



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101292007 B

(45) 授权公告日 2012. 07. 25

(21) 申请号 200680039190. 1

(22) 申请日 2006. 10. 19

(30) 优先权数据

10-2005-0099190 2005. 10. 20 KR

10-2005-0127183 2005. 12. 21 KR

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 04. 21

(86) PCT申请的申请数据

PCT/KR2006/004265 2006. 10. 19

(87) PCT申请的公布数据

W02007/046647 EN 2007. 04. 26

(73) 专利权人 LG 化学株式会社

地址 韩国首尔

(72) 发明人 迈克尔·J·金 金鲁马 金世罗

张锡基

(74) 专利代理机构 北京金信立方知识产权代理

有限公司 11225

代理人 朱梅 徐志明

(51) Int. Cl.

C09J 183/04 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 6020408 A, 2000. 02. 01, 全文.

JP 10-46125 A, 1998. 02. 17, 全文.

JP 2005213341 A, 2005. 08. 11, 全文.

JP 11-131033 A, 1999. 05. 18, 全文.

审查员 迟韶华

权利要求书 2 页 说明书 8 页

(54) 发明名称

压敏粘合剂组合物

(57) 摘要

本发明涉及一种压敏粘合剂组合物, 更具体而言, 涉及一种包含有机硅烷化合物的压敏粘合剂组合物, 所述组合物在基板上具有极好的初始粘合强度, 并且由于即使在高温或者高温和高湿度下粘合力也不会过分增大, 因此在去除时不会留下任何粘合剂。

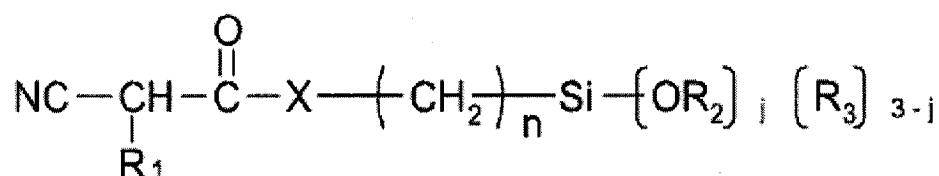
1. 一种压敏粘合剂树脂组合物,其中,所述组合物包含:

a) 100 重量份丙烯酸系共聚物,该共聚物通过使 i) 90 ~ 99.9wt% 的包含 $C_1 \sim C_{12}$ 烷基的 (甲基) 丙烯酸酯单体与 ii) 0.1 ~ 10wt% 的包含可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体共聚合而制备;

b) 0.01 ~ 10 重量份多官能团交联剂;和

c) 0.01 ~ 5 重量份由化学式 1 表示的有机硅烷化合物;

化学式 1

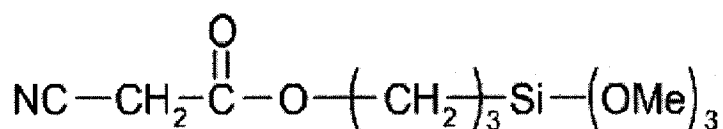


其中, R_1 、 R_2 和 R_3 各自独立地为 H 或者 $C_1 \sim C_3$ 烷基; X 为 $-\text{NR}_4-$ 、氧原子或者硫原子,其中 R_4 为 H 或者 $C_1 \sim C_3$ 烷基; n 为 3 ~ 10 的整数; 和 j 为 1 ~ 3 的整数。

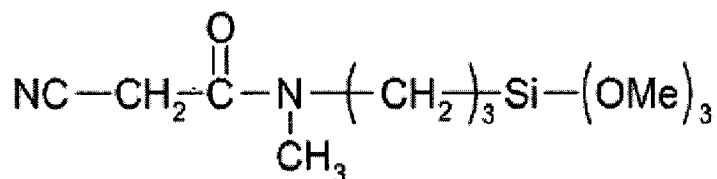
2. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂树脂组合物,其中,所述有机硅烷化合物通过使 1- 链烯基氰基乙酸酯与三烷氧基硅烷在氯铂酸催化剂的存在下反应而制备,或者通过使氰基乙酰氯与 N- 烷基氨基烷基三醇盐在叔胺的存在下反应而制备。

3. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂树脂组合物,其中,所述有机硅烷化合物为由以下化学式 2 表示的氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷或者由以下化学式 3 表示的 N- 甲基-N-(3- 三甲氧基甲硅烷基丙基) 氰基乙酰胺:

化学式 2



化学式 3



4. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,包含 $C_1 \sim C_{12}$ 烷基的 (甲基) 丙烯酸酯单体为选自由 (甲基) 丙烯酸丁酯、(甲基) 丙烯酸-2- 乙基己酯、(甲基) 丙烯酸乙酯、(甲基) 丙烯酸甲酯、(甲基) 丙烯酸正丙酯、(甲基) 丙烯酸异丙酯、(甲基) 丙烯酸叔丁酯、(甲基) 丙烯酸戊酯、(甲基) 丙烯酸正辛酯、(甲基) 丙烯酸异辛酯和 (甲基) 丙烯酸异壬酯组成的组中的一种或者多种化合物。

5. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,所述 a) ii) 含有可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体为选自由 (甲基) 丙烯酸-2- 羟乙酯、(甲基) 丙烯酸-2- 羟丙酯、(甲基) 丙烯酸-4- 羟丁酯、2- 羟基乙二醇 (甲基) 丙烯酸酯、2- 羟基丙二醇 (甲基) 丙烯酸酯、丙烯酸、(甲基) 丙烯酸、丙烯酸二聚体、衣康酸、顺丁烯二酸和顺丁烯二酸酐组

成的组中的一种或者多种化合物。

6. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,所述 b) 多官能团交联剂为选自由异氰酸酯化合物、环氧化合物、氮丙啶化合物和金属螯合物组成的组中的一种或者多种化合物。

7. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,基于 100 重量份丙烯酸系共聚物,所述组合物另外包含 1 ~ 100 重量份选自由(氢化)烃类树脂、(氢化)松香树脂、(氢化)松香酯树脂、(氢化)萜烯树脂、(氢化)萜化酚树脂、聚合松香树脂和聚合松香酯树脂组成的组中的一种或者多种增粘剂树脂。

8. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,所述组合物另外包含选自由丙烯酸增塑剂、环氧树脂、硬化剂、UV 稳定剂、抗氧化剂、调色剂、增强剂、填料、消泡剂和表面活性剂组成的组中的一种或者多种添加剂。

9. 根据权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物,其中,所述组合物的交联密度为 5 ~ 95%。

10. 一种偏振片,其中,所述偏振片的一侧或者两侧被包含权利要求 1 所述的压敏粘合剂组合物的粘合层所涂覆。

11. 根据权利要求 10 所述的偏振片,其中,所述偏振片另外包括选自由保护层、反射层、防眩层、延迟板、宽视角膜和亮度增强膜组成的组中的一层或多层。

12. 一种包括液晶面板的液晶显示(LCD)器件,其中,液晶盒的一侧或者两侧被权利要求 10 所述的偏振片所覆盖。

压敏粘合剂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及一种压敏粘合剂组合物,更具体而言,涉及一种压敏粘合剂组合物,其特征在于,由于这种组合物的粘合强度在高温或者高湿度和高温度条件下不会过分增大,因此该组合物在基板上具有极好的初始粘合强度并且在去除时不会留下任何粘合剂的痕迹。

背景技术

[0002] 通常,需要包括液晶和偏振片的液晶盒以制备液晶显示器件。为了将这些组件粘合在一起,需要适当的粘合层。为改善液晶显示器件的功能,可以在偏振片上另外层压延迟板、宽视角板或者亮度增强膜。

[0003] 液晶显示器件的常规结构包括均匀排列的液晶层;多层结构的偏振片,其中用粘合层涂覆包括具有透明电极层的玻璃板或塑料板的液晶盒;延迟板;和补偿功能膜。

[0004] 对于用于粘合偏振片的粘合剂,日本专利公开 No. 3022993 描述了一种包含具有环氧基的硅烷化合物的丙烯酸粘合剂组合物,以及日本专利公开 No. 平 7-331204 描述了一种包含具有羟基的硅烷化合物的粘合剂组合物。但是,在实际使用中包含硅烷化合物的粘合剂不能向基板和偏振片提供应用所需的令人满意的粘合强度,并且具有在去除后留下粘合剂和在高湿度和高温度条件下粘合强度过分增大的问题。

