(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0008840
(43) 공개일자 2024년01월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08F 265/06 (2006.01) *C08F 2/50* (2006.01)
C08F 218/16 (2006.01) *C08F 226/06* (2006.01)
C09J 151/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08F 265/06 (2013.01)
C08F 2/50 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-7037886
(22) 출원일자(국제) 2022년05월12일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2023년11월02일
(86) 국제출원번호 PCT/IB2022/054435
(87) 국제공개번호 WO 2022/243801
국제공개일자 2022년11월24일
(30) 우선권주장
63/190,094 2021년05월18일 미국(US)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 캄파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
김 현기
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
클래퍼 제이슨 디
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
제일특허법인(유)

전체 청구항 수 : 총 27 항

(54) 발명의 명칭 **가교결합성 조성물**

(57) 요 약

알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 (메트)아크릴레이트 중합체; 아실포스핀 옥사이드 광개시제; 및 가교결합 단량체를 포함하며, 가교결합 단량체는 알릴, 메탈릴, 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 말단 기를 포함하는, 가교결합성 조성물. 이러한 가교결합성 조성물의 제조 방법 및 이러한 가교결합성 조성물을 포함하는 물품이 개시된다.

(52) CPC특허분류
C08F 218/16 (2013.01)
C08F 226/06 (2013.01)
C09J 151/003 (2013.01)
(72) 발명자
스완슨 앤드류 티
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
넬슨 에릭 더블유
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
비기 홀리스 제트
미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
팅 춘-이
대만 10682 타이페이 섹션 2 둔화 에스 로드 넘버 95 6층

명 세 서

청구범위

청구항 1

가교결합성 조성물로서,

알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 (메트)아크릴레이트 중합체;

아실포스핀 옥사이드 광개시제; 및

가교결합 단량체를 포함하며, 가교결합 단량체는 알릴, 메탈릴, 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 말단 기를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체는 유리 전이 온도가 15℃ 이하인, 가교결합성 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체는

40 중량% 내지 100 중량%의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체;

0 중량% 내지 50 중량%의 극성 (메트)아크릴레이트 단량체; 및

0 중량% 내지 15 중량%의 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체는 2-에틸헥실 아크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 헥실 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 사이클로헥실 아크릴레이트, 아이소보르닐 (메트)아크릴레이트, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 가교결합성 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 극성 (메트)아크릴레이트 단량체는 하이드록시에틸 아크릴레이트, 하이드록시프로필 아크릴레이트, 하이드록실부틸 아크릴레이트, 테트라하이드로푸릴 아크릴레이트, 아크릴아미드, N,N-다이메틸 아크릴아미드, N-비닐 피롤리돈, 아크릴산, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 가교결합성 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체는 N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카르바졸, 비닐 아세테이트, 비닐 에테르, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 가교결합성 조성물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체에는 산성 단량체가 실질적으로 없는, 가교결합성 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 아실포스핀 옥사이드 광개시제는 비스-아실포스핀 옥사이드를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 9

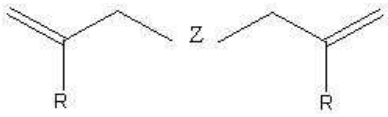
제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체 혼합물에 대해 0.05 pph 내지 5 pph의 아실포스핀 옥사이드 광개시제를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체 혼합물에 대해 0.05 pph 내지 5 pph의 가교결합 단량체를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 가교결합 단량체는 하기 구조로 표시되는, 가교결합성 조성물:

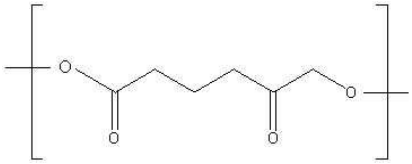


(상기 식에서,

Z는 2가 연결기를 나타내고, 각각의 R은 독립적으로 -H 또는 $-CH_3$임).

청구항 12

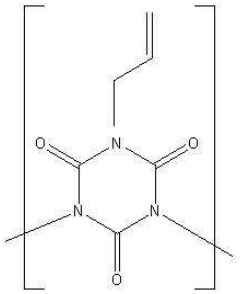
제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, Z는 하기 구조로 표시되는, 가교결합성 조성물:



.

청구항 13

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, Z는 하기 구조로 표시되는, 가교결합성 조성물:



.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, UV 흡수제를 추가로 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 15

제14항에 있어서, (메트)아크릴레이트 중합체에 대해 0.3 pph 내지 15 pph의 UV 흡수제를 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 16

제14항에 있어서, UV 흡수제는 0.1 ㎜ 두께 코팅에 대해 365 ㎚에서의 투과율이 15% 미만인, 가교결합성 조성물.

청구항 17

제14항에 있어서, UV 흡수제는 0.1 ㎜ 두께 코팅에 대해 420 ㎚에서의 투과율이 70% 초과인, 가교결합성 조성물.

청구항 18

제1항 내지 제17항 중 어느 한 항에 있어서, 접착 촉진제, 산화방지제, 착색제, 염료, 부식 억제제, 정전기 방지제, 가소제, 증점제, 요변제, 가공 보조제, 나노입자, 섬유, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 첨가제를 추가로 포함하는, 가교결합성 조성물.

청구항 19

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항의 가교결합성 조성물을 포함하는 접착제 조성물.

청구항 20

제19항에 있어서, 감압 접착제인, 접착제 조성물.

청구항 21

제19항 또는 제20항에 있어서, 0.1 ㎜ 두께 코팅에 대해 탁도 값이 5% 미만, 2% 미만, 또는 1% 미만인, 접착제 조성물.

청구항 22

기재(substrate) 및 기재에 인접하여 위치된 제20항 내지 제22항 중 어느 한 항의 접착제 조성물을 포함하는, 물품.

청구항 23

제22항에 있어서, 전사 테이프, 단면 테이프, 양면 테이프, 또는 다이-컷 접착 물품인, 물품.

청구항 24

제22항에 있어서, 접착제 조성물을 포함하는 전자 장치인, 물품.

청구항 25

제24항에 있어서, 전자 장치는 디스플레이 장치인, 물품.

청구항 26

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항에 있어서, 경화 전의 겔 분율은 0.2 내지 0.8, 0.3 내지 0.75, 또는 0.4 내지 0.7인, 가교결합성 조성물.

청구항 27

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항에 있어서, 겔 분율의 변화는 0.03 초과, 0.04 초과, 0.05 초과, 또는 0.06 초과인, 가교결합성 조성물.

발명의 설명

기 술 분 야

배 경 기 술

[0001] 전자 장치, 예를 들어, 전자 디스플레이 장치에서, 감압 접착제("PSA")는 커버 유리 또는 렌즈를 전자 장치의 아래에 놓인 디스플레이 모듈에 접합하거나, 터치 센서를 커버 유리 및 디스플레이에 접합하거나, 또는 디스플레이의 하부 구성요소를 하우징에 접합하는 데 일반적으로 사용된다. 이러한 전자 장치에 사용되는 감압 접착제는 광학 투명 접착제("OCA")일 수 있다.

[0002] OCA의 존재는, 예를 들어, 휘도 및 콘트라스트를 증가시킴으로써 디스플레이 장치의 성능을 개선할 수 있는 한편, 조립체에 대한 구조적 지지를 또한 제공한다. 이러한 응용(일반적으로 전자 접합, 또는 e-접합으로

지칭됨)의 경우, PSA 및 OCA 둘 모두는 전자 장치가 정상 조건 하에서 작동할 때뿐만 아니라, 외상력 또는 극한 환경 조건에 적용될 때에도, 구성요소에 대한 양호한 접착성을 적절히 유지하기에 충분히 높은 강도의 접착력을 가져야 한다.

발명의 내용

[0003] 예를 들어, UV-흡수, 아크릴 광학 투명 접착제("OCA")에서 사용될 수 있는 다작용성 알릴 가교결합제, 예컨대 전자 디스플레이 장치에서 일반적으로 사용되는 것이 본 명세서에 개시된다. 개시된 가교결합제는, 아크릴 중합체 시스템, 즉, 가교결합성 조성물에 사용될 때, 바람직하게는 OCA를 생성하기 위한 광중합 공정뿐만 아니라 일단 OCA가 전자 디스플레이 장치에 통합되면 접근될 잠재성 경화 메커니즘을 가능하게 하는 데 효율적인 경로를 제공할 수 있다. 이러한 유형의 2-단계 경화 공정은 유리하게는 전자 장치의 통합 및 수명의 상이한 단계 동안 OCA 재료 특성의 이분법을 가능하게 한다.

[0004] 일 태양에서, 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 (메트)아크릴레이트 중합체; 아실포스핀 옥사이드 광개시제; 및 가교결합 단량체를 포함하는 가교결합성 조성물이 제공되며, 가교결합 단량체는 알릴, 메탈릴, 또는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 말단 기를 포함한다.

[0005] 다른 태양에서, 개시된 가교결합성 조성물을 포함하는 접착제뿐만 아니라 그러한 접착제를 포함하는 물품이 제공된다.

[0006] 본 명세서에 사용되는 바와 같이,

[0007] "A 및/또는 B"라는 표현에서와 같이 용어 "및/또는"은 A 단독, B 단독, 또는 A와 B 둘 모두를 의미한다.

[0008] 용어 "가교결합성 조성물"은 가교결합될 수 있는 반응 혼합물을 지칭한다. 가교결합성 조성물은 중합성 성분 + 임의의 다른 재료, 예컨대, 반응 혼합물에 포함될 수 있는 자유 라디칼 개시제, 사슬 이동제, 산화방지제, 용매 등을 포함할 수 있다.

[0009] 용어 "경화성"은 고체 재료가 자극 유도 가교결합에 의해 더 가교결합된 고체로 변형될 수 있음을 의미한다.

[0010] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "겔 분율"은 네트워크-형성 중합 및/또는 가교결합 공정으로부터 생성된 네트워크 재료의 질량 분율을 지칭한다.

[0011] 용어 "(메트)아크릴로일"은 화학식 CH_2=CR-(CO)-의 기를 지칭하며, 여기서, R은 수소(아크릴로일 기의 경우) 또는 메틸(메타크릴로일 기의 경우)이다.

[0012] 용어 "(메트)아크릴레이트"는 메타크릴레이트 및/또는 아크릴레이트를 지칭한다. 마찬가지로, 용어 "(메트)아크릴산"은 메타크릴산 및/또는 아크릴산을 지칭하고, 용어 "(메트)아크릴아미드"는 메타크릴아미드 및/또는 아크릴아미드를 지칭한다. 마찬가지로, 용어 "(메트)알릴 기"는 메탈릴 기 및/또는 알릴 기를 지칭한다.

[0013] 용어는 "중합체"는 단일중합체, 공중합체, 삼원공중합체 등을 의미한다.

[0014] 용어 "중합성 성분"은 중합을 겪을 수 있는 화합물을 지칭한다(즉, 화합물이 중합성 기를 갖는다). 중합성 성분은 전형적으로 중합성 기인 (메트)아크릴로일-함유 기 또는 비닐 기와 같은 에틸렌계 불포화 기를 갖는다. 중합성 기를 갖는 화합물은 "단량체"로 지칭될 수 있다.

[0015] 용어 "감압 접착제" 또는 "PSA"는 감압 접착제가 다음을 포함한 특성을 갖는 것으로 알려져 있음을 언급하는 감압 테이프 협회(Pressure-Sensitive Tape Council)에 따른 통상적인 방식으로 사용된다: (1) 강하고(aggressive) 영구적인 점착성, (2) 손가락 압력 이하를 사용한 접착성, (3) 피착물 상에 유지되기에 충분한 능력, 및 (4) 피착물로부터 깨끗이 제거하기에 충분한 응집 강도. PSA로서 우수하게 기능하는 것으로 밝혀진 재료는 필요한 점탄성 특성을 나타내도록 설계되고 제형화된 중합체를 포함하며, 이 점탄성 특성으로부터 점착성, 박리 접착력 및 전단 보유력(shear holding power)의 원하는 균형이 얻어진다. PSA는 실온(예를 들어, 20℃)에서 보통 점착성인 것을 특징으로 한다. 탄성중합체의 물리적 특성, 예를 들어 유리 전이 온도 및 모듈러스를 최적화함으로써 흔히 성취되는, 접착성과 응집성의 원하는 균형이 모든 PSA에 매우 중요하다. 예를 들어, 탄성중합체의 유리 전이 온도(T_g) 또는 모듈러스가 너무 크고, 점착성에 대한 달퀴스트 기준(Dahlquist criterion)(실온 및 1 Hz의 진동 주파수에서 3 x 10^6 다인/cm^2의 저장 모듈러스)을 초과하면, 재료는 점착성이 아닐 것이며, 그 자체로는 PSA 재료로 유용하지 않다.

