용하기까지의 사이는, 점착면을 보호하기 위해 박리 라이너를 점착면에 접합시켜 두고, 사용할 때에는 박리 라이너를 벗겨서 사용한다. 또한, 점착 필름을 디스플레이나 광학 필름 등의 피착체에 보호 목적으로 첩부하는 경우, 피착체에 첩부된 상태로 두고, 앞 공정의 필요한 단계에서 벗긴다. 이들의 경우, 점착 필름의 점착면은 박리 라이너나 피착체에 첩부된 채로, 경우에 따라서는 장시간에 걸쳐 보관, 수송 등에 쓰인다. 이때에 예를 들면 30 내지 60 ℃, 65 내지 95 % RH의 고온, 고습도 하에 방치되는 경우가 있다. 이 때문에 박리 라이너나 피착체에 첩부된 상태로 습열 환경에 처하는 경우에도, 점착 필름을 박리할 때에 점착력이 크게 상승해서는 안 된다.
- [0006] 디스플레이용 필름의 점착제 조성물로서, 무용제형 오르가노폴리실록산 조성물이 알려져 있다(특허문헌 1: 일본 특허 공개 제2004-225005호 공보). 상기 오르가노폴리실록산 조성물을 경화하여 얻어지는 점착제는, 기재 필름과의 밀착성이 불충분하여, 첩부 작업 시나 갈아 붙이는 작업 시 등에, 기재와 점착제층이 박리되는 경우가 있다. 상기 박리는 기재 필름의 표면에 코로나 처리나 프라이머 처리 등의 밀착 향상을 위한 처리를 행하더라도 완전히 방지할 수 없다. 또한, 상기 조성물은 도공 시에 강하게 대전되는 경우가 있어, 이에 따라 도공 후로부터 경화 전까지의 사이에, 도공된 점착제가 일부 유동하여, 점착제층 표면이 불균일해지는 경우가 있다.
- [0007] 또한, 평판 디스플레이에 여러가지 필름을 첩부하는 데 적합한 실리콘 점착제 조성물이 알려져 있다(특허문헌 2: 일본 특허 공개 제2006-152266호 공보). 이 조성물을 기재 필름에 도공하여 충분한 밀착성을 얻기 위해서는, 기재 필름을 미리 프라이머 처리할 필요가 있고, 점착 필름을 제조하기 위해서는 프라이머 도공 공정과 점착제 도공 공정의 2 단계가 필요하여, 효율적이지 않았다.
- [0008] 또한, 프라이머를 사용하지 않더라도 기재에 대해 양호하게 밀착하는 점착성 부여제를 함유하는 실리콘 고무 코팅제 조성물이 알려져 있다(특허문헌 3: 일본 특허 공개 제2007-191637호 공보). 이 조성물을 도공·경화시킨 고무층(점착제층)은 피착체에 접합시킨 후, 경시로 특히 습열 조건 하에 점착력이 크게 상승하여, 재박리성이 저하된다는 문제가 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0009] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2004-225005호 공보
(특허문헌 0002) 일본 특허 공개 제2006-152266호 공보
(특허문헌 0003) 일본 특허 공개 제2007-191637호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명은 상기 사정에 감안하여 이루어진 것으로, 첩부 시에 기포 말려들어감이 없고, 또한 첩부 후에는 저절로 떨어지거나 박리되거나 하지 않지만, 손으로 박리하는 것은 용이한 평판 디스플레이에 첩부하는데 적합한 점착 필름 및 상기 필름용 실리콘 점착제 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한, 미리 기재 필름의 표면에 프라이머 처리를 하지 않고, 직접 점착제 조성물을 도공한 경우에도 우수한 기재 필름에의 밀착성이 얻어지는 실리콘 점착제 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명자들은 상기 목적을 달성하기 위해 예의 검토를 거듭한 결과, 소정의 실리콘 경화성 조성물을 이용하면, 상기 목적을 달성할 수 있는 것을 발견하여, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.
- [0012] 즉, 본 발명은 하기의 실리콘 점착제 조성물 및 점착 필름을 제공한다.
- [0013] 청구항 1:
- [0014] (A) 1 분자 중에 2개 이상의 알케닐기 및 페닐기를 가지고, 디오르가노폴리실록산의 전체 유기기 중 페닐기가 1.0 내지 12 몰%로 포함되며, 디오르가노폴리실록산 100 g 중에 알케닐기가 0.0005 내지 0.05 몰로 포함되고, 25 °C에서의 점도가 100,000 mPa · s 이상인 디오르가노폴리실록산 100 내지 80 질량부,
- [0015] (B) $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위 및 SiO_2 단위를 함유하고, $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위의 몰비가 0.6 내지 1.7인 오르가노폴리실록산(R^1 은 탄소수 1 내지 10의 1가 탄화수소기임) 0 내지 20 질량부,
- [0016] (C) SiH기를 3개 이상 함유하는 오르가노하이드로젠폴리실록산 (A), (B) 성분 중의 알케닐기에 대한 SiH기의 몰비가 0.5 내지 20이 되는 양,
- [0017] (D) 제어제 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 0 내지 8.0 질량부,
- [0018] (E) 부가 반응 촉매 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 귀금속 성분으로서 5 내지 2,000 ppm,
- [0019] (F) 유기 용제 (A) 성분과 (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 25 내지 900 질량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 실리콘 점착제 조성물.
- [0020] 청구항 2:
- [0022] 제1항에 있어서, (B) 성분을 포함하지 않는 것을 특징으로 하는 실리콘 점착제 조성물.
- [0023] 청구항 3:
- [0024] 기재 필름과, 상기 기재 필름의 적어도 한쪽면 상에 형성된 점착층을 구비하고, 상기 점착층이 제1항 또는 제2항에 기재된 조성물로 이루어진 것인 점착 필름.
- [0025] 청구항 4:
- [0026] 제3항에 있어서, 점착제층의 두께가 2 내지 200 μm 인 점착 필름.
- [0027] 청구항 5:
- [0028] 제3항 또는 제4항에 있어서, 점착층이, 두께 23 μm 의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름과, 상기 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름 상에 구비된 두께 30 μm 의 점착제층으로 이루어지는 필름에 대하여, JIS Z 0237에 따른 180° 박리 시험 방법에 의해 측정된 점착력 0.001 내지 1.0 N/10 mm을 가지는 것을 특징으로 하는 점착 필름.
- [0029] 청구항 6:
- [0030] 제3항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 기재 필름과 점착층과의 사이에 프라이머층을 가지지 않는 점착 필름.
- [0031] 청구항 7:

[0032] 제3항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 기재 필름의 표면이 코로나 처리되어 있고, 코로나 처리된 상기 표면 상에 점착층을 구비하는 점착 필름.