[0005] 日本专利公开 No. 平 8-104855 描述了一种包含在其丙烯酸类聚合物上具有酮酸酯基和烷氧基的硅烷化合物的粘合剂组合物,其显现出适当的粘合强度以将偏振片粘合在基板表面,并且能够去除而不会留下粘合剂或损坏基板。

发明内容

[0006] 技术问题

[0007] 为了解决上述问题,本发明的一个目的是提供一种用于改善母体树脂层和基板之间的粘合的组合物,并且特别是一种对玻璃基板具有改善的粘合强度的用于 LCD 偏振片的压敏粘合剂组合物。通过包含在高湿度和高温度下较少受影响的新型有机硅烷化合物,所述组合物在粘合至基板的过程中显现出极好的初始粘合强度,并且由于其粘合强度在高温或者高湿度和高温度条件下不会过分增大,该组合物具有能够被去除而不留下任何粘合剂的优点。

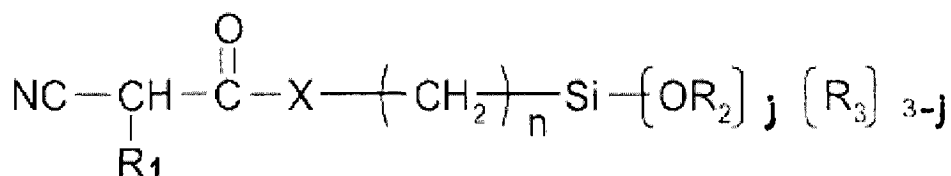
[0008] 本发明的另一目的是提供一种偏振片和一种包含具有上述特性的本发明所述的压敏粘合剂组合物的 LCD 器件。

[0009] 技术方案

[0010] 为了实现上述目的,本发明提供了一种特征性地包含由以下化学式 1 表示的有机硅烷化合物的压敏粘合剂树脂组合物。

[0011] 化学式 1

[0012]



[0013] 其中, R_1 、 R_2 和 R_3 独立地为 H 或者 $\text{C}_1 \sim \text{C}_3$ 烷基; X 为 $-\text{NR}_4-$ (R_4 为 H 或者 $\text{C}_1 \sim \text{C}_3$ 烷基)、氧原子或者硫原子; n 为 3 ~ 10 的整数; 和 j 为 1 ~ 3 的整数。

[0014] 具体地, 本发明的压敏粘合剂组合物包含:

[0015] a) 100 重量份丙烯酸系共聚物, 该共聚物通过使 i) 90 ~ 99.9wt% 的包含 $\text{C}_1 \sim \text{C}_{12}$ 烷基的 (甲基) 丙烯酸酯单体与 ii) 0.1 ~ 10wt% 的包含可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体共聚合而制备;

[0016] b) 0.01 ~ 10 重量份多官能团交联剂; 和

[0017] c) 0.01 ~ 5 重量份由化学式 1 表示的有机硅烷化合物。

[0018] 本发明还提供了一种偏振片, 其中所述偏振片的一侧或两侧被包含本发明的压敏粘合剂组合物的粘合层所覆盖。

[0019] 本发明进一步提供了一种包含液晶面板的 LCD 器件, 在所述液晶面板中偏振片粘合在液晶盒的一侧或两侧。

[0020] 在下文中详细描述了本发明。

[0021] 作为制备用于制造 LCD 的高功能粘合剂的尝试, 本发明人将由化学式 1 表示的有机硅烷化合物应用于压敏粘合剂组合物。结果, 通过证实, 由于本发明的组合物的粘合强度在高温或者高湿度和高湿度条件下不会过分增大, 因此其对玻璃附着具有极好的初始粘合强度并且能够去除而不会留下任何粘合剂, 本发明人实现了本发明。

[0022] 本发明的压敏粘合剂组合物特征性地包含由化学式 1 表示的有机硅烷化合物。

[0023] 由化学式 1 表示的有机硅烷化合物通过使 1- 链烯基氰基乙酸酯与三烷氧基硅烷在氯铂酸催化剂的存在下反应而制备, 或者使氰基乙酰氯与 N- 烷基氨基烷基三醇盐 (N-alkylaminoalkyltrialkoxide) 在叔胺的存在下反应而制备。

