



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0053719
(43) 공개일자 2009년05월27일

(51) Int. Cl.

C07F 7/02 (2006.01) C07F 7/08 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0116164

(22) 출원일자 2008년11월21일

심사청구일자 없음

(30) 우선권주장

JP-P-2007-303738 2007년11월22일 일본(JP)

JP-P-2007-303739 2007년11월22일 일본(JP)

(71) 출원인

신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤

일본 도쿄도 지요다꾸 오테마치 2쥬메 6방 1고

(72) 발명자

야나기사와, 히데요시

일본 군마켄 안나까시 마쯔이다마찌 히토미 1반지
10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 텐
시 자이료 기쥬쥬 쟁큐쇼 내

(74) 대리인

위혜숙, 장수길

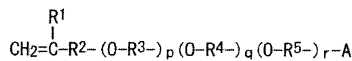
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 유기 규소 화합물 및 그것을 포함하는 액정 소자용 감압 접촉제 조성물

(57) 요약

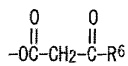
본 발명은 신규 β-케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물 및 그것을 포함하는 액정 소자용 감압 접촉제 조성물을 제공한다. 상기 유기 규소 화합물은 화학식 1로 표시되는 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어진다.

<화학식 1>



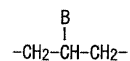
[R¹는 H 또는 Me기, R² 내지 R⁴는 2가 탄화수소기, A는 화학식 1a로 표시되는 기, R⁵는 화학식 1b로 표시되는 기, p, q 및 r은 0 내지 6의 정수]

<화학식 1a>



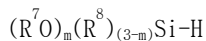
(R⁶은 알킬기, 또는 치환기를 가질 수도 있는 페닐기)

<화학식 1b>



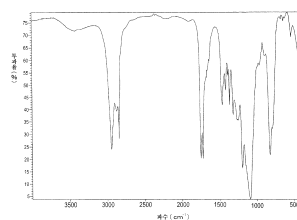
(B는 OH, 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기)

<화학식 2>



[R⁷ 및 R⁸은 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기, m은 1, 2 또는 3]

대표도

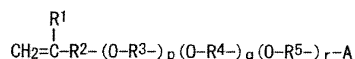


특허청구의 범위

청구항 1

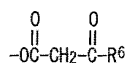
하기 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어지는 β-케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물.

<화학식 1>



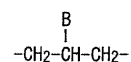
[식 중, R¹은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R²는 탄소 원자수 1 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, R³은 탄소 원자수 2 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, R⁴는 R³으로 표시되는 2가의 탄화수소기와 상이한 탄소 원자수 3 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, A는 화학식 1a로 표시되는 기를 나타내고, R⁵는 화학식 1b로 표시되는 기를 나타내고, p, q 및 r은 독립적으로 0 내지 6의 정수를 나타내지만, 단 동시에 0은 아님]

<화학식 1a>



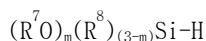
(식 중, R⁶은 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기, 또는 치환기를 갖거나 갖지 않는 페닐기를 나타냄)

<화학식 1b>



(식 중, B는 OH 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기를 나타냄)

<화학식 2>



[식 중, R⁷ 및 R⁸은 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, m은 1, 2 또는 3을 나타냄]

청구항 2

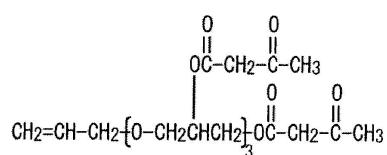
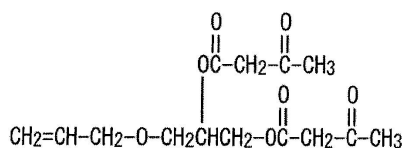
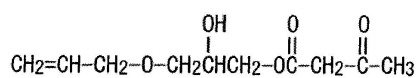
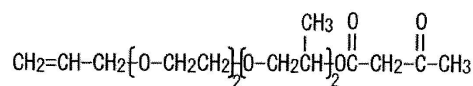
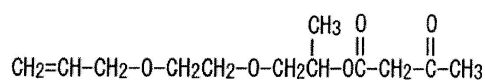
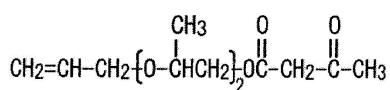
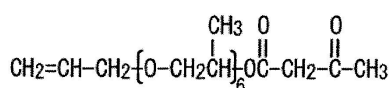
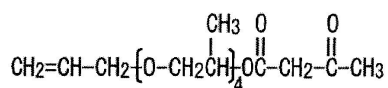
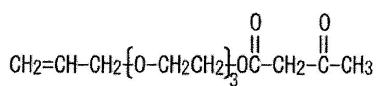
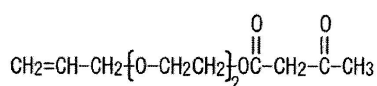
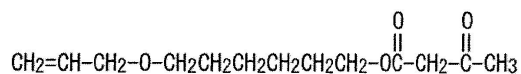
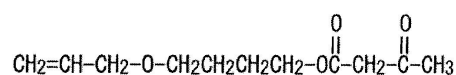
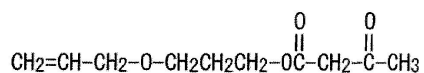
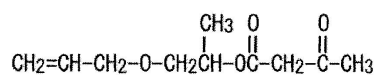
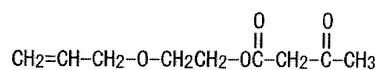
제1항에 있어서, 화학식 1에서 R²가 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬렌기이고, R³이 탄소 원자수 2 내지 4의 알킬렌기이며, R⁴가 R³으로 표시되는 것과는 상이한 탄소 원자수 3 내지 4의 알킬렌기이고, A가 화학식 1a(식 중, R⁶은 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기, 페닐기, 메틸페닐기, 또는 에틸페닐기임)로 표시되는 기인 유기 규소 화합물.

청구항 3

제1항에 있어서, 화학식 1에서 R²가 메틸렌기이고, R³이 에틸렌기이며, R⁴가 i-프로필렌기 또는 n-프로필렌기이고, A가 화학식 1a(식 중, R⁶은 메틸기임)로 표시되는 기인 유기 규소 화합물.

청구항 4

제1항에 있어서, 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물이 하기의 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 화합물인 유기 규소 화합물.



청구항 5

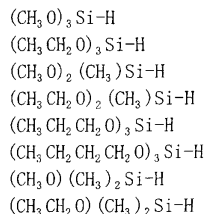
제1항에 있어서, 화학식 2에서 R⁷이 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기이고, R⁸이 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기이며, m이 2 또는 3인 유기 규소 화합물.

청구항 6

제1항에 있어서, 화학식 2에서 R^7 이 메틸기 또는 에틸기이고, R^8 이 메틸기이며, m이 2 또는 3인 유기 규소 화합물.

청구항 7

제1항에 있어서, 화학식 2로 표시되는 알콕시실란이 하기의 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 화합물인 유기 규소 화합물.



청구항 8

제1항에 있어서, 상기 전이 금속 화합물이 백금 화합물, 로듐 화합물, 팔라듐 화합물, 루테튬 화합물 또는 이들의 조합인 유기 규소 화합물.

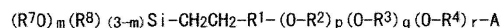
청구항 9

제1항에 있어서, 화학식 1로 표시되는 β -케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란이 [화학식 1의 불포화기 함유 화합물] / [화학식 2의 알콕시실란]의 몰비 0.8 내지 1.2로, 50 내지 150 °C에서 반응되는 것을 특징으로 하는 유기 규소 화합물.

청구항 10

제1항에 있어서, 화학식 3으로 표시되는 화합물을 더 포함하는 유기 규소 화합물.

