



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년05월18일

(11) 등록번호 10-1859349

(24) 등록일자 2018년05월11일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08G 77/14 (2006.01) C08G 77/20 (2006.01)

C08J 3/24 (2006.01) C08K 5/00 (2006.01)

C08L 83/06 (2006.01) C09J 183/06 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08G 77/14 (2013.01)

C08G 77/20 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2017-7026989

(22) 출원일자(국제) 2015년03월10일

심사청구일자 2017년09월25일

(85) 번역문제출일자 2017년09월25일

(65) 공개번호 10-2017-0121245

(43) 공개일자 2017년11월01일

(86) 국제출원번호 PCT/CN2015/073943

(87) 국제공개번호 WO 2016/141547

국제공개일자 2016년09월15일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020100071925 A

US20070123640 A1

(73) 특허권자

henkel 아이피 앤드 홀딩 게엠베하

독일 40589 뒤셀도르프 헨켈스트라쎄 67

henkel 아게 운트 코. 카게아아

독일 40589 뒤셀도르프 헨켈스트라쎄 67

(72) 발명자

루, 즈상

미국 06333 코네티컷주 이스트 라임 아버 크로싱  
103

리, 진유

중국 203201 상하이 푸동 뉴 에리어 웨이팡 로드  
넘버 32 빌딩 334 룸 403

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 17 항

심사관 : 김용원

(54) 발명의 명칭 폴리오르가노실록산 및 이를 포함한 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물

**(57) 요약**

본 발명은 폴리오르가노실록산 및 이를 포함한 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물, 특히, 핸드헬드 장치 및 디스플레이 (HHDD)용 액체 광학 투명 접착제 (LOCA)에서 사용되는 폴리오르가노실록산 및 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

*C08J 3/243* (2013.01)

*C08K 5/0025* (2013.01)

*C08L 83/06* (2013.01)

*C09J 183/06* (2013.01)

*C08J 2383/06* (2013.01)

*C08L 2201/02* (2013.01)

*C09J 2205/31* (2013.01)

(72) 발명자

리, 즈밍

중국 201203 상하이 푸동 뉴 에리어 민야오 로드  
레인 1029 룸 402

루, 정

미국 06073 코네티컷주 사우쓰 클래스턴베리 그레  
이트 폰드 로드 218

---

장, 응

중국 200125 상하이 푸동 뉴 에리어 천산 로드 레  
인 2399 룸 23-1301

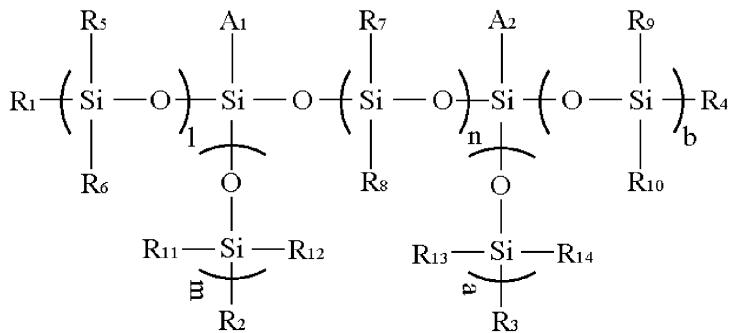
## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

하기 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산.

<화학식 1>



화학식 1에서:

$R_1$  내지  $R_{14}$ 는 각각 독립적으로  $C_1-C_{20}$  알킬,  $C_1-C_{20}$  알콕실,  $C_2-C_{20}$  알케닐,  $C_3-C_{20}$  시클로알킬,  $C_7-C_{22}$  아르알킬, 및 (메트)아크릴옥시로 이루어진 군으로부터 선택되고,

a는 0 내지 1000의 정수이고,

b는 0 내지 1000의 정수이고,

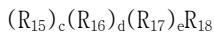
1은 0 내지 1000의 정수이고,

m은 1 내지 1000의 정수이고,

n은 1 내지 1500의 정수이고,

$A_1$  및  $A_2$ 는 각각 독립적으로 하기 화학식 2에 의해 제시되고:

<화학식 2>



화학식 2에서:

$R_{15}$ 는  $C_1-C_{20}$  알킬렌이고,

$R_{16}$ 은  $C_6-C_{21}$  아릴렌이고,

$R_{17}$ 은  $C_1-C_{20}$  알킬렌이고,

$R_{18}$ 은 (메트)아크릴옥시이고,

c는 0 내지 10의 정수이고,

d는 0 내지 10의 정수이고,

e는 0 내지 10의 정수이다.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,  $R_1$  내지  $R_{14}$ 가 각각 독립적으로  $C_1-C_8$  알킬,  $C_1-C_8$  알콕실,  $C_2-C_8$  알케닐,  $C_3-C_8$  시클로알킬, 및

$C_7-C_{16}$  아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 폴리오르가노실록산.

### 청구항 3

제1항에 있어서, c가 1 내지 5의 정수이고, d가 1 내지 5의 정수이고, e가 1 내지 5의 정수인 폴리오르가노실록산.

### 청구항 4

제1항에 있어서, n이 430이고, m 및 a가 68이고, l 및 b가 0이고, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>가 아크릴옥시프로필이고, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub>가 메틸이고, R<sub>1</sub> 및 R<sub>4</sub>가 메톡시인 폴리오르가노실록산.

### 청구항 5

제1항에 있어서, n, a 및 m이 190이고, l 및 b가 0이고, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>가 메타크릴옥시메틸이고, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub>가 메틸인 폴리오르가노실록산.

### 청구항 6

- (1) 실란올-종결된 폴리오르가노실록산을 (메트)아크릴옥시를 갖는 알콕시실란으로 말단-캡핑하는 단계;
  - (2) 실란올-종결된 폴리오르가노실록산과 반응시킴으로써, 단계 (1)에서 수득된 폴리오르가노실록산의 사슬을 연장시키는 단계; 및
  - (3) 단계 (2)에서 수득된 생성물에 함유된 잔류 실란을 기를 말단-캡핑하는 단계
- 를 포함하는, 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 폴리오르가노실록산의 제조 방법.

### 청구항 7

제6항에 있어서, 단계 (1)에서 실란올-종결된 폴리오르가노실록산이  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 또는  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산인 방법.

### 청구항 8

제6항에 있어서, 단계 (2)에서 실란올-종결된 폴리오르가노실록산이  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 또는  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산인 방법.

### 청구항 9

- (a) 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 폴리오르가노실록산,
  - (b) 광개시제,
  - (c) 수분 촉매,
  - (d) 반응성 가소제, 및
  - (e) 임의로는, 수분 가교제
- 를 포함하는, 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 10

- (a) 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 각각의 폴리오르가노실록산을 갖는 상이한 폴리오르가노실록산들의 혼합물,
- (b) 광개시제,
- (c) 수분 촉매,
- (d) 반응성 가소제, 및

(e) 임의로는, 수분 가교제

를 포함하는, 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 11

제9항에 있어서, 성분 (a)가 상이한 폴리오르가노실록산들의 혼합물을 포함하며, 여기서 각각의 폴리오르가노실록산은

(i)  $n = 430$ ,  $m$  및  $a = 68$ ,  $l$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  및  $R_4 =$  메톡시, 및  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸;

(ii)  $n = 430$ ,  $l$ ,  $m$  및  $a = 68$ ,  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  내지  $R_3$  및  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸, 및  $R_4 =$  메톡시;

(iii)  $n = 430$ ,  $l$ ,  $m$ ,  $a$  및  $b = 68$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  내지  $R_{14} =$  메틸;

(iv)  $n = 430$ ,  $m = 68$ ,  $a$ ,  $b$  및  $l = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1 =$  메톡시,  $R_2$  내지  $R_{14} =$  메틸;

(v)  $m$  및  $n = 430$ ,  $a = 68$ ,  $b$  및  $l = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  및  $R_4 =$  메톡시, 및  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸;

(vi)  $n$ ,  $a$  및  $m = 190$ ,  $l$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_{14} =$  메틸;

(vii)  $n = 190$ ,  $m = 190$ ,  $l$ ,  $a$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_3$  및  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸, 및  $R_4 =$  메톡시; 및

(viii)  $m$  및  $n = 190$ ,  $l$ ,  $a$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_{14} =$  메틸

로부터 선택된 것인 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 12

제9항에 있어서, 성분 (a)가 성분들의 총 중량을 기준으로 20 내지 90 중량%의 양으로 존재하는 것인 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 13

제9항에 있어서, 성분 (d)가 성분들의 총 중량을 기준으로 10 내지 60 중량%의 양으로 존재하는 것인 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 14

제9항에 있어서, 성분 (e)가 성분들의 총 중량을 기준으로 1 내지 5 중량%의 양으로 존재하는 것인 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 15

제9항에 있어서, 성분들의 총 중량을 기준으로 5 내지 30 중량%의 양으로 존재하는 사슬 연장제를 추가로 포함하는 수분 및 방사선 경화성 조성물.

### 청구항 16

제9항에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물의 경화된 반응 생성물.

### 청구항 17

적어도 하나의 표면 상에 제9항에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물로 코팅된 코팅 기판.

### 청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 폴리오르가노실록산 및 이를 포함한 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물, 특히 핸드헬드 장치 및 디스플레이 (HDD)용 액체 광학 투명 접착제 (LOCA)에서 사용되는 폴리오르가노실록산 및 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 디스플레이 적용에서, 광학 투명 접착제 (OCA) 또는 액체 광학 투명 접착제 (LOCA)는 통상 왜곡 민감형일 수 있는 기판에 터치 패널 또는 커버 유리를 결합시키는 데 사용된다. HDD의 분야에서 사용되는 광학 투명 접착제는, 특히 장기 온도/습도 변화 후 대형 디스플레이의 경우 장기 사용 후에 광 누출의 잠재적인 문제를 가질 것이다. 근본 원인은 왜곡 민감형 기판 및 접착제에 가해지는 응력의 축적이다. 응력은 기판에서의 분자의 배향의 변화를 초래할 것이다. 결과적으로, 광의 경로는 변경될 것이고, 장치로부터의 광은 에지로 안내될 것이고, 결국 이미지의 품질은 저하될 것이다.