[0024] 在以下溶剂中: 包括氯仿、二氯甲烷和二氯乙烷的卤化烷基溶剂 (halogenized alkyl solvent); 包括四氢呋喃和二氧芑的环醚溶剂; 或者包括苯、甲苯和二甲苯的芳香族有机溶剂中发生上述反应。

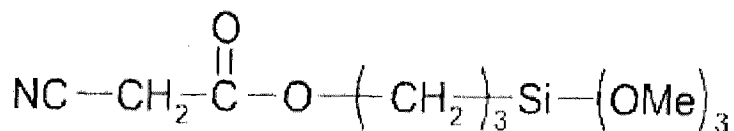
[0025] 优选反应温度为 10 ~ 200°C, 并且更优选 50 ~ 150°C。可以在减压下进行蒸馏用以纯化。

[0026] 由化学式 1 表示的有机硅烷化合物中的 R_1 优选为苯基。

[0027] 本发明的由化学式 1 表示的硅烷化合物可以包括由以下化学式 2 表示的氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷和由以下化学式 3 表示的 N- 甲基 -N-(3- 三甲氧基甲硅烷基丙基) 氰基乙酰胺。

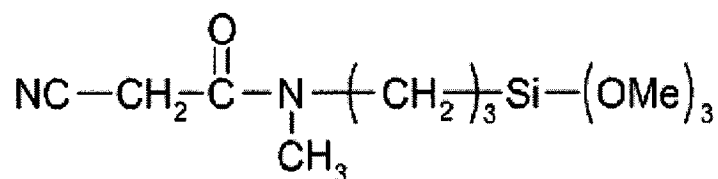
[0028] 化学式 2

[0029]



[0030] 化学式 3

[0031]



[0032] 由化学式 1 表示的包含有机硅烷化合物的压敏粘合剂组合物由以下成分组成：
a) 100 重量份丙烯酸系共聚物，该共聚物通过使 i) 90 ~ 99.9wt% 的包含 C₁ ~ C₁₂ 烷基的（甲基）丙烯酸酯单体与 ii) 0.1 ~ 10wt% 的包含可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体共聚合而制备；b) 0.01 ~ 10 重量份多官能团交联剂；和 c) 0.01 ~ 5 重量份由化学式 1 表示的有机硅烷化合物。

[0033] 本发明的 a) 丙烯酸系共聚物可以通过使 i) 90 ~ 99.9wt% 的包含 C₁ ~ C₁₂ 烷基的（甲基）丙烯酸酯单体与 ii) 0.1 ~ 10wt% 的包含可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体共聚合而制备。

[0034] 所述 a) i) 包含 C₁ ~ C₁₂ 烷基的（甲基）丙烯酸酯单体可以是 C₁ ~ C₁₂ 烷基酯，但是更优选 C₂ ~ C₈ 烷基酯。如果（甲基）丙烯酸烷基酯的烷基以长链形式存在，粘合剂的粘结力减小。因此，为了在高温下保持粘合力，可接受的碳数确定为 1 ~ 12 且更优选 2 ~ 8。

[0035] 具体地，所述包含 C₁ ~ C₁₂ 烷基的（甲基）丙烯酸酯单体可以为选自由（甲基）丙烯酸丁酯、（甲基）丙烯酸-2-乙基己酯、（甲基）丙烯酸乙酯、（甲基）丙烯酸甲酯、（甲基）丙烯酸正丙酯、（甲基）丙烯酸异丙酯、（甲基）丙烯酸叔丁酯、（甲基）丙烯酸戊酯、（甲基）丙烯酸正辛酯、（甲基）丙烯酸异辛酯和（甲基）丙烯酸异壬酯组成的组中的一种或者多种化合物。

[0036] 为了调节粘合剂的玻璃化转变温度或者赋予其它功能，可以额外向丙烯酸系共聚物加入共聚合反应可接受的单体，具体地，可以加入丙烯腈、苯乙烯、（甲基）丙烯酸缩水甘油酯或者乙酸乙烯酯。

[0037] 所述 a) ii) 包含可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体通过化学键与交联剂反应以防止在高温度或者高湿度下粘合剂内聚力的破坏，或者更恰当地改善内聚力或粘合强度。