[0016] 단량체의 "T_g"로 상호교환적으로 기재될 수 있는 용어 "유리 전이 온도"는 단량체로부터 형성된 단일중합체의 유리 전이 온도를 지칭한다. 중합체 재료에 대한 유리 전이 온도는 전형적으로 tan 델타(δ)에서 최대의 동적 기계적 분석("DMA")에 의해 측정된다.

[0017] 용어 "비닐"은 CH_2=CH- 기를 갖지만 (메트)아크릴로일 기의 일부가 아닌 중합성 성분을 지칭한다.

[0018] 본 명세서에서, 용어 "포함한다" 및 그의 변형은 이들 용어가 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용 및 청구범위에서 나타날 경우 제한적 의미를 갖지 않는다. 그러한 용어는 언급된 단계 또는 요소 또는 단계들 또는 요소들의 군을 포함하지만, 임의의 다른 단계 또는 요소 또는 단계들 또는 요소들의 군을 배제하지 않음을 시사하는 것으로 이해될 것이다. "~로 이루어진"은 어구 "~로 이루어진" 앞에 오는 것은 무엇이든 포함하며 그로 한정됨을 의미한다. 따라서, 어구 "~로 이루어진"은 열거된 요소들이 필요하거나 필수적이고, 다른 요소들은 전혀 존재하지 않을 수 있음을 나타낸다. "~로 본질적으로 이루어진"은 이 어구 앞에 열거된 임의의 요소들을 포함하며 열거된 요소들에 대해서 본 명세서에 명시된 활성 또는 작용을 방해하거나 그에 기여하지 않는 다른 요소들로 한정됨을 의미한다. 따라서, 어구 "~로 본질적으로 이루어진"은 열거된 요소들이 필요하거나 필수적이지만, 다른 요소들은 선택적이며 그들이 열거된 요소들의 활성 또는 작용에 실질적으로 영향을 미치는지 여부에 따라 존재할 수 있거나 존재하지 않을 수 있음을 나타낸다. 본 명세서에 개방형 언어(예를 들어, '포함한다' 및 이의 변형)로 언급된 임의의 요소 또는 요소들의 조합은 폐쇄형 언어(예를 들어, '이루어진다' 및 이의 변형) 및 부분 폐쇄형 언어(예를 들어, '본질적으로 이루어진다' 및 이의 변형)로 부가로 언급되는 것으로 여겨진다.

[0019] "바람직한" 및 "바람직하게는"이라는 단어는 소정의 상황 하에서 소정의 이익을 줄 수 있는 본 발명의 실시 형태를 지칭한다. 그러나, 동일한 상황 또는 다른 상황 하에서, 다른 청구 대상이 또한 바람직할 수 있다. 나아가, 하나 이상의 바람직한 청구 대상의 언급은 다른 청구 대상이 유용하지 않다는 것을 암시하지 않으며, 다른 청구 대상을 본 발명의 범주로부터 배제하고자 하는 것은 아니다.

[0020] 본 출원에서, 부정관사("a", "an") 및 정관사("the")와 같은 용어는 오직 단수의 것만을 지칭하고자 하는 것이 아니라, 구체적인 예가 예시를 위해 사용될 수 있는 일반적인 부류를 포함하고자 하는 것이다. 용어 부정관사("a", "an") 및 정관사("the")는 용어 "적어도 하나"와 상호교환가능하게 사용된다. 목록에 뒤따르는 어구, "~ 중 적어도 하나" 및 "~ 중 적어도 하나를 포함한다"는 목록 내의 임의의 하나의 항목 및 목록 내의 2개 이상의 항목들의 임의의 조합을 지칭한다.

[0021] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "또는"이라는 용어는 일반적으로, 명백하게 그 내용이 달리 언급되지 않는 한, "및/또는"을 포함하는 통상적인 의미로 사용된다.

[0022] 용어 "및/또는"은 열거된 요소들 중 하나 또는 전부, 또는 열거된 요소들 중 임의의 둘 이상의 조합을 의미한다.

[0023] 또한 본 명세서에서, 모든 수치는 용어 "약"으로, 그리고 소정 실시 형태에서 바람직하게는 용어 "정확하게"로 수식되는 것으로 가정된다. 측정량과 관련하여 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "약"은, 그 측정의 목적 및 사용되는 측정 장비의 정확도에 상응하여 측정을 실시하고 소정 수준으로 주의를 기울이는 당업자에 의해 예측될 수 있는 바와 같은, 측정량에서의 변동을 지칭한다. 본 명세서에서, "최대" 숫자(예컨대, 최대 50)는 그 숫자(예컨대, 50)를 포함한다.

[0024] 또한 본 명세서에서, 종점(endpoint)에 의한 수치 범위의 언급은 종점뿐만 아니라 그 범위 이내에 포함된 모든 수를 포함한다(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.80, 4, 5 등을 포함한다).

[0025] 용어 "실온"은 20℃ 내지 25℃ 또는 22℃ 내지 25℃의 온도를 지칭한다.

[0026] 용어 "범위의" 또는 "범위 내의"(및 유사한 표현)는 언급된 범위의 종점을 포함한다.

[0027] 본 발명에 개시된 대안적인 요소 또는 실시 형태의 그룹화는 제한으로서 해석되어서는 안 된다. 각각의 군 구성원은 개별적으로 또는 그 군의 다른 구성원 또는 그 안에서 발견되는 다른 요소와 임의의 조합으로 언급되고 요청될 수 있다. 군의 하나 이상의 구성원이 편의 및/또는 특허성을 위해서 군에 포함되거나 또는 군으로부터 제거될 수 있다는 것이 예견된다. 임의의 이러한 포함 또는 제거가 발생하는 경우, 본 명세서는 본 발명에서 변형된 바와 같은 군을 함유하여 첨부된 청구범위에서 사용된 모든 마쿠쉬 군의 기재를 충족시킬 것이라고 여겨진다.

[0028] 본 명세서에 기재된 화학식에 기가 1회 초과하여 존재하는 경우, 각각의 기는 구체적으로 언급되든 그렇지 않든

간에 "독립적으로" 선택된다. 예를 들어, 하나 초과의 R 기가 화학식에 존재하는 경우, 각각의 R 기는 독립적으로 선택된다.

[0029] 본 명세서에 전체에 걸쳐 "일 실시 형태", "실시 형태", "소정 실시 형태" 또는 "일부 실시 형태" 등에 대한 언급은 그 실시 형태와 관련하여 기재된 특정 특징, 구성, 조성, 또는 특성이 본 발명의 적어도 하나의 실시 형태에 포함된다는 것을 의미한다. 따라서, 본 명세서 전체에 걸쳐 다양한 곳에서의 그러한 어구의 출현은 반드시 본 발명의 동일한 실시 형태를 지칭하고 있는 것은 아니다. 더욱이, 특정 특징, 구성, 조성 또는 특성은 하나 이상의 실시 형태에서 임의의 적합한 방식으로 조합될 수 있다.

[0030] 본 발명의 상기의 개요는 본 발명의 각각의 개시되는 실시 형태 또는 모든 구현 형태를 설명하고자 하는 것은 아니다. 하기 설명은 예시적인 실시 형태를 더 구체적으로 예시한다. 본 개시내용 전체에 걸쳐 여러 곳에서, 예들의 목록을 통해 지침이 제공된다. 이들 예는 다양한 조합으로 사용될 수 있다. 각각의 경우에, 언급된 목록은 단지 대표적인 군으로서의 역할을 하며, 배타적인 목록으로 해석되어서는 안 된다. 따라서, 본 발명의 범주는 본 명세서에 기재된 특정 예시적인 구조로 제한되어야 하는 것이 아니라, 오히려 적어도 청구범위의 언어에 의해 기재된 구조 및 그러한 구조의 등가물로 확장된다. 본 명세서에 대안으로서 분명하게 언급된 임의의 요소는, 필요에 따라 임의의 조합으로, 청구범위에 명시적으로 포함될 수 있거나 청구범위로부터 배제될 수 있다. 다양한 이론 및 가능한 메커니즘이 본 명세서에 논의되었을 수 있지만, 어떠한 경우에도 그러한 논의는 청구가능한 발명 요지를 제한하는 역할을 하지 않는다.

[0031] 본 발명의 특징 및 이점이 상세한 설명뿐만 아니라 첨부된 청구범위를 고려할 때 추가로 이해될 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 광전자 장치에서 광학 투명 접착제("OCA")를 사용하는 것의 일부 이점은, 특히, 디스플레이의 다양한 광학 구성요소들 사이의 광 추출 효율을 향상시키고 계면에서 굴절률 부정합의 완화에 의해 광 산란을 감소시키는 것이다. 광전자 장치 구조체의 토포그래피 특징부가 더 복잡한 기하학적 형상으로 진화함에 따라, 이러한 복잡한 기하학적 형상으로 조정될 수 있을 뿐만 아니라 광학 결함을 완화시킬 수 있는 고도로 순응적인 OCA의 개발에 대한 수요가 증가하고 있다. 그러나, 일단 OCA 필름이 디스플레이 내에 통합되면, OCA 재료는 또한 높은 기계적 안정성 및 성능을 제공하기 위해 장치의 수명 동안 기계적으로 견고해야 한다. 이러한 잠재적으로 반대되는 제조 요건들을 균형을 이루는 한 가지 방법은 2-단계 UV 경화 공정을 사용하는 것이다. 그러한 2-단계 공정은 라미네이션 단계 동안 순응성(compliance)을 위해 상당한 점성 특성을 갖는 OCA의 UV 공정 생성을 허용할 수 있으며, 이어서 장치와의 통합 후 OCA의 가교결합 밀도의 UV-유발 증가를 가능하게 할 수 있다.

[0033] 일부 응용의 경우, OCA 재료는 OCA 층 아래에 놓인 임의의 UV-민감성 구성요소를 보호하기 위해 UV-흡수 첨가제를 이용하는 것이 또한 바람직할 수 있다. 예를 들어, 380 nm 미만의 파장의 광에서 높은 흡수를 나타내는 하이드록시페닐 벤조트라이아졸계 UV 흡수제(예를 들어, 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프(BASF)로부터 구매가능한 티누빈(TINUVIN) 928)는 OCA 내에 혼입되어 접착제에 인접한 감광층에 UV가 도달하는 것을 차단할 수 있다. 그러나, 이러한 UV-흡수 기능은 1) OCA를 생성하기 위해, 그리고 2) 라미네이션 후 OCA를 후경화시키기 위해 사용되는 UV-기반 공정 중 하나 또는 둘 모두에 개입할 수 있다. OCA 내의 UV 흡수제는 최종 사용자의 환경으로부터의 UV 노출을 차단할 수 있을 뿐만 아니라, 접착제 및 디스플레이 장치 둘 모두의 제조 동안 사용되는 UV 스펙트럼의 상당한 부분을 차단할 수 있다. 라미네이션-후 경화 공정에 대한 접근성이 감소하면 순응성과 견고한 수명 신뢰성의 균형을 이루는 접착제의 능력이 제한될 뿐만 아니라 일반적으로 OCA의 접착성 및 기계적 성능 속성이 제한될 수 있다. 따라서, 광중합 및 광경화 메커니즘에 대한 접근성을 유지하면서 UV-차단 기능을 통합하기 위해서는 OCA 재료의 기술적 개발이 필요하다.

[0034] 본 발명은 더 느리게 반응하는 가교결합제 화합물과 함께 빠르게 중합되는 아크릴 단량체의 조합을 이용하는 방식을 사용하여 제조된 UV-흡수 및 라미네이션-후 경화성 OCA 필름을 제공한다. 이 방식은 다수의 파장 방출 장비를 필요로 하지 않으면서 접착제의 중합 기능과 가교결합 기능 사이의 더 큰 분리를 허용하면서, 동시에 UV 흡수제 첨가제의 존재 하에서 두 기능을 모두 달성할 수 있게 한다. 유리하게는, 아크릴 중합 반응에 사용된 것과 유사한 파장 대역의 광으로 전환의 후반 단계에서 가교결합 반응이 수행될 수 있다.

[0035] *가교결합성 조성물*

[0036] 일 태양에서, 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 (메트)아크릴레이트 중합체, 포스핀 옥사이드-유형 광개시제, 및 가교결합 단량체를 포함하는 가교결합성 조성물이 제공되며, 가교결합 단량체는 알릴, 메탈릴, 또

는 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 말단 기를 포함한다.