[0003] 응력의 축적을 상당히 감소시키거나 또는 제거할 수 있고 광 누출을 피할 수 있는 LOCA를 제공하기 위해 많은 노력이 이루어졌다.

[0004] 예를 들어, US 20130271828 A1에서는 광학 필름, 예를 들어 감압 접착제 (PSA) 필름 및 광학 필름에 인접하여 배치된 제1 액체 광학 투명 접착제 (LOCA)를 포함하는 광학 결합 층을 개시한다. LOCA는 PSA 및 편광자에 가해지는 응력을 완화시키기 위해 사용되었다. 그러나, PSA 및 LOCA를 둘 다 적용하는 두 단계가 필요하므로, 방법은 더 복잡해졌다. 또한, LOCA는 즉시 경화되었고, 포장 동안의 PSA로부터의 응력 및 경화 동안의 LOCA로부터의 응력이 합해질 것이다.

[0005] US 5,795,650 A에서는 베이스 물질 층; 및 감압 접착제 조성물 및 가소제를 함유하는 감압 접착제 층을 포함하는 감압 접착제 시트를 개시하며, 여기서 감압 접착제 층의 감압 접착제 조성물의 주 중합체의 중량-평균 분자량은 600,000 내지 2,000,000이다. 가소제는 편광자 수축으로 인해 응력을 완화시키는 데 효과적인 것으로 여겨진다. 그러나, 편광자 유닛에서 응력 축적을 완화시키는 응력 완화 용량을 갖는 PSA를 사용하는 것은 고온 및 고습 조건에서 기포의 형성 및 성장 및 에지 리프팅을 저지하는 데 불충분한 내구성을 나타낸다.

[0006] US 6,800,366 B2에서는 양의 응력 광학 계수를 갖는 성분을 포함하는 아크릴계 PSA 조성물을 개시한다. 성분을 도입하는 목적은 편광자 및 PSA에서 응력에 의해 야기되는 복굴절을 보상하기 위한 것이었다. 그러나, 열 사이클 동안에 편광자 및 PSA의 구조에서의 복잡한 변화로 인해 보상에 대한 제어가 정확하지 않을 수 있다. 또한, 광 누출을 피할 수 없다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

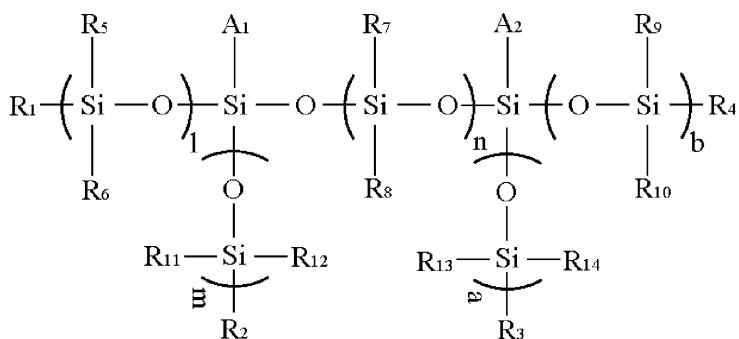
[0007] 그러므로, 고온/고습하에 높은 투과율 및 높은 안정성과 같은 다른 성능을 유지하면서, 응력의 축적 및 광 누출의 문제를 해결할 수 있는 개선된 접착제 조성물을 개발할 필요가 남아 있다.

### 과제의 해결 수단

#### 발명의 요약

[0009] 본 발명의 한 측면은 하기 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산이다.

[0010] <화학식 1>



[0011]

[0012] 상기 식에서:

[0013] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub>는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> 시클로알킬, C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 아르알킬, 및 (메트)아크릴옥시로 이루어진 군으로부터 선택되고, 단 R<sub>1</sub> 내지 R<sub>4</sub> 중 적어도 하나는 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실이고,

[0014] a는 0 내지 1000의 정수이고,

[0015] b는 0 내지 1000의 정수이고,

[0016] l은 0 내지 1000의 정수이고,

[0017] m은 1 내지 1000의 정수이고,

[0018] n은 1 내지 1500의 정수이고,

[0019] A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 하기 화학식 2에 의해 제시되고:

[0020] <화학식 2>

[0021]  $(R_{15})_c(R_{16})_d(R_{17})_eR_{18}$

[0022] 상기 식에서:

[0023]  $R_{15}$ 은  $C_1-C_{20}$  알킬렌이고,

[0024]  $R_{16}$ 은  $C_6-C_{21}$  아릴렌이고,

[0025]  $R_{17}$ 은  $C_1-C_{20}$  알킬렌이고,

[0026]  $R_{18}$ 은 (메트)아크릴옥시이고,

[0027] c는 0 내지 10의 정수이고,

[0028] d는 0 내지 10의 정수이고,

[0029] e는 0 내지 10의 정수이다.

[0030] 또 다른 측면은:

[0031] (1) 실란올-종결된 폴리오르가노실록산을 (메트)아크릴옥시 기를 갖는 알콕시실란으로 말단-캡핑하는 단계;

[0032] (2) 실란올-종결된 폴리오르가노실록산과 반응시킴으로써, 단계 (1)에서 수득된 폴리오르가노실록산의 사슬을 연장시키는 단계; 및

[0033] (3) 단계 (2)에서 수득된 생성물에 함유된 잔류 실란올 기를 말단-캡핑하는 단계

[0034] 를 포함하는, 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산의 제조 방법이다.

[0035] 또 다른 측면은:

[0036] (a) 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산,

[0037] (b) 광개시제,

[0038] (c) 수분 촉매,

[0039] (d) 반응성 가소제, 및

[0040] (e) 임의로는, 수분 가교제

[0041] 를 포함하는, 수분 및 방사선 경화성 조성물이다.

[0042] 또 다른 측면은 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물의 경화된 반응 생성물이다.

[0043] 또 다른 측면은 적어도 하나의 표면 상에 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물 또는 경화된 생성물로 코팅된 코팅 기판이다.

[0044] 또 다른 측면은 디스플레이 패널, 터치 패널 또는 광학 장치를 제조하는 데 있어서의 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산, 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물 또는 경화된 생성물의 용도이다.

[0045] 발명 대상의 다른 특징 및 측면은 하기에 보다 상세하게 언급되어 있다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

#### 상세한 설명

[0047] 본 논의는 단지 예시적인 실시양태의 설명이며, 본 발명의 더 넓은 측면을 제한하고자 함이 아니라는 것이 통상의 기술자에 의해 이해되어야 한다.

[0048] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬"은 모이어티 내에서 탄소 원자들 사이에 단일 결합만을 함유하는 1가 선형 또는 분지형 모이어티를 말하며, 예를 들어 C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>- 또는 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>- 알킬을 포함한다. 그의 예는 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸, 이소부틸, tert-부틸, n-펜틸,

n-헥실, 헵틸, 2,4,4-트리메틸펜틸, 2-에틸헥실, n-옥틸, n-노닐, n-데실, n-운데실, n-도데실, n-헥사데실, n-옥타데실 및 n-에이코실이다.

[0049] 본원에서 사용된 바와 같이, "C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐 기"는 적어도 하나의 불포화기를 포함하는, 2 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 직쇄 또는 분지쇄 탄화수소를 말하며, 예를 들어 C<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>-, C<sub>2</sub>-C<sub>12</sub>-, C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>-, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>-, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>- 또는 C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-알케닐을 포함한다. 전형적인 예는 비닐, 알릴, 1-프로펜-2-일, 1-부텐-4-일, 2-부텐-4-일 및 1-펜텐-5-일과 같은 기이다.

[0050] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실"은 R이 상기 정의된 바와 같은 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-알킬인 -O-R 기를 말하며, 예를 들어 C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>- 또는 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-알콕실을 포함한다.

[0051] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> 아릴"은 단일 고리 (예를 들어, 페닐) 또는 다중 축합 (융합) 고리를 갖는 6 내지 20개의 탄소 원자의 1가 불포화 방향족 카르보시클릭 기를 말하며, 여기서 적어도 하나의 고리는 방향족 (예를 들어, 나프틸, 디히드로페난트레닐, 플루오레닐, 또는 안트릴)이다. 바람직한 예는 페닐, 나프틸, 페난트레닐 등을 포함한다.

[0052] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 알킬아릴"은 7 내지 22개의 탄소 원자 및 알킬 치환기를 갖는 아릴 기를 말하며, 메틸 페닐, 에틸 페닐, 메틸 나프틸, 에틸 나프틸 등을 포함한다.

[0053] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬렌"은 모이어티 내에서 탄소 원자들 사이에 단일 결합만을 함유하는 2가 선형 또는 분지형 모이어티를 말하며, 예를 들어 C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>- 또는 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-알킬렌을 포함한다. 그의 예는 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 이소프로필렌, n-부틸렌, sec-부틸렌, 이소부틸렌, tert-부틸렌, n-펜틸렌, n-헥실렌, n-헵틸렌, 2,4,4-트리메틸펜틸렌, 2-에틸헥실렌, n-옥틸렌, n-노닐렌, n-데실렌, n-운데실렌, n-도데실렌, n-헥사데실렌, n-옥타데실렌 및 n-에이코실렌이다.

[0054] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> 아릴렌"은 단일 고리 (예를 들어, 페닐렌) 또는 다중 축합 (융합) 고리를 갖는 6 내지 20개의 탄소 원자의 2가 불포화 방향족 카르보시클릭 기를 말하며, 여기서 적어도 하나의 고리는 방향족 (예를 들어, 나프틸렌, 디히드로페난트레닐렌, 플루오레닐렌, 또는 안트릴렌)이다. 바람직한 예는 페닐렌, 나프틸렌, 페난트레닐렌 등을 포함한다.

[0055] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "(메트)아크릴옥시 기"는 아크릴옥시 및 메타크릴옥시 기를 모두 나타낸다.