발명의 효과

[0033] 본 발명의 점착 필름은 첩부 시에 기포가 말려들어가지 않는다. 첩부된 후에는 저절로 떨어지거나 하지 않고, 첩부되어 있지만 손으로 용이하게 박리하는 것이 가능하다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0034] 본 발명에 있어서 점착제에 사용되는 (A) 성분은, 1 분자 중에 적어도 2개의 알케닐기 및 페닐기를 함유하는 디오르가노폴리실록산이고, 예를 들면 하기 화학식으로 표시되는 것이다.

화학식 1

[0035]
$$R^3_a R^2_{(3-a)} SiO (R^3 R^2 SiO)_m (R^2_2 SiO)_n SiR^2_{(3-a)} R^3_a$$

화학식 2

[0036]
$$HOR^2_2 SiO (R^3 R^2 SiO)_{m+2} (R^2_2 SiO)_n SiR^2_2 OH$$

화학식 4

[0037]
$$(R^3_a R^2_{(3-a)} SiO_{1/2})_o (R^3 R^2 SiO_{2/2})_p (R^2_2 SiO_{2/2})_q - (R^4 SiO_{3/2})_r (SiO_{4/2})_s$$

[0038] (식 중, R^2 는 동일 또는 이종의 지방족 불포화 결합을 가지지 않는 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소기이고, R^3 은 알케닐기 함유 유기기이고, a는 0 내지 3의 정수, 바람직하게는 1이고, m은 0 이상, n은 10 이상의 정수이고, a가 0일 때 m은 2 이상이고, m+n은 이 디오르가노폴리실록산의 25 ℃에서의 점도를 100,000 mPa·s 이상으로 하는 수이며, R^4 는 R^2 또는 R^3 이고, o는 3 내지 12의 정수이고, p는 0 이상, q는 10 이상의 정수이고, r+s는 1 내지 5의 정수이고, o+p+q+r+s는 이 디오르가노폴리실록산의 25 ℃에서의 점도를 100,000 mPa·s 이상으로 하는 수임)

[0039] 여기서, R^2 로서는 탄소수 1 내지 10인 것이 바람직하고, 예를 들면 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 시클로헥실기 등의 시클로알킬기, 페닐기, 톨릴기 등의 아릴기 등이고, 또한 이들 기의 탄소 원자에 결합한 수소 원자의 일부 또는 전부를 할로젠, 아미노기, 수산기, 시아노기 등의 다른 기로 치환한 3-아미노프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 3-히드록시프로필기, 3-시아노프로필기 등도 예시된다. R^2 로서는 특히 메틸기, 페닐기가 바람직하다.

[0040] 페닐기의 함유량은 이 디오르가노폴리실록산의 전체 유기기 중의 1.0 내지 12 몰%로 하는 것이며, 바람직하게는 1.5 내지 9 몰%이다. 1.0 몰% 미만이면 점착제층과 필름 기재와의 밀착성이 불충분해지고, 12 몰%를 초과하면 환상의 저분자 실록산 잔사가 많아져서, 재박리시에 점착제 잔사가 남는 경우가 있다. 페닐기는 $(C_6H_5)_2SiO_{2/2}$ 단위, $(C_6H_5)R^0SiO_{2/2}$ 단위(R^0 는 지방족 불포화 결합을 가지지 않는 치환 또는 비치환의 페닐기를 제거한 1가 탄화수소기로, 알킬기인 것이 바람직함), 또는 $(C_6H_5)SiO_{3/2}$ 단위로서 함유할 수 있다. $(C_6H_5)_2SiO_{2/2}$ 단위인 것이 바람직하다.

[0041] (A) 성분이 페닐기를 상기의 함유량으로 함유함으로써, 필름 기재와의 밀착성이 양호한 것이 되고, 특히 점착 필름을 습열 경시로 방지한 경우의 밀착성의 저하를 억제할 수 있게 된다.