<화학식 3>



[식 중, R^1 내지 R^8 , m, p, q, r, A는 제1항에 정의된 바와 같음]

청구항 11

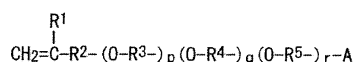
(A) 아크릴계 중합체와,

(B) 하기 화학식 1로 표시되는 β -케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어지는 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물을 포함하는 접착성 개선제

를 함유하고,

(B) 성분의 접착성 개선제는 (A) 성분의 아크릴계 중합체 100 질량부에 대하여 0.001 내지 10 질량부의 비율인 액정 소자용 감압 접착제 조성물.

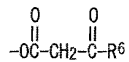
<화학식 1>



[식 중, R^1 은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R^2 는 탄소 원자수 1 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, R^3 은 탄소 원자수 2 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, R^4 는 R^3 과 상이한 탄소 원자수 3 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, A는 화학식 1a로 표시되는 기를 나타내고, R^5 는 화학식 1b로 표시되는 기를 나타내며, p, q

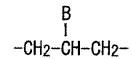
및 r은 독립적으로 0 내지 6의 정수를 나타내지만, 단 동시에 0은 아님]

<화학식 1a>



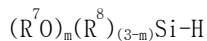
(식 중, R⁶은 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기, 또는 치환기를 갖거나 갖지 않는 페닐기를 나타냄)

<화학식 1b>



(식 중, B는 OH 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기를 나타냄)

<화학식 2>



[식 중, R⁷ 및 R⁸은 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, m은 1, 2 또는 3을 나타냄]

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 (A) 성분의 아크릴계 중합체가 관능기를 갖지 않는 아크릴계 단량체 60 내지 99 질량%, 관능기를 갖는 아크릴계 단량체 1 내지 20 질량%, 및 이들 단량체와 공중합 가능한 그 밖의 단량체 0 내지 20 질량%(이들 3종의 단량체의 합은 100 질량%임)를 포함하는 공중합체인 조성물.

청구항 13

제12항에 있어서, 상기 관능기를 갖지 않는 아크릴계 단량체가 1종 이상의 알킬(메트)아크릴레이트이고, 상기 관능기를 갖는 아크릴계 단량체가 카르복실기, 히드록시기, 아미노기, 에폭시기, 아미드기, 또는 이들 2종 이상의 관능기의 조합을 갖는 1종 이상의 아크릴계 단량체이며, 상기 그 밖의 단량체가 스티렌계 단량체, 비닐계 단량체, 또는 이들의 조합인 조성물.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

<1> 본 발명은 분자 내에 β-케토에스테르 구조를 갖는 신규 유기 규소 화합물 및 상기 화합물을 접착성 개선제로서 이용한 액정 표시 장치용의 감압 접착제 조성물, 상세하게는 액정 표시 장치의 제조시에는 박리 가능하지만, 경시에 따라 접착성이 높아지고, 고온고습 조건하에서 사용될 때는 우수한 내구성을 나타내는 액정 소자용의 감압 접착제 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

<2> 종래부터 분자 내에 β-케토에스테르 구조를 갖고, 추가로 알콕시실릴기를 분자 내에 포함하는 유기 규소 화합물은, 예를 들면 특허 문헌 1 등에서 알려져 있다. 이들 화합물은 금속 이온 스캐빈저, 무기 재료의 표면 처리제, 무기 재료와 유기 재료를 포함하는 복합 재료의 계면 결합제, 무기 재료의 분산제, 유기계 접착제의 무기 기재에의 접착 개선제로서 사용되고, 프라이머 조성물의 접착성 개질 성분으로서도 유용하다고 되어 있다.

<3> 이와 같이 β-케토에스테르 구조 함유 유기 규소 화합물은 유기 무기 복합 재료나 유기 수지계 접착제에 이미 사용되고 있지만, 종래 알려져 있는 β-케토에스테르 구조 함유 유기 규소 화합물을 수지나 고무에 첨가하고, 무기 재료, 예를 들면 충전재로서 배합되는 실리카, 알루미늄, 마이카 등의 무기 분말과 함께 혼련을 행하면, 계면 결합 효과나 분산 개선 효과가 불충분하고, 또한 에폭시계, 우레탄계 등의 유기계 접착제에 접착성 개선제로서 첨가한 경우에는 접착 개선 효과가 불충분하다는 문제가 있었다.

- <4> 액정 소자는 액정과 접하는 면에 투명 전극이 배치된 2장의 유리 기판과, 이 2장의 유리 기판 사이에 충전된 액정 재료와, 이 2장의 유리 기판의 외면에 배치된 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판으로 이루어져 있다.
- <5> 이러한 액정 소자에 있어서, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판은, 예를 들면 유리 기판의 표면에 아크릴 수지계 감압 접착제를 이용하여 접착되어 있다.
- <6> 이러한 감압 접착제를 이용한 액정 소자의 제조 공정에서, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판의 유리 기판에 대한 접합에 문제점이 발생한 경우에, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 유리 기판으로부터 박리하고, 새로운 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 유리 기판에 다시 접착할 수 있으면, 고가의 액정 재료 및 이 액정 재료가 충전되어 있는 셀 자체를 폐기하지 않고, 양호한 액정 성능을 나타내는 액정 소자를 제조할 수 있다. 이러한 관점에서, 감압 접착제는 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판의 유리 기판에 접합의 단계에서 문제점이 발생할 때는, 용이하게 박리될 수 있는 것이 바람직하다.
- <7> 한편, 최근 액정 소자는 개인용 컴퓨터, 차량 탑재 액정 모니터, 텔레비전의 화면 등, 그 사용 범위가 현저히 광범위하게 걸쳐 있고, 각종 용도가 확산됨에 따라서 액정 소자의 사용 환경도 매우 가혹해지고 있다. 따라서, 이러한 사용 조건을 견디도록 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판과 유리 기판에 대한 접착 강도는 보다 높은 것이 바람직하고, 또한 이 높은 접착 강도가 장기간 변동하지 않는 것이 요구된다.
- <8> 이와 같이 액정 소자의 유리 기판에 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 접착하는 데에 사용되는 감압 접착제에는, 제조 공정에서 문제점이 발생하여 이를 박리하려고 할 경우 액정 소자에 손상을 입히지 않고 용이하게 기판으로부터 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 박리할 수 있으며, 한편 액정 소자가 각종 용도에 실제로 제공되어 사용되는 경우 안정된 접착 강도가 장기간에 걸쳐 유지된다는 상반되는 특성이 요구된다.
- <9> 종래부터, 제조 단계에서 문제점이 발생하여 이를 박리하려고 할 경우 액정 소자에 손상을 입히지 않고 용이하게 기판으로부터 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 박리할 수 있으며, 액정 소자가 각종 용도로 실제로 사용되는 경우 안정된 접착 강도가 장기간 유지되는 분자 내에 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물을 접착성 개선제로서 이용한 아크릴 수지계 감압 접착제는 예를 들면 특허 문헌 2 등에서 알려져 있다. 그러나 이러한 종래 알려져 있는 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물을 이용하여도, 최근 요구되고 있는 가혹한 환경하에서는, 접착 강도의 장기간에 걸친 안정성은 아직 불충분하여 개선이 요구되고 있다.
- <10> [특허 문헌 1] 미국 특허 번호 4,981,986
- <11> [특허 문헌 2] 일본 특허 제3533446호 공보

발명의 내용

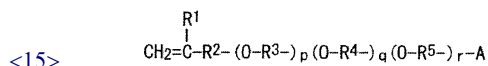
해결 하고자하는 과제

- <12> 본 발명은 상술한 종래 기술의 β -케토에스테르 구조 함유 유기 규소 화합물의 단점, 결함을 해결한 신규 유기 규소 화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제 해결수단

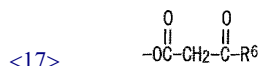
- <13> 본 발명은 또한 유리 기판과 편광판, 또는 유리 기판과, 편광판과 위상차판의 적층판에 접착에 특히 알맞은 감압 접착제 조성물을 제공하는 것을 목적으로 하고 있다. 상세하게는, 상기 목적은 액정 소자를 구성하는 유리 기판에 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 적절한 강도로 확실하게 접착할 수 있을 뿐만 아니라, 제조 공정에서 이 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 박리할 필요성이 생긴 경우에는, 유리 기판 등의 액정 셀에 손상을 입히지 않고 박리할 수 있으며, 이 유리 기판 상에 접착제가 잔류하지 않고, 액정 소자를 각종 용도로 실제 사용에 제공한 후에는 안정적이고 강고한 접착 강도를 장기간 유지할 수 있는 액정 소자용 감압 접착제 조성물을 제공하는 것에 있다.
- <14> 본 발명자는, 예의 검토를 거듭한 결과, 상기 목적이 하기 화학식 1로 표시되는 β -케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어지는 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물에 의해 달성할 수 있는 것을 발견하였다.