[0038] 所述含有可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体可以为选自由含有羟基的单体，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-4-羟丁酯、2-羟基乙二醇（甲基）丙烯酸酯和 2-羟基丙二醇（甲基）丙烯酸酯；和含有羧基的单体，例如丙烯酸、（甲基）丙烯酸、丙烯酸二聚体、衣康酸、顺丁烯二酸和顺丁烯二酸酐组成的组中的一种或者多种单体。

[0039] 所述丙烯酸系共聚物中含有可交联官能团的乙烯基单体和 / 或丙烯酸单体的优选含量为 0.1 ~ 10wt%。如果该含量小于 0.1wt%，在高温度或者高湿度下可能会破坏内聚力，并且不能改善粘合强度。相反，如果该含量大于 10wt%，内聚力将会增大，从而导致应力松弛性能降低。

[0040] 优选去除挥发性组分和反应残余物以致不会产生气泡。低交联密度或者分子量导致粘合剂的低弹性。在此情况下，在玻璃基板和粘合层之间产生的气泡会在高温下长大

从而在粘合层内形成散射体。具有高弹性模数的粘合剂的重复应用可以引起过度的交联反应,从而导致粘合片尾部的分离。

[0041] 通过分子量、分子量分布或者聚合物链的分子结构,特别是通过分子量来确定粘合剂的粘弹性。基于上述情况,丙烯酸系共聚物的平均分子量为 800,000 ~ 2,000,000,其可以通过常规自由基共聚合反应而制备。

[0042] 包含上述成分的丙烯酸系共聚物可以通过溶液聚合、光聚合、本体聚合、悬浮聚合或者乳液聚合而制备,并且在这些常规方法中,优选溶液聚合。优选聚合温度为 50 ~ 140℃,并且在均匀混合单体之后加入引发剂。

[0043] 本发明的 b) 多官能团交联剂与羧基或者羟基反应以改善粘合剂的内聚力。

[0044] 所述多官能团交联剂可以是异氰酸酯化合物、环氧化合物、氮丙啶化合物或者金属螯合物,并且在这些化合物中,优选异氰酸酯交联剂。

[0045] 具体地,所述异氰酸酯化合物可以选自自由甲苯二异氰酸酯、二甲苯二异氰酸酯、二苯甲烷二异氰酸酯、1,6-己二异氰酸酯、异构重整二异氰酸酯(isoformdiisocyanate)、四甲基二甲苯二异氰酸酯、萘二异氰酸酯及其与多元醇(例如,三羟甲基丙烷)的反应物组成的组中。

[0046] 所述环氧化合物可以选自自由乙二醇二缩水甘油醚、三缩水甘油醚、三羟甲基丙烷三缩水甘油醚、N,N,N',N'-四缩水甘油乙二胺和甘油二缩水甘油醚组成的组中。

[0047] 所述氮丙啶化合物可以选自自由 N,N'-甲苯-2,4-双(1-氮丙啶羰基化物)、N,N'-二苯甲烷-4,4'-双(1-氮丙啶羰基化物)、三亚乙基黑素(triethylenemelanin)、二间苯二酰-1-(2-甲基氮丙啶)和三-1-氮丙啶膦的氧化物组成的组中。

[0048] 所述金属螯合物可以选自自由以下化合物组成的组中:在这些化合物中,例如铝、铁、锌、锡、钛、锑、镁和钒的多价金属在乙酰丙酮或者乙酰乙酸乙酯中配位。

[0049] 优选地,为了获得均匀的涂覆,所述多官能团交联剂在混合加工期间不引起交联反应。在涂覆、干燥和老化之后,形成交联结构以提供弹性和具有强内聚力的粘合层。同时,粘合剂的强内聚力可以改善包括耐久性和切割效率的粘合性能。

[0050] 在 100 重量份丙烯酸系共聚物中的多官能团交联剂的优选含量为 0.01 ~ 10 重量份。如果该含量小于 0.01 重量份,内聚力将会减小,同样耐久性也会减小。在上述含量范围内,粘合剂显现出极好的内聚力而没有包括分离和分开的耐久性问题。

[0051] 所述在压敏粘合剂组合物中包含的 c) 由化学式 1 表示的有机硅烷化合物起到了提供极好的在玻璃板上的早期粘合强度的作用,并且由于其防止了在高温度或者高湿度和高温度条件下粘合强度的过分增大,因此在去除后没有粘合剂留下。