[0037] 본 발명의 가교결합성 조성물은 예를 들어 화학 방사선에 대한 노출에 의해 경화될 수 있다. 가교결합성 조성물에 대한 겔 분율은 하기 실시예 섹션에 기재된 바와 같이 경화 전 및 후 둘 모두에 계산될 수 있다. 일부 바람직한 실시 형태에서, 경화 전의 가교결합성 조성물의 겔 분율은 0.2 내지 0.8, 0.3 내지 0.75, 또는 0.4 내지 0.7이다. 일부 바람직한 실시 형태에서, 경화 후의 가교결합성 조성물의 겔 분율의 변화는 0.03 초과, 0.04 초과, 0.05 초과, 또는 0.06 초과이다.

[0038] *(메트)아크릴레이트 중합체*

[0039] (메트)아크릴레이트 중합체는 알려진 중합 방법을 사용하여 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 중합성 성분으로부터 제조될 수 있다.

[0040] *알킬 (메트)아크릴레이트 단량체*

[0041] 최종 (메트)아실레이트 중합체의 유리 전이 온도가 충분히 낮다면(예를 들어, 20°C 이하라면), 임의의 적합한 알킬 (메트)아크릴레이트, 또는 알킬 (메트)아크릴레이트들의 혼합물이 사용될 수 있다. 일부 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체는 상응하는 단일중합체의 유리 전이 온도에 기초하여 저 T_g 단량체로 분류될 수 있다. 상응하는 단일중합체로부터 측정할 때, 저 T_g 단량체는 종종 T_g가 20°C 이하, 10°C 이하, 0°C 이하, 또는 -10°C 이하이다.

[0042] 적합한 저 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체는 비-3차 알킬 아크릴레이트를 포함하지만 이로 한정되지 않으나, 적어도 4개의 탄소 원자를 갖는 선형 알킬 기를 갖는 알킬 메타크릴레이트일 수 있다. 알킬 (메트)아크릴레이트의 구체적인 예에는 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, n-프로필 아크릴레이트, n-부틸 아크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 아이소부틸 아크릴레이트, sec-부틸 아크릴레이트, n-펜틸 아크릴레이트, 2-메틸부틸 아크릴레이트, n-헥실 아크릴레이트, 사이클로헥실 아크릴레이트, 4-메틸-2-펜틸 아크릴레이트, 2-메틸헥실 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, n-옥틸 아크릴레이트, 2-옥틸 아크릴레이트, 아이소옥틸 아크릴레이트, 아이소노닐 아크릴레이트, 아이소아밀 아크릴레이트, n-데실 아크릴레이트, 아이소데실 아크릴레이트, n-데실 메타크릴레이트, 라우릴 아크릴레이트, 아이소트라이데실 아크릴레이트, n-옥타데실 아크릴레이트, 아이소스테아릴 아크릴레이트, n-도데실 메타크릴레이트, 및 이들의 조합이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, 저 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트는 2-에틸헥실 아크릴레이트, 아이소옥틸 아크릴레이트, n-부틸 아크릴레이트, 2-메틸부틸 아크릴레이트, 2-옥틸 아크릴레이트, 및 이들의 조합으로부터 선택된다. 다른 적합한 단량체에는 분지형 장쇄 아크릴레이트, 예를 들어 미국 특허 제8,137,807호(클래퍼(Clapper) 등)에 기재된 것들이 포함된다. 추가적인 적합한 알킬 단량체에는 2차 알킬 아크릴레이트, 예컨대 미국 특허 제9,102,774호(클래퍼 등)에 기재된 것들이 포함된다.

[0043] 중합성 성분에 포함될 수 있는 다른 알킬 (메트)아크릴레이트는 상응하는 단일중합체의 유리 전이 온도에 기초하여 고 T_g 단량체로 분류된다. 고 T_g 단량체는 단일중합될 때 종종 T_g가 30°C 초과, 40°C 초과, 또는 50°C 초과이다(즉, 이 단량체로부터 형성된 단일중합체는 T_g가 30°C 초과, 40°C 초과, 또는 50°C 초과이다). 일부 적합한 고 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체에는 예를 들어 메틸 메타크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, n-프로필 메타크릴레이트, 아이소프로필 메타크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 아이소부틸 메타크릴레이트, sec-부틸 메타크릴레이트, tert-부틸 (메트)아크릴레이트, 사이클로헥실 메타크릴레이트, 아이소보르닐 (메트)아크릴레이트, 스테아릴 (메트)아크릴레이트, 및 3,3,5 트라이메틸사이클로헥실 (메트)아크릴레이트가 포함된다.

[0044] (메트)아크릴레이트 중합체에 혼입된 알킬 (메트)아크릴레이트의 양은 (메트)아크릴 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 최대 100 중량%의 임의의 적합한 양일 수 있다. 그 양은, 예를 들어, 최대 99 중량%, 최대 95 중량%, 최대 90 중량%, 최대 85 중량%, 최대 80 중량%, 최대 75 중량%, 최대 70 중량%, 최대 65 중량%, 최대 60 중량%, 최대 55 중량%, 최대 50 중량%, 또는 최대 45 중량%일 수 있다. 예를 들어, 알킬 (메트)아크릴레이트의 양은 종종 35 중량% 이상, 40 중량% 이상, 45 중량% 이상, 또는 50 중량% 이상이다.

[0045] 알킬 (메트)아크릴레이트가 고 T_g 단량체를 포함하도록 선택되는 경우, 이러한 단량체의 양은 종종 중합성 성분

의 총 중량을 기준으로 40 중량% 이하이다. 즉, 그 양은 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 0 내지 40 중량%의 범위일 수 있다. 더 많은 양이 사용되는 경우, (메트)아크릴레이트 중합체의 전체 T_g가 너무 높을 수 있다. 고 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체의 양은 종종 35 중량% 이하, 25 중량% 이하, 또는 15 중량% 이하이다. 존재하는 경우, 고 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체의 양은 종종 0.5 중량% 이상, 1 중량% 이상, 3 중량% 이상, 5 중량% 이상 또는 10 중량% 이상이다. 중합성 성분이 고 T_g 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함하는 경우, T_g가 20°C 이하인 (메트)아실레이트 중합체를 형성하기에 충분히 낮은 T_g의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체가 전형적으로 첨가된다.

[0046] 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체는 전형적으로 저 T_g 단량체, 예컨대 단일중합체로서 측정할 때 T_g가 -10°C 이하인 것들을 포함하도록 선택된다. 예를 들어, 중합성 성분은 단일중합체로서 측정할 때 T_g가 -10°C 이하인 저 T_g 단량체를 40 중량% 이상, 45 중량% 이상, 50 중량% 이상, 55 중량% 이상, 60 중량% 이상, 65 중량% 이상, 또는 70 중량% 이상 및 95 중량% 이하, 90 중량% 이하, 85 중량% 이하, 80 중량% 이하, 75 중량% 이하, 또는 70 중량% 이하로 종종 포함한다. 양은 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 한다.

[0047] 단일중합체로서 측정할 때 T_g가 -10°C 이하인 적합한 알킬 단량체에는 2-에틸헥실 아크릴레이트, 아이소옥틸 아크릴레이트, N-부틸 아크릴레이트, 2-메틸부틸 아크릴레이트, 2-옥틸 아크릴레이트, 및 이들의 조합이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.

[0048] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체에는 산성 단량체가 실질적으로 없다. 산성 단량체를 기술하기 위해 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "실질적으로 없다"는 (메트)아크릴레이트 중합체가 1 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.2 중량% 미만, 또는 0.1 중량% 미만의 이러한 단량체를 함유함을 의미한다. 일부 실시 형태에서, 가교결합성 조성물에는 산이 실질적으로 없어서, 그렇지 않다면 터치 센서 및 그의 집적 회로 또는 커넥터를 손상시킬 수 있는 인듐 주석 산화물("ITO") 및 금속 트레이스 부식을 없앨 수 있다.

[0049] 전형적으로 (메트)아크릴레이트 중합체는 동적 기계적 분석에 의해 결정할 때 유리 전이 온도가

[0050] 15℃ 이하이다. 예를 들어, 유리 전이 온도는 15℃ 이하, 10℃ 이하, 5℃ 이하, 0℃ 이하, 또는 -5℃ 이하일 수 있다. 유리 전이 온도는 종종 -50℃ 초과, -40℃ 초과, 또는 -30℃ 초과이다.

[0051] 일부 바람직한 실시 형태에서, 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체는 2-에틸헥실 아크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 헥실 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 사이클로헥실 아크릴레이트, 아이소보르닐 (메트)아크릴레이트, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

[0052] *추가 단량체*

[0053] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 하이드록실 (메트)아크릴레이트 공단량체를 포함할 수 있다. 적합한 단량체의 예에는 2-하이드록시에틸 (메트)아크릴레이트 및 2-하이드록시-프로필 (메트)아크릴레이트, 4-하이드록시부틸 (메트)아크릴레이트 등이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 중량 기준으로 약 0 내지 약 40부, 특히 약 5 내지 약 35부, 더욱 특히 약 10 내지 약 30부의 하이드록시 작용성 공중합성 단량체를 포함한다.

[0054] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 비-하이드록시 작용성 극성 공중합성 단량체를 포함할 수 있다. 적합한 비-하이드록시 작용성 극성 공중합성 단량체의 예에는 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 푸마르산, 에테르 작용성 단량체, 예컨대 2-에톡시에틸 (메트)아크릴레이트, 2-에톡시에톡시에틸 (메트)아크릴레이트, 다이메틸아미노에틸(메트)아크릴레이트, 질소 함유 단량체, 예컨대 아크릴아미드, 메타크릴아미드, N-알킬 치환 및 N,N-다이알킬 치환된 아크릴아미드 또는 메타크릴아미드(여기서, 알킬 기는 최대 3개의 탄소를 가짐), 및 N-비닐 락탐이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 적합한 치환된 아미드 단량체의 예에는 N,N-다이메틸아크릴아미드, N,N-다이에틸 아크릴아미드, N-모르폴리노 (메트)아크릴레이트, N-비닐 피롤리돈 및 N-비닐 카프로락탐이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 중량 기준으로 약 0 내지 약 20부, 특히 약 1 내지 약 15부, 더욱 특히 약 1 내지 약 10부의 극성 공중합성 단량체를 포함한다.

[0055] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 비닐 에스테르, 특히 C1 내지 C10 비닐 에스테르를 포함할 수 있다. 구매가능한 적합한 비닐 에스테르의 예에는 비닐 아세테이트 및 VEOVA 9 또는 VEOVA 10(미국 플로리

다주 뉴 스미르나 비치 소재의 모멘티브 스페셜티 케미칼스(Momentive Specialty Chemicals)로부터 입수가능)이 포함되지만 이에 한정되지 않는다. 비닐 에스테르는 전형적으로 중량 기준으로 약 1부 내지 약 20부, 특히 약 1 내지 약 15부, 더욱 특히 약 1 내지 약 10부의 양으로 단량체 혼합물에 첨가된다. 다른 단량체, 예를 들어 스티렌성 단량체가 또한 사용될 수 있다.

[0056] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 극성 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함할 수 있다. 적합한 극성 (메트)아크릴레이트 단량체의 예에는 하이드록시에틸 아크릴레이트, 하이드록시프로필 아크릴레이트, 하이드록실부틸 아크릴레이트, 테트라하이드로푸릴 아크릴레이트, 아크릴아미드, N,N-다이메틸 아크릴아미드, N-비닐 피롤리돈, 및 아크릴산이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 중량 기준으로 약 0 내지 약 50부, 특히 약 5 내지 약 45부, 더욱 특히 약 10 내지 약 40부의 극성 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함한다.

[0057] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체를 포함할 수 있다. 적합한 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체의 예에는 N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카르바졸, 비닐 아세테이트, 및 비닐 에테르가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 중량 기준으로 약 0 내지 약 15부, 특히 약 1 내지 약 10부, 더욱 특히 약 1 내지 약 8부의 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체를 포함한다.

[0058] 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 다작용성 (메트)아크릴레이트 단량체를 포함할 수 있다. 유용한 다작용성 (메트)아크릴레이트 단량체의 예에는 다이(메트)아크릴레이트, 트라이(메트)아크릴레이트, 및 테트라(메트)아크릴레이트, 예를 들어 1,6-헥산다이올 다이(메트)아크릴레이트, 폴리(에틸렌 글리콜) 다이(메트)아크릴레이트, 폴리부타디엔 다이(메트)아크릴레이트, 폴리우레탄 다이(메트)아크릴레이트, 및 프로폭실화 글리세린 트라이(메트)아크릴레이트, 및 이들의 혼합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 사용되는 경우, 다작용성 (메트)아크릴레이트 단량체는 총 단량체 함량 100 중량부에 대해 전형적으로 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 또는 0.05 중량부 이상 1, 2, 3, 4, 또는 5 중량부 이하의 양으로 사용된다.