- [0042] R^3 으로서는 탄소수 2 내지 10인 것이 바람직하고, 예를 들면 비닐기, 알릴기, 헥세닐기, 옥테닐기, 아크릴로일 프로필기, 아크릴로일메틸기, 메타크릴로일프로필기, 시클로헥세닐에틸기, 비닐옥시프로필기 등이고, 특히 공업적으로는 비닐기가 바람직하다. (A) 성분에서의 알케닐기 함유량은 0.0005 내지 0.05 몰/100 g인 것이고, 상기 범위에서 평균 디스플레이 필름으로서 적합한 점착성을 달성할 수 있다. 또한 0.0007 내지 0.01 몰/100 g인 것이 바람직하다. 0.0005 g/100 g 미만으로는 점착제 조성물의 경화성이 불충분해지고, 0.05 몰/100 g을 초과하면 점착성이 저하되어, 점착력을 얻을 수 없게 된다.
- [0043] 이 디오르가노폴리실록산의 성상은 오일상, 생 고무상이면 좋다. (A) 성분의 점도는 25 °C에서, 오일상인 것이면 100,000 mPa·s 이상인 것이 바람직하다. 100,000 mPa·s 미만에서는 도공성이 저하되어 도공면에 텅김이 생기기도 하기 때문에 부적합하다. 또한 점도가 1,000,000 mPa·s를 초과하는 것과 같은 생 고무상인 것이면, 30 질량%의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도(30 % 용해 점도)가 100,000 mPa·s 이하인 것이 바람직하다. 또한 30 % 용해 점도가 3,000 내지 30,000 mPa·s인 것이 바람직하다. 100,000 mPa·s를 초과하면, 조성물이 고점도가 되기 쉬워서 제조 시의 교반이 곤란해진다. 또한 (A) 성분은 2종 이상을 병용할 수 있다. 이 경우는 (A) 성분의 합계에 포함되는 알케닐기의 합계가 0.0005 내지 0.05 몰/100 g이 되도록 하면 좋다. 또한 본 발명에서 점도는 회전 점도계에 의해 측정되는 25 °C에서의 값이다.
- [0044] (A) 성분은 통상 옥타메틸시클로테트라실록산 등의 단량체를 촉매를 이용하여 개환 중합시켜 제조하지만, 중합 후는 환상 저분자 실록산을 함유하기 때문에, 이 환상 저분자 실록산을 가열 및 감압 하에, 반응 생성물 중에 불활성 기체를 통기시키면서, 증류 제거한 것을 이용하는 것이 바람직하다.
- [0045] (B) 성분은 $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위 및 SiO_2 단위를 함유하고, $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위의 몰비가 0.6 내지 1.7인 오르가노폴리실록산이다. $R^1_3SiO_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위의 몰비가 0.6 미만에서는 점착력이나 태크가 저하되는 경우가 있고, 1.7을 초과하면 점착력이나 유지력이 저하되는 경우가 있다.
- [0046] R^1 은 탄소수 1 내지 10의 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소기이고, 구체적으로는 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 시클로알킬기, 페닐기 등의 아릴기, 비닐기, 알릴기, 헥세닐기 등의 알케닐기를 들 수 있다. 또한 이들 기의 탄소 원자에 결합한 수소 원자의 일부 또는 전부를 할로젠, 아미노기, 수산기, 시아노기 등의 다른 기로 치환한 3-아미노프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 3-히드록시프로필기, 3-시아노프로필기 등도 예시된다. 이 중에서도 메틸기가 바람직하다.
- [0047] (B) 성분은 OH기를 가질 수 있고, OH기 함유량은 (B) 성분 총 질량의 0.01 내지 4.0 질량%인 것이 바람직하다. OH기가 0.01 질량% 미만이면 점착제의 응집력이 낮아지는 경우가 있고, 4.0 질량%를 초과하는 것은 점착제의 태크가 저하되는 이유에 의해 바람직하지 않다.
- [0048] (B) 성분은 2종 이상을 병용할 수 있다. 또한 본 발명의 특성을 손상시키지 않는 범위에서 $R^1SiO_{1.5}$ 단위, R^1_2SiO 단위를 (B) 성분 중에 함유시키는 것도 가능하다.
- [0049] (A), (B) 성분의 배합 질량비는 (A)/(B)=100/0 내지 80/20으로 하면 좋다. 특히 100/0 내지 90/10으로 하는 것이 바람직하다. (B) 성분의 디오르가노폴리실록산의 배합비가 80/20보다 많으면 점착력이 너무 강해서 재박리성이 저하되거나, 기재 필름에의 밀착성이 저하되거나 한다. (B) 성분은 배합하지 않을 수도 있다.
- [0050] (C) 성분은 가교제로, 1 분자 중에 규소 원자에 결합한 수소 원자를 3개 이상 가지는 오르가노하이드로젠폴리실록산이고, 직쇄상, 분지상인 것을 사용할 수 있다.
- [0051] (C) 성분으로서, 하기 화학식의 것을 예시할 수 있지만, 이들의 것에는 한정되지 않는다.
- [0052] $H_b R^2_{(3-b)} Si O (HR^2 Si O)_t (R^2_2 Si O)_u Si R^2_{(3-b)} H_b$
- [0053] 및
- [0054] $(H_b R^2_{(3-b)} Si O_{1/2})_v (HR^2 Si O_{2/2})_w (R^2_2 Si O_{2/2})_x - (R^2 Si O_{3/2})_y (Si O_{4/2})_z$
- [0055] (상기 식에 있어서, R^2 는 동일 또는 이종의 지방족 불포화 결합을 가지지 않는 치환 또는 비치환의 1가 탄화수소

기이고, b는 0 또는 1, t, u는 0 이상의 정수이고, b가 0일 때는 t는 2 이상이고, t+u는 이 오르가노하이드로젠 폴리실록산의 25 ℃에어에서의 점도가 1 내지 500 mPa·s가 되는 수이며, v는 3 내지 12의 정수이고, w는 0 이상, y+z는 1 내지 5의 정수로, v+w+x+y+z는 이 디오르가노폴리실록산의 25 ℃에서의 점도를 1 내지 500 mPa·s로 하는 수임)

[0056] 여기서, R²는 위에서 진술한 것과 동일하게, 바람직하게는 탄소수 1 내지 10의 1가 탄화수소기이고, 예를 들면 메틸기, 에틸기, 프로필기, 부틸기 등의 알킬기, 시클로헥실기 등의 시클로알킬기, 페닐기, 톨릴기 등의 아릴기 등이고, 또한 이들 기의 탄소 원자에 결합한 수소 원자의 일부 또는 전부를 할로젠, 아미노기, 수산기, 시아노기 등의 다른 기로 치환한 3-아미노프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 3-히드록시프로필기, 3-시아노프로필기 등도 예시된다. 특히 메틸기, 페닐기가 바람직하다.

[0057] 이 오르가노하이드로젠폴리실록산 (C)의 25 ℃에서의 점도는 1 내지 1,000 mPa·s인 것이 바람직하고, 2 내지 500 mPa·s가 더욱 바람직하다. 또한 2종 이상의 혼합물일 수 있다. 또한 [R²SiO_{3/2}], [HSiO_{3/2}], [SiO_{4/2}]를 함유하는 구조인 것도 예시할 수 있다.