화학식 1



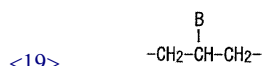
<16> [식 중, R¹은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R²는 탄소 원자수 1 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, R³은 탄소 원자수 2 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, R⁴는 R³과 상이한 탄소 원자수 3 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, A는 화학식 1a로 표시되는 기를 나타내고, R⁵는 화학식 1b로 표시되는 기를 나타내고, p, q 및 r은 독립적으로 0 내지 6의 정수를 나타내지만, 단 동시에 0은 아니다.]

화학식 1a



<18> (식 중, R⁶은 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기, 또는 치환기를 갖거나 갖지 않는 페닐기를 나타낸다.)

화학식 1b



<20> (식 중, B는 OH, 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기를 나타낸다.)

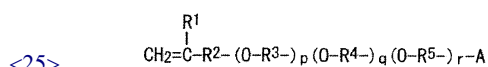
화학식 2



<22> [식 중, R⁷ 및 R⁸은 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, m은 1, 2 또는 3을 나타낸다.]

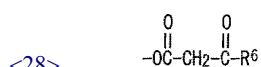
<23> 또한, 본 발명자들은 상기한 과제가 (A) 아크릴계 중합체와, (B) 하기 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어지는 β-케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물을 포함하는 접착성 개선제를 함유하고, (B) 성분의 접착성 개선제는 (A) 성분의 아크릴계 중합체 100 질량부에 대하여 0.001 내지 10 질량부의 비율인 액정 소자용 감압 접착제 조성물에 의해 해결할 수 있는 것을 발견하였다.

<24> <화학식 1>



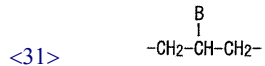
<26> [식 중, R¹은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R²는 탄소 원자수 1 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, R³은 탄소 원자수 2 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, R⁴는 R³과 상이한 탄소 원자수 3 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, A는 화학식 1a로 표시되는 기를 나타내고, R⁵는 화학식 1b로 표시되는 기를 나타내며, p, q 및 r은 독립적으로 0 내지 6의 정수를 나타내지만, 단 동시에 0은 아니다.]

<27> <화학식 1a>



<29> (식 중, R⁶은 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기, 또는 치환기를 갖거나 갖지 않는 페닐기를 나타낸다.)

<30> <화학식 1b>



<32> (식 중, B는 OH, 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기를 나타낸다.)

<33> <화학식 2>



<35> [식 중, R^7 및 R^8 은 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, m은 1, 2 또는 3을 나타낸다.]

효 과

<36> 본 발명의 유기 규소 화합물은 β-케토에스테르 구조를 갖고, 추가로 알콕시실릴기를 분자 내에 포함하는 신규 유기 규소 화합물이며, 수지나 고무에 첨가하고, 무기 재료와 함께 혼련을 행한 경우에 무기 재료의 분산성을 개선할 수 있고, 무기 재료와 유기 수지의 계면 결합 효과를 높일 수 있다. 또한, 접착제 등에 첨가하여 접착 개선 효과를 얻을 수 있다. 따라서, 무기 재료의 분산 개선제, 계면 결합제, 접착 개선제, 프라이머 조성물용 성분 등으로서 유용하다.

<37> 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물은 액정 소자의 제조 공정에서 유리 기판과, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 필요한 또한 충분한 접착 강도로 접착할 수 있다. 이 접착 강도는 상기 제조 공정에서는 접착 조성물에 가열 등이 행해져도 과도하게 높아지지 않고 적절한 수준으로 유지된다. 이 때문에, 제조 공정에서 접착에 문제점이 발생한 경우에는 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 유리 기판으로부터 용이하게 박리할 수 있고, 게다가 그 경우에 기판 상에 접착제는 잔존하기 어려우며, 박리시에 유리 기판 또는 액정셀에 손상을 입히는 일이 드물다.

<38> 또한, 본 발명의 감압 접착제 조성물은 액정 소자의 제조 공정에서는 상기한 바와 같이 알맞은 접착성과 박리성을 나타내는 한편, 완성된 액정 소자가 각종 용도로 실제로 제공되고, 가령 고온고습과 같은 가혹한 조건에 노출되어도 필요한 또한 충분한 접착 강도를 장기간에 걸쳐 안정적으로 유지하고, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판에 팽창이나 박리 등의 접착 불량 발생하기 어렵다.

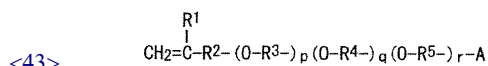
발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<39> 이하, 본 발명에 대해서 상세히 설명한다.

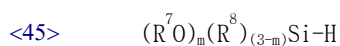
<40> [유기 규소 화합물]

<41> 본 발명의 유기 규소 화합물은, 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 전이 금속 촉매의 존재하에서 반응시켜 얻어지는 것이다.

<42> <화학식 1>



<44> <화학식 2>



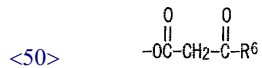
<46> -β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물-

<47> 한 반응 성분인 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물을 나타내는 화학식 1에서, R^1 은 수소 원자 또는 메틸기를 나타내고, R^2 는 탄소 원자수 1 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내며, 예를 들면 메틸렌기, 에틸렌기, n-프로필렌기, i-프로필렌기, n-부틸렌기, i-부틸렌기, 헥실렌기, 데실렌기 등의 탄소 원자수 1 내지 10, 바람직하게는 1 내지 4, 보다 바람직하게는 1 내지 2의 알킬렌기를 들 수 있고, 구체적으로는 메틸렌기, 에틸렌

기가 바람직하다. R^3 은 탄소 원자수 2 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, 에틸렌기, n-프로필렌기, i-프로필렌기, n-부틸렌기, i-부틸렌기, 헥실렌기, 데실렌기 등의 탄소 원자수 2 내지 10, 바람직하게는 2 내지 4, 보다 바람직하게는 2 내지 3의 알킬렌기를 들 수 있으며, 구체적으로는 에틸렌기가 바람직하다. R^4 은 R^3 과 상이한 탄소 원자수 3 내지 10의 2가 탄화수소기를 나타내고, n-프로필렌기, i-프로필렌기, n-부틸렌기, i-부틸렌기, 헥실렌기, 데실렌기 등의 탄소 원자수 3 내지 10, 바람직하게는 3 내지 4, 보다 바람직하게는 3의 알킬렌기를 들 수 있고, 구체적으로는 i-프로필렌기, n-프로필렌기가 바람직하다.

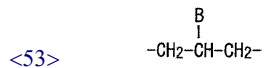
<48> A는 화학식 1a로 표시되는 기를 나타낸다.

<49> <화학식 1a>



<51> R^5 는 화학식 1b로 표시되는 기를 나타내고, p, q 및 r은 각각 0 내지 6의 정수를 나타내되, 단 동시에 0은 아니다.