[0056] 본원에서 사용된 바와 같이, 상기 기는 추가로 치환되거나 또는 비치환될 수 있다. 치환되는 경우, 기 상의 수소 원자는 알킬, 알케닐, 알키닐, 시클로알킬, 시클로알케닐, 시클로알키닐, 아릴, 헤테로아릴, 헤테로알리시클릴, 아르알킬, 헤테로아르알킬, (헤테로알리시클릴)알킬, 히드록시, 보호된 히드록실, 알콕시, 아릴옥시, 아실, 에스테르, 메르캅토, 알킬티오, 아릴티오, 시아노, 할로겐, 카르보닐, 티오카르보닐, O-카르바밀, N-카르바밀, O-티오카르바밀, N-티오카르바밀, C-아미도, N-아미도, S-술폰아미도, N-술폰아미도, C-카르복시, 보호된 C-카르복시, 0-카르복시, 이소시아네이토, 티오시아네이토, 이소티오시아네이토, 니트로, 실릴, 술페닐, 술피닐, 술포닐, 할로알킬, 할로알콕시, 트리할로메탄술포닐, 트리할로메탄술폰아미도, 및 일치환된 아미노 및 이치환된 아미노 기를 비롯한 아미노, 및 그의 보호된 유도체로부터 독립적으로 선택된 하나 이상의 기(들)인 치환기(들)에 의해 대체된다. 아릴이 치환되는 경우에, 아릴 기 상의 치환기는 시클로알킬, 시클로알케닐, 시클로알키닐, 및 헤테로시클릴을 비롯하여, 아릴 기에 융합된 비방향족 고리를 형성할 수 있다.

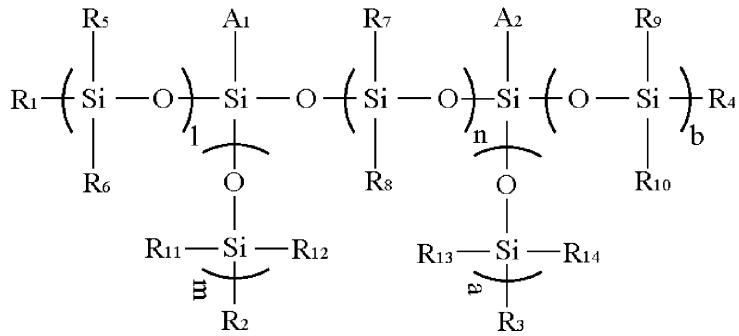
[0057] 모든 백분율, 부 및 비는 달리 명시되지 않는 한, 본 발명의 조성물의 총 중량을 기준으로 한다. 열거된 구성 성분과 관련된 이러한 모든 중량은 활성물 수준을 기준으로 하고, 따라서 상업적으로 입수 가능한 물질에 포함될 수 있는 담체 또는 부산물을 포함하지 않는다.

### 폴리오르가노실록산

[0058] 한 측면에서, 본 개시내용은 일반적으로 하기 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산에 관한 것이다.

[0060]

&lt;화학식 1&gt;



[0061]

[0062]

상기 식에서:

[0063]

R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub>는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> 시클로알킬, C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 아르알킬, 및 (메트)아크릴옥시로 이루어진 군으로부터 선택되고,

[0064]

a는 0 내지 1000의 정수이고,

[0065]

b는 0 내지 1000의 정수이고,

[0066]

1은 0 내지 1000의 정수이고,

[0067]

m은 1 내지 1000의 정수이고,

[0068]

n은 1 내지 1500의 정수이고,

[0069]

A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 하기 화학식 2에 의해 제시되고:

[0070]

&lt;화학식 2&gt;

[0071]

(R<sub>15</sub>)<sub>c</sub>(R<sub>16</sub>)<sub>d</sub>(R<sub>17</sub>)<sub>e</sub>R<sub>18</sub>

[0072]

상기 식에서:

[0073]

R<sub>15</sub>는 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬렌이고,

[0074]

R<sub>16</sub>은 C<sub>6</sub>-C<sub>21</sub> 아릴렌이고,

[0075]

R<sub>17</sub>은 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬렌이고,

[0076]

R<sub>18</sub>은 (메트)아크릴옥시이고,

[0077]

c는 0 내지 10의 정수이고,

[0078]

d는 0 내지 10의 정수이고,

[0079]

e는 0 내지 10의 정수이다.

[0080]

한 실시양태에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub>는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> 시클로알킬, C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 아르알킬, 및 (메트)아크릴옥시로 이루어진 군으로부터 선택되고, 바람직하게는 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>16</sub> 아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택되고, 보다 바람직하게는 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬 또는 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실로부터 선택된다.

[0081]

한 실시양태에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>4</sub> 중 적어도 하나는 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알콕실이고, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> 중 나머지는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>16</sub> 아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>4</sub> 중 적어도 둘은 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실이고, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> 중 나머지는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬 및 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸, 이소부틸, tert-부틸, 펜틸, 헥실,

메톡시, 에톡시, 프로폭시, n-부톡시, sec-부톡시, 이소부톡시, tert-부톡시, n-펜톡시, n-헥속시 등으로부터 선택된다.

[0082] 한 바람직한 실시양태에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>4</sub> 중 적어도 둘은 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실, 바람직하게는 메톡시이고, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> 중 나머지는 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬, 바람직하게는 메틸이다.

[0083] 또 다른 바람직한 실시양태에서, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub>는 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬, 바람직하게는 메틸이다.

[0084] 또 다른 실시양태에서, 지수 a, b, l 및 m은 각각 독립적으로 1 내지 800, 바람직하게는 50 내지 400의 정수이고, n은 1 내지 1200, 바람직하게는 100 내지 800의 정수이다.

[0085] 또 다른 실시양태에서, 하기 화학식 2에 의해 제시된 A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>에 대하여:

[0086] <화학식 2>

[0087] (R<sub>15</sub>)<sub>c</sub>(R<sub>16</sub>)<sub>d</sub>(R<sub>17</sub>)<sub>e</sub>R<sub>18</sub>

[0088] R<sub>15</sub>는 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬렌, 바람직하게는 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 알킬렌, 보다 바람직하게는 메틸렌 또는 에틸렌이다. R<sub>16</sub>은 C<sub>6</sub>-C<sub>9</sub> 알킬렌, 바람직하게는 페닐렌 또는 나프탈렌이다. R<sub>17</sub>은 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬렌, 바람직하게는 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> 알킬렌, 보다 바람직하게는 메틸렌 또는 에틸렌이다. 지수 c는 1 내지 5, 바람직하게는 1 내지 3의 정수이고, d는 0 내지 5, 바람직하게는 0 내지 3의 정수이고, e는 0 내지 5, 바람직하게는 0 내지 3의 정수이다.

[0089] 한 바람직한 실시양태에서, R<sub>15</sub>는 메틸렌이고, a는 3이고, b 및 c는 0이고, 따라서 A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 (메트)아크릴옥시프로필 기, 바람직하게는 아크릴옥시프로필 기이다.

[0090] 또 다른 바람직한 실시양태에서, R<sub>15</sub>는 에틸렌이고, R<sub>16</sub>은 페닐렌이고, R<sub>17</sub>은 메틸렌이고, a, b 및 c는 1이고, 따라서 A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub>는 각각 독립적으로 (메트)아크릴옥시메틸페네틸 기, 바람직하게는 아크릴옥시메틸페네틸 기이다.

[0091] 한 실시양태에서, 본 발명은 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산을 제공하며, 상기 식에서 n = 430, m 및 a = 68, l 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸, R<sub>1</sub> 및 R<sub>4</sub> = 메톡시이다.

[0092] 또 다른 실시양태에서, 본 발명은 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산을 제공하며, 상기 식에서 n, a, 및 m = 190, l 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 메타크릴옥시메틸, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸이다.

[0093] 또 다른 실시양태에서, 본 발명은, 각각 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산의 혼합물을 제공하며, 상기 식에서:

[0094] (i) n = 430, m 및 a = 68, l 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> 및 R<sub>4</sub> = 메톡시, 및 R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸;

[0095] (ii) n = 430, l, m 및 a = 68, b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub> 및 R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸, 및 R<sub>4</sub> = 메톡시; 및

[0096] (iii) n = 430, l, m, a 및 b = 68, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸이다.

[0097] 또 다른 실시양태에서, 본 발명은, 각각 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산의 혼합물을 제공하며, 상기 식에서:

[0098] (i) n = 430, m 및 a = 68, l 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> 및 R<sub>4</sub> = 메톡시, 및 R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸;

[0099] (ii) n = 430, m = 68, a, b 및 l = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> = 메톡시, R<sub>2</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸; 및

[0100] (iii) m 및 n = 430, a = 68, b 및 l = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 아크릴옥시프로필, R<sub>1</sub> 및 R<sub>4</sub> = 메톡시, 및 R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸이다.

[0101] 또 다른 실시양태에서, 본 발명은, 각각 화학식 1에 의해 제시되는 폴리오르가노실록산의 혼합물을 제공하며,

상기 식에서:

[0102] (i) n, a 및 m = 190, l 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 메타크릴옥시메틸, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸;

[0103] (ii) n = 190, m = 190, l, a 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 메타크릴옥시메틸, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>3</sub> 및 R<sub>5</sub> 내지 R<sub>14</sub>, R<sub>4</sub> = 메톡시; 및

[0104] (iii) m 및 n = 190, l, a 및 b = 0, A<sub>1</sub> 및 A<sub>2</sub> = 메타크릴옥시메틸, R<sub>1</sub> 내지 R<sub>14</sub> = 메틸이다.

[0105] 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산의 혼합물은 구조 내에 (메트)아크릴옥시 및 알콕실 기를 모두 포함할 수 있다. 이들 기는 수분 및 광 방사선에 노출될 경우 폴리오르가노실록산이 경화될 수 있게 한다.

### 폴리오르가노실록산의 제조

[0107] 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산은

[0108] (1) 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (1)을 (메트)아크릴옥시 기를 갖는 알콕시실란으로 말단-캡핑하는 단계;

[0109] (2) 폴리오르가노실록산을 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (2)과 반응시킴으로써 단계 (1)에서 수득된 폴리오르가노실록산의 사슬을 연장시키는 단계; 및

[0110] (3) 단계 (2)에서 수득된 생성물에 함유된 잔류 실란올 기를 말단-캡핑하는 단계

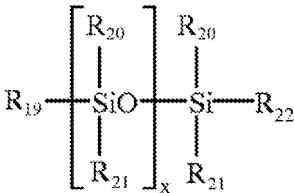
[0111] 를 포함하는 방법에 의해 제조된다.