[0052] 在 100 重量份丙烯酸系共聚物中的所述由化学式 1 表示的有机硅烷化合物的优选含量为 0.01 ~ 5 重量份。如果该含量小于 0.01 重量份,玻璃上的粘合强度在高温度或者与高湿度下将不会令人满意。相反,如果该含量大于 5 重量份,这意味着该化合物使用过量,耐久性将降低且将导致气泡或剥离。

[0053] 可以在丙烯酸系共聚物聚合后混合期间或者在丙烯酸系共聚物聚合期间加入所述化学式 1 的有机硅烷化合物。

[0054] 包含上述成分的本发明的压敏粘合剂组合物可以另外包含增粘剂树脂以调节粘合能力。

[0055] 所述增粘剂树脂可以为选自由(氢化)烃类树脂、(氢化)松香树脂、(氢化)松香酯树脂、(氢化)萜烯树脂、(氢化)萜化酚树脂、聚合松香树脂和聚合松香酯树脂组成的组中的一种或者多种化合物。

[0056] 在 100 重量份丙烯酸系共聚物中的所述增粘剂树脂的优选含量为 1 ~ 100 重量份。如果该含量大于 100 重量份,粘合剂的相容性或者内聚力将减小。

[0057] 本发明的压敏粘合剂组合物可以另外包含选自由丙烯酸增塑剂、低分子物质、环氧树脂、硬化剂、UV 稳定剂、抗氧化剂、调色剂、增强剂、填料、消泡剂和表面活性剂组成的组中的任何添加剂。

[0058] 包含上述成分的本发明的丙烯酸压敏粘合剂组合物可以通过常规方法,例如热固法或光固法制备。

[0059] 本发明的丙烯酸压敏粘合剂组合物的优选交联密度相对于物理性能的最佳平衡为 5 ~ 95%。交联密度指示不溶于溶剂且由凝胶含量测试法测试的丙烯酸粘合剂的交联部分的重量%。如果交联密度小于 5%,压敏粘合剂组合物的内聚力和粘合耐久性将伴随气泡或剥离的产生而减小。如果交联密度大于 95%,耐久性将伴随分开而减小。

[0060] 本发明进一步提供了一种包括本发明的压敏粘合剂组合物作为粘合层的偏振片。具体地,以包含本发明的压敏粘合剂组合物的粘合层涂覆所述偏振片的偏振膜的一侧或两侧。

[0061] 用于偏振片的偏振膜或器件不限于特定的一个。所述偏振膜可以通过将碘或二色性染料涂覆于聚乙烯醇树脂并拉伸制得的混合物而制备的任何膜。对偏振膜的厚度也不作限制。在这里,所述聚乙烯醇树脂可以是聚乙烯醇、聚乙烯醇缩甲醛、聚乙烯醇缩乙醛、乙烯与乙酸乙酯共聚物水解物中的一种。

[0062] 可以通过多层结构膜涂覆偏振膜的两侧,所述多层结构膜覆有包括例如三乙酰纤维素的纤维素膜、聚碳酸酯膜、例如对苯二酸酯膜的聚酯膜、聚醚砜膜、包括聚乙烯、聚丙烯、环或降冰片烯结构的聚烯烃膜和例如乙烯丙烯共聚物的聚烯烃膜的数层保护膜。对所述保护膜的厚度不作限制,并且可接受任何常规厚度。

[0063] 对形成偏振膜上的粘合层的方法也不作限制。例如,通过使用绕线棒刮涂器在偏振膜表面涂覆并干燥粘合剂,或者在可移动基板表面上涂覆并干燥压敏粘合剂然后在可移动基板表面上形成的粘合层被转移且在偏振膜表面上老化。

[0064] 本发明的偏振片可以包括例如保护层、反射层、防眩层、延迟板、宽视角膜或亮度增强膜的一层或多层附加层以提供额外功能。

[0065] 包含本发明的压敏粘合剂组合物的偏振片可以广泛地应用于各种常规 LCD 并且对可应用的液晶面板不作限制。但是,优选地,将涂覆有本发明的压敏粘合剂组合物的偏振片应用于液晶面板的液晶盒的一侧或者两侧以制备 LCD。