<52> <화학식 1b>



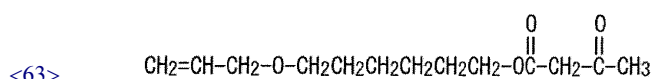
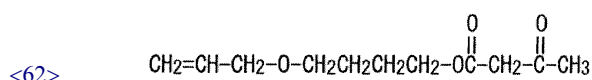
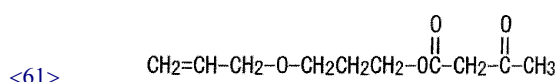
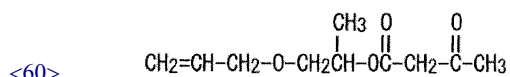
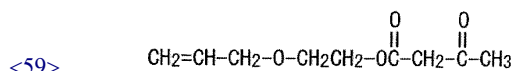
<54> 화학식 1a에 있어서, R^6 은 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기, 또는 치환기를 포함할 수도 있는 페닐기를 나타낸다. 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기로는, 예를 들면 메틸기, 에틸기, n-프로필기, i-프로필기, n-부틸기, i-부틸기, t-부틸기, 헥실기, 옥틸기, 데실기 등의 탄소 원자수 1 내지 10, 바람직하게는 1 내지 6, 보다 바람직하게는 1 내지 4의 알킬기를 들 수 있다. 페닐기가 가질 수도 있는 치환기로는 탄소 원자수 1 내지 6, 바람직하게는 1 내지 3의 알킬기를 들 수 있다. 따라서, 치환기를 포함할 수도 있는 페닐기의 바람직한 구체예로는 페닐기, 메틸페닐기, 에틸페닐기 등을 들 수 있다. 이들 중에서 R^6 으로는 특히 메틸기가 바람직하다.

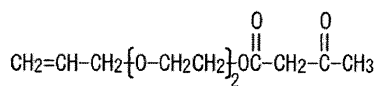
<55> 화학식 1b에 있어서, B는 OH, 또는 상기 화학식 1a로 표시되는 기를 나타낸다.

<56> 화학식 1의 화합물로서 바람직한 것은, 화학식 1에서 R^2 가 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬렌기이고, R^3 이 탄소 원자수 2 내지 4의 알킬렌기이며, R^4 가 R^3 으로 표시되는 것과는 상이한 탄소 원자수 3 내지 4의 알킬렌기이고, A가 화학식 1a(식 중, R^6 은 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기, 페닐기, 메틸페닐기, 또는 에틸페닐기이다.)로 표시되는 기인 화합물이다.

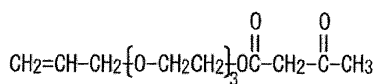
<57> 화학식 1의 화합물로서 더욱 바람직한 것은, 화학식 1에서 R^2 가 메틸렌기이고, R^3 이 에틸렌기이며, R^4 가 i-프로필렌기 또는 n-프로필렌기이고, A가 화학식 1a(식 중, R^6 은 메틸기이다.)로 표시되는 기인 화합물이다.

<58> 이러한 화학식 1로 표시되는 화합물로는, 하기의 것을 대표예로서 들 수 있다.

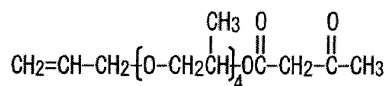




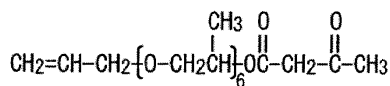
<64>



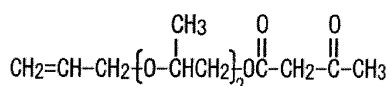
<65>



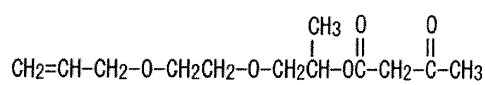
<66>



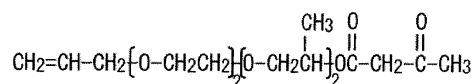
<67>



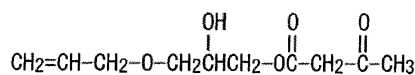
<68>



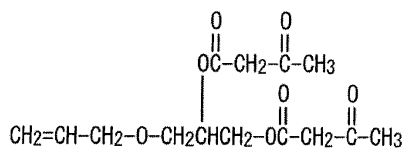
<69>



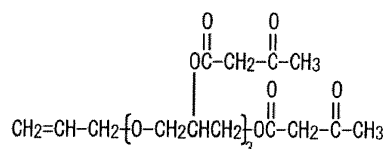
<70>



<71>



<72>



<73>

<74>

-알콕시실란-

<75>

이어서, 다른 하나의 반응 성분인 알콕시실란을 나타내는 상기 화학식 2에서 R^7 은 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, 바람직하게는 탄소 원자수 1 내지 4, 보다 바람직하게는 1 내지 2의 알킬기이다. 구체 예로는, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, i-프로필기, n-부틸기, i-부틸기, t-부틸기 등을 들 수 있고, 이 중에서 메틸기, 에틸기가 바람직하다.

<76>

R^8 은 탄소 원자수 1 내지 4의 1가 탄화수소기를 나타내고, 바람직하게는 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기이다. 바람직한 알킬기의 구체 예로는, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, i-프로필기, n-부틸기, i-부틸기, t-부틸기를 들 수 있고, 이 중에서 메틸기가 바람직하다.

<77>

m은 1, 2 또는 3의 정수를 나타내고, 2 또는 3이 바람직하며, 특히 3이 바람직하다.

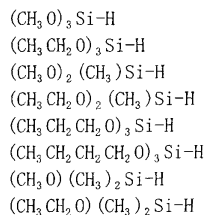
<78>

화학식 2로 표시되는 알콕시실란의 바람직한 것은, 화학식 2에서 R^7 이 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기이고, R^8 이 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬기이며, m이 2 또는 3인 화합물이다.

<79>

화학식 2로 표시되는 알콕시실란의 특히 바람직한 것은, 화학식 2에서 R^7 이 메틸기 또는 에틸기이고, R^8 이 메틸기인 화합물이며, m이 2 또는 3인 화합물이다.

<80> 이러한 화학식 2로 표시되는 알콕시실란으로는, 하기의 것을 대표예로서 들 수 있다.



<81>

<82> -전이 금속 촉매-

<83> 본 발명에 이용하는 전이 금속 촉매로는 특별히 한정되지 않지만, 백금 화합물, 로듐 화합물, 팔라듐 화합물, 루테튬 화합물이 바람직하고, 특히 백금 화합물이 바람직하다. 이것을 예시하면, 백금디비닐실록산, 백금 환상 비닐메틸실록산, 트리스(디벤질리텐아세톤)이백금, 염화백금산, 비스(에틸렌)테트라클로로이백금, 시클로옥타디엔디클로로백금, 비스(시클로옥타디엔)백금, 비스(디메틸페닐포스핀)디클로로백금, 테트라키스(트리페닐포스핀)백금, 백금카본 등을 들 수 있다.

<84> 본 발명의 유기 규소 화합물을 합성할 때에 반응 온도는, 통상 50 내지 150 ℃ 정도일 수 있고, 바람직하게는 60 내지 100 ℃이다. 반응 시간은 통상 원료가 소실될 때까지 행할 수 있고, 반응 시간은 통상 30 분 내지 10 시간 정도일 수 있으며, 바람직하게는 1 내지 5 시간 정도이다.

<85> 합성 반응에 있어서 용매의 사용은 임의적이고, 용매 부재하에 또는 용매 존재하에 적절하게 행할 수 있다. 용매를 사용하는 경우, 예를 들면 펜탄, 헥산, 헵탄, 옥탄, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소류, 메탄올, 에탄올 등의 알코올류, 디부틸에테르, 테트라히드로푸란, 디옥산 등의 에테르류, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등의 케톤류, 아세트산에틸 등의 에스테르류, 디메틸포름아미드 등의 아미드류, 아세토니트릴 등의 니트릴류 등을 들 수 있다.

<86> 합성의 수법은 특별히 제한되지 않지만, 예를 들면 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물을 반응기에 투입하고, 전이 금속 촉매를 첨가하고, 이어서 화학식 2로 표시되는 알콕시실란을 적할 수 있다.

<87> 화학식 1로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물과 화학식 2로 표시되는 알콕시실란과의 몰비, 즉 [화학식 1의 불포화기 함유 화합물] / [화학식 2의 알콕시실란]의 몰비는 특별히 한정되지는 않지만, 통상 0.8 내지 1.2 정도일 수도 있으며, 바람직하게는 0.95 내지 1.05이다.