[0112] 보다 구체적으로, 단계 (1)에서, 원하는 양의 실란올 캡핑이 일어날 때까지 수분의 부재하에 그리고 유기리튬 촉매의 존재하에 교반하면서 반응물을 반응시킨다. 실란올 기 대 알콕시실란의 원하는 당량비는 바람직하게는 약 1:0.95 내지 약 1:1.5, 보다 바람직하게는 약 1:1 내지 약 1:1.2이다.

[0113] 캡핑이 요구되는 수준에 도달한 후에 반응 혼합물에 남아 있는 임의의 휘발성 물질은 감압하에 예를 들어 50°C 내지 100°C의 온화한 가열에 의해 제거될 수 있다. 휘발성 물질의 제거 동안에 불활성 기체를 반응 혼합물에 통과시킬 수 있다.

[0114] 단계 (1)에서 사용된 실란올-종결된 반응물은 사실상 하기 화학식 3 내의 임의의 유용한 실란올-종결된 물질일 수 있다:

[0115] <화학식 3>



[0116]

[0117] 상기 식에서 R<sub>20</sub> 및 R<sub>21</sub>은 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택되고; R<sub>19</sub> 및 R<sub>22</sub>는 히드록실, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>20</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>22</sub> 아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택되고, R<sub>19</sub> 및 R<sub>22</sub> 중 적어도 하나는 히드록실이고; x는 약 1 내지 약 1,200, 예컨대 약 10 내지 약 1,000이다. 단계 (1)에서 실란올-종결된 폴리오르가노실록산은 α, ω-히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 또는 ω-히드록실 종결된 폴리디메틸실록산이다.

[0118] 바람직하게는, R<sub>20</sub> 및 R<sub>21</sub>은 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>16</sub> 아르알킬로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, R<sub>20</sub> 내지 R<sub>21</sub>은 각각 독립적으로 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬 및 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸, 이소부틸, tert-부틸, 펜틸, 헥실, 메톡시, 에톡시, 프로포시, n-부포시, sec-부포시, 이소부포시, tert-부포시, n-펜톡시, n-헥속시 등으로부터 선택된다. 가장 바람직하게는, R<sub>19</sub> 및 R<sub>20</sub>은 둘 다 메틸이다.

[0119] 한 실시양태에서, R<sub>19</sub>는 히드록실이고 R<sub>22</sub>는 C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알킬, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> 알콕실, C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub> 알케닐, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub> 시클로알킬, 및 C<sub>7</sub>-C<sub>16</sub>

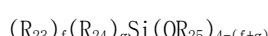
아르알킬, 보다 바람직하게는 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알킬 및 C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> 알콕실, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, n-부틸, sec-부틸, 이소부틸, tert-부틸, 펜틸, 헥실, 메톡시, 에톡시, 프로포시, n-부톡시, sec-부톡시, 이소부톡시, tert-부톡시, n-펜톡시, n-헥속시 등으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 따라서 반응물은 모노실란을-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 모노실란을-종결된 폴리디메틸실록산이다.

[0120] 또 다른 실시양태에서, R<sub>19</sub> 및 R<sub>22</sub>는 둘 다 하드록실이고, 따라서 반응물은 디실란을-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 디실란을-종결된 폴리디메틸실록산이다.

[0121] 단계 (1)의 실란을-종결된 오르가노폴리실록산의 점도는 약 25°C의 온도 (실온)에서, 브룩필드(Brookfield) 점도계를 사용하여 측정된 약 1 cps 내지 약 150,000 cps, 바람직하게는 약 100 cps 내지 약 10,000 cps의 범위내에 있다.

[0122] (메트)아크릴옥시 기를 갖는 알콕시실란은 적어도 2개의 알콕시 기 및 적어도 1개의 (메트)아크릴옥시 기를 함유하는 실란을 포함한다. 보다 구체적으로, (메트)아크릴옥시 기를 갖는 알콕시실란은 하기 화학식 5의 적어도 1종의 화합물을 포함한다.

[0123] <화학식 5>



[0125] 상기 식에서 R<sub>23</sub> 내지 R<sub>25</sub>는 각각 독립적으로 C<sub>1-20</sub> 알킬, C<sub>2-20</sub> 알킬 및 C<sub>6-20</sub> 아릴, 바람직하게는 C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>2-6</sub> 알킬 및 C<sub>6-14</sub> 아릴, 예컨대 메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, 페닐, 비닐, 및 알릴 기로 이루어진 군으로부터 선택된다. R<sub>23</sub> 및 R<sub>24</sub> 중 적어도 하나는 (메트)아크릴옥시 기이고, f는 0, 1 또는 2이고; g는 0, 1 또는 2이고; f+g는 1 또는 2이다.

[0126] 본 발명에서 유용한 (메트)아크릴옥시 기를 갖는 대표적인 알콕시실란은: (γ-아크릴옥시메틸)페네틸트리메톡시실란, (γ-아크릴옥시메틸)트리메톡시실란, (γ-아크릴옥시프로필)메틸비스(트리메틸실록시)실란, (γ-아크릴옥시프로필)메틸디메톡시실란, (γ-아크릴옥시프로필)트리메톡시실란, (γ-아크릴옥시프로필)트리스(트리메틸실록시)실란, (γ-메타크릴옥시프로필)비스(트리메틸실록시)메틸실란, (γ-메타크릴옥시메틸)비스(트리메틸실록시)메틸실란, (γ-메타크릴옥시메틸페네틸)트리스(트리메틸실록시)실란, (γ-메타크릴옥시메틸)트리스(트리메틸실록시)실란, (γ-메타크릴옥시프로필)메틸디메톡시실란, (γ-메타크릴옥시프로필)메틸디에톡시실란, (γ-메타크릴옥시프로필)트리에톡시실란, (γ-메타크릴옥시프로필)트리이소프로포시실란, (γ-메타크릴옥시프로필)트리메톡시실란, (γ-메타크릴옥시프로필)트리스(트리메틸실록시)실란을 포함한다.

[0127] 바람직하게는, (메트)아크릴옥시 기를 갖는 알콕시실란은 (γ-아크릴옥시메틸)페네틸트리메톡시실란, (γ-아크릴옥시프로필)트리메톡시실란, (γ-아크릴옥시메틸)트리메톡시실란, 및 그의 조합으로부터 선택된다.

[0128] 유기리튬 시약은 바람직하게는 알킬 리튬, 예컨대 메틸, n-부틸, sec-부틸, t-부틸, n-헥실, 2-에틸헥실 및 n-옥틸 리튬이다. 다른 유용한 촉매는 페닐 리튬, 비닐 리튬, 리튬 페닐아세틸라이드, 리튬 (트리메틸실릴) 아세틸라이드, 리튬 실라놀레이트 및 리튬 실록사놀레이트를 포함한다. 유기 기는 또한 아민-함유 기, 예컨대 디메틸아민, 디에틸아민, 디이소프로필아민 또는 디시클로헥실아민, 또는 실리콘-함유 기일 수 있다.

[0129] 일반적으로, 반응 혼합물 중 리튬의 양은 단계 (1)의 반응물의 중량을 기준으로 1 ppm 내지 약 1000 ppm, 바람직하게는 약 5 ppm 내지 약 500 ppm, 예컨대 약 8 ppm 내지 약 200 ppm이다.

[0130] 촉매 시스템에서 사용된 유기리튬 촉매의 양은 실란을 기-함유 반응물의 반응성 및 종합성 에틸렌계 불포화 기를 함유한 알콕시실란의 반응성에 좌우된다. 선택되는 양은 통상의 기술자에 의해 쉽게 결정될 수 있다.

[0131] 단계 (1)의 반응은 약 실온 (약 25°C) 내지 약 150°C의 온도에서 수행될 수 있다. 단계가 수행되는 온도는 선택된 특정 반응물, 촉매 시스템의 구성성분들의 정체 및 양 및 반응이 진행될 수 있는 시간의 길이에 좌우된다.

[0132] 단계 (2)에서, 반응 중 생성물의 점도를 모니터링함으로써 원하는 양의 사슬 연장이 일어날 때까지 수분의 부재하에 그리고 유기리튬 촉매의 존재하에 교반하면서 반응물을 반응시킨다. 단계 (1)에서 수득된 폴리오르가노실록산 중 실란을 기 대 알콕시의 원하는 당량비는 바람직하게는 약 1:0.95 내지 약 1:1.5, 보다 바람직하게는 약 1:1 내지 약 1:1.2이다.