[0058] (C) 성분의 사용량은 (A), (B) 성분 중의 알케닐기에 대한 (C) 성분 중의 SiH기의 몰비가 0.5 내지 20이고, 특히 0.8 내지 15의 범위가 되도록 배합하는 것이 바람직하다. 0.5 미만이면 가교 밀도가 낮아지고, 이에 따라 응집력, 유지력이 낮아지는 경우가 있고, 20을 초과하면 가교 밀도가 높아져서, 적절한 점착력 및 태크가 얻어지지 않는 경우가 있다.

[0059] (D) 성분은 제어제이고, 실리콘 점착제 조성물을 조합 내지 기재에 도공할 때에, 가열 경화 이전에 처리액이 증점이나 겔화를 일으키지 않도록 하기 위해 첨가하는 것이다. 구체예로서는 3-메틸-1-부틴-3-올, 3-메틸-1-펜틴-3-올, 3,5-디메틸-1-헥신-3-올, 1-에티닐시클로헥산올, 3-메틸-3-트리메틸실록시-1-부틴, 3-메틸-3-트리메틸실록시-1-펜틴, 3,5-디메틸-3-트리메틸실록시-1-헥신, 1-에티닐-1-트리메틸실록시시클로헥산, 비스(2,2-디메틸-3-부티녹시)디메틸실란, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐시클로테트라실록산, 1,1,3,3-테트라메틸-1,3-디비닐디실록산 등을 들 수 있다.

[0060] (D) 성분의 배합량은 (A), (B) 성분의 합계 100 질량부에 대하여 0 내지 8.0 질량부의 범위이면 좋고, 특히 0.05 내지 2.0 질량부가 바람직하다. 8.0 질량부를 초과하면 경화성이 저하되는 경우가 있다.

[0061] (E) 성분은 부가 반응 촉매이고, 염화백금산, 염화백금산의 알코올 용액, 염화백금산과 알코올과의 반응물, 염화백금산과 올레핀 화합물과의 반응물, 염화백금산과 비닐기 함유 실록산과의 반응물, 백금-올레핀 착체, 백금-비닐기 함유 실록산 착체 등의 백금계 촉매, 로듐 착체, 루테튬 착체 등의 백금족 금속계 촉매를 들 수 있다. 또한 이들인 것을 이소프로판올, 톨루엔 등의 용제나, 실리콘 오일 등에 용해, 분산시킨 것을 이용할 수 있다.

[0062] (E) 성분의 첨가량은 (A), (B) 성분의 합계 질량에 대하여, 귀금속 성분(백금족 금속)으로서 5 내지 2,000 ppm, 특히 10 내지 500 ppm으로 하는 것이 바람직하다. 5 ppm 미만이면 경화성이 저하되고, 가교 밀도가 낮아지고, 유지력이 저하되는 경우가 있고, 2,000 ppm을 초과하면 처리속의 사용 가능 시간이 짧아지는 경우가 있다.

[0063] (F) 성분의 유기 용제로서는 톨루엔, 크실렌 등의 방향족 탄화수소계 용제, 헥산, 헵탄, 옥탄, 이소옥탄, 데칸, 시클로헥산, 메틸시클로헥산, 이소파라핀 등의 지방족 탄화수소계 용제, 공업용 가솔린, 석유 벤진, 용매 나프타 등의 탄화수소계 용제, 아세톤, 메틸에틸케톤, 2-펜타논, 3-펜타논, 2-헥사논, 2-헵타논, 4-헵타논, 메틸이소부틸케톤, 디이소부틸케톤, 아세토닐아세톤, 시클로헥사논 등의 케톤계 용제, 아세트산 에틸, 아세트산 프로필, 아세트산 이소프로필, 아세트산 부틸, 아세트산 이소부틸 등의 에스테르계 용제, 디에틸에테르, 디프로필에테르, 디이소프로필에테르, 디부틸에테르, 1,2-디메톡시에탄, 1,4-디옥산 등의 에테르계 용제, 2-메톡시에틸아세테이트, 2-에톡시에틸아세테이트, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트, 2-부톡시에틸아세테이트 등의 에스테르기와 에테르기를 가지는 용제, 헥사메틸디실록산, 옥타메틸트리실록산, 옥타메틸시클로테트라실록산, 데카메틸시클로펜타실록산, 트리스(트리메틸실록시)메틸실란, 테트라키스(트리메틸실록시)실란 등의 실록산계 용제, 또는 이들의 혼합 용제 등을 들 수 있다.

[0064] 이들 중에서, 헥산, 헵탄, 이소옥탄, 옥탄, 데칸, 시클로헥산, 메틸시클로헥산, 이소파라핀 등의 지방족 탄화수소계 용제가 바람직하다. 또한 지방족 탄화수소계 용제와, 에테르계 용제, 에스테르계 용제, 에테르기와 에스테르기의 양쪽을 가지는 용제 등과의 혼합 용제도 바람직하다.

[0065] 이 조성물은 (A) 성분, (B) 성분, (C) 성분, (D) 성분 및 (F) 성분, 추가로 후술하는 임의 성분을 혼합 용해시킴으로써 제조된다. 본 발명의 필름을 제조할 때는, 상기 혼합물을 필요에 따라서 추가로 유기 용제로 희석시

키고, (E) 성분을 첨가 및 혼합하여, 뒤에 나타내는 여러가지 기재에 도공된다.