<88> 반응 종료 후, 미반응 원료와 동시에 상압, 또는 감압하에서 용매를 증류 제거할 수도 있다. 증류 제거할 때의 온도는 적절하게 선택할 수 있지만, 통상 60 내지 150 ℃ 정도일 수 있고, 바람직하게는 60 내지 100 ℃이다.

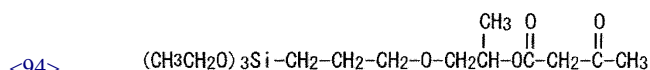
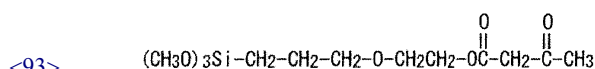
<89> 이와 같이 하여 얻어지는 본 발명의 유기 규소 화합물은 화학식 3으로 표시되는 화합물이 주성분이지만, 상기 화학식 3 중 β-케토에스테르기가 이성화하여 생긴 OH기와 알콕시실릴기의 알콕시기가 분자내 및 분자간 교환 반응한 경우 생성되는 화합물도 포함된다. 따라서, 본 발명의 유기 규소 화합물은 화학식 3의 화합물을 주성분으로 하면서도, 상기 화합물로부터 유도되는 여러가지 유도체의 혼합물로서 얻어진다.

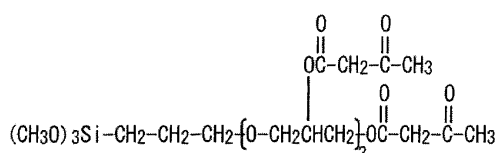
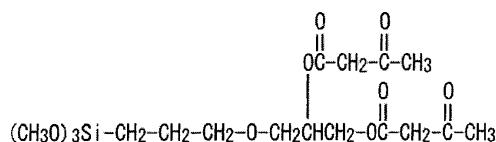
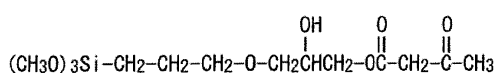
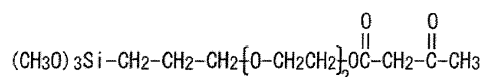
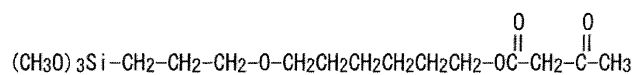
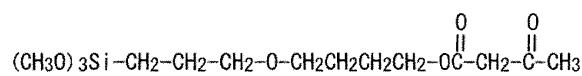
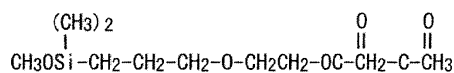
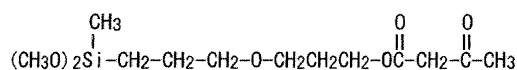
화학식 3

<90> $(\text{R}^7\text{O})_m(\text{R}^8)_{(3-m)}\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{R}^1-(\text{O}-\text{R}^2)_p(\text{O}-\text{R}^3)_q(\text{O}-\text{R}^4)_r-\text{A}$

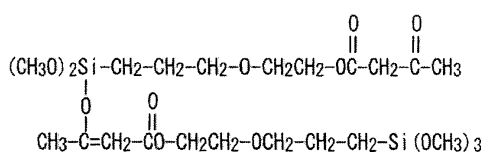
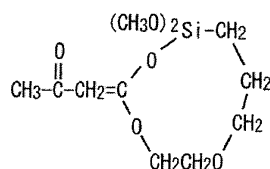
<91> [식 중, R¹ 내지 R⁸, m, p, q, r, A는 상술한 바와 같다.]

<92> 본 발명의 유기 규소 화합물의 주성분으로는 이하의 것을 들 수 있다.





상술한 β -케토에스테르기가 이성화하여 발생된 OH기와 알콕시실릴기의 알콕시기가 분자내 및 분자간 교환 반응한 경우 생성된 화합물로는 여러가지가 가능하여 혼합물이 매우 복잡할 수 있지만, 예를 들면 이하의 화합물이 예시된다.



본 발명의 화합물을 복합 재료용 개질제, 또는 접착성 개선제, 표면 처리제 또는 프라이머로서 사용할 때는, 용매로 희석하여 사용하는 것은 임의적이고, 반응 용매로서 반응 성분의 희석에 사용한 용매를 그대로 사용할 수도 있고, 용매를 나중에 첨가하여 사용할 수도 있다. 나중에 첨가하는 경우의 용매는 특별히 제한되지 않고, 예를 들면 펜탄, 헥산, 헵탄, 옥탄, 벤젠, 톨루엔, 크실렌 등의 탄화수소류, 메탄올, 에탄올 등의 알코올류, 디부틸에테르, 테트라히드로푸란, 디옥산 등의 에테르류, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등의 케톤류, 아세트산 에틸 등의 에스테르류, 디메틸포름아미드 등의 아미드류, 아세토니트릴 등의 니트릴류 등을 들 수 있으며, 이들 용매 2종 이상을 혼합하여 사용할 수도 있다.

-용도-

본 발명의 유기 규소 화합물은 수지나 고무에 첨가하고, 무기 재료와 함께 혼련을 행한 경우에 무기 재료의 분산성을 개선할 수 있다. 수지로는 예를 들면 에폭시 수지, 페놀 수지, 폴리에스테르 수지, 폴리이미드 수지, 폴리카르보네이트 수지 등의 유기 수지 및 실리콘 수지를 들 수 있다. 고무로는, 예를 들면 SBR, 천연 고무,

아크릴 고무, 우레탄 고무 등의 유기 고무 및 실리콘 고무를 들 수 있고, 무기 재료로는 예를 들면 실리카, 알루미늄, 수산화알루미늄, 수산화마그네슘, 마이커, 유리 등의 무기 분말을 들 수 있다.

<109> 또한, 본 발명의 유기 규소 화합물은 실리카, 알루미늄, 유리 섬유 등의 무기 재료와 유기 수지의 계면 결합 효과를 높일 수 있기 때문에, 무기 및 유기 복합 재료용 실란 커플링제로서 유용하다.

<110> 또한, 접착제 등에 첨가하여 접착 개선 효과를 얻을 수 있다. 접착제로는 예를 들면 에폭시 접착제, 우레탄 접착제, 아크릴 접착제 등의 접착제를 들 수 있다.

<111> 또한, 본 발명의 유기 규소 화합물은 프라이머 조성물에 접착성 개선제로서 첨가하여 기재와의 접착성을 향상시키는 데 유용하다.

<112> [액정 소자용 감압 접착제 조성물]

<113> 이어서, 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물에 대해서 구체적으로 설명한다.

<114> 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물은 주성분인 아크릴계 중합체와, 접착성 개선제로서 상술한 본 발명에 따른 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물을 함유하고 있다. 이하, 순차 설명한다.

<115> -(A) 아크릴계 중합체-

<116> (A) 성분의 아크릴계 중합체는 본 발명의 조성물에 감압 접착성을 부여하는 작용을 갖는다.

<117> 본 발명에 있어서 "아크릴계 중합체"란, 아크릴계 단량체의 중합체(즉, 단독 중합체 및 공중합체)이다. 아크릴계 단량체에는 아크릴산계 단량체 및 메타크릴산계 단량체가 포함된다.

<118> 아크릴산계 단량체로는, 예를 들면 아크릴산, 아크릴산에스테르, 아크릴아미드를 들 수 있다. 아크릴산에스테르로는 아크릴산알킬에스테르, 예를 들면 아크릴산메틸, 아크릴산에틸, 아크릴산부틸 등을 들 수 있다.

<119> 메타크릴산계 단량체로는, 예를 들면 메타크릴산, 메타크릴산에스테르, 메타크릴산아미드를 들 수 있다. 메타크릴산에스테르로는 메타크릴산알킬에스테르, 예를 들면 메타크릴산메틸, 메타크릴산에틸, 메타크릴산부틸 등을 들 수 있다.