- [0133] 사슬 연장이 요구되는 수준에 도달한 후에 반응 혼합물에 남아 있는 임의의 휘발성 물질은 감압하에 예를 들어 50°C 내지 100°C의 온화한 가열에 의해 제거될 수 있다. 휘발성 물질의 제거 동안에 불활성 기체를 반응 혼합물에 통과시킬 수 있다.
- [0134] 단계 (2)에서 사용된 실란올-종결된 반응물은 상기 기재된 바와 같은 화학식 3에 의해 또한 제시될 수 있고 상기 기재된 바와 같은 범위의 점도를 갖는다.
- [0135] 단계 (2)에서 유기리튬 촉매는 단계 (1)에서 사용된 것과 동일한 것일 수 있고, 반응 혼합물 중 리튬의 양은 단계 (2)의 반응물의 중량을 기준으로 1 ppm 내지 약 1000 ppm, 바람직하게는 약 5 ppm 내지 약 500 ppm, 예컨대 약 8 ppm 내지 약 200 ppm이다.
- [0136] 한 바람직한 실시양태에서, 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (1)은 모노실란올-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 모노실란올-종결된 폴리디메틸실록산 ( $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산)이고, 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (2)은 디실란올-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 디실란올-종결된 폴리디메틸실록산 ( $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산)이다.
- [0137] 또 다른 바람직한 실시양태에서, 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (1)은 디실란올-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 디실란올-종결된 폴리디메틸실록산이고, 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (2)은 모노실란올-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 모노실란올-종결된 폴리디메틸실록산이다.
- [0138] 또 다른 바람직한 실시양태에서, 실란올-종결된 폴리오르가노실록산 (1) 및 (2)은 모두 디실란올-종결된 폴리오르가노실록산, 바람직하게는 디실란올-종결된 폴리디메틸실록산이다. 그러므로, 단계 (1)의 말단-캡핑 및 단계 (2)의 사슬 연장은 반응 동안에 동시에 진행된다.
- [0139] 단계 (2)의 반응은 약 실온 (약 25°C) 내지 약 150°C의 온도에서 수행될 수 있다. 단계가 수행되는 온도는 선택된 특정 반응물, 촉매 시스템의 구성성분들의 정체 및 양 및 반응이 진행될 수 있는 시간의 길이에 좌우된다.
- [0140] 단계 (3)에서, 생성물 중 잔류 실란을 기가 말단-캡핑될 때까지 수분의 부재하에 그리고 유기리튬 촉매의 존재 하에 교반하면서 단계 (2)에서 수득된 폴리오르가노실록산에 함유된 잔류 실란을 및 말단-캡핑제를 반응시킨다.
- [0141] 단계 (3)에서 유기리튬 촉매는 단계 (1) 및/또는 (2)에서 사용된 것과 동일한 것일 수 있고, 반응 혼합물 중 리튬의 양은 단계 (2)의 반응물의 중량을 기준으로 1 ppm 내지 약 1000 ppm, 바람직하게는 약 5 ppm 내지 약 500 ppm, 예컨대 약 8 ppm 내지 약 200 ppm이다.
- [0142] 바람직하게는, 단계 (1) 내지 (3)에서 유기리튬 촉매는 동일한 것이고, 예를 들어 n-부틸 리튬이며, 따라서 공정의 단순화를 위해 단계 (1)에서 단계 (1) 내지 (3)를 위한 충분한 양의 유기리튬 촉매를 첨가한다.
- [0143] 반응 후에, 유기리튬 촉매는 이산화탄소와 반응시키고, 탄산리튬으로서 침전시키고 원심분리, 여과 등과 같은 액체-고체 분리 방법에 의해 반응 혼합물로부터 제거할 수 있다.
- [0144] 말단-캡핑제에 대한 특별한 제한은 없다. 말단-캡핑제, 예를 들어 말단-캡핑 관능기를 갖는 실란은 통상의 기술자에게 공지되어 있다. 이들은 임의의 입체적으로 벌기한 라디칼을 함유하지 않고 따라서 폴리오르가노실록산에 함유된 잔류 실란을과 또한 반응할 수 있는 실란이다.
- [0145] 말단-캡핑제로서 사용되는 적합한 실란은, 예를 들어 디메틸디메톡시실란 또는 헥사메틸디실라잔이다.
- [0146] 수분 및 방사선 경화성 조성물**
- [0147] 또 다른 측면에서, 본 발명은 하기 성분들:
- [0148] (a) 본 발명에 따른 폴리오르가노실록산,
- [0149] (b) 광개시제,
- [0150] (c) 수분 촉매,
- [0151] (d) 반응성 가소제, 및
- [0152] (e) 임의로는, 수분 가교제
- [0153] 를 포함하는, 수분 및 방사선 경화성 조성물을 제공한다.
- [0154] 성분 (a)**

- [0155] 상기 기재된 바와 같은 폴리오르가노실록산은 성분들의 총 중량을 기준으로 20 내지 90 중량%, 바람직하게는 30 내지 80 중량%의 양으로 존재한다. 상기 기재된 바와 같은 상이한 폴리오르가노실록산들의 혼합물이 성분 (a)으로서 사용될 수 있다.
- [0156] 성분 (b)
- [0157] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 충분한 UV 방사선을 받을 때 조성물의 방사선 경화, 바람직하게는 UV 경화를 개시하기 위해 광개시제를 추가로 포함한다.
- [0158] 본 발명에 유용한 광개시제에 대한 특별한 제한은 없다. 적합한 광개시제는 유기 퍼옥시드, 아조 화합물, 퀴논, 벤조페논, 니트로소 화합물, 아크릴 할라이드, 히드라존, 메르캅토 화합물, 피릴륨 화합물, 트리아크릴이미다졸, 비스이미다졸, 클로로알킬트리아진, 벤조인 에테르, 벤질 케탈, 티오크산톤, 아세토페논, 아실포스핀 옥시드, 알파 히드록실 케톤, 알파 아미노 케톤, 전술한 화합물의 유도체, 및 그의 혼합물을 포함하나, 이에 제한되지는 않는다.
- [0159] 예시적인 광개시제는 벤질 케탈, 예컨대 2,2-디메톡시-2-페닐 아세토페논 (상표 이르가큐어(Irgacure) 651 하에 시바 스페셜티 케미칼스(Ciba Specialty Chemicals)로부터 입수가능함); 아세토페논 유도체, 예컨대 2,2-디에톡시아세토페논 ("DEAP", 퍼스트 케미칼 코포레이션(First Chemical Corporation)으로부터 입수가능함); 2-히드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온 ("HMPP", 상표 다로큐어(Darocur) 1173 하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함); 1-히드록시-시클로헥실-페닐 케톤 (명칭 이르가큐어 184 하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함); 2-벤질-2-N,N-디메틸아미노-1-(4-모르폴리노페닐)-1-부탄온 (상표 이르가큐어 369 하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함); 2-메틸-1-(4-(메틸티오)페닐)-2-모르폴리노프로판-1-온 (상표 이르가큐어 907 하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함); 또는 아실포스핀 옥시드, 예컨대 2,4,6-트리메틸벤조일 디페닐 포스핀 옥시드 ("TPO", HMPP (이르가큐어 4265로서)와의 50/50 wt% 블렌드로 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함), 비스(2,6-디메톡시벤조일)-2,4,4-트리메틸펜틸포스핀 옥시드 (비율에 따라 이르가큐어 1700으로서 HMPP, 및 이르가큐어 1850 또는 1800으로서 1-히드록시-시클로헥실-페닐-케톤 (또는 HCPK)과의 25/75 wt% 블렌드를 비롯하여 다른 케톤과의 블렌드의 형태로 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함), 또는 비스(2,4,6-트리메틸벤조일)-페닐포스핀 옥시드 (상표 이르가큐어 819 하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 입수가능함)이다.
- [0160] 한 바람직한 실시양태에서, 본 발명에 유용한 광개시제는 2-히드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온, 비스(2,4,6-트리메틸벤조일)-페닐포스핀 옥시드, 1-히드록시-시클로헥실-페닐 케톤, 2,4,6-트리메틸벤조일 디페닐포스핀 옥시드, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, 광개시제는 2-히드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온이다.
- [0161] 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에서, 성분 (b)은 성분들의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 5 중량%, 바람직하게는 1 내지 3 중량%의 양으로 존재한다.
- [0162] 성분 (c)
- [0163] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 수분의 존재하에 조성물의 수분 경화를 개시하는 수분 경화 촉매를 추가로 포함한다.
- [0164] 본 발명의 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에서 전형적으로 사용되는 수분 경화 촉매는 수분 경화를 촉진시키는 데 유용한 것으로 공지된 것들을 포함한다. 촉매는 금속 및 비금속 촉매를 포함한다. 본 발명에 유용한 금속 촉매의 금속 부분의 예는 주석, 티타늄, 지르코늄, 납, 철, 코발트, 안티모니, 망가니즈, 비스무트 및 아연 화합물을 포함한다.
- [0165] 한 실시양태에서, 조성물의 수분 경화를 촉진시키는 데 유용한 주석 화합물은 디메틸디네오데카노에이트주석 (폼레즈(FOMREZ) UL-28 A의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드(Momentive Performance Materials Inc.)로부터 입수가능함), 디부틸주석디라우레이트, 디부틸주석디아세테이트, 디부틸주석디메톡시드, 주석옥토에이트, 이소부틸주석트리세로에이트, 디부틸주석옥시드, 가용화 디부틸 주석 옥시드, 디부틸주석 비스 디이소옥틸프탈레이트, 비스-트리프로포시실릴 디옥틸주석, 디부틸주석 비스-아세틸아세톤, 실릴화 디부틸주석 디옥시드, 카르보메톡시페닐 주석 트리스-우버레이트, 이소부틸주석 트리세로에이트, 디메틸주석 디부티레이트, 디메틸주석 디-네오데카노에이트, 트리에틸주석 타르타레이트, 디부틸주석 디벤조에이트, 주석 올레이트, 주석 나프테네이트, 부틸주석트리-2-에틸헥실헥소에이트, 주석부티레이트, 디옥틸주석 디데실메르캅타이드, 비스 (네오데카노일옥시)디옥틸스탄난, 디메틸비스(올레오일옥시)스탄난을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