[0059] 일부 바람직한 실시 형태에서, (메트)아크릴레이트 중합체는 하이드록시에틸 아크릴레이트, 하이드록시프로필 아크릴레이트, 하이드록실부틸 아크릴레이트, 테트라하이드로푸릴 아크릴레이트, 아크릴아미드, N,N-다이메틸 아크릴아미드, N-비닐 피롤리돈, 아크릴산, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 0 중량% 내지 50 중량%(예를 들어, 10 중량% 내지 40 중량%)의 극성 (메트)아크릴레이트 단량체; 및 N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카르바졸, 비닐 아세테이트, 비닐 에테르, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 0 중량% 내지 10 중량%(예를 들어, 0 중량% 내지 5 중량%)의 1작용성 비-(메트)아크릴레이트 비닐 단량체를 포함할 수 있다.

[0060] *중합 방법*

[0061] 중합 방법은 열적으로 또는 화학 방사선(예를 들어, 전자기 스펙트럼의 가시광 및/또는 자외선 영역의 화학 방사선)에 의해 활성화된 것들을 포함할 수 있다. 자유 라디칼 개시제가 전형적으로 중합성 성분과 조합된다. 사슬 이동제, 산화방지제, 용매 등과 같은 다른 선택적인 성분이 중합성 조성물에 포함될 수 있다.

[0062] 광개시제 또는 열개시제일 수 있는 자유 라디칼 개시제가 전형적으로 (메트)아크릴레이트 중합체를 형성하는 데 사용된다. 다수의 광개시제 또는 다수의 열개시제가 사용될 수 있다. 자유 라디칼 개시제의 양은 중량 평균 분자량에 영향을 줄 수 있으며, 더 많은 양은 전형적으로 더 낮은 분자량의 중합체 재료를 생성한다. 자유 라디칼 개시제의 양은 보통 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 0.001 중량% 이상, 0.005 중량% 이상, 0.01 중량% 이상, 0.05 중량% 이상, 0.1 중량% 이상, 0.5 중량% 이상, 또는 1.0 중량% 이상이다. 그 양은 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 5 중량% 이하, 4 중량% 이하, 3 중량% 이하, 2 중량% 이하, 1.5 중량% 이하, 1 중량% 이하, 0.5 중량% 이하, 0.3 중량% 이하, 0.2 중량% 이하, 또는 0.1 중량% 이하일 수 있다.

[0063] 적합한 열개시제에는 다양한 아조 화합물, 예를 들어 2,2'-아조비스(2-메틸부탄 니트릴)인 바조(VAZO) 67, 2,2'-아조비스(아이소부티로니트릴)인 바조 64, 2,2'-아조비스(2,4-다이메틸펜탄니트릴)인 바조 52 및 1,1'-아조비스(사이클로헥산카르보니트릴)인 바조 88을 포함하는, 케무어스 컴퍼니(Chemours Co., 미국 델라웨어주 윌밍턴 소재)로부터 상표명 바조로 구매가능한 것들; 다양한 퍼옥사이드, 예를 들어 벤조일 퍼옥사이드, 사이클로헥산 퍼옥사이드, 라우로일 퍼옥사이드, 다이-tert-아밀 퍼옥사이드, tert-부틸 퍼옥시 벤조에이트, 다이-쿠밀 퍼옥사이드, 및 아토피나 케미칼, 인크.(Atofina Chemical, Inc., 미국 펜실베이니아주 필라델피아 소재)로부터 상표명 루퍼솔(LUPERSOL)(예를 들어, 2,5-비스(tert-부틸퍼옥시)-2,5-다이메틸헥산인 루퍼솔 101, 및 2,5-다이메틸-2,5-다이-(tert-부틸퍼옥시)-3-헥신인 루퍼솔 130)로 구매가능한 퍼옥사이드; 다양한 하이드로퍼옥사이드,

예를 들어 tert-아밀 하이드로퍼옥사이드 및 tert-부틸 하이드로퍼옥사이드; 및 이들의 혼합물이 포함된다.

[0064] 많은 실시 형태에서, 광개시제가 (메트)아크릴레이트 중합체를 형성하는 데 사용된다. 일부 예시적인 광개시제는 벤조인 에테르(예를 들어, 벤조인 메틸 에테르 또는 벤조인 아이소프로필 에테르) 또는 치환된 벤조인 에테르(예를 들어, 아니소인 메틸 에테르)이다. 다른 예시적인 광개시제는 치환된 아세토페논, 예컨대 2,2-다이에톡시아세토페논 또는 2,2-다이메톡시-2-페닐아세토페논(바스프 코포레이션(BASF Corp., 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재)으로부터 상표명 "이르가큐어(IRGACURE) 651"로, 또는 사토머(Sartomer, 미국 펜실베이니아주 엑스턴 소재)로부터 상표명 "에사큐어(ESACURE) KB-1"로 구매가능함)이다. 또 다른 예시적인 광개시제는 치환된 알파-케톨, 예컨대 2-메틸-2-하이드록시프로피오페논, 방향족 설포닐 클로라이드, 예컨대 2-나프탈렌설포닐 클로라이드, 및 광활성 옥심, 예컨대 1-페닐-1,2-프로판다이온-2-(O-에톡시카르보닐)옥심이다. 다른 적합한 광개시제는, 예를 들어 1-하이드록시사이클로헥실 페닐 케톤(상표명 이르가큐어 184로 구매가능함), 페닐비스(2,4,6-트라이메틸벤조일) 포스핀옥사이드(상표명 이르가큐어 819로 입수가능함), 1-[4-(2-하이드록시에톡시)페닐]-2-하이드록시-2-메틸-1-프로판-1-온(상표명 이르가큐어 2959로 입수가능함), 2-벤질-2-다이메틸아미노-1-(4-모르폴리노페닐)부타논(상표명 이르가큐어 369로 입수가능함), 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르폴리노프로판-1-온(상표명 이르가큐어 907로 입수가능함), 다이페닐 (2,4,6-트라이메틸벤조일) 포스핀 옥사이드(미국 노스캐롤라이나주 샬럿 소재의 아이지엠 레진스 유에스에이 인크.(IGM Resins USA Inc.)로부터 입수함), 및 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐 프로판-1-온(시바 스페셜티 케미칼스 코포레이션(Ciba Specialty Chemicals Corp.)(미국 뉴욕주 태리타운 소재)으로부터 상표명 다로큐르(DAROCUR) 1173으로 입수가능함)을 포함할 수 있다.

[0065] 증감제(sensitizer)는 또한 특정 실시 형태에서 광개시제의 효능을 향상시키는 데 사용될 수 있다. 유용한 증감제는, 예를 들어, 아이소프로필티오잔톤(상표명 옴니라드(OMNIRAD) ITX로 입수가능함) 및 4-다이에틸-9H-티오잔텐-9-온(상표명 옴니라드 DETX로 입수가능함)뿐만 아니라 다른 티오잔톤 기반 증감제를 포함할 수 있다.

[0066] (메트)아크릴레이트 중합체의 분자량을 제어하기 위하여 사슬 이동제가 종종 중합성 조성물 내에 포함된다. 적합한 사슬 이동제는 사브롬화탄소, 헥사브로모에탄, 브로모트라이클로로메탄, 2-메르캅토에탄올, tert-도데실메르캅탄, 아이소옥틸티오글리콜레이트, 3-메르캅토-1,2-프로판다이올, 쿠멘, 펜타에리트리톨 테트라키스(3-메르캅토 부티레이트)(쇼와 덴코(Showa Denko)로부터 상표명 카렌즈(KARENZ) MT PE1로 입수가능함), 1,4-비스 (3-메르탑토부틸릴옥시) 부탄(쇼와 덴코로부터 상표명 카렌즈 MT BD1로 입수가능함), 에틸렌 글리콜 비스티오글리콜레이트, 및 이들의 혼합물의 군으로부터 선택되는 것들을 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 선택되는 사슬 이동제의 반응성에 따라, 사슬 이동제의 양은 종종 중합성 조성물 내의 단량체들의 총 중량을 기준으로 0 내지 5 중량%의 범위이다. 일부 실시 형태에서, 사슬 이동제의 양은 0.05 중량% 이상, 0.1 중량% 이상, 0.2 중량% 이상, 0.3 중량% 이상, 또는 0.5 중량% 이상이고, 5 중량% 이하, 4.5 중량% 이하, 4 중량% 이하, 3.5 중량% 이하, 3 중량% 이하, 2.5 중량% 이하, 2 중량% 이하, 1.5 중량% 이하, 또는 1 중량% 이하일 수 있다. 중량 퍼센트 값은 (메트)아크릴레이트 중합체를 형성하는 데 사용되는 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 한다.

[0067] (메트)아크릴레이트 중합체를 형성하기 위한 중합성 조성물의 반응은 유기 용매의 존재 또는 부재 하에 일어날 수 있다. 중합성 조성물 내에 유기 용매가 포함되는 경우, 그 양은 종종 원하는 점도를 제공하도록 선택된다. 적합한 유기 용매의 예에는 메탄올, 테트라하이드로푸란, 에탄올, 아이소프로판올, 펜탄, 헥산, 헵탄, 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 메틸 아세테이트, 에틸 아세테이트, 톨루엔, 자일렌, 및 에틸렌 글리콜 알킬 에테르가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 이들 유기 용매는 단독으로 또는 이들의 혼합물로서 사용될 수 있다.

[0068] 일부 실시 형태에서, 중합은 중합성 조성물의 총 중량을 기준으로 10 중량% 이상의 유기 용매의 존재 하에 일어난다. 그 양은, 예를 들어 20 중량% 이상, 30 중량% 이상, 40 중량% 이상일 수 있고 70 중량% 이하, 60 중량% 이하, 50 중량% 이하일 수 있다. 다른 실시 형태에서, 중합은 유기 용매가 거의 또는 전혀 존재하지 않는 상태에서 일어난다. 즉, 중합성 조성물에는 유기 용매가 부재하거나 최소한의 양의 유기 용매를 함유한다. 사용되는 경우, 유기 용매는 종종 중합성 조성물의 총 중량을 기준으로 10 중량% 미만, 5 중량% 미만, 4 중량% 미만, 3 중량% 미만, 2 중량% 미만, 또는 1 중량% 미만의 양으로 존재한다.

[0069] (메트)아크릴레이트 중합체는 임의의 적합한 방법을 사용하여 중합성 조성물로부터 형성될 수 있다. 중합은 단일 단계로 또는 다수의 단계로 일어날 수 있다. 즉, 단량체 및/또는 자유 라디칼 개시제의 전부 또는 일부가 적합한 반응 용기 내로 충전되고 중합될 수 있다. 예를 들어, 유기 용매 및 열개시제를 함유하는 중합성 조성물은 승온에서, 예컨대 50℃ 내지 100℃(예컨대 55 ℃ 내지 70 ℃)의 범위에서 수 시간 동안 혼합되고 가열될 수 있다.

[0070] (메트)아크릴레이트 중합체를 제조하는 하나의 가능한 방법에서, 중합 조성물에는 유기 용매가 거의 또는 전혀

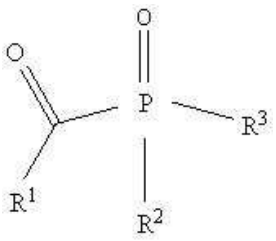
포함되지 않는다. 그러한 자유 라디칼 중합 방법은 예를 들어 미국 특허 제4,619,979호(코노르(Kotnour) 등) 및 제4,843,134호(코노르 등)에 기재된 바와 같이 연속 방식으로 수행될 수 있다. (메트)아크릴레이트 중합체를 제조하는 대안적인 방법에서, 예를 들어 미국 특허 제5,986,011호(엘리스(Ellis) 등) 및 제5,637,646호(엘리스)에 기재된 바와 같이 단열 공정이 사용될 수 있다. (메트)아크릴레이트 중합체를 제조하는 또 다른 방법에서, 중합 반응은 미국 특허 제5,804,610호(하머(Hamer) 등)에 기재된 바와 같이 중합체 패키지 내에서 일어날 수 있다.