<120> 본 명세서에 있어서, "(메트)아크릴산", "(메트)아크릴레이트" 등의 용어는 각각 아크릴산 및 메타크릴산, 및 아크릴레이트 및 메타크릴레이트를 포함하는 총괄적 용어이다.

<121> 본 발명에 이용되는 아크릴계 중합체는 상기한 단량체의 1종 단독의 중합체일 수도, 2종 이상의 단량체의 공중합체일 수도 있다. 그 중에서도, 관능기를 갖지 않는 아크릴계 단량체와 관능기를 갖는 아크릴계 단량체를 포함하는 공중합체가 바람직하다. 여기서, 관능기로는 예를 들면 카르복실기, 히드록시기, 아미노기, 에폭시기, 아미드기 등을 들 수 있다. 관능기를 갖는 아크릴계 단량체는 1종 이상의 이들 관능기를 갖는다.

<122> 관능기를 갖지 않는 아크릴계 단량체의 예로는, 메틸(메트)아크릴레이트, 에틸(메트)아크릴레이트, 이소프로필(메트)아크릴레이트, 부틸(메트)아크릴레이트, 2-에틸헥실(메트)아크릴레이트, 라우릴(메트)아크릴레이트, 스테아릴(메트)아크릴레이트, 시클로헥실(메트)아크릴레이트, 메톡시에틸(메트)아크릴레이트 및 에톡시에틸(메트)아크릴레이트 등의 알킬(메트)아크릴레이트를 들 수 있다. 이들은 1종 단독으로도, 2종 이상을 조합하여도 사용할 수 있다.

<123> 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 바람직하게는 상기한 관능기를 갖지 않는 (메트)아크릴산에스테르로부터 유도되는 반복 단위를 60 내지 99 질량%, 보다 바람직하게는 80 내지 98 질량% 갖고 있다.

<124> 또한, 상기 관능기를 갖는 아크릴계 단량체는, 예를 들면 카르복실기, 히드록시기, 아미노기, 에폭시기, 아미드기, 또는 이들 2종 이상의 관능기의 조합을 갖는 1종 이상의 아크릴계 단량체이다. 상기 관능기를 갖는 아크릴계 단량체의 예로는, 아크릴산, 메타크릴산, β -카르복시에틸아크릴레이트, 2-히드록시에틸(메트)아크릴레이트, 2-히드록시프로필(메트)아크릴레이트, 클로로-2-히드록시프로필(메트)아크릴레이트, 디메틸아미노에틸(메트)아크릴레이트 등의 관능기 치환 알킬(메트)아크릴레이트, 디에틸렌글리콜모노(메트)아크릴레이트, 글리시딜(메트)아크릴레이트, (메트)아크릴아미드, N-메틸올(메트)아크릴아미드 및 N-에틸올(메트)아크릴아미드 등을 들 수 있다. 이들은 1종 단독으로도, 2종 이상을 조합하여도 사용할 수 있다.

<125> 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 바람직하게는 상기 관능기 함유 아크릴계 단량체로부터 유도되는 반복 단위를, 통상은 1 내지 20 질량%, 바람직하게는 2 내지 10 질량%의 양으로 갖고 있다.

- <126> 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 상기한 관능기를 갖지 않는 아크릴계 단량체 및 관능기를 갖는 아크릴계 단량체 이외의 단량체로부터 유도되는 반복 단위를 1종 이상 가질 수도 있고, 이들 예로는, 스티렌계 단량체로부터 유도되는 반복 단위 및 비닐계 단량체로부터 유도되는 반복 단위를 들 수 있다.
- <127> 구체적으로는 스티렌계 단량체의 예로는, 스티렌, 메틸스티렌, 디메틸스티렌, 트리메틸스티렌, 에틸스티렌, 디에틸스티렌, 트리에틸스티렌, 프로필스티렌, 부틸스티렌, 헥실스티렌, 헵틸스티렌 및 옥틸스티렌 등의 알킬스티렌; 플루오로스티렌, 클로로스티렌, 브로모스티렌, 디브로모스티렌 및 요오도스티렌 등의 할로겐화스티렌; 또한, 니트로스티렌, 아세틸스티렌 및 메톡시스티렌 등을 들 수 있다.
- <128> 또한, 비닐계 단량체의 예로는, 비닐피리딘, 비닐피롤리돈, 비닐카르바졸, 디비닐벤젠, 아세트산비닐 및 아크릴로니트릴; 부타디엔, 이소프렌 및 클로로프렌 등의 공액 디엔 단량체; 염화비닐 및 브롬화비닐 등의 할로겐화비닐; 염화비닐리텐 등의 할로겐화비닐리텐 등을 들 수 있다.
- <129> 이들 단량체는 1종 단독으로도, 2종 이상을 조합하여도 사용할 수 있다. 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체 중에는, 상기 다른 단량체로부터 유도되는 반복 단위는, 통상은 0 내지 20 질량%, 바람직하게는 0 내지 10 질량%의 양으로 함유되어 있다.
- <130> 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 공지된 방법에 의해, 예를 들면 상기한 바와 같은 단량체를 반응 용매에 투입하고, 반응계 내의 공기를 질소 가스 등의 불활성 가스로 치환한 후, 필요에 따라 반응 개시제의 존재 하에 가열 교반하여 중합 반응시킴으로써 제조할 수 있다.
- <131> 반응 용매의 사용은 임의적이고, 통상은 유기 용매가 사용되며, 예를 들면 톨루엔, 크실렌 등의 방향족 탄화수소류, n-헥산 등의 지방족 탄화수소류, 아세트산에틸, 아세트산부틸 등의 에스테르류, n-프로필알코올, i-프로필알코올 등의 알코올류, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 시클로헥산 등의 케톤류를 들 수 있다.
- <132> 또한, 반응 개시제를 사용하는 경우에는, 예를 들면 아조비스이소부티로니트릴, 벤조일퍼옥시드, 디-t-부틸퍼옥시드, 쿠멘히드로퍼옥시드 등을 사용할 수 있다.
- <133> 상기한 중합 반응의 반응 온도는 50 내지 90 °C 정도일 수 있고, 반응 시간은 2 내지 20 시간 정도이며, 바람직하게는 4 내지 12 시간이다. 상기한 바와 같은 반응에 있어서, 단량체는 얻고자 하는 아크릴계 중합체 중에서의 각 반복 단위의 양에 대응하여 주입된다. 또한, 반응 용매는, 이용하는 경우에는 단량체의 함계량 100 질량부에 대하여 50 내지 300 질량부의 양으로 사용된다. 또한, 반응 개시제는, 통상은 0.01 내지 10 질량부의 양으로 사용된다.
- <134> 이와 같이 하여 반응시킴으로써 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 반응 용매에 (공)중합체가 25 내지 70 질량%의 양으로 함유되는 용액 또는 분산액으로서 얻어진다. 본 발명에서는 상기한 바와 같이 하여 얻어진 반응 용매를 제거하지 않고, 이 반응 용매에 분산시킨 상태에서 아크릴계 중합체와 다른 성분을 혼합할 수 있다.
- <135> 본 발명에서 사용되는 아크릴계 중합체는, 통상 100000 내지 1500000, 바람직하게는 300000 내지 800000의 중량 평균 분자량을 갖고 있다. 또한, 이 아크릴계 중합체에는 본 발명의 목적을 손상시키지 않는 범위 내에서 무기 충전제 등의 다른 성분을 배합할 수도 있다.
- <136> -(B) 접착성 개선제-
- <137> 본 발명의 조성물에 (B) 성분으로서 상술한 β -케토에스테르 구조를 갖는 유기 규소 화합물이 사용된다. 이 화합물은 β -케토에스테르 구조 및 가수분해성 실릴기를 갖고, 추가로 β -케토에스테르 구조와 가수분해성 실릴기 사이에 산소를 포함한 특정한 연결기를 함유하고 있는 화합물이다. 이 산소를 포함한 특정한 연결기를 함유하고 있음으로써 아크릴계 중합체와의 상용성이 향상되고, 추가로 β -케토에스테르 구조와 가수분해성 실릴기의 거리가 떨어져 더 연성 구조가 생성되므로, 종래 알려져 있는 접착성 개선제를 사용하여 액정 소자에 사용한 감압 접착제보다도 고온고습 조건과 같이 가혹한 조건하에서도 양호한 접착성을 나타낼 뿐만 아니라, 이러한 조건에서 사용하여도 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판에 팽창이나 박리 등의 접착 불량 발생하기 어려워지게 된다고 생각된다.
- <138> 상기 (B) 성분의 접착성 개선제는, (A) 성분의 아크릴계 중합체 100 질량부에 대하여 통상 0.001 내지 5 질량부의 양으로 함유시킬 수 있고, 또한 0.01 내지 2 질량부의 양으로 함유시키는 것이 바람직하다. (B) 성분의 접착성 개선제가 지나치게 많으면 초기 접착 강도가 저하되고, 액정 소자 사용 환경하에 있어서 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판의 팽창이나 박리가 발생하기 쉬워진다. 또한, (B) 성분의 양이 지나치게 적으면 제조