- [0066] 또한 (A), (B) 성분의 일부 또는 전부는, 이들에 잔류하는 규소 원자에 결합하는 수산기를 탈수 축합하여 제거하기 위해, 염기 촉매 존재 하, 및 필요에 따라서 일부 또는 전부의 (F) 성분의 존재 하에, 소정 시간 반응시킨 후에 얻어지는 생성물로서 이용할 수 있다. 염기 촉매로서는 수산화리튬, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화칼슘 등의 금속 수산화물, 탄산나트륨, 탄산칼륨 등의 탄산염, 탄산수소나트륨 등의 탄산수소염, 나트륨메톡시드, 칼륨부톡시드 등의 금속 알콕시드, 부틸리튬 등의 유기 금속, 수산화칼륨과 실록산의 복합체, 암모니아 가스, 암모니아수, 메틸아민, 트리메틸아민, 트리에틸아민 등의 질소 화합물 등을 들 수 있다. 이들 중에서, 암모니아 가스, 암모니아수가 바람직하다. 온도는 20 내지 150 ℃로 할 수 있다. 통상은 실온 내지 (F) 성분의 환류 온도로 행하면 좋다. 시간은 특별히 한정되지 않지만, 0.5 내지 10 시간, 바람직하게는 1 내지 6 시간으로 하면 좋다.
- [0067] 또한, 반응 종료 후, 필요에 따라서 염기 촉매를 중화하는 중화제를 첨가할 수 있다. 중화제로서는 염화수소, 이산화탄소 등의 산성 가스, 아세트산, 옥틸산, 시트르산 등의 유기산, 염산, 황산, 인산 등의 무기산 등을 들 수 있다.
- [0068] 본 발명의 실리콘 점착제 조성물에는, 상기 각 성분 이외에 임의 성분을 첨가할 수 있다. 예를 들면 디메틸폴리실록산, 디메틸디페닐폴리실록산 등의 알케닐기를 함유하지 않는 비반응성 오르가노폴리실록산, 1 분자 중에 SiH기를 1 또는 2개 함유하는 오르가노폴리실록산, 또한 페놀계, 퀴논계, 아민계, 인계, 포스파이트계, 황계, 티오에테르계 등의 산화 방지제, 힌더드 아민계, 트리아졸계, 벤조페논계 등의 광 안정제, 인산에스테르계, 할로젠계, 인계, 안티몬계 등의 난연제, 양이온 활성제, 음이온 활성제, 비이온계 활성제 등의 대전 방지제, 염료, 안료, 도공의 때의 점도를 내리기 위한 용제로서, 톨루엔, 크실렌 등의 방향족 탄화수소계 용제, 헥산, 헵탄, 옥탄, 이소옥타핀 등의 지방족 탄화수소계 용제, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등의 케톤계 용제, 아세트산에틸, 아세트산이소부틸 등의 에스테르계 용제, 디이소프로필에테르, 1,4-디옥산 등의 에테르계 용제, 또는 이들의 혼합 용제 등이 사용된다.
- [0069] 상기한 바와 같이 배합된 실리콘 점착제 조성물은, 점착제층의 두께가 30 μm 가 되도록 폴리에틸렌테레프탈레이트(두께 23 μm) 기재에 도공한 점착 테이프를 이용하고, JIS Z 0237로 나타내는 180 ° 박리 점착력의 측정 방법에 의해, 스테인리스판에의 점착력을 측정한 경우, 0.001 내지 1.0 N/10 mm가 되는 것이 좋다. 바람직하게는 0.004 내지 0.4 N/10 mm, 더욱 바람직하게는 0.004 내지 0.1 N/10 mm가 되는 것이 좋다. 0.001 N/10 mm 미만에서는 점착력이 부족하여 디스플레이 표면에 첨부되지 않게 되고, 1.0 N/10 mm 초과에서는 점착력이 과잉되어 손으로 박리하는 것이 곤란해진다. 또한 이러한 점착력을 제공하는 수단으로서, (A) 성분의 알케닐기를 조정하거나, (A), (B) 성분의 비율을 조정함으로써 달성할 수 있다.
- [0070] 상기한 바와 같이 배합된 실리콘 점착제 조성물은, 여러가지 기재 필름에 도공하여, 소정의 조건으로써 경화시킴으로써 점착제층을 얻을 수 있다.
- [0071] 기재 필름으로서의 폴리에스테르, 폴리(메트)아크릴레이트, 폴리카보네이트, 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리스티렌, 폴리아미드, 폴리이미드, 폴리페닐렌술폰, 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리염화비닐, 폴리우레탄, 트리아세틸셀룰로오스, 폴리아세탈, 노르보르넨계 수지(「아톤」(상표 등록), JSR사 제조), 시클로올레핀계 수지(니혼 제온사 제조, 「제오노어(ZEONOR)」(상표 등록)), 에폭시 수지, 페놀 수지 등으로 이루어지는 플라스틱 필름 기재나, 이들 중의 복수를 적층하여 이루어지는 복합 기재 등을 들 수 있다. 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리부틸렌테레프탈레이트, 폴리에틸렌나프탈레이트 등의 폴리에스테르 필름, 폴리이미드 필름, 폴리아크릴레이트, 폴리메타크릴레이트 등의 폴리아크릴레이트 필름, 폴리카보네이트 필름이 바람직하다.
- [0072] 기재 필름의 두께는 한정되지 않지만, 2 내지 300 μm , 바람직하게는 10 내지 150 μm 가 된다.
- [0073] 기재 필름과 점착층의 밀착성을 향상시키기 위해 프라이머 처리, 코로나 처리, 에칭 처리, 플라즈마 처리, 샌드 블러스트 처리한 것을 이용할 수 있다. 바람직하게는 코로나 처리가 좋다. 프라이머 처리는 없어도 좋고, 프라이머층이 없는 구성으로 하여 얻는다.
- [0074] 필름의 점착층면과 반대면에는, 흡집 방지, 오염 방지, 지문 부착 방지, 방현, 반사 방지, 대전 방지 등의 처리 등이 표면 처리된 것이 바람직하다. 기재 필름에 점착층을 도공하고 나서 상기의 각 표면 처리를 할 수 있고, 표면 처리하고 나서 점착층을 도공할 수 있다.
- [0075] 흡집 방지 처리(하드 코팅 처리)로서는 아크릴레이트계, 실리콘계, 옥세탄계, 무기계, 유기 무기 혼성계 등의

하드 코팅제에 의한 처리를 들 수 있다.