[0066] 本发明的压敏粘合剂组合物可以广泛地用于工业板的制备,特别是反射板、结构粘合板、照相粘合板、用于交通车道的粘合板、光学粘合剂产品、用于电子器件的粘合剂等。本发明的压敏粘合剂组合物可以进一步应用于例如多结构层压产品的其它工业领域,如商业化粘合板产品、医用补片 (medical patch)、热活化压敏粘合剂等。

具体实施方式

[0067] 本发明的实践和目前优选实施方式如以下实施例所举例说明。

[0068] 但是,应该理解,本领域技术人员考虑到本公开内容,可以在本发明的实质和范围内进行改变和改进。

[0069] [实施例]

[0070] 实施例 1

[0071] (丙烯酸系聚合物的制备)

[0072] 向装备有用于调节温度的冷却装置和氮气回流的 1L 反应器中加入由 98.1 重量份丙烯酸正丁酯 (BA)、1.4 重量份丙烯酸 (AA) 和 0.5 重量份甲基丙烯酸-2-羟乙酯 (2-HEMA) 组成的单体混合物,向其中加入 100 重量份乙酸乙酯 (EAc) 作为溶剂,并且加入反应混合物至 62℃。在该混合物均匀混合之后,加入 0.07 重量份偶氮二异丁腈 (AIBN) 作为反应引发剂,随后反应 8 小时以获得具有 1,200,000 重均分子量的丙烯酸系共聚物。

[0073] (有机硅烷化合物的制备)

[0074] 向装备有温度计和冷凝器的 1L 反应器中加入 200mL THF、40g (0.319mol) 氰基乙酸烷基酯和 40g (0.327mol) 三甲氧基硅烷。将反应器的温度升高至 60℃。向其中加入 0.05g 氯铂酸,随后反应 4 小时。当反应一完成,去除溶剂和非反应物质,随后在减压下蒸馏以获得 73g 氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷 (化学式 2)。收率为 91%。

[0075] (混合)

[0076] 向 100 重量份丙烯酸系共聚物中加入 0.5 重量份三羟甲基丙烷的甲苯二异氰酸酯添加剂 (TMP-TDI) 作为交联剂和 1.0 重量份上述制备的氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷 (化学式 2)。为了获得令人满意的涂覆水平,将混合物稀释并均匀混合。将混合物涂覆在隔离纸上,随后干燥以获得 25 μ m 厚的粘合层。

[0077] (层压)

[0078] 将制得的粘合层置于碘偏振片上至 185 μ m 厚,随后进行粘合剂加工。将层压板在 23℃、55%湿度下保存 4 天以完全老化。

[0079] 对制得的偏振片进行切割用以评价。

[0080] 实施例 2

[0081] (丙烯酸系共聚物的制备)

[0082] 以与实施例 1 中所述的相同方式制备丙烯酸系共聚物。

[0083] (有机硅烷化合物的制备)

[0084] 向装备有温度计、冷凝器和承载玻璃 (loading glass) 的 1L 反应器中加入 200mL 二乙醚和 11g 氰基乙酰氯,随后在氮存在下于室温下搅拌。使用承载玻璃向反应器中缓慢地加入 20g N-甲基氨基丙基三甲氧基硅烷 (0.104mol) 和 11g 溶解在 100mL 二乙醚中的吡啶 (0.14mol)。在室温下搅拌反应混合物 2 小时,然后去除沉淀的吡啶盐。在去除溶剂和非反应物质之后,在减压下蒸馏反应混合物以获得 21g N-甲基-N-(3-三甲氧基甲硅烷基丙基) 氰基乙酰胺 (化学式 3)。收率为 75%。

[0085] (混合)

[0086] 除了使用 N-甲基-N-(3-三甲氧基甲硅烷基丙基) 氰基乙酰胺 (化学式 3) 代替氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷之外,以与实施例 1 中所述相同的方式进行实验。

[0087] 实施例 3

[0088] 除了加入 0.5 重量份实施例 1 中制备的氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷（化学式 2）和 0.5 重量份实施例 2 中制备的 N-甲基-N-(3-三甲氧基甲硅烷基丙基) 氰基乙酰胺（化学式 3）作为硅烷化合物之外，以与实施例 1 中所述的相同方式进行实验。