공정에서 가열을 받을 때에 접착 강도가 지나치게 높아져 적절한 박리성이 소실되기 때문에, 접착에 문제점이 발생하여도 용이하게 박리할 수 없고, 편광판 또는 편광판과 위상차판의 적층판을 기관으로부터 박리하면 액정 셀의 손상이 발생하기 쉬워지고, 접착제의 기관 표면에 접착 잔여물이 발생하기 쉬워진다.

- <139> 또한, (A) 성분의 아크릴계 중합체와 (B) 성분의 접착성 개선제는 조성물의 사용 직전에 배합하는 것이 바람직하다.
- <140> -그 밖의 성분-
- <141> 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물은 필수 성분으로서 상기한 아크릴계 중합체와 특정한 접착성 개선제를 함유하고 있지만, 추가로 필요에 따라 다른 성분을 포함할 수도 있다.
- <142> 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물에 배합할 수 있는 다른 성분의 예로는, 점착 부여제, 가소제, 가교제, 염료 등을 들 수 있다. 이들은 공지된 것을 들 수 있다. 이들 임의 성분은 1종 단독으로도, 2종 이상을 조합하여도 배합할 수 있다.
- <143> 본 발명의 액정 소자용 감압 접착제 조성물에는, 특히 가교제가 배합되어 있는 것이 바람직하다. 본 발명에서 사용되는 가교제의 예로는, 이소시아네이트계 화합물, 에폭시계 화합물, 아민계 화합물, 금속 킬레이트 화합물 및 아질리딘계 화합물을 들 수 있다.
- <144> 가교제로서 이용되는 이소시아네이트계 화합물의 예로는, 톨릴렌다이소시아네이트, 수소화 톨릴렌다이소시아네이트, 트리메틸올프로판의 톨릴렌다이소시아네이트 부가물, 트리메틸올프로판의 크실릴렌다이소시아네이트 부가물, 트리페닐렌메탄트리이소시아네이트, 이소포론다이소시아네이트, 및 이들의 케토옥심블록물 또는 페놀블록물 등을 들 수 있다.
- <145> 또한, 에폭시계 화합물의 예로는, 비스페놀 A, 에피클로로히드린형의 에폭시계 수지, 에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 폴리에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 글리세린디글리시딜에테르, 글리세린트리글리시딜에테르, 1,6-헥산디올디글리시딜에테르, 트리메틸올프로판트리글리시딜에테르, 디글리시딜아닐린, 디글리시딜아민, N,N,N',N'-테트라글리시딜- α -크실렌디아민 및 1,3-비스(N,N'-디글리시딜아미노메틸)시클로헥산 등을 들 수 있다.
- <146> 또한, 아민계 화합물의 예로는, 헥사메틸렌디아민, 폴리에틸렌이민, 헥사메틸렌테트라민, 디에틸렌트리아민, 트리에틸렌테트라민, 이소포론디아민, 아미노 수지 및 멜라민 수지 등을 들 수 있다.
- <147> 또한, 금속 킬레이트 화합물의 예로는, 알루미늄, 철, 구리, 아연, 주석, 티탄, 니켈, 안티몬, 마그네슘, 바나듐, 크롬 및 지르코늄 등의 다가 금속에 아세틸아세톤이 배위한 화합물, 상기 다가 금속에 아세토아세트산에틸이 배위한 화합물 등을 들 수 있다.
- <148> 또한, 아질리딘계 화합물의 예로는, N,N'-디페닐메탄-4,4'-비스(1-아질리딘카르복사미드), N,N'-톨루엔-2,4-비스(1-아질리딘카르복사미드), 트리에틸렌멜라민, 비스이소프탈로일-1-(2-메틸아질리딘), 트리-1-아질리디닐포스핀옥사이드, N,N'-헥사메틸렌-1,6-비스(1-아질리딘카르복사미드), 트리메틸올프로판-트리- β -아질리디닐프로피오네이트 및 테트라메틸올메탄-트리- β -아질리디닐프로피오네이트 등을 들 수 있다.
- <149> 이들 가교제는 1종 단독으로도, 2종 이상 조합하여도 사용할 수 있다.
- <150> 상기 가교제는 본 발명의 조성물 중 수지 성분 100 질량부에 대하여, 통상은 0.01 내지 10 질량부, 바람직하게는 0.05 내지 5 질량부의 양으로 사용된다. 또한, 이들 가교제는 본 발명의 상기한 (A) 성분 및 (B) 성분과 반응성을 갖기 때문에 개별적으로 포장하고, 직전에 (A) 성분 및 (B) 성분과 혼합하여 사용된다.
- <151> <실시예>
- <152> 이하, 실시예를 들어 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명이 하기의 실시예로 제한되는 것은 아니다.
- <153> [실시예 1]
- <154> 질소 가스 도입관, 온도계, 덤로트(Dimroth)형 컨덴서 및 적하 깔때기를 구비한 1 ℓ의 분리형 플라스크에, 화학식 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{OC}(=\text{O})-\text{CH}_2-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3$ 로 표시되는 β -케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 186 g(1.0 mol), 백금 환산 농도로 2 질량%인 트리스(1,3-디비닐-1,1,3,3-테트라메틸-디실록산)-이백금(0)(카르스테즈(Karstedt) 촉매) 0.1 g을 투입하고, 75 °C에서 화학식 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{H}$ 로 표시되는 트리메톡시실란 122 g(1.0

mol)을 천천히 적하하였다. 이 적하에는 30 분을 요하였다. 적하 종료 후, 75 ℃에서 3 시간 동안 숙성을 계속하였다.

<155> 숙성 종료 후, 가스 크로마토그래프 분석을 행하여 트리메톡시실란 잔존량이 2% 이하가 된 것을 확인하였다.

<156> 이와 같이 해서 얻어진 반응 생성물을 회전 증발기를 사용하고, 80 ℃/0.6 kPa로 감압 농축한 바, 담갈색 투명한 액체 260 g이 얻어졌다. 이 액상 생성물의 점도는 25 ℃에서 9.75 mm²/s, 굴절률은 25 ℃에서 1.4390이었다. 이 액상 생성물의 적외선 흡수 스펙트럼 분석을 행하였다. 도 1에 상기 적외선 흡수 스펙트럼 분석 결과를 나타낸다.

<157> [실시예 2]

<158> 실시예 1에서 사용한 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 대신에, 화학식

$$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{OC}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_3 \\ | \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \quad \parallel \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CHCH}_2-\text{OC}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \quad \parallel \\ \text{O} \quad \quad \quad \text{O} \end{array}$$
로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 300 g(1.0 mol)을 이용하고, 숙성 시간을 8 시간으로 한 것 이외에는, 실시예 1과 동일하게 반응을 행하여 갈색 투명한 액상 생성물 365 g을 얻었다.