[0071] 생성된 (메트)아크릴레이트 중합체는 중합성 조성물의 조성에 따라 가교결합되지 않거나 가교결합될 수 있다. 일부 실시 형태에서, (메트)아크릴 중합체는 가교결합된다. 일부 실시 형태에서, 단량체 혼합물은 다작용성 가교결합제를 포함할 수 있다. 예를 들어, 혼합물은 용매 코팅된 접착제를 제조하는 건조 단계 동안 활성화되는 열적 가교결합제뿐만 아니라, 중합 단계 동안 공중합되는 가교결합제를 포함할 수 있다. 그러한 열적 가교결합제에는 다작용성 아이소시아네이트, 다작용성 아지리딘, 및 에폭시 화합물이 포함될 수 있지만 이에 한정되지 않는다. 공중합될 수 있는 예시적인 가교결합제에는 1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트와 같은 다작용성 아크릴레이트 또는 당업자에게 공지된 바와 같은 다작용성 아크릴레이트가 포함된다. 일부 실시 형태에서, 유용한 아이소시아네이트 가교결합제에는, 예를 들어, 데스모두르(DESMODUR) N3300(독일 쾰른 소재의 바이엘(Bayer))으로 입수가능한 방향족 트라이아이소시아네이트가 포함될 수 있다. 자외선 또는 "UV" 활성화된 가교결합제가 또한 사용될 수 있다. 그러한 UV 가교결합제에는 비-공중합성 광가교결합제, 예를 들어, 벤조페논, 및 공중합성 광가교결합제, 예를 들어 4-아크릴옥시벤조페논과 같은 아크릴화 또는 메타크릴화 벤조페논이 포함될 수 있다. 전형적으로, 가교결합제는, 존재하는 경우, 중량 기준으로 약 0.01부 내지 약 5부, 특히 약 0.01 내지 약 4부, 더욱 특히 약 0.01 내지 약 3부의 양으로 단량체 혼합물에 첨가된다. 예를 들어, 폴리메틸메타크릴레이트 거대단량체(macromer) 또는 폴리스티렌 거대단량체와 같은 고 T_g 거대단량체를 공중합하는 것에 의한 것과 같은, 이온성 가교결합, 산-염기 가교결합, 또는 물리적 가교결합 방법의 사용과 같은 다른 가교결합 방법이 또한 사용될 수 있다. 포함되는 경우, 거대단량체는 총 단량체 성분의 중량 기준으로 약 1 내지 약 20부의 양으로 사용될 수 있다.

[0072] *아실포스핀 옥사이드 광개시제*

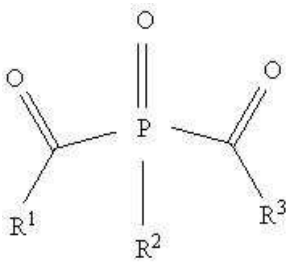
[0073] 가교결합성 조성물은 아실포스핀 옥사이드 광개시제를 추가로 포함한다. 본 발명의 실시 형태에 유용한 아실포스핀 옥사이드 광개시제는, 예를 들어, 미국 노스캐롤라이나주 샬롯 소재의 아이지엠 레진스 유에스에이 인크.로부터 구매가능한 다이페닐(2,4,6-트라이메틸벤조일)포스핀 옥사이드("TPO"), 및 미국 노스캐롤라이나주 샬롯 소재의 아이지엠 레진스 유에스에이 인크.로부터 구매가능한 페닐비스(2,4,6-트라이메틸벤조일) 포스핀옥사이드("BAPO")를 포함할 수 있다.

[0074] 일부 실시 형태에서, 아실포스핀 옥사이드 광개시제는 하기 구조로 표시되는 모노-아실포스핀 옥사이드(예를 들어 TPO)를 포함할 수 있다:

[0075] 

[0076] 상기 식에서, R^1은 광 흡수 모이어티(예를 들어, 방향족, 치환된 방향족)이고 R^2 및 R^3은 독립적으로 광 흡수 및/또는 가용화(예를 들어, 알킬) 모이어티이다.

[0077] 일부 바람직한 실시 형태에서, 아실포스핀 옥사이드 광개시제는 하기 구조로 표시되는 비스-아실포스핀 옥사이드(예를 들어, BAPO)를 포함할 수 있다:



[0078]

[0079] 상기 식에서, R^1은 광 흡수 모이어티(예를 들어, 방향족, 치환된 방향족)이고 R^2 및 R^3은 독립적으로 광 흡수 및/또는 가용화(예를 들어, 알킬) 모이어티이다.

[0080] 바람직한 실시 형태에서, 가교결합성 조성물은 (메트)아크릴레이트 중합체 혼합물에 대해 0.05 pph 내지 5 pph (예를 들어, 1 pph)의 아실포스핀 옥사이드 광개시제를 포함한다.

[0081] *(메트)알릴 가교결합 단량체*

[0082] 가교결합성 조성물은 알릴, (메트)알릴, 또는 이들의 조합으로부터 선택되는 적어도 2개의 말단 기를 포함하는 가교결합 단량체를 추가로 포함한다. 알릴 기는 구조식 $H_2C=CH-CH_2-$를 갖는다. 이것은 비닐 기 ($-CH=CH_2$)에 부착된 메틸렌 가교 ($-CH_2-$)로 이루어진다. 유사하게, (메트)알릴 기는 구조식 $H_2C=C(CH_3)-CH_2-$를 갖는 치환체이다.

[0083] 일부 실시 형태에서, 가교결합 단량체에는 비닐 기, 예컨대 비닐 에테르가 없다. 에테닐로도 알려진 비닐은 작용기 $-CH=CH_2$, 즉, 에틸렌 분자($H_2C=CH_2$)에서 하나의 수소 원자를 뺀 것이다.

[0084] 일 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 2개의 (메트) 알릴 기 및 (메트)아크릴레이트 기를 포함한다. 이 유형의 가교결합 단량체는 사토머로부터 상표명 "SR 523"으로 구매가능하다. 일부 실시 형태에서, 가교결합 단량체에는 (메트)아크릴레이트 기가 없다. (메트)아크릴레이트 기와 비교하여, (메트)알릴 기의 더 낮은 반응성은, 특히 접착제가 (예컨대 UV) 방사선에 의해 경화되는 경우, 최적의 가교결합 양을 달성하도록 수정될 수 있다.

[0085] 가교결합 단량체는 전형적으로 하기 화학식을 갖는다:

[0086] $(H_2C=C(R^1)(CH_2)_y)_xZ$

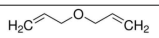
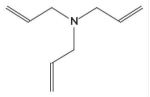
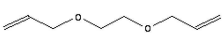
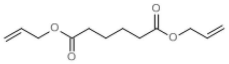
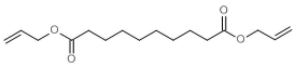
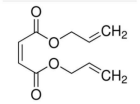
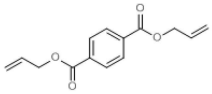
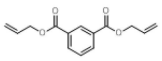
[0087] 상기 식에서, R^1은 수소 또는 메틸이고, Z는 헤테로원자 또는 다가 연결기이고,

[0088] x는 2 내지 6의 범위이다. 일부 실시 형태에서, y는 5 내지 20이다. 일부 실시 형태에서, x는 2 또는 3이다.

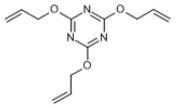
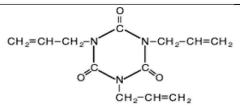
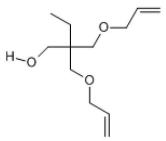
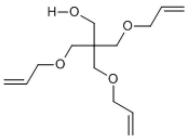
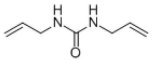
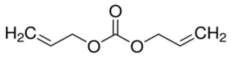
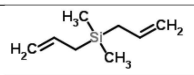
[0089] 가교결합 단량체가 다가 결합 기를 포함하는 실시 형태의 경우, 결합 기 Z는 전형적으로 분자량이 1000 g/몰 이하, 및 일부 실시 형태에서 500 g/몰, 400 g/몰, 300 g/몰, 200 g/몰, 100 g/몰, 또는 50 g/몰 이하이다.

[0090] 적어도 2개의 알릴 및/또는 (메트)알릴 기를 포함하는 다양한 가교결합 단량체가 구매가능하다. 구매가능한 가교결합 단량체의 대표적인 화학종이 하기 표 A에 기재되어 있다. 이들 종은 알릴 기를 포함하지만, 많은 실시 형태에서 (메트)알릴 기와 동일한 화학종이 이용가능하거나 합성될 수 있다. 예를 들어, (메트)알릴 아디페이트는 미국 특허 출원 공개 제2017/0037282호(립스콤(Lipscomb) 등)에 기재된 방식으로 제조될 수 있다.

[0091] [표 A]

이름	화학식
알릴 에테르	 Z는 산소임
트라이알릴 아민	 Z는 질소임
1,11-도데카다이엔	 Z는 알킬렌임
에틸렌 글리콜 다이알릴 에테르	 **Z는 옥시알킬렌 에테르임**
다이알릴 아디페이트	 Z는 알킬렌 다이에스테르임 (지방족 다이카르복실산의 잔기)
다이알릴 세바케이트	 Z는 알킬렌 다이에스테르임 (지방족 다이카르복실산의 잔기)
다이알릴 말레에이트	 Z는 알켄 다이에스테르임 (불포화 지방족 다이카르복실산의 잔기)
다이알릴 테레프탈레이트	 Z는 아릴렌 다이에스테르임 (방향족 다이카르복실산의 잔기)
다이알릴 아이소프탈레이트	 Z는 아릴렌 다이에스테르임 (방향족 다이카르복실산의 잔기)

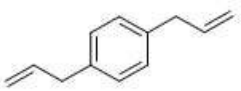
[0092]

트라이알릴 시아누레이트	 Z는 시아누레이트임
트라이알릴 아이소시아누레이트	 Z는 아이소시아누레이트임
트라이메틸올프로판 다이알릴 에테르	 Z는 트라이메틸올프로판임 (다작용성 알코올의 잔기)
펜타에리트리톨 알릴 에테르	 Z는 펜타에리트리톨임 (다작용성 알코올의 잔기)
1,3-다이알릴 우레아	 Z는 우레아임
다이알릴 카르보네이트	 Z는 카르보네이트임
다이알릴(다이메틸)실란	 Z는 알킬 실란임

[0093]

[0094] 적어도 2개의 알릴 및/또는 (메트)알릴 기를 포함하는 가교결합 단량체는 또한 당업계에 공지된 다양한 반응 도식에 따라 합성될 수 있다.

[0095] 하나의 반응 도식에서, 아릴 또는 헤테로아릴 마그네슘 화합물은 문헌[Krasovskiy, Straub, and Knochel; Angewandte Chemie - International Edition, 2006, vol. 45, p. 159 - 162]에 기재된 바와 같이 알릴 할라이드(예를 들어 브롬)와 반응될 수 있다. 적합한 알릴 할라이드는 예를 들어 알릴 클로라이드, 알릴 브로마이드, 알릴 요오다이드, 4-브로모-1-부텐, 3-클로로-2-메틸 프로펜, 3-브로모-2-메틸 프로펜, 5-브로모-1-펜텐, 6-브로모-1-헥센, 8-브로모-1-옥텐, 10-클로로-1-데센 및 11-클로로-1-운데센을 포함한다. 이러한 반응 도식은 다음과 같이 도시되는 다이알릴 벤젠을 생성할 수 있다:



[0096] .

[0097] 이 실시 형태에서, 다가 연결기 Z는 아릴렌이다.

[0098] 본 명세서에 기재된 가교결합 단량체를 제조하기 위한 다양한 반응 도식은 출발 재료로서 (메트)알릴 알코올을 이용한다. 따라서, (메트)알릴 기는 알릴 또는 (메트)알릴 알코올의 반응 생성물이다.

[0099] 예를 들어 알릴 알코올 2-메틸-2-프로펜-1-올, 2-에틸-2-프로펜-1-올, 2-펜틸-2-프로펜-1-올, 10-운데센-1-올, 3-부텐-1-올, 3-메틸-3-부텐-1-올, 4-펜텐-1-올, 5-헥센-1-올, 9-데센-1-올 및 2-알릴옥시에탄올을 포함하는 다양한 (메트)알릴 알코올이 그러한 반응 도식에 사용될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 8, 9 또는 10개 이상의 탄소 원자를 포함하는 (메트)알릴 알코올의 반응 생성물이다. 이러한 알코올은 전형적으로 (메트)알릴 기 및 5, 6, 7, 또는 8개 이상의 탄소 원자 및 전형적으로 20, 18 또는 16개 이하의 탄소 원자를 포

함하는 알킬렌 기를 포함한다. 일부 실시 형태에서, (메트)알릴 알코올은 12개 이하의 탄소 원자를 포함하며, 따라서 9개 이하의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 기를 포함한다. 따라서, Z가 알킬렌 기를 포함하는 다양한 실시 형태에서, 알킬렌 기는 5, 6, 7, 또는 8개 이상의 탄소 원자 및 전형적으로 20, 18 또는 16개 이하의 탄소 원자를 포함할 수 있다.