[0089] 对比例 1

[0090] 除了在实施例 1 的混合步骤中使用 3-环氧丙氧丙基三甲氧基硅烷作为硅烷化合物代替氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷之外，以与实施例 1 中所述相同的方式进行实验。

[0091] 对比例 2

[0092] 除了在实施例 1 的混合步骤中不使用氰基乙酰氧基丙基三甲氧基硅烷作为硅烷化合物之外，以与实施例 1 中所述相同的方式进行实验。

[0093] 测试实施例 1～3 和对比例 1～2 中制备的偏振片在高温或者高温和高湿度下对玻璃的粘合、粘合强度和可去除性。结果示于表 1 中。

[0094] a) 耐久性 - 将实施例 1～3 和对比例 1～2 中制备的偏振片 (90mm×70mm) 粘合在玻璃基板 (110mm×90mm×0.7mm) 的两侧，使光吸收轴交叉。压力为 □ / □ 并且此过程在净化室中进行以使不会产生气泡或杂质。将试样在 60℃ 和 90% 相对湿度下静置 1000 小时，在此过程中观察气泡或剥离。基于以下评价标准测试耐久性。

[0095]

评价标准	
○	未观察到气泡或剥离
×	观察到气泡或剥离

[0096] b) 对玻璃的粘合 - 在室温下 (23℃, 60% R. H) 将实施例 1～3 和对比例 1～2 中制备的偏振片老化 7 天。然后将各偏振片切割成 1 英寸 × 6 英寸的部分，使用 2kg 橡皮辊将其施加在 0.7mm 厚的无碱玻璃上，而后在室温下保存。1 小时之后，测试初始粘合强度。为了研究在高温或者高湿度和高湿度条件下粘合强度的增大，将试样置于 80℃ 下 10 小时或者 60℃ 和 90% R. H 下 12 小时，随后测试粘合强度。通过使用拉力实验机以 180° 角和 300mm/min 的速度测试去除强度而确定粘合强度。

[0097] c) 可去除性 - 将实施例 1～3 和对比例 1～2 中制备的偏振片 (90mm×70mm) 粘合在玻璃基板 (110mm×90mm×0.7mm) 上，随后在 80℃ 下老化 10 小时或 60℃ 和 90% R. H 下老化 12 小时。将试样置于室温下 1 小时，而后将偏振片从玻璃基板上分离并且基于以下评价标准测试可去除性。

[0098]

评价标准	
○	去除后没有留下粘合剂
×	去除后留有粘合剂

[0099] 表 1

[0100]

	耐久性	对玻璃的粘合(g/25 mm)			可去除性	
		初始粘 合强度	80℃, 10 小时	60℃ , 90% R.H, 12 小时	80℃, 10 小时	60℃ , 90% R.H, 12 小时
实施例 1	○	650	840	780	○	○
实施例 2	○	680	820	790	○	○
实施例 3	○	660	810	750	○	○
对比例 1	○	300	1200	1130	×	×
对比例 2	×	250	1000	150	○	○

[0101] 正如表 1 中所示,包含由化学式 1 表示的新型有机硅烷化合物的实施例 1 ~ 3 中制备的压敏粘合剂组合物在对玻璃的初始附着过程中显现出极好的粘合强度,并且同时由于控制了高温度或高温度和高湿度下粘合强度的增大因此具有在去除后不会留下任何粘合剂的优点。

[0102] 工业适用性

[0103] 本发明的压敏粘合剂组合物可以用于改善母体树脂和基板之间的粘合强度。具体地,包含在用于 LCD 偏振片的粘合剂中的组合物有助于改善玻璃基板上的粘合强度,通过包含在高温度和高湿度下较少受影响的新型有机硅烷化合物而提供了极好的在基板上的初始粘合强度,因为其防止了由于高温度和高湿度引起的粘合强度的过分增大从而确保了清洁的去除而不会留下任何粘合剂。

[0104] 本领域技术人员将理解,前述说明书中所公开的概念和特定实施方式可以容易地用作改变或者设计实现与本发明相同目的的其他实施方式的基础。本领域技术人员也将理解,这些等效实施方式不会偏离所附权利要求中所述的本发明的实质和范围。