- [0076] 방오 처리로서는 불소계, 실리콘계, 세라믹계, 광 촉매계 등의 방오 처리제에 의한 처리를 들 수 있다.
- [0077] 반사 방지 처리로서는 불소계, 실리콘계 등의 반사 방지제의 도공에 의한 웨트 처리나, 증착이나 스퍼터링에 의한 드라이 처리를 들 수 있다. 대전 방지 처리로서는 계면활성제계, 실리콘계, 유기 붕소계, 도전성 고분자계, 금속 산화물계, 증착 금속계 등의 대전 방지제에 의한 처리를 들 수 있다.
- [0078] 실리콘 점착제의 도공 방법은 공지된 도공 방식을 이용하여 도공하면 좋고, 코머코터, 립코터, 롤코터, 다이코터, 나이프코터, 블레이드코터, 로드코터, 키스코터, 그라비아코터, 스크린 도공, 침지 도공, 캐스트 도공, 스프레이 도공 등을 들 수 있다.
- [0079] 도공량으로서는 경화한 후의 점착제층의 두께로서 2 내지 200 μm , 특히 3 내지 100 μm 로 할 수 있다.
- [0080] 경화 조건으로서는 80 내지 130 $^{\circ}\text{C}$ 로 30초 내지 3분으로 하면 좋지만, 이것 만은 아니다.
- [0081] 상기한 바와 같이, 점착 테이프는 점착제 조성물을 기재 필름에 직접 도공하여 제조할 수 있고, 박리 코팅을 행한 박리 필름이나 박리지에 도공하여, 경화를 행한 후, 상기의 기재에 접합시키는 전사법에 의해 제조할 수도 있다. 본 발명의 점착 필름을 보관, 수송할 때의 점착층의 보호를 위해, 필요에 따라서 점착층 상에 보호 필름을 설치할 수 있다.
- [0082] 본 발명의 실리콘 점착제 조성물을 이용하여 제조한 점착 필름은, 텔레비전 수상기, 컴퓨터용 모니터, 휴대 정보 단말용 모니터, 감시용 모니터, 비디오 카메라, 디지털 카메라, 휴대 전화, 휴대 정보 단말, 자동차 등의 계기반용 디스플레이, 여러가지 설비·장치·기기의 계기반용 디스플레이, 자동 판매기, 현금 자동 입출금기 등의 문자나 기호, 화상을 표시하기 위한 여러가지 터치 패널이나 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 점착 필름은 이들 디스플레이 표면의 흠집 방지, 오염 방지, 지문 부착 방지, 대전 방지, 반사 방지, 들어다봄 방지 등의 목적으로 사용된다.
- [0083] 또한, 여러가지 광학용 필름을 제조할 때의 보호 필름, 전자 부품을 제조할 때의 보호 필름으로도 바람직하다. 예를 들면 편광판, 광 확산판 등의 광학 부품을 가공할 때의 보호용이나 마스크용 점착 필름, 플렉시블 인쇄 배선판 등 전자 부품을 가공할 때의 내열 마스크 테이프 등을 들 수 있다.
- [0084] <실시예>
- [0085] 이하, 실시예와 비교예를 나타내어 본 발명을 상세히 설명하지만, 본 발명은 하기의 실시예에 제한되는 것은 아니다. 또한 예 중의 부 및 %는 질량부 및 질량%를 나타낸 것이고, 특성값은 하기 시험 방법에 의한 측정값을 나타낸다. 또한 Me는 메틸기, Vi는 비닐기, Ph는 페닐기를 나타낸다. 또한 점도는 회전 점도계에 의해 측정되는 25 $^{\circ}\text{C}$ 에서의 절대 점도이다.
- [0086] 하기 시험 방법을 이용하였다.
- [0087] 초기 점착력
- [0088] 실리콘 점착제 조성물 용액을, 두께 23 μm 의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름에 경화 후의 두께가 30 μm 가 되도록 어플리케이터를 이용하여 도공한 후, 130 $^{\circ}\text{C}$, 1분의 조건에서 가열하고 경화시켜서, 점착 필름을 제작하였다. 이 점착 필름을 10 mm 폭으로 절취한 테이프를 스테인리스판에 첨부하고, 무게 2 kg의 고무층으로 피복된 롤러를 2번 왕복시킴으로써 압착하였다. 실온에서 약 20 시간 방치한 후, 인장 시험기를 이용하여 300 mm/분의 속도로 180 $^{\circ}$ 의 각도로 테이프를 스테인리스판으로부터 박리하는 데에 필요한 힘(N/10 mm)을 측정하였다.
- [0089] 경시 점착력
- [0090] 초기 점착력 평가와 동일한 방법으로 점착 필름을 제작하였다. 이 점착 필름을 10 mm 폭으로 절취한 테이프를 스테인리스판에 첨부하고, 무게 2 kg의 고무층으로 피복된 롤러를 2번 왕복시킴으로써 압착하였다. 60 $^{\circ}\text{C}$, 90 % RH에서 7일간 방치한 후, 실온에 복귀시키고, 인장 시험기를 이용하여 300 mm/분의 속도로 180 $^{\circ}$ 의 각도로 테이프를 스테인리스판으로부터 박리하는 데에 필요한 힘(N/10 mm)을 측정하였다.
- [0091] 유지력
- [0092] 점착력 평가와 동일한 방법으로 점착 필름을 제작하였다. 이 점착 필름을 길이 75 mm, 폭 25 mm로 절취한 테이

프를, 스테인리스판의 하단에 점착 면적이 25 mm×25 mm가 되도록 첩부하고, 점착 테이프의 하단에 무게 1 kg의 하중을 걸쳐서, 150 ℃로 1 시간, 수직으로 방치한 후의 틀어진 거리를 판독 현미경으로 측정하였다.

[0093] 기포 말려들어감성

[0094] 두께 75 μm의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름에, 실리콘 점착제 조성물 용액을 경화 후의 두께가 30 μm가 되도록 어플리케이션을 이용하여 도공한 후, 130 ℃, 1분의 조건으로 가열하고 경화시켜서, 점착 필름을 제작하였다. 이 필름을 10 cm×20 cm의 크기로 절취, 짧은 변 측으로부터 긴 변 방향을 향하여 손으로 유리판에 첩부하였다. 이때에 기포가 말려들어간 상태를 관찰하였다.

[0095] 평가 기준

[0096] ○ 기포가 말려들어가지 않아서, 양호하게 첩부할 수 있다.

[0097] △ 기포가 말려들어가 있지만, 필름 위에서부터 용이하게 손가락으로 기포를 압출할 수 있다.