[0100] 다양한 알콕실화 알릴 알코올이 또한 이러한 반응 도식에 사용될 수 있다. 적합한 알콕실화 알릴 알코올은 하기 일반식을 갖는다:

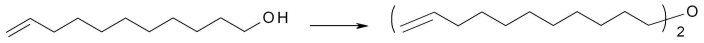
[0101] $H_2C=C(R^1)CH_2-(A)_n-OH$

[0102] 상기 식에서, R^1은 수소 또는 메틸이고; A는 C_2-C_4 옥시알킬렌 기, 특히 C_3H_6O-와 선택적으로 조합된 C_2H_4O-이고; n은 전형적으로 평균 1 내지 5이다. 이 실시 형태에서, Z는 옥시알킬렌 기 또는 폴리옥시알킬렌 기를 포함하거나 이로 이루어진다. 하나의 대표적인 화합물은 표 A에 나타나 있는 에틸렌 글리콜 다이알릴 에테르이다.

[0103] 다른 실시 형태에서, Z는 (예를 들어 단일) 에테르 기 및 알킬렌 기를 포함한다. 가교결합 단량체는 하기 화학식을 가질 수 있다:

[0104] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_y-O-(CH_2)_y(R^1)C=CH_2$

[0105] 상기 식에서, y는 2 내지 20의 범위이고; R^1은 수소 또는 메틸이다. 일부 실시 형태에서, y는 5, 6, 7, 또는 8 이상이다. 그러한 가교결합 단량체는 전술한 바와 같은 알릴 알코올, 또는 문헌[Marvel and Cripps; Journal of Polymer Science, 1952, vol. 8, p. 313-320]에 기재된 바와 같은 티올의 반응에 의해 제조될 수 있다. 10-운데센-1-올을 이용하여 운데세닐 에테르를 생성하는 하나의 예시적인 반응 도식은 하기와 같이 도시된다:

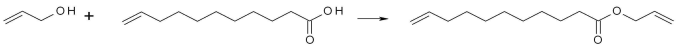
[0106] 

[0107] 다른 실시 형태에서, Z는 2 내지 6개의 하이드록실 기를 갖는 다작용성 알코올의 반응 생성물이다. 이러한 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 전형적으로 하기 화학식을 갖는다:

[0108] $(H_2C=C(R^1)(CH_2)O)_xL^2$

[0109] 상기 식에서, L^2는 하나 이상의 치환체, 예컨대 하이드록실 기 또는 알콕시 기를 선택적으로 포함하는 선형 또는 분지형 (C_1-C_{12}) 알킬렌이고; x는 2 내지 6의 범위이고; R^1은 수소 또는 메틸이다. 일부 실시 형태에서, x는 부탄 다이올 (메트)알릴 에테르의 경우에서와 같이 2 이상이다. 다른 실시 형태에서, x는 3 이상이고 L^2는 글리세롤, 트라이메틸올프로판, 트라이메틸올프로판 에톡실레이트, 트라이메틸올프로판 프로폭실레이트, 펜타에리트리톨, 1,2,4-부탄트라이올, 1,1,1-트리스(하이드록시메틸)에탄, 프룩토스, 글루코스, 1,3,5-트리스(2-하이드록시에틸)아이소시아누레이트, 다이펜타에리트리톨, 및 다이(트라이메틸올프로판)과 같은 다작용성 알코올의 잔기이다. 그러한 가교결합 단량체의 대표적인 예에는 예를 들어 상기 표 A에 나타나 있는 트라이메틸올프로판 다이알릴 에테르 및 펜타에리트리톨 알릴 에테르가 포함된다.

[0110] 또 다른 실시 형태에서, Z는 에스테르 기를 포함하거나 이로 이루어진다. 일부 실시 형태에서, 가교결합 단량체는, 전형적으로 C_1-C_{20} 알킬렌 기 및 일부 실시 형태에서 (C_1-C_{12}) 알킬렌 기에 결합된, 단일 에스테르 기를 포함한다. 그러한 가교결합 단량체는 전술한 바와 같은 (메트)알릴 알코올과, 예를 들어, 문헌[Frostick *et al.*, *Journal of the American Chemical Society*, 1959, vol. 81, p. 3350 -3352]에 기재된 바와 같은 (메트)알릴산의 반응에 의해 제조될 수 있다. (메트)알릴산이 가교결합 단량체의 (메트)알릴 기(들)를 생성하기 위한 출발 재료로서 이용되는 경우, 산은 이중 결합이 (C_1-C_{20}) 알킬렌 기에 의해 산 기로부터 이격되도록 선택된다. 대표적인 산은 예를 들어 3-부텐산, 4-펜텐산, 2,2-다이메틸-4-펜텐산, 5-헥센산, 6-헵텐산, 9-데센산, 및 10-운데센산을 포함한다. 하나의 예시적인 반응 도식은 다음과 같다:

[0111] 

[0112] 다른 실시 형태에서, Z는 하나 초과의 에스테르 기(예를 들어, 다이에스테르)를 포함한다. 이러한 실시 형태에

서, 가교결합 단량체는 전형적으로 하기 화학식을 갖는다:

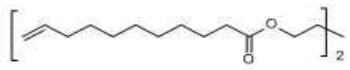
[0113] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_y\ OC(O)\ -L^3-C(O)O(CH_2)_y(R^1)C=CH_2$, 또는

[0114] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_y\ C(O)O-L^3-OC(O)\ (CH_2)_y(R^1)C=CH_2$)

[0115] 상기 식에서, R^1은 수소 또는 메틸이고; L^3은 (예를 들어, C_1-C_{20}) 알킬렌, 아릴렌, 또는 이들의 조합이고;

[0116] y는 1 내지 20의 범위이다. 일부 실시 형태에서, y는 5, 6, 7, 또는 8 이상이다.

[0117] 그러한 가교결합 단량체는 전형적으로 지방족 또는 방향족 다이카르복실산 또는 다이올의 잔기이다. 그러한 가교결합 단량체의 대표적인 예에는 다이(메트)알릴 세바케이트, 다이(메트)알릴 아디페이트, 다이(메트)알릴 테레프탈레이트, 다이(메트)알릴 아이소프탈레이트; 표 A에 나타나 있는 다이알릴 구조체를 포함한다. 다른 예에는 다이(메트)알릴 이타코네이트, 다이(메트)알릴 말레에이트, 다이(메트)알릴 푸마레이트, 다이(메트)알릴 다이글리콜레이트, 다이(메트)알릴 옥살레이트, 다이(메트)알릴 석시네이트, 및 다음과 같이 도시되는 1,4-부탄다이올 다이(운데세닐레이트)가 포함된다:

[0118] .

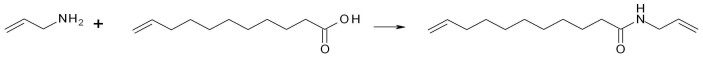
[0119] 또 다른 실시 형태에서, Z는 아미드 기를 포함하거나 이로 이루어진다. 일부 실시 형태에서, 가교결합 단량체는, 전형적으로 (C_1-C_{20}) 알킬렌 기 및 일부 실시 형태에서 C_1-C_{12} 알킬렌 기에 결합된, 단일 아미드 기를 포함한다. 이러한 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 전형적으로 하기 화학식을 갖는다:

[0120] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_y-N(R^5)C(O)-(CH_2)_y(R^1)C=CH_2$

[0121] 상기 식에서, R^1은 수소 또는 메틸이고; R^5는 수소, (C_1-C_6) 알킬, 또는 아릴이고;

[0122] y는 1 내지 20의 범위이다. 일부 실시 형태에서, y는 5, 6, 7, 또는 8 이상이다.

[0123] 그러한 가교결합 단량체는, 예를 들어, 전술한 바와 같은 (메트)알릴산과, 문헌[Goldring, Hodder, Weiler; Tetrahedron Letters, 1998, vol. 39, # 28 p. 4955 - 4958]에 기재된 바와 같은 알릴 아민과의 반응에 의해 제조될 수 있다. 대표적인 아민은 예를 들어 알릴 아민, N-메틸 알릴아민, 다이알릴 아민, 트라이알릴 아민, 트리스(2-메틸알릴아민), 및 N-알릴 사이클로헥실아민을 포함한다. 하나의 예시적인 반응 도식은 다음과 같다:

[0124] 

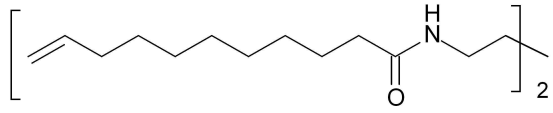
[0125] 또 다른 실시예에서, 전술한 바와 같은 (메트)알릴산은 다이아민과 반응될 수 있다. 반대로, 전술한 알릴 아민은 다이카르복실산 또는 트라이카르복실산과 반응될 수 있다. 이 실시 형태에서, Z는 하나 초과의 (예를 들어, 2 또는 3개의) 아미드 기를 포함한다. 이러한 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 전형적으로 하기 화학식을 갖는다:

[0126] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_yC(O)N(R^1)\ -\ L^3-N(R^5)C(O)(CH_2)_y(R^1)C=CH_2$; 또는

[0127] $H_2C=C(R^1)(CH_2)_yN(R^5)C(O)\ -\ L^3-\ C(O)N(R^5)(CH_2)_y(R^1)C=CH_2$

[0128] 상기 식에서, R^1은 수소 또는 메틸이고; R^5는 수소, (C_1-C_6) 알킬, 또는 아릴이고; L^3은 (예를 들어, C_1-C_{20}) 알킬렌, 아릴렌, 또는 이들의 조합이고; y는 1 내지 20의 범위이다. 일부 실시 형태에서, y는 5, 6, 7, 또는 8 이상이다.

[0129] 하나의 대표적인 구조는 하기에 나타나 있는 바와 같은 *N,N'*-부탄다이일-비스-운데세닐아미드이다:

[0130] 

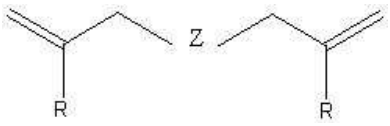
.

[0131] 본 명세서에 기재된 다양한 가교결합 단량체를 고려하여, Z는 헤테로원자, 예컨대 질소 또는 산소뿐만 아니라 매우 다양한 다가(예를 들어, 다이-, 트라이-) 연결기일 수 있다. Z는 예를 들어 (C_1-C_{20} 또는 C_5-C_{20}) 알킬렌, 아릴렌, 옥시알킬렌 (예를 들어, 폴리옥시알킬렌), 에스테르(예를 들어, 모노에스테르, 다이에스테르, 지방족 및 방향족 카르복실산의 잔기), 에테르(예를 들어, 다작용성 알코올의 잔기), 시아누레이트, 아이소시아누레이트, 아미드, 아민 우레아, 우레탄, 카르보네이트, 및 (C_1-C_4 알킬) 실란을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, Z는 그러한 다가 연결기 중 오직 하나만을 포함한다. 다른 실시 형태에서, Z는 동일한 부류의 다가 연결기(예를 들어, 다이에스테르, 트라이에테르) 중 하나 초과를 포함한다. 또 다른 실시 형태에서, Z는 에스테르, 에테르, 카르보네이트, 아미드, 우레아, 또는 우레탄과 같은 상이한 부류의 다가 연결기와 (C_1-C_{20} 또는 C_1-C_5) 알킬렌 또는 아릴렌 기의 조합을 포함한다.

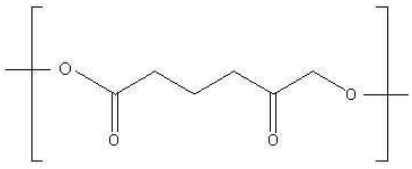
[0132] 적어도 2개의 (메트)알릴 기를 포함하는 가교결합 단량체의 농도는 (메트)아크릴레이트 중합체 혼합물에 대해 전형적으로 0.05 pph 내지 5 pph(예를 들어, 0.1 pph)이다.

[0133] 일부 바람직한 실시 형태에서, 가교결합 단량체는 하기 화학식 I의 구조로 표시될 수 있다:

[0134] [화학식 I]

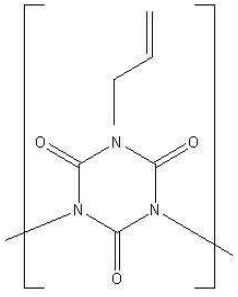
[0135] 

[0136] 상기 식에서, Z는 2가 연결기를 나타내고, 각각의 R은 독립적으로 -H 또는 $-CH_3$이다. 일부 바람직한 실시 형태에서, Z는 다작용성 알릴 말단화된 단량체의 알릴 기에 대한 에스테르 결합, 아세테이트 결합, 및 아미드 결합 중 적어도 하나에 의해 연결된다. 일부 바람직한 실시 형태에서, Z는 하기 구조로 표시된다:

[0137] 

.

[0138] 일부 바람직한 실시 형태에서, Z는 하기 구조로 표시된다:

[0139] 

.