- [0166] 한 바람직한 실시양태에서, 수분 경화 촉매는 디메틸디네오데카노에이트주석 (폼레즈 UL-28의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드로부터 입수가능함), 디옥틸주석 디데실메르캅타이드 (폼레즈 UL-32의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드로부터 입수가능함), 비스(네오데카노일옥시)디옥틸스탄난 (폼레즈 UL-38의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드로부터 입수가능함), 디메틸비스(올레오일옥시)스탄난 (폼레즈 UL-50의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드로부터 입수가능함), 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, 수분 경화 촉매는 디메틸디네오데카노에이트주석이다.
- [0167] 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에서, 성분 (c)은 모든 성분들의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 0.5 중량%, 바람직하게는 0.1 내지 0.3 중량%의 양으로 존재한다.
- [0168] 성분 (d)
- [0169] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 반응성 가소제를 추가로 포함할 수 있다.
- [0170] 본원에서 사용된 바와 같이, 용어 "반응성 가소제"는 그의 말단 또는 주쇄에 반응성 실리콘 기를 갖는 고분자량 가소제를 말하며, 폴리오르가노실록산과 반응하고 경화 동안에 가교 네트워크 중에 존재한다.
- [0171] 본 발명에 유용한 반응성 가소제에 대한 특별한 제한은 없다. 한 적합한 예는 모노(메트)아크릴옥시 종결된 선형 폴리오르가노실록산 단독종합체이며, 이것은, 예를 들어 US 6140444 A (그의 내용은 그 전체가 참조로 포함됨)에 개시된 바와 같이, 관련 기술분야에 공지된 통상적인 방법에 의해 제조될 수 있다. 구체적으로, 모노(메트)아크릴옥시 종결된 폴리오르가노실록산 단독종합체는 ((메트)아크릴옥시메틸)페네틸, (메트)아크릴옥시메틸, 및 (메트)아크릴옥시프록실 기에 의해 종결된 선형 폴리디메틸실록산으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 구체적으로, 반응성 가소제로서 사용되는 폴리오르가노실록산 단독종합체는 (메트)아크릴옥시 및 C<sub>1</sub> 내지 C<sub>20</sub> 알콕시, 바람직하게는 C<sub>1</sub> 내지 C<sub>6</sub> 알콕시, 보다 바람직하게는 메틸에 의해 모두 종결된다.
- [0172] 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물에서, 성분 (d)은 성분들의 총 중량을 기준으로 10 내지 60 중량%, 바람직하게는 15 내지 50 중량%의 양으로 존재한다.
- [0173] 성분 (e)
- [0174] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 수분 가교제를 임의로 포함할 수 있다.
- [0175] 예시적인 수분 가교제는 비닐트리클로로실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, β-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필트리메톡시실란, γ-글리시독시프로필메틸디에톡시실란, γ-글리시독시프로필트리에톡시실란, γ-메타크릴옥시프로필메틸디메톡시실란, p-스티릴트리메톡시실란, γ-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란, γ-메타크릴옥시프로필메틸디에톡시실란, γ-메타크릴옥시프로필트리에톡시실란, γ-아크릴옥시프로필트리메톡시실란, N-(β-아미노에틸)-γ-아미노프로필메틸디메톡시실란, N-(β-아미노에틸)-γ-아미노프로필트리메톡시실란, N-(β-아미노에틸)-γ-아미노프로필트리에톡시실란, γ-아미노프로필트리메톡시실란, γ-아미노프로필트리에톡시실란, N-페닐-γ-아미노프로필트리메톡시실란, N-2-(아미노에틸)-γ-아미노프로필트리에톡시실란, γ-메르캅토프로필트리메톡시실란, γ-메르캅토프로필트리에톡시실란, 메르캅토페닐트리메톡시실란, 디메톡시-3-메르캅토프로필메틸실란, 2-(2-아미노에틸티오에틸)디에톡시메틸실란, 3-(2-아세톡시에틸티오프로필)디메톡시메틸실란, 2-(2-아미노에틸티오에틸)트리에톡시실란, 디메톡시메틸-3-(3-페녹시프로필티오프로필)실란, 비스(트리에톡시실릴프로필)디술피드, 비스(트리에톡시실릴프로필)테트라술피드, 1,4-비스(트리에톡시실릴)벤젠, 비스(트리에톡시실릴)에탄, 1,6-비스(트리메톡시실릴)헥산, 1,8-비스(트리에톡시실릴)옥탄, 1,2-비스(트리메톡시실릴)데칸, 비스(트리에톡시실릴프로필)아민, 비스(트리메톡시실릴프로필)우레아, 트리스-(3-트리메톡시실릴프로필)이소시아누레이트, γ-클로로프로필트리메톡시실란, γ-우레이도프로필트리에톡시실란, 트리메틸실란올, 디페닐실란디올, 트리페닐실란올, γ-트리에톡시실릴프로필(메트)아크릴레이트, 및 헥실트리메톡시실란이다.
- [0176] 바람직하게는, 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 수분 가교제를 함유하고, 비닐트리메톡시실란, 1,6-비스(트리메톡시실릴)헥산, 1,8-비스(트리메톡시실릴)옥탄, γ-(메트)아크릴옥시프로필트리메톡시실란, 및 그의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, 수분 가교제는 다이나실란(Dynasylan) VTM0의 상표명하에 에보니크(Evonik)로부터 입수가능한 비닐트리메톡시실란이다.
- [0177] 성분 (e)은 모든 성분들의 총 중량을 기준으로 1 내지 5 중량%, 바람직하게는 0.1 내지 3 중량%의 양으로 존재

한다.

#### [0178] 다른 성분

[0179] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 실란트 조성물의 특성, 예컨대 경화된 생성물의 유동성, 분배 특성, 저장 안정성, 경화 특성 및 물리적 특성을 개선 또는 변경하기 위해 1종 이상의 임의적인 첨가제, 수지 성분 등을 추가로 포함할 수 있다.

[0180] 필요한 경우 실란트 조성물에 함유될 수 있는 성분은, 예를 들어 사슬 연장제, 유기 또는 무기 충전제, 요변성제, 희석제, 개질제, 착색제, 예컨대 안료 및 염료, 보존제, 안정화제, 가소제, 윤활제, 소포제, 레벨링제 등을 포함하나, 이에 제한되지는 않는다.

[0181] 본 발명에서 유용한 적합한 사슬 연장제는 메톡시, 에톡시, 트리에톡시실릴에틸 종결된 폴리디메틸실록산 등을 포함하나, 이에 제한되지는 않는다. 예시적인 사슬 연장제는 메톡시 종결된 폴리디메틸실록산, 예컨대 DMS-XM11 (펜실베이니아주 모리스빌 소재 젤레스트 인코포레이티드(Gelest, Inc.)로부터 입수가능함), 디메톡시(에폭시프로폭시프로필) 종결된 폴리디메틸실록산, 예컨대 DMS-EX21 (펜실베이니아주 모리스빌 소재 젤레스트 인코포레이티드로부터 입수가능함), 에톡시 종결된 디메틸실록산, 예컨대 DMS-XE11 (펜실베이니아주 모리스빌 소재 젤레스트 인코포레이티드로부터 입수가능함), 및 트리에톡시실릴에틸 종결된 폴리디메틸실록산, 예컨대 DMS XT11 (펜실베이니아주 모리스빌 소재 젤레스트 인코포레이티드로부터 입수가능함)이다.

[0182] 존재하는 경우, 성분 (e)은 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물의 모든 성분들의 총 중량을 기준으로 5 내지 30 중량%, 바람직하게는 10 내지 20 중량%의 양으로 존재한다.

[0183] 본 발명에서 임의로 사용될 수 있는, 적합한 충전제는 무기 충전제, 예컨대 실리카, 규조토, 알루미나, 산화아연, 산화철, 산화마그네슘, 산화주석, 산화티타늄, 수산화마그네슘, 수산화알루미늄, 탄산마그네슘, 황산바륨, 석고, 규산칼슘, 활석, 유리 비드, 세리사이트 활성화 화이트 어스, 벤토나이트, 질화알루미늄, 질화규소 등; 유기 충전제, 예컨대 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리에틸 메타크릴레이트, 폴리프로필 메타크릴레이트, 폴리부틸 메타크릴레이트, 폴리 아크릴로니트릴, 폴리스티렌, 폴리부타디엔, 폴리펜타디엔, 폴리이소프렌, 폴리이소프로필렌 등을 포함하나, 이에 제한되지는 않는다. 충전제는 단독으로 또는 그의 조합으로 사용될 수 있다.

[0184] 본 발명에서 임의로 사용될 수 있는, 적합한 요변성제는 활석, 흠풀 실리카, 초미세 표면-처리된 탄산칼슘, 미세 미립자 알루미나, 판상 알루미나; 충상 화합물, 예컨대 몬모릴로나이트, 침상 화합물, 예컨대 봉산알루미늄 휘스커 등을 포함하나, 이에 제한되지는 않는다. 활석, 흠풀 실리카 및 미세 알루미나가 바람직한 요변성제이다.

[0185] 한 실시양태에서, 본 발명은

[0186] 20 내지 90 중량%, 바람직하게는 30 내지 80 중량%의 성분 (a);

[0187] 0.1 내지 5 중량%, 바람직하게는 1 내지 3 중량%의 성분 (b);

[0188] 0.1 내지 0.5 중량%, 바람직하게는 0.1 내지 0.3 중량%의 성분 (c);

[0189] 10 내지 60 중량%, 바람직하게는 15 내지 50 중량%의 성분 (d);

[0190] 1 내지 5 중량%, 바람직하게는 1 내지 3 중량%의 성분 (e); 및

[0191] 5 내지 30 중량%, 바람직하게는 10 내지 20 중량%의 사슬 연장제

[0192] 를 포함하고,

[0193] 여기서, 중량%는 모든 성분들의 총 중량을 기준으로 한 것인,

[0194] 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물을 제공한다.

[0195] 본 발명의 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 액체 형태로 존재하고, 조성물의 브룩필드 점도는 25°C에서 바람직하게는 약 50 cps 내지 약 40,000 cps이다. 이러한 범위의 점도의 액체 접착제 조성물은 양호한 유동 특성을 갖고 이는 기판 상에 적용 또는 주입되는 것을 용이하게 한다. 여기서 브룩필드 점도는 ASTM D1084-1997에 따라 25°C에서 스픈들을 포함한 브룩필드 회전 점도계 (디지털 브룩필드 점도계, DV-II+, 미국 브룩필드로부터 입수가능함)를 사용함으로써 측정된다. 시험하기 위한 스픈들의 선택은 접착제 조성물의 점도 수준에 좌우될 것이다.

[0196] 본 발명의 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 명확한 외관을 갖고, 방사선 및 수분에 의한 경화 후에 명확한 외관 및 우수한 광학 특성, 예를 들어 95% 초과의 광 투과율, 및 1% 미만의 탁도를 유지한다.