[0098] × 기포가 말려들어가 있어서, 필름 위에서부터 손가락으로 기포를 압출할 수 없다.

[0099] 재박리성

[0100] 기포 말려들어감성의 시험과 동일하게 제작하여, 첩부한 점착 필름을 유리판으로부터 손으로 박리하고, 하기 기준에 의해 평가하였다.

[0101] 평가 기준

[0102] ○ 손으로 용이하게 필름을 박리할 수 있고, 필름에 꺾임이나 굴곡의 변형이 잔류하지 않는다.

[0103] △ 손으로 필름을 박리할 수 있지만, 필름에 꺾임이나 굴곡의 변형이 잔류한 점착성 잔여물이 없다.

[0104] × 손으로 필름을 박리할 수 있지만, 필름에 꺾임이나 굴곡의 변형이 잔류하여, 일부에 점착성 잔여물이 있다.

[0105] 기재 밀착성

[0106] 기포 말려들어감성 시험과 동일하게 제작한 점착 필름을 소정의 조건으로 숙성시켰다. 정상적인 상태로 복귀한 후, 점착층을 갈고리로 홈집내고, 이 부분을 손바닥으로 문질러, 점착층이 기재 필름으로부터 박리되는지 여부를 조사하였다.

[0107] 평가 기준

[0108] ○ 박리되지 않는다.

[0109] △ 일부가 박리된다.

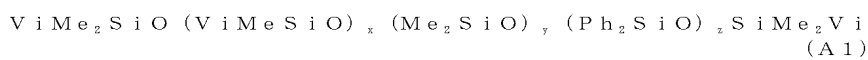
[0110] × 전체가 박리된다.

[0111] 프라이머 처리

[0112] 이하의 실시예, 비교예에 있어서 특별히 기재가 없는 것은 미처리된 기재 필름을 이용하였다. 상기 프라이머 처리에는, 수산기 말단의 디오르가노폴리실록산, 오르가노하이드로젠폴리실록산 및 축합 반응 촉매로서 디옥틸 주석 디아세테이트로 이루어지는 축합형 실리콘 프라이머 조성물을 이용하였다.

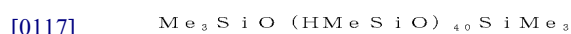
[0113] <실시예 1>

[0114] 하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A1(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 24,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 1.5 몰%임)(100 부):



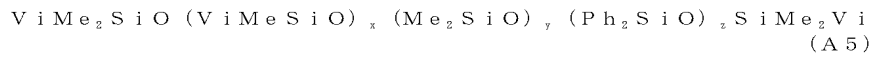
[0115] (x = 10, y = 7, 878, z = 120),

[0116] 톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 추가로, 하기 화학식의 SiH기를 가지는 오르가노하이드로젠폴리실록산 C1(1.15 부):



- [0118] 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하여, 혼합하였다.
- [0119] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0120] <실시에 2>
- [0121] 하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A2(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 26,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 3.0 몰%임)(90 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A}2)$$
- [0122] ($x = 11$, $y = 7$, $z = 246$),
- [0123] $\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 단위, SiO_2 단위로 이루어지는 폴리실록산 B1($\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위=0.85)의 60 % 톨루엔 용액(16.7 부), 톨루엔(60.0 부)을 혼합하였다. 추가로, 상기 화학식의 SiH기를 가지는 오르가노하이드로젠폴리실록산 C1(이하, 가교제 C1)(0.35 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0124] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0125] <실시에 3>
- [0126] 하기 화학식으로 표시되는 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A3(25 ℃에서의 점도가 100,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.004몰/100 g, 페닐기 함유량은 3.0 몰%임)(100 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A}3)$$
- [0127] ($x = 1$, $y = 920$, $z = 29$),
- [0128] 톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(1.28 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0129] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0130] <비교예 1>
- [0131] 하기 화학식으로 표시되는 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A4(25 ℃에서의 점도가 80,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.04 몰/100 g, 페닐기 함유량은 3.0 몰%임)(100 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A}4)$$
- [0132] ($x = 20$, $y = 677$, $z = 21$),
- [0133] 톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(15.4 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0134] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0135] <비교예 2>
- [0136] 하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A5(30 %의 농도가 되도록 톨루엔

으로 용해시켰을 때의 점도가 22,800 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.0002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 1.5 몰%임)(100 부):



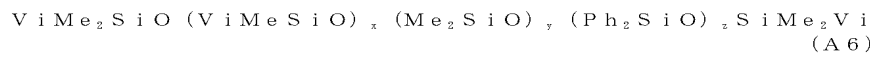
$$(x=0, y=7, 484, z=114),$$

톨루엔(66.7 부)을 가하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(0.04 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 평가를 행하였다.

<비교예 3>

하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A6(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 20,300 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.06 몰/100 g, 페닐기 함유량은 1.5 몰%임)(100 부):



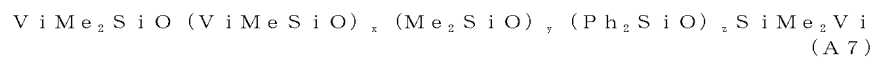
$$(x=326, y=7, 090, z=108),$$

톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(11.54 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.

<비교예 4>

하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 함유 디메틸폴리실록산 A7(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 26,700 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 0 몰%임)(100 부):



$$(x=10, y=8, 398, z=0),$$

톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(0.90 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5 부)을 첨가하고 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.