[0140] 가교결합성 조성물은 적어도 2개의 (메트)알릴 기를 포함하는 가교결합제에 더하여 다른 가교결합제를 선택적으로 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 가교결합성 조성물은 다작용성 (메트)아크릴레이트를 포함한다. 유용한 다작용성 (메트)아크릴레이트의 예에는, 다이(메트)아크릴레이트, 트라이(메트)아크릴레이트, 및 테트라(메트)아크릴레이트, 예를 들어 1,6-헥산다이올 다이(메트)아크릴레이트, 폴리(에틸렌 글리콜) 다이(메트)아크릴레이트, 폴리부타디엔 다이(메트)아크릴레이트, 폴리우레탄 다이(메트)아크릴레이트, 및 프로폭실화 글리세린 트라이(메트)아크릴레이트, 및 이들의 혼합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.

[0141] 일반적으로, 다작용성 (메트)아크릴레이트는 본래의 단량체 혼합물의 일부가 아니라, (메트)아크릴 중합체의 형

성 후에 후속하여 첨가된다. 사용되는 경우, 다작용성 (메트)아크릴레이트는 총 단량체 함량 100 중량부에 대해 전형적으로 0.01, 0.02, 0.03, 0.04, 또는 0.05 중량부 이상 1, 2, 3, 4, 또는 5 중량부 이하의 양으로 사용된다.

[0142] *UV 흡수제 및 산화방지제*

[0143] 일부 실시 형태에서, 예를 들어, 자외선("UV") 흡수제(예를 들어, 벤조트라이아졸, 치환된 트라이아진, 옥사졸산 아미드, 벤조페논, 또는 이들의 유도체), 자외선 안정제(예를 들어, 장애 아민 또는 이의 유도체, 이미다졸 또는 이의 유도체, 인계 안정제, 및 황 에스테르계 안정제), 및/또는 산화방지제(예를 들어, 장애 페놀 화합물, 인산 에스테르, 또는 이들의 유도체)와 같은 첨가제가 가교결합성 조성물에 포함될 수 있다. 예시적인 산화방지제에는 미국 뉴욕주 테리타운 소재의 시바 스페셜티 케미칼스 인코포레이티드(Ciba Specialty Chemicals Incorporated)로부터 입수가능한 것들이 포함된다.

[0144] 일부 실시 형태에서, 가교결합성 조성물은, 예를 들어, 2-(2H-벤조트라이아졸-2-일)-6-(1-메틸-1-페닐에틸)-4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸) 페놀(미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프로부터 티누빈 928로서 구매가능함)과 같은 자외선 흡수제를 가교결합성 조성물의 0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5, 4, 4.5, 또는 5 중량% 이상의 농도로 포함한다. 자외선 흡수제의 농도는 전형적으로 15, 14, 13, 12, 또는 10 중량% 이하이다. 일부 바람직한 실시 형태에서, UV 흡수제의 농도는 (메트)아크릴레이트 중합체에 대해 0.3 pph 내지 15 pph의 범위이다.

[0145] 일부 실시 형태에서, 자외선 흡수제의 포함은 380 nm 및 385 nm에서의 (예를 들어, 100 마이크로미터 두께의 접착제 층의) 투과율을 20, 15, 10, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 또는 2% 미만으로 감소시킬 수 있다. 일부 바람직한 실시 형태에서, UV 흡수제는 0.1 mm 두께 코팅에 대해 365 nm에서 15% 미만의 투과율을 갖는다. 일부 바람직한 실시 형태에서, UV 흡수제는 0.1 mm 두께 코팅에 대해 420 nm에서 70% 초과의 투과율을 갖는다.

[0146] *선택적인 첨가제*

[0147] 예를 들어, 접착 촉진제(예를 들어, (3-글리시딜옥시프로필)트라이메톡시실란 또는 (3-글리시딜옥시프로필)트라이에톡시실란), 착색제(예를 들어, 티타니아 또는 카본 블랙), 염료, 부식 억제제(예를 들어, 벤조트라이아졸), 정전기 방지제, 가소제, 증점제, 요변제, 가공 보조제, 나노입자, 섬유, 및 이들의 조합과 같은 다양한 다른 선택적인 성분이 가교결합성 조성물 및/또는 후술되는 바와 같은 접착제에 첨가될 수 있다. 일반적으로, 각각의 첨가제의 양은 생성되는 조성물의 의도된 용도에 따라 좌우될 것이다.

[0148] *접착제*

[0149] 전술한 바와 같은 가교결합성 조성물을 포함하는 접착제 조성물이 제공된다. 일부 실시 형태에서, 접착제 조성물은 감압 접착제이다. (메트)아크릴레이트 중합체 자체는 감압 접착제로서 수행하기에 적합한 접착제 특성을 가질 수 있다. 대안적으로, 점착부여제와 같은 선택적인 첨가제를 가교결합성 조성물과 조합하여 적합한 접착 특성을 갖는 조성물을 제공할 수 있다. 유용한 점착부여제에는, 예를 들어, 로진 에스테르 수지 및 테르펜 페놀 수지가 포함된다. 점착부여제는 흔히 코어에 포함된 (메트)아크릴레이트계 중합체 재료의 양 이하인 양으로 혼합된다. 선택적인 점착부여제의 양은 흔히 중합성 조성물의 총 중량을 기준으로 0 내지 25 중량%, 0 내지 20 중량%, 0 내지 15 중량%, 0 내지 10 중량%, 또는 0 내지 5 중량%의 범위이다.

[0150] 선택적인 산화방지제 및/또는 안정제, 예컨대 하이드로퀴논 모노에틸 에테르(p-메톡시페놀, MeHQ) 및 바스프 코포레이션(미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재)으로부터 상표명 이르가녹스 1010으로 입수가능한 것(펜타에리트리톨 테트라키스(3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트)이 중합체 재료의 온도 안정성을 증가시키기 위해 첨가될 수 있다. 사용되는 경우, 산화방지제 및/또는 안정제는 전형적으로 (메트)아크릴레이트 중합체를 형성하는 데 사용되는 중합성 성분의 총 중량을 기준으로 0.01 중량% 내지 1.0 중량%의 범위로 첨가된다.

[0151] 일부 바람직한 실시 형태에서, 접착제 조성물은 감압 접착제이다. 일부 바람직한 실시 형태에서, 접착제 조성물은 0.1 mm 두께의 코팅에 대해 탁도 값이 5% 미만, 2% 미만, 또는 1% 미만이다.

[0152] *물품*

[0153] 접착제 조성물을 포함하는 물품이 제공된다. 임의의 적절한 기재가 사용될 수 있다. 많은 실시 형태에서, 접착제 조성물의 층은 기재에 인접하게 위치된다. 접착제 조성물은 기재와 직접 접촉할 수 있거나, 또는 프라이머 층과 같은 하나 이상의 층에 의해 기재로부터 분리될 수 있다.

[0154] 임의의 적절한 기재가 사용될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 기재는 가요성이다. 가요성 기재 재료의 예에는

중합체 필름, 직조 천 또는 부직 천; 금속 포일, 폼(foam)(예를 들어, 폴리아크릴, 폴리에틸렌, 폴리우레탄), 및 이들의 조합(예를 들어, 금속화된 중합체 필름)이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 중합체 필름은 예를 들어 폴리프로필렌(예를 들어, 이축 배향됨), 폴리에틸렌(예를 들어, 고밀도 또는 저밀도), 폴리비닐 클로라이드, 폴리우레탄(예를 들어, 열가소성 폴리우레탄), 폴리에스테르(예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트("PET"), 폴리에틸렌 나프탈레이트("PEN"), 및 폴리락트산 공중합체), 폴리카르보네이트, 폴리아크릴레이트, 폴리메틸(메트)아크릴레이트("PMMA"), 폴리비닐부티랄, 폴리이미드, 폴리아미드, 플루오로중합체, 셀룰로오스 아세테이트, 트라이아세틸 셀룰로오스(TAC), 에틸 셀룰로오스, 및 폴리사이클릭 올레핀 중합체("COP")를 포함한다. 직조 천 또는 부직 천은 합성 또는 천연 재료, 예컨대 셀룰로오스, 면, 나일론, 레이온, 유리, 세라믹 재료 등의 섬유 또는 필라멘트를 포함할 수 있다.

[0155] 일부 실시 형태에서, 물품은 접착 테이프이거나 접착 테이프를 함유한다. 그러한 접착 테이프의 예에는 전사 테이프, 단면 접착 테이프, 양면 테이프(즉, 기재의 각각의 면에 접착제 층을 갖는 코어 기재), 또는 다이-컷 접착 물품(예를 들어, 물품은 하나의 이형 라이너에 인접하게 위치되거나 2개의 이형 라이너 사이에 위치된 접착제 층을 가짐)이 포함된다. 그러한 접착 테이프는 배킹 또는 이형 라이너로서 사용하기 위한 매우 다양한 기재를 포함할 수 있다. 예에는 직조 및 부직 재료, 플라스틱 필름, 금속 포일 등이 포함된다.

[0156] 접착 테이프는 종종 통상적인 코팅 기술을 사용하여 다양한 가요성 또는 비가요성 배킹 재료 및/또는 이형 라이너 상에 접착제 조성물을 코팅하여 단면 테이프 또는 양면 테이프를 생성함으로써 제조된다. 단면 접착 테이프의 경우에, 접착제 조성물은 배킹 재료의 층에 코팅될 수 있으며 접착제가 배치된 면 반대편의 배킹 재료의 면은 적합한 이형 재료(예를 들어, 이형 층 또는 이형 라이너)로 코팅될 수 있다. 이형 재료는 알려져 있으며, 예를 들어 실리콘, 폴리에틸렌, 폴리카르바메이트, 폴리아크릴 등과 같은 재료를 포함한다. 양면 접착 테이프의 경우에, 제1 접착제 조성물이 배킹 재료의 층 상에 코팅되고, 접착제 조성물의 제2 층이 배킹 재료의 반대편 표면 상에 배치된다. 제2 층은 본 명세서에 기재된 바와 같은 접착제 조성물 또는 상이한 접착제 조성물을 포함할 수 있다. 다이-컷 접착 물품 또는 전사 테이프의 경우에, 접착제 조성물은 전형적으로 2개의 이형 라이너 사이에 위치된다.

[0157] 접착 물품은 다른 물품의 일부일 수 있다. 예를 들어, 접착제 조성물은 물품의 2개의 부분을 함께 결합할 수 있다. 일부 그러한 물품에서, 접착제는 가요성 및/또는 접힘 가능한 기재에 인접하게 위치되고, 가요성 및/또는 접힘 가능한 다른 물품 내에서, 예컨대 가요성 및/또는 접힘 가능한 전자 장치 내에서 사용된다.

[0158] 일부 실시 형태에서, 접착제 조성물을 포함하는 물품은 전자 장치의 일부이다. 그러한 장치에서, 접착제 조성물은 전형적으로 2개의 기재를 함께 결합하기 위해 2개의 기재 사이에 층을 함께 형성한다. 적합한 기재의 예에는 폴리아크릴레이트, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리카르보네이트, 폴리아미드, 폴리이미드, 폴리에틸렌 테레프탈레이트("PET"), 폴리에틸렌 나프탈레이트("PEN"), 폴리사이클릭 올레핀 중합체(COP), 열가소성 폴리우레탄, 트라이아세틸 셀룰로오스("TAC"), 및 금속 포일과 같은 재료가 포함된다.

[0159] 전자 업계에서 접착제의 일반적인 응용은, 예를 들어, 컴퓨터 모니터, 텔레비전, 휴대전화, 태블릿, 및 (자동차, 가전제품, 웨어러블(wearable), 전자 장비 등에서의) 소형 디스플레이와 같은 다양한 디스플레이의 제조에 있다. 전자 디스플레이의 계속되는 발전에 따라, (유리, 폴리에틸렌 테레프탈레이트("PET"), 폴리카르보네이트("PC"), 폴리메틸 메타크릴레이트("PMMA"), 폴리이미드, 폴리에틸렌 나프탈레이트("PEN"), 환형 올레핀 공중합체 등에 기초한) 외측 커버 렌즈 또는 시트와 전자 디스플레이 조립체의 하부 디스플레이 모듈 사이의 조립체 층 또는 간극 충전 층(gap filling layer)으로서 역할을 하는 접착제에 대한, 특히 광학 투명 접착제("OCA")에 대한 요구가 증가하고 있다. OCA의 존재는 휘도 및 콘트라스트를 증가시킴으로써 디스플레이의 성능을 개선할 수 있는 한편, 조립체에 대한 구조적 지지를 또한 제공한다. 본 명세서에 기재된 접착제 조성물은 OCA인 것으로 제조될 수 있다.