#### 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물의 제조

[0198] 기계 교반기, 응축기, 온도계, 가열 맨틀, 질소 유입구, 및 첨가 칼대기가 장착된 혼합기에 성분 (a) 및 (d)을 충전하고, 80°C까지 가열하였다. 120 rpm에서 진공하에 3시간 동안 내용물을 혼합하고, 이어서 진공하에 실온으로 냉각시켰다. 이어서 진공하에 혼합기에 성분 (c), (d), (e) 및/또는 사슬 연장제를 첨가하였다. 모든 성분들을 위한 1시간의 혼합 후에 질소로 진공을 깼다.

#### 기판의 결합 방법

[0200] 본 발명의 또 다른 측면은

[0201] (i) 결합될 기판 상에 본 발명에 따른 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물을 적용하고;

[0202] (ii) 결합될 기판을 라미네이팅 또는 적층하여 조립체를 형성하고;

[0203] (iii) 조립체를 광 조사하고;

[0204] (iv) 실온하에 조립체를 두는 것

[0205] 을 포함하는, 기판의 결합 방법을 제공한다.

[0206] 구체적으로, 본 발명에 따른 접착제 조성물은 자동 분배 시스템에 의해 미리 결정된 경로를 따라 기판의 표면 상에 압력하에 코팅될 수 있다. 후속적으로, 또 다른 기판은 접착제 상에 라미네이팅되고, 두 기판 사이의 높이 차는 디스펜서, 예를 들어 이이누마-게이지 엠에프지 리미티드(IINUMA-GAUGE MFG LTD)에 의해 제조된 디스펜서 KAR03에 의해 제어된다. 접착제가 전체 결합 영역에 자가-레벨링된 후, 경화를 위해 상부에서부터 하부로 광 조사가 수행된다. 본원에서는 광 조사를 위해 광원(예컨대 자외선 및 가시광선) 및 고 에너지선(예컨대 전자빔,  $\alpha$ -선,  $\gamma$ -선 및 X-선)이 사용될 수 있고, 약 200 nm 내지 약 400 nm의 광장 범위의 자외선이 바람직하다. 에너지 선량은 3000 mJ/cm<sup>2</sup> 이상이고, 전력 밀도는 약 100 mW/cm<sup>2</sup>이다. 사용된 UV 램프는, 예컨대 록타이트(Locite) UVALOC 1000일 수 있고, 조사 시간은 일반적으로 약 5 s 내지 약 30 s일 수 있다. 주변 영역이 불투명한 부분 내에 있으므로, UV 조사에 의해 경화될 수 없다. 추가 장비 및 처리의 어떠한 필요 없이, 본 접착제 조성물의 수분-경화성 특성에 따라, 결합된 부분은 실온에서 약 24시간 동안 상기 부분을 보관함으로써 완전히 경화될 수 있다.

#### 경화된 접착제 생성물

[0208] 본 발명의 또 다른 측면은 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물로부터 제조된 경화된 접착제 생성물을 또한 제공한다.

[0209] 놀랍게도, 본 발명에 따른 접착제 조성물의 경화된 접착제 생성물은 매우 연성이고 특히 고온 및 고습하에 양호한 안정성 및 높은 투명도를 비롯한 우수한 특성을 유지하면서, 더 낮은 쇼어(Shore) 00 경도 및 개선된 신율을 나타냈다. 그러므로, 경화된 접착제 생성물은 디스플레이 패널, 터치 패널 및 광학 장치에서 사용되기에 적합하고, 수축을 상당히 감소시키고, 광 누출을 야기하는 것으로 알려진, 기판에서의 응력 축적을 흡수할 수 있다.

[0210] 한 실시양태에서, 조성물의 경화된 반응 생성물은 ASTM D2240에 따라 측정시, 25°C에서, 경화로부터 7일 후에, 0 내지 50, 바람직하게는 15 내지 45의 쇼어 00 경도를 갖는다.

[0211] 또 다른 실시양태에서, 조성물의 경화된 반응 생성물은 ASTM D412에 따라 측정시, 25°C에서, 경화로부터 7일 후에, 100% 내지 400%, 바람직하게는 150% 내지 350%의 신율을 갖는다.

#### 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물의 용도

[0213] 본 발명의 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은, 특히 디스플레이 패널, 터치 패널 및 광학 장치의 제조시 여러 요소들을 결합 또는 라미네이팅하기 위한, 핸드헬드 장치 및 디스플레이(HHDD)용 액체 광학 투명 접착제(LOCA)로서 사용될 수 있다.

[0214] 예를 들어, 본 발명의 수분 및 방사선 경화성 접착제 조성물은 투명 기판을 또 다른 투명 기판과 결합 또는 라미네이팅하거나, 또는 투명 기판을 불투명 기판과 결합 또는 라미네이팅하는 데 사용될 수 있다. 투명 기판은 유리 및 투명 플라스틱 등을 포함하고, 불투명 기판은 금속, 불투명 플라스틱, 세라믹, 스톤, 가죽, 목재 등을

포함한다. 플라스틱은 예를 들어 폴리(메틸 메타크릴레이트) (PMMA), 폴리카르보네이트 (PC) 또는 폴리에스테르 (PET) 등일 수 있다.

[0215] 하기 실시예는 통상의 기술자가 본 발명을 보다 잘 이해하고 실시하도록 돋기 위한 것이다. 본 발명의 범주는 실시예에 의해 제한되는 것이 아니라 첨부된 청구범위에서 정의된다. 모든 부 및 백분율은 달리 명시되지 않는 한 중량을 기준으로 한다.

#### 실시예

##### **CE-APDMST-1 PDMS의 합성**

기계 교반기, 가열 맨틀, 분사튜브 및 온도계가 장착된 5 리터, 4-구 환자 플라스크에 350 g의  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (100 cps의 점도를 가짐, MOH 100의 상표명하에 에이비 스페셜티 실리콘즈(AB Specialty Silicones)로부터 상업적으로 입수가능함)을 충전시켰다. 유체를 60°C의 온도로 가열하고, 30분의 기간 동안 질소를 분사한 후 또 다른 30분 동안 진공을 가해 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로 3-아크릴옥시프로필트리메톡시실란 ("APTMS", 15.56 g, 젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 0.12 mL, 시그마-알드리치(Sigma-Aldrich)로부터 상업적으로 입수가능함)을 반응기에 첨가하였다. 60°C의 온도에서 진공하에 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다.

이어서 반응기에 2187.5 g의  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (6000 cps의 점도를 가짐, 마실(Masil) SFR 6000의 상표명하에 에메랄드 퍼포먼스 머티리얼스(Emerald Performance Materials)로부터 상업적으로 입수 가능함)을 질소 보호하에 충전시켰다. 유체를 진공하에 60°C의 온도로 가열하고 60분의 기간 동안 유지시켰다. 디메틸디메톡시실란 (10.5 g, 젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함)을 질소 보호하에 반응기에 서서히 첨가하고, 60°C에서 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다. 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하였다. 혼합물을 진공 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하였다. 최종 생성물 (CE-APDMST-1 PDMS로서 표기됨)은:

(i)  $n = 430$ ,  $m$  및  $a = 68$ ,  $l$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  및  $R_4 =$  메톡시, 및  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸 (혼합물의 >80 중량%);

(ii)  $n = 430$ ,  $l$ ,  $m$  및  $a = 68$ ,  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  내지  $R_3$  및  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸, 및  $R_4 =$  메톡시 (혼합물의 약 5 중량%); 및

(iii)  $n = 430$ ,  $l$ ,  $m$ ,  $a$  및  $b = 68$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_1$  내지  $R_{14} =$  메틸 (혼합물의 <5 중량%)

[0223] 인, 화학식 1에 의해 제시되는 사슬-연장된 아크릴옥시프로필디메톡시실릴-종결된 PDMS (폴리디메틸실록산)의 혼합물이었다.

##### **CE-APDMST-2 PDMS의 합성**

기계 교반기, 가열/냉각 재킷이 장착된 1 갤런 반응기에 1500 g (79.0%)의  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (6000 cps의 점도를 가짐, 마실 SFR 6000의 상표명하에 에메랄드 퍼포먼스 머티리얼스로부터 상업적으로 입수 가능함)을 충전시켰다. 유체를 80°C의 온도로 가열하고 60분 동안 진공을 적용하여 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로 APTMS (11.69 g, 0.92%, 젤레스트로부터 상업적으로 입수 가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 1.21 mL, 0.042%, 시그마-알드리치로부터 상업적으로 입수 가능함)을 반응기에 첨가하였다. 60°C의 온도에서 진공하에 1.5시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다.

이어서 반응기에 312 g (16.43%)의  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (100 cps의 점도를 가짐, MOH 100의 상표명하에 에이비 스페셜티 실리콘즈로부터 상업적으로 입수 가능함)을 질소 보호하에 충전시켰다. 60°C의 온도에서 진공하에 2.5시간 동안 혼합물을 유지하였다. 75 g (5.92%)의 디메틸디메톡시실란 (젤레스트로부터 상업적으로 입수 가능함)을 질소 보호하에 반응기에 서서히 첨가하고, 60°C에서 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다. 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하였다. 혼합물을 진공 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하였다. 최종 생성물 (CE-APDMST-2 PDMS로서 표기됨)은:

(i)  $n = 430$ ,  $m$  및  $a = 68$ ,  $l$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2 =$  아크릴옥시프로필,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_5$  내지  $R_{14} =$  메틸,  $R_1$  및  $R_4 =$  메톡시 (혼합물의 >70 중량%);