<비교예 5>

하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A8(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 24,500 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 15 몰%임)(100 부):



$$(x=13, y=6, 968, z=1, 230),$$

톨루엔(66.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(0.64부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

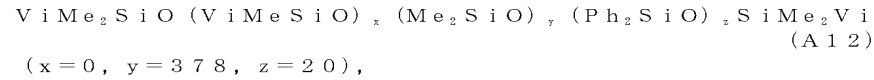
- [0154] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0155] <비교예 6>
- [0156] 하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A9(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 24,500 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 15 몰%임)(70 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A9})$$
- [0157] ($x = 13$, $y = 6$, 968 , $z = 1$, 230),
- [0158] $\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 단위, SiO_2 단위로 이루어지는 폴리실록산 B1($\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 단위/ SiO_2 단위=0.85)의 60 % 톨루엔 용액(50 부), 톨루엔(46.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(0.54 부), 에틸닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0159] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0160] <비교예 7>
- [0161] 하기 화학식으로 표시되는 비닐기 함유 디메틸폴리실록산 A10(25 °C에서의 점도가 5,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.006 몰/100 g, 페닐기 함유량은 0 몰%임)(100 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A10})$$
- [0162] ($x = 0$, $y = 448$, $z = 0$),
- [0163] 가교제 C1(1.15 부), 에틸닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0164] 상기 혼합물(실록산 성분 약 100 %)(100 부)에, 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 실리콘 용액(0.83부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 무용제형 실리콘 점착제 조성물을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0165] <비교예 8>
- [0166] 하기 화학식으로 표시되는 생고무상 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A11(30 %의 농도가 되도록 톨루엔으로 용해시켰을 때의 점도가 24,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.002 몰/100 g, 페닐기 함유량은 10 몰%임)(70 부):
- $$\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{ViMeSiO})_x(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{Ph}_2\text{SiO})_z\text{SiMe}_2\text{Vi} \quad (\text{A11})$$
- [0167] ($x = 12$, $y = 7$, 198 , $z = 800$),
- [0168] 폴리실록산 B1의 60 % 톨루엔 용액(50 부), 톨루엔(46.7 부)을 혼합하였다. 이 혼합물에 가교제 C1(0.72 부), 에틸닐시클로헥산올(0.20 부)을 첨가하고, 혼합하였다.
- [0169] 상기 혼합물(실록산 성분 약 60 %)(100 부)에 톨루엔(50 부), 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 톨루엔 용액(0.5부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 실록산 성분 약 40 %의 실리콘 점착제 조성물 용액을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.
- [0170] 기재 밀착성에 관해서는, 두께 75 μm 의 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름에, 축합형 실리콘 프라이머 조성물을 경화 후의 도공량이 0.2 g/m^2 가 되도록 도공하고, 120 °C, 30초의 조건에서 경화시켰다. 이 프라이머층 상에 비교예 8의 실리콘 점착제를 도공하여 제작한 점착 필름을 이용하여 평가를 행하였다.

[0171]

<비교예 9>

[0172]

하기 화학식으로 표시되는 비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A12(25 ℃에서의 점도가 5,000 mPa·s이고, 비닐기 함유량은 0.007 몰/100 g, 페닐기 함유량은 5 몰%임)(87 부):



[0173]

[0174]

Me₃SiO_{0.5} 단위, Me₂ViSiO_{0.5} 단위, SiO₂ 단위로 이루어지는 폴리실록산 B2(Me₃SiO_{0.5} 단위/Me₂ViSiO_{0.5} 단위/SiO₂ 단위=39.5/6.5/54)(13 부), 가교제 C1(2.69 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부), 접착성 부여제로서 3-글리시독시프로필트리메틸실란(0.87 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

[0175]

상기 혼합물(실록산 성분 약 100 %)(100 부)에, 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 실리콘 용액(0.83부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 무용제형 실리콘 점착제 조성물을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.

[0176]

<비교예 10>

[0177]

비닐기 및 페닐기 함유 디메틸폴리실록산 A12(100 부), 가교제 C1(1.35 부), 에티닐시클로헥산올(0.20 부), 접착성 부여제로서 3-글리시독시프로필트리메틸실란(0.87 부)을 첨가하고, 혼합하였다.

[0178]

상기 혼합물(실록산 성분 약 100 %)(100 부)에, 백금 성분을 0.5 질량% 함유하는 백금-비닐기 함유 실록산 착체의 실리콘 용액(0.83부)을 첨가하고, 추가로 혼합하여, 무용제형 실리콘 점착제 조성물을 제조하였다. 얻어진 실리콘 점착제 조성물에 관하여, 상술한 방법에 따라서 각 시험을 행하였다.

표 1

	(A)성분 / (B)성분	(A)성분의 비닐기 함유량 (몰/ 100g)	(A)성분의 페닐기 함유량 (몰%)	(A)성분의 점도 (mPa·s)	프라이머 처리	초기 점착력 (N/ 10mm)	경시 점착력 (N/ 10mm)	유 지 력 (mm)	기포 발생 감정	재 박 리 성	기재 밀착성 (실온, 1일)	기재 밀착성 (60℃/ 90%RH, 7일)
실시예 1	100/0	0.002	1.5	24,000 (용해)	없음	0.004	0.004	0.0	○	○	○	○
실시예 2	90/10	0.002	3.0	26,000 (용해)	없음	0.01	0.01	0.0	○	○	○	○
실시예 3	100/0	0.004	3.0	100,000	없음	0.004	0.004	0.0	○	○	○	○
비교예 1	100/0	0.04	3.0	80,000	없음	0.004	0.004	0.0	○	○	○	△
비교예 2	100/0	0.0002	1.5	22,800 (용해)	없음	0.01	0.01	낙하	×	×	×	×
비교예 3	100/0	0.06	1.5	20,300 (용해)	없음	0.004	0.004	0.0	○	○	×	×
비교예 4	100/0	0.002	0	26,700 (용해)	없음	0.004	0.004	0.0	○	○	○	×
비교예 5	100/0	0.002	15	24,500 (용해)	없음	0.004	0.004	0.1	○	×	○	○
비교예 6	70/30	0.002	15	24,500 (용해)	없음	0.08	0.08	0.0	○	○	×	×
비교예 7	100/0	0.006	0	5,000	없음	0.5	0.5	0.0	○	○	×	×
비교예 8	70/30	0.002	10	24,000 (용해)	있음	0.08	0.08	0.0	○	○	○	×
비교예 9	87/13 VMQ	0.007	5.0	5,000	없음	0.00	상승	0.0	×	○	○	×
비교예 10	100/0	0.007	5.0	5,000	없음	0.00	상승	0.0	×	○	○	×

[0179]