<159> [실시예 3]

<160> 실시예 1에서 사용한 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 대신에, 화학식

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \quad \text{O} \\ | \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}-\text{OC}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \quad \parallel \\ \text{O} \quad \quad \quad \text{O} \end{array}$$
로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 200 g(1.0 mol)을 이용하고, 알콕시실란으로서 트리메톡시실란 164 g을 사용하고, 반응 온도를 85 ℃로 한 것 이외에는, 실시예 1과 동일하게 반응을 행하여 담황색 투명한 액체 320 g을 얻었다.

<161> [실시예 4]

<162> 실시예 1에서 사용한 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 대신에, 화학식

$$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\{\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2\}_2\text{OC}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_3 \end{array}$$
로 표시되는 β-케토에스테르 구조를 갖는 불포화기 함유 화합물 230 g(1.0 mol)을 이용하고, 반응 용매로서 톨루엔 230 g을 사용하고, 알콕시실란으로서 디메톡시메틸실란 134 g(1.0 mol)으로 한 것 이외에는, 실시예 1과 동일하게 반응을 행하여 담갈색 투명한 액체 305 g을 얻었다.

<163> [실시예 5]

<164> n-부틸아크릴레이트 43 질량부, 에틸아크릴레이트 20 질량부, 2-에틸헥실아크릴레이트 25 질량부, 스티렌 3 질량부, 아크릴산 7 질량부, 2-히드록시에틸아크릴레이트 2 질량부, 아세트산에틸 100 질량부 및 아조비스이소부티로니트릴 0.2 질량부를 반응기에 넣고, 이 반응기 내를 질소 가스로 치환한 후, 교반하에 질소 분위기 중에서 63 ℃에서 2 시간 동안 반응시켰다. 추가로 별도로 제조한 아세트산에틸 10 질량부에 아조비스이소부티로니트릴 0.05 질량부를 용해시킨 용액 10 질량부를 63 ℃에서 상기 반응기에 2 시간에 걸쳐 적하하였다.

<165> 이어서, 반응기를 72 ℃로 승온하고, 상기와 동일하게 하여 제조한 아조비스이소부티로니트릴의 아세트산에틸 용액 10 질량부를 4 시간에 걸쳐 적하하고, 아크릴계 중합체의 아세트산에틸 용액 220 질량부를 얻었다. 이 아세트산에틸 용액 중에서의 아크릴계 중합체의 농도는 45 질량%이다.

<166> 상기한 반응액 220 질량부(아크릴계 중합체 100 질량부에 상당)에 실시예 1에서 합성한 β-케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물 0.1 질량부와, 가교제로서 폴리이소시아네이트 화합물(상품명: 콜로네이트 L, 닛본폴리우레탄(주)제조) 2 질량부를 첨가하고, 잘 교반하여 본 발명의 점착제 조성물을 얻었다.

<167> =점착제로서의 평가=

<168> 다음과 같이 하여 박리성과 실장성을 측정, 평가하였다.

- <169> · 박리성
- <170> · · 초기 접착 강도의 측정:
- <171> 상기한 바와 같이 하여 얻어진 접착제 조성물을 폴리에스테르제 이형 필름에 도포한 후 건조시켜서 건조 후의 두께가 25 μm 인 피막을 형성하였다. 이어서, 이 이형 필름 상의 접착제 조성물의 피막을 두께 0.20 mm의 편광판의 한쪽면 상에 전사하고, 온도 23 $^{\circ}\text{C}$, 습도 65 %의 조건으로 7일간 숙성시켰다. 그 후, 이 편광판의 접착제 조성물의 피막측을 유리 기판의 표면에 접착하여 샘플을 제조하였다. 이 샘플을 온도 50 $^{\circ}\text{C}$, 압력 5 kg/ cm^2 의 조건으로 20 분간 유지하여 접착시켰다.
- <172> 이와 같이 해서 접착한 편광판과 유리 기판과의 접착력에 대해서 JIS-Z-0237 및 JIS-Z-0238에 준하여 초기 접착 강도(23 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1 시간 동안 방치한 후의 접착 강도)를 측정하였다.
- <173> · · 가열 에이징 후 접착 강도의 측정:
- <174> 상기와 동일하게 하여 제조한 샘플을 80 $^{\circ}\text{C}$ 에서 15 시간 동안 방치한 후 23 $^{\circ}\text{C}$ 까지 방냉하고, 이 온도에서 1 시간 동안 방치한 후, 접착 강도를 상기와 동일하게 하여 측정하였다.
- <175> · · 접착 잔여물의 평가:
- <176> 상기한 바와 같이 초기 및 가열 에이징 후 접착 강도의 측정에 있어서, 유리 기판으로부터 편광판을 박리했을 때에, 유리 기판 표면에 접착제가 잔류했는지의 여부(접착 잔여물)를 육안으로 관찰하여 평가하였다.
- <177> · 실장성
- <178> 상기와 동일하게 하여 제조한 샘플을 20 $\times$ 30 cm^2 의 치수로 재단한 것을 상기 조건하에서 접착시키고, 100 $^{\circ}\text{C}$, 건조하에서 800 시간의 조건으로, 또한 60 $^{\circ}\text{C}$, 90 % RH에서 800 시간의 조건으로 방치한 후, 접착 조성물 피막 내의 발포의 유무 및 편광판과 기판과의 박리 발생의 유무를 육안 관찰하여 평가하였다.
- <179> 이들 결과를 하기 표 1에 나타낸다. 본 실시예에서 편광판을 기판 표면에 접합한 액정 소자는 양호한 특성을 나타내었다.
- <180> [실시예 6]
- <181> 실시예 5에 있어서, 실시예 1에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물 대신에, 실시예 2에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물을 사용한 것 이외에는, 실시예 5와 동일하게 하여 접착제 조성물을 얻었다. 상기 조성물을 실시예 5와 동일하게 하여 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- <182> [실시예 7]
- <183> 실시예 5에 있어서, 실시예 1에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물 대신에, 실시예 3에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물을 사용한 것 이외에는, 실시예 5와 동일하게 하여 접착제 조성물을 얻었다. 상기 조성물을 실시예 5와 동일하게 하여 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- <184> [실시예 8]
- <185> 실시예 5에 있어서, 실시예 1에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물 대신에, 실시예 4에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물의 혼합물을 사용한 것 이외에는, 실시예 5와 동일하게 하여 접착제 조성물을 얻었다. 상기 조성물을 실시예 5와 동일하게 하여 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- <186> [비교예 1]
- <187> 실시예 5에 있어서, 실시예 1에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 사용하지 않는 것 이외에는, 실시예 5와 동일하게 하여 접착제 조성물을 얻었다. 상기 조성물을 실시예 5와 동일하게 하여 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.
- <188> [비교예 2]
- <189> 실시예 5에 있어서, 실시예 1에서 합성한 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화

합물의 혼합물을 사용하지 않고, 화학식 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OC}(=\text{O})-\text{CH}_2-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3$ 로 표시되는 β -케토에스테르기 함유 알콕시실란을 주성분으로 하는 유기 규소 화합물 0.1 질량부를 사용한 것 이외에는, 실시예 5와 동일하게 하여 접착제 조성물을 얻었다. 상기 조성물을 실시예 5와 동일하게 하여 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

		실시예				비교예	
		5	6	7	8	1	2
박리성	초기 접착 강도 (g/25mm)	1600	1650	1550	1450	1600	1550
	접착 잔여물	없음	없음	없음	없음	없음	없음
	80℃ 10시간 후 접착 강도 (g/25mm)	1700	1800	1650	1600	2800	2000
	접착 잔여물	없음	없음	없음	없음	있음	없음
실장성	100℃ 건조	발포	없음	없음	없음	없음	없음
		박리	없음	없음	없음	없음	없음
	60℃ 90%RH	발포	없음	없음	없음	없음	없음
		박리	없음	없음	없음	있음	있음

도면의 간단한 설명

도 1은 실시예 5에서 얻어진 본 발명의 유기 규소 화합물의 적외선 흡수 스펙트럼을 나타내는 차트이다.

도면

도면1