- [0228] (ii)  $n = 430$ ,  $m = 68$ ,  $a$ ,  $b$  및  $l = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2$  = 아크릴옥시프로필,  $R_1$  = 메톡시,  $R_2$  내지  $R_{14}$  = 메틸; 및
- [0229] (iii)  $m$  및  $n = 430$ ,  $a = 68$ ,  $b$  및  $l = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2$  = 아크릴옥시프로필,  $R_1$  및  $R_4$  = 메톡시,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_5$  내지  $R_{14}$  = 메틸
- [0230] 인, 화학식 1에 의해 제시되는 사슬-연장된 아크릴옥시프로필디메톡시실릴-종결된 PDMS의 혼합물이었다.
- [0231] **CE-APDMST-3 PDMS의 합성**
- [0232] 기계 교반기, 가열/냉각 재킷이 장착된 2 갤런 반응기에 4483.5 g (97.95%)의  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (750 cps의 점도를 가짐, 마실 SFR 750의 상표명하에 에메랄드 퍼포먼스 머티리얼스로부터 상업적으로 입수가능함)을 충전시켰다. 유체를 80°C의 온도로 가열하고 60분 동안 진공을 적용하여 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로 메타크릴옥시메틸메틸디메톡시실란 (45.77 g, 1.0%, XL-32의 상표명하에 바커(Wacker)로부터 상업적으로 입수가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 3.52 mL, 0.05%, 젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함)을 반응기에 첨가하였다. 50°C의 온도에서 진공하에 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다.
- [0233] 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하고, 이후에 30분간 진공을 적용하여 휘발성 성분을 제거하였다. 45.77 g (1%)의 헥사메틸디실라잔 (젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함)을 질소 보호하에 반응기에 서서히 첨가하고, 혼합물을 120°C까지 가열하고 6시간의 기간 동안 유지하였다. 진공하에 120°C에서 2시간 동안 혼합물을 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하고, 이어서 실온으로 냉각시켰다. 최종 생성물 (CE-APDMST-3 PDMS로서 표기됨)은:
- [0234] (i)  $n$ ,  $a$  및  $m = 190$ ,  $l$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2$  = 메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_{14}$  = 메틸 (혼합물의 약 80 중량%);
- [0235] (ii)  $n = 190$ ,  $m = 190$ ,  $l$ ,  $a$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2$  = 메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_3$  및  $R_5$  내지  $R_{14}$  = 메틸, 및  $R_4$  = 메톡시; 및
- [0236] (iii)  $m$  및  $n = 190$ ,  $l$ ,  $a$  및  $b = 0$ ,  $A_1$  및  $A_2$  = 메타크릴옥시메틸,  $R_1$  내지  $R_{14}$  = 메틸
- [0237] 인, 화학식 1에 의해 제시되는 사슬-연장된 메타크릴옥시메틸디메틸실릴-종결된 PDMS의 혼합물이었다.
- [0238] **DMA-6000의 합성**
- [0239] 기계 교반기, 가열/냉각 재킷이 장착된 2 갤런 반응기에 4932.5 g의  $\alpha$ ,  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (6000 cps의 점도를 가짐, 마실 SFR 6000의 상표명하에 에메랄드 퍼포먼스 머티리얼스로부터 상업적으로 입수가능함)을 충전시켰다. 유체를 50°C의 온도로 가열하고 60분 동안 진공을 적용하여 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로 APTMS (65 g, 젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 3.9 mL, 시그마-알드리치로부터 상업적으로 입수가능함)을 반응기에 첨가하였다. 50°C의 온도에서 진공하에 4시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다. 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하였다. 혼합물을 진공 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하였다. 최종 생성물은 디아크릴옥시프로필디메톡시실릴-종결된 선형 PDMS 단독중합체이고, DMA-6000으로서 표기되며, 비교 실시예에서 사용되었다.
- [0240] **반응성 가소제의 합성**
- [0241] 기계 교반기, 가열 맨틀, 분사 튜브 및 온도계가 장착된 5 리터, 4-구 환저 플라스크에 2425 g의  $\omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (1000 cps의 점도를 가짐, MOH 1000의 상표명하에 에이비 스페셜티 실리콘즈로부터 상업적으로 입수가능함)을 충전시켰다. 유체를 60°C의 온도로 가열하고, 30분의 기간 동안 질소를 분사한 후 또 다른 30분 동안 진공을 가해 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로  $\gamma$ -아크릴옥시프로필트리메톡시실란 ("APTMS", 36 g, 젤레스트로부터 상업적으로 입수가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 1.89 mL, 시그마-알드리치로부터 상업적으로 입수가능함)을 반응기에 첨가하였다. 60°C의 온도에서 진공하에 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다. 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하였다. 혼합물을 진공 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하였다. 최종 생성물은 모노아크릴옥시프로필디메톡시실릴-종결된 선형 PDMS이고, 표 1에 나타낸 바와 같이 접착제 조성물에서 반응성 가소제로서 사용되었다.

[0242] **사슬 연장제의 합성**

[0243] 기계 교반기, 가열/냉각 재킷이 장착된 2 갤런 반응기에 4400 g의  $\alpha, \omega$ -히드록실 종결된 폴리디메틸실록산 (70 cps의 점도를 가짐, 마실 SFR 70의 상표명하에 에메랄드 퍼포먼스 머티리얼스로부터 상업적으로 입수 가능함)을 충전시켰다. 유체를 60°C의 온도로 가열하고 60분 동안 진공을 적용하여 임의의 휘발성 성분, 예컨대 물 및 이산화탄소를 제거하였다. 연속적으로 디메틸디메톡시실란 (320 g, 젤레스트로부터 상업적으로 입수 가능함) 및 헥산 용액 중 n-부틸 리튬 (1.6M; 3.64 mL, 시그마-알드리치로부터 상업적으로 입수 가능함)을 반응기에 첨가하였다. 60°C의 온도에서 질소 보호하에 3시간의 기간 동안 혼합물을 유지하였다. 이어서 드라이 아이스 (1 g)를 반응 혼합물에 첨가하여 촉매를 켄칭하였다. 혼합물을 진공 스트리핑하여 휘발성 성분을 제거하였다. 최종 생성물은 실시예에서 사슬 연장제로서 사용될 것이다.

[0244] 상기-언급된 제조 방법 이후에, 본 발명에 따른 접착제 조성물이 수득되었다. 성분들의 명칭 및 양은 표 1에 기재되어 있다.

[0245] 표 1. 실시예 A 내지 G (Ex. A 내지 Ex. G)의 조성물

성분	양 (wt%)						
	Ex. A	Ex. B	Ex. C	Ex. D	Ex. E	Ex. F	Ex. G 비교 예
CE-APDMST-1 PDMS	65.0	60.0	58.0	-	-	-	-
CE-APDMST-2 PDMS	-	-	-	36.0	48.0	-	-
CE-APDMST-3 PDMS	-	-	-	-	-	80.0	-
DMA-6000	-	-	-	-	-	-	95.8
광개시제 <sup>1</sup>	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
수분 촉매 <sup>2</sup>	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
반응성 가소제	20.8	15.8	27.8	49.8	27.8	15.8	-
사슬 연장제 <sup>3</sup>	10	20	10	10	20	-	-
수분 가교제 <sup>4</sup>	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0

[0246]

[0247] <sup>1</sup> 광개시제: 2-히드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온, 다로큐어 1173의 상표명하에 시바 스페셜티 케미칼스로부터 상업적으로 입수 가능함.

[0248] <sup>2</sup> 수분 촉매: 디메틸디네오데카노에이트주석, 폼레즈 UL-28의 상표명하에 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 인코포레이티드로부터 상업적으로 입수 가능함.

[0249] <sup>3</sup> 사슬 연장제: 상기와 같이 합성된 메톡시 기로 말단-캡핑된 선형 구조화 PDMS.

[0250] <sup>4</sup> 수분 가교제: 다이나실란 VTM0의 상표명하에 에보니크로부터 입수 가능한 비닐트리메톡시실란.

[0251] 시험을 위해, 모든 성분들 (총량 약 50 그램을 가짐)을 플라스틱 병에 첨가하고 이것을 이어서 매번 스피드 혼합기에서 3000 rpm에서 30초 동안 3번 스패닝하였다. 각 면에 폴리에틸렌 막 및 유리 조각을 가진 6인치 x 6인치 금속 프레임에 32 그램의 물질을 붓고, 그 다음에 75 mW/cm<sup>2</sup>에서 UVA 강도로 양 면으로부터 60초 UV 노출을 수행하였다. 폴리에틸렌 막을 벗기고 이어서 시험할 경화된 생성물을 25 °C, 50% 상대 습도 챔버 속에서 7일 동안 보관하였다.

[0252] 표 1의 조성물의 경화된 생성물의 ASTM D2240에 따른 경도 및 ASTM D412에 따른 신율은 표 2에 기재되어 있다.

[0253]

표 2. 실시예의 시험 결과

시험	결과						
	Ex. A	Ex. B	Ex. C	Ex. D	Ex. E	Ex. F	Ex. G 비교 예
쇼어 00 경도	35	25	27	25	31	40	68
신율 (%)	200	310	250	210	200	340	75
25°C에서 7일 후							

[0254]

표 1에 나타낸 바와 같이, 실시예 A 내지 F는 본 발명에 따른 사슬 연장된 폴리오르가노실록산을 갖는 접착제 조성물의 본 발명의 실시예이다. 실시예 G만 1종의 디(메트)아크릴옥시 종결된 선형 폴리오르가노실록산 단독 중합체를 포함하고 통상적인 접착제 배합물의 전형적인 예인 비교 실시예로서 기재되었다.

[0256]

표 2에 나타낸 바와 같이, 실시예 A 내지 F의 경화된 생성물의 쇼어 00 경도 결과는 25 내지 40의 범위 내에 있고, 이것은 통상적인 UV 및 수분 경화 실리콘 기재 접착제, 예를 들어 실시예 G의 범위 (50 내지 70)보다 상당히 낮았다.

[0257]

또한 실시예 A 내지 F의 경화된 생성물의 신율 결과는 실시예 G의 것보다 훨씬 크다는 것이 표 2에서 분명하였고, 이것은 본 발명의 접착제 조성물이 통상적인 배합물보다 훨씬 연성인 것을 나타낸다.

[0258]

이러한 우수한 결과는 폴리오르가노실록산의 중합체 사슬 상의 가교가능한 관능성 기의 제어가 경화된 생성물의 연성 및 신율의 개선을 가져온다는 가정에 기인한 것으로 여겨진다. 따라서, 조립 동안에 기판에서 축적된 응력 및 광 누출은 본 발명의 접착제에 의해 대부분 흡수되고 감소될 수 있다.

[0259]

계다가, 시험 동안에, 본 발명의 접착제는 상이한 기관에 대한 양호한 접착력, 양호한 투과율, 실온, 고온 및 고습하의 양호한 안정성을 비롯한 특성을 또한 나타냈다.