[0160] 물품은 접착제 층을 기재에 인접하게 위치시킴으로써 형성될 수 있다. 접착제 조성물은 통상적인 코팅 기술을 사용하여 기재(예컨대 배킹 또는 이형 라이너) 상에 코팅될 수 있다. 예를 들어, 접착제 조성물은 롤러 코팅, 유동 코팅, 딥(dip) 코팅, 스핀 코팅, 분무 코팅, 나이프 코팅, 및 다이 코팅과 같은 방법에 의해 적용될 수 있다. 코팅되는 접착제 조성물은 임의의 바람직한 중량% 고형물을 가질 수 있지만, 종종 접착제 조성물의 총 중량을 기준으로 10 내지 100 중량% 고형물의 범위이다. 원하는 고형물 함량은 코팅 조성물의 추가 희석에 의해 또는 부분 건조에 의해 달성될 수 있다.

[0161] 기재 상에 층으로서 위치되거나 2개의 이형 라이너 사이에 층으로서 위치된 접착제 조성물은 종종 두께가 최대 100 마이크로미터(즉, 마이크로미터 또는 μm), 최대 50 마이크로미터, 최대 35 마이크로미터, 또는 최대 25 마

이크로미터이다. 일부 실시 형태에서, 접착제 조성물은 층으로 기재 상에 배치된 접착제 조성물의 전체(평균) 두께가 500 마이크로미터 이하, 400 마이크로미터 이하, 300 마이크로미터 이하, 또는 200 마이크로미터 이하일 수 있다. 일부 실시 형태에서, 접착제 조성물은 층으로 기재 상에 배치된 접착제 조성물의 전체(평균) 두께가 5 마이크로미터 이상, 10 마이크로미터 이상, 또는 15 마이크로미터 이상일 수 있다. 바람직한 두께는 접착제 층의 특정 용도에 따라 좌우된다.

[0162] 본 발명의 목적 및 이점이 하기의 비제한적인 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이들 실시예에 인용된 특정 재료 및 그 양뿐만 아니라 기타 조건 및 상세사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0163] 실시예

[0164] 달리 언급되거나 문맥으로부터 이의 없이 명백하지 않는 한, 실시예 및 본 명세서의 나머지 부분에서의 모든 부, 백분율, 비 등은 중량 기준이다.

[0165] [표 1]

실시예에 사용되는 재료

약어	설명
TPO	미국 노스캐롤라이나주 샬롯 소재의 아이지엠 레진스 유에스에이 인크.로부터 입수한 다이페닐(2,4,6-트라이메틸벤조일)포스핀 옥사이드
BAPO	미국 노스캐롤라이나주 샬롯 소재의 아이지엠 레진스 유에스에이 인크.로부터 입수한 페닐비스 (2,4,6-트라이메틸벤조일) 포스핀옥사이드
티누빈 928	미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프로부터 상표명 "티누빈 928"로 입수한, 2-(2H-벤조트라이아졸-2-일)-6-(1-메틸-1-페닐에틸)-4-(1,1,3, 3-테트라메틸부틸) 페놀
DAAP	미국 오리건주 포틀랜드 소재의 티씨아이 아메리카(TCI America)로부터 입수한 다이알릴 아디페이트
HDDA	미국 매사추세츠주 헤이브릴 소재의 알파 에이사(Alfa Aesar)로부터 입수한 1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트
TAIC	미국 오리건주 포틀랜드 소재의 티씨아이 아메리카로부터 입수한 트라이알릴 아이소시아누레이트
IRG 651	미국 매사추세츠주 헤이브릴 소재의 알파 에이사로부터 상표명 "이르가큐어 651"로 입수한 2,2-다이메톡시-2-페닐아세토페논
EHA	미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프로부터 입수한 2-에틸헥실 아크릴레이트
THFA	미국 오리건주 포틀랜드 소재의 티씨아이 아메리카로부터 입수한 테트라하이드로푸릴 아크릴레이트
EHMA	미국 테네시주 멤피스 소재의 루사이트 인터내셔널(Lucite International)로부터 입수한 2-에틸헥실 메타크릴레이트
HEA	미국 뉴욕주 뉴욕 소재의 코와 아메리칸 코포레이션(KOWA American Corporation)으로부터 입수한 하이드록시에틸 아크릴레이트
AcM	미국 매사추세츠주 헤이브릴 소재의 알파 에이사로부터 입수한 아크릴아미드
-	미국 매사추세츠주 벌링턴 소재의 이엠디 필리포어 코포레이션(EMD Milipore Corporation)으로부터 입수한 에틸 아세테이트
-	미국 펜실베이니아주 래드너 소재의 브이더블유알 인터내셔널, 엘엘씨(VWR International, LLC)부터 입수한 아이소프로판올

[0166]

[0167] 시험 방법

[0168] *겔 분율 시험*

[0169] 접착제 필름의 겔 분율을 중량측정 방법에 의해 특성화하였다. 중합된 접착제 필름 및 중합 및 경화된 접착제 필름 둘 모두의 원형 샘플(두께: 0.1 mm, 샘플 직경: 25 mm)을 기지의 질량을 갖는 다공성 스테인리스 강 용기(미국 일리노이주 엘름허스트 소재의 맥마스터-카르(McMaster-Carr); 메시 크기: 0.5 mm, 폭 x 길이 x 높이: 40 mm x 40 mm x 30 mm)에 로딩하였다. 메시 용기 및 접착제 필름을 칭량하고, 이어서 에틸 아세테이트/아이소프로판올의 1:1 v/v 혼합물(약 60 mL)을 포함하는 유리 병(직경 x 높이: 70 mm x 85 mm)에 침지하였다. 24시간 후에, 금속 용기 및 잔류 접착제 필름을 용매 병에서 꺼내고, 120℃에서 3시간 동안 대류 오븐(미국 미네소타주 미니애폴리스 소재의 데스패치(DESPATCH))에서 건조시켜, 용매 인큐베이션 및 건조 후에 접착 필름을 제공하였다. 각각의 값으로부터 빈 케이지의 질량을 차감한 후에, 용매-인큐베이션 전 및 후의 접착제 필름의 질량을 기록하였다. 각각의 샘플에 대해 2회의 겔 분율 시험을 진행하고 겔 분율 값을 평균하였다.

[0170] 각각의 접착제 필름의 겔 분율을 하기와 같이 계산하였다:

[0171] $$\text{겔 분율} = \frac{\text{용매 인큐베이션 및 건조 후 접착제 필름의 최종 질량}}{\text{접착제 필름의 초기 질량}}$$

[0172] *광학적 측정*

[0173] 투과 모드에서 울트라스캔프로(UltrascanPro) 분광광도계(미국 버지니아주 레스턴 소재의 헌터랩(HunterLab))를 사용하여, 탁도 및 투과율 측정을 행하였다. 측정된 샘플에 대해, 하기 실시예에 기재된 바와 같이 이형-코팅된 캐리어 라이너들 사이의 0.1 mm 두께의 코팅된 접착제 층을 대략 5 cm 폭 x 10 cm 길이로 절단하였다. 캐리어 라이너 중 하나를 제거하고, 샘플을 1 mm 두께의 투명한 LCD 유리(미국 뉴욕주 엘미라 하이츠 소재의 스위프트 글래스(Swift Glass))에 라미네이팅하였다. 이어서, 나머지 라이너를 제거하고 샘플을 울트라스캔프로 분광광도계에 배치하여 유리/OCA 조립체를 통한 투과율 및 색을 측정하였다. 특정 파장에서의 탁도 및 투과율을 기록하고 하기 표 3에 열거하였다.

[0174] 실시예

[0175] *일반 절차*

[0176] 투명한 병에서 55.8/14.6/8.3/17.7/3.6 중량비의 EHA/THFA/EHMA/HEA/AcM의 단량체 혼합물과 단량체 혼합물 100부에 대해 0.15 pph로 첨가된 IRG 651을 부분적으로 UV-중합하여 베이스 중합체 용액을 제조하였다. 질소 가스를 병 내에 유동시킴으로써 혼합물을 불활성화한 후에, 대략 2,000 cP의 점성 용액이 달성될 때까지 365 nm의 출력 파장 및 0.3 mW/cm^2의 강도를 갖는 광원을 사용하여 혼합물을 조사하였다. 이러한 제1 중합 후에, 점성 용액을 티누빈 928(1.8 pph)뿐만 아니라 표 2에 나타나 있는 바와 같은 추가 광개시제 및 가교결합제와 추가로 혼합하였다. 실리콘 처리된 PET 필름들(대한민국 서울 소재의 에스케이씨 하스(SKC Hass)로부터 입수가능한, RF02N 및 RF22N) 사이에 용액을 0.1 mm 코팅 두께로 코팅하고, 405 nm의 광원 및 대략 200 mJ/cm^2의 출력 선량을 사용하여 추가로 중합하여(즉, 제2 중합), 접착제 필름을 형성하였다. 마지막으로, UVI 큐어 파워 퍽(Cure Power Puck) 2(미국 버지니아주 스터링 소재의 이아이티(EIT))로 측정할 때 대략 3,000 mJ/cm^2의 UVA의 목표 선량으로 D-전구를 갖는 퓨전(Fusion) UV 프로세서(미국 메릴랜드주 게이더스버그 소재의 퓨전 유브이 시스템즈 인크.(Fusion UV Systems Inc.))를 사용하여 접착 필름을 노출시킴으로써 샘플을 경화시켰다.

[0177] [표 2]

BAPO 또는 TPO 광개시제를 사용한 D-전구 제 2 경화를 사용한 다양한 가교결합제의 실험 결과

[0178]

예	가교결합제 아이덴티티	가교결합제 양 (pph)	제 2 중합 광개시제 아이덴티티	광개시제 양 (pph)	겔 분율 (경화 전)	겔 분율 (경화 후)	겔 분율의 변화
CE-1	-	0	BAPO	1.0	0.12	0.16	0.04
CE-2	HDDA	0.15	BAPO	1.0	0.61	0.63	0.02
CE-3	HDDA	0.2	BAPO	1.0	0.69	0.70	0.02
EX-1	DAAP	0.5	BAPO	1.0	0.24	0.41	0.17
EX-2	DAAP	1	BAPO	1.0	0.47	0.60	0.14
EX-3	DAAP	1.5	BAPO	1.0	0.58	0.67	0.09
EX-4	DAAP	2	BAPO	1.0	0.67	0.74	0.08
EX-5	DAAP	2.5	BAPO	1.0	0.70	0.77	0.07
EX-6	TAIC	0.5	BAPO	1.0	0.53	0.65	0.11
EX-7	TAIC	1	BAPO	1.0	0.68	0.77	0.09
EX-8	TAIC	2	BAPO	1.0	0.84	0.86	0.03
EX-9	HDDA	0.2	TPO	1.0	0.77	0.78	0.01
EX-10	HDDA	0.3	TPO	1.0	0.8	0.84	0.04
EX-11	DAAP	1.5	TPO	1.0	0.68	0.72	0.04
EX-12	DAAP	2.5	TPO	1.0	0.75	0.79	0.04
EX-13	TAIC	0.5	TPO	1.0	0.68	0.73	0.05
EX-14	TAIC	1	TPO	1.0	0.78	0.82	0.04
EX-15	TAIC	1.5	TPO	1.0	0.84	0.87	0.03

[0179] [표 3]

중합 후의 선택된 OCA 필름에 대한 UV/Vis 분석 결과

예	가교결합제 아이덴티티	365 nm 에서의 투과율 (%)	380 nm 에서의 투과율 (%)	405 nm 에서의 투과율 (%)	425 nm 에서의 투과율 (%)	탁도 %
CE-1	-	3.5	6.7	78.3	90.5	0.18
EX-2	DAAP	3.0	6.5	78.5	90.7	0.12
EX-7	TAIC	3.6	6.7	78.2	90.5	0.17

[0180]

[0181] 본 명세서에서 인용된 특허, 특허 문헌 및 간행물의 완전한 개시 내용은 마치 각각이 개별적으로 포함된 것처럼 전체적으로 참고로 포함되어 있다. 서면으로 된 본 명세서와 본 명세서에 참고로 포함되는 임의의 문헌의 개시 내용 간에 상충 또는 모순이 있는 경우에는, 서면으로 된 본 명세서가 우선할 것이다. 본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어남이 없이 본 발명에 대한 다양한 수정 및 변경이 당업자에게 명백하게 될 것이다. 본 발명은 본 명세서에 기재된 예시적인 실시 형태들 및 실시예들에 의해 부당하게 제한되도록 의도되지 않고, 그러한 실시예들 및 실시 형태들은 단지 예로서 제시되며, 이때 본 발명의 범주는 하기와 같이 본 명세서에 기재된 청구범위에 의해서만 제한되도록 의도됨을 이해하여야 한다.