



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

**ESPAÑA** 



11) Número de publicación: 2 787 001

51 Int. Cl.:

**C09J 175/16** (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.12.2016 E 16202265 (1)
 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 26.02.2020 EP 3330338

(54) Título: Composición adhesiva líquida, lámina adhesiva y método de unión adhesiva

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **14.10.2020** 

(73) Titular/es:

HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%) Henkelstrasse 67 40589 Düsseldorf, DE

(72) Inventor/es:

SAWANOBORI, JUNICHI

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge** 

### **DESCRIPCIÓN**

Composición adhesiva líquida, lámina adhesiva y método de unión adhesiva

### 5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una composición útil como adhesivo líquido, y a una lámina adhesiva y un método de unión adhesiva.

#### 10 Estado de la técnica

Los adhesivos ópticamente transparentes, en particular los adhesivos líquidos ópticamente transparentes, se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones en pantallas ópticas. La unión óptica en aplicaciones de pantallas se utiliza, por ejemplo, para unir películas flexibles, tales como polarizadores y retardadores, a elementos ópticos, tales como paneles de visualización, placas de vidrio, paneles táctiles, difusores, compensadores rígidos y calentadores. En particular, el uso de adhesivos ópticamente transparentes para la unión en pantallas táctiles, tales como pantallas táctiles capacitivas, es de gran interés. Dado que el desarrollo continuo de nuevos productos de pantallas electrónicas, tales como dispositivos de lectura inalámbricos, aumenta la demanda de adhesivos ópticamente transparentes, la importancia de los adhesivos ópticamente transparentes sigue creciendo.

20

15

La aplicación de pantallas ópticas también se está diversificando cada vez más. Se han propuesto nuevas aplicaciones, tales como aplicaciones para exteriores y portátiles.

Como tal composición adhesiva líquida óptica, el documento EP 2 522 706A divulga una composición que, cuando se cura, tiene un esqueleto principal formado por una resina acrílica. Cuando el esqueleto principal está formado por una resina acrílica, se puede proporcionar un alto grado de resistencia de unión a la superficie de la película de PET o similar.

Sin embargo, en aplicaciones específicas, las composiciones adhesivas curadas deben tener un módulo de almacenamiento relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas. Sin embargo, ha sido difícil impartir esta propiedad física a una composición adhesiva líquida óptica convencional que, cuando se cura, tiene un esqueleto principal formado por una resina acrílica como se divulga en el documento EP 2 522 706A.

Resumen de la invención

35

40

50

55

### Problema técnico

Un objetivo de la presente invención es proporcionar una composición adhesiva líquida que, cuando se cura, tiene un alto grado de resistencia de unión y exhibe un módulo de almacenamiento relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas.

### Solución al problema

El presente inventor descubrió que el objetivo anterior puede lograrse mediante una composición adhesiva líquida que comprende (A) una resina con función acrilato, (B) un (met)acrilato que contiene hidroxilo y (C) una resina de silicona, teniendo la resina (A) con función acrilato un peso molecular promedio en peso (Mw) de 25000 a 100000 y una relación Mw/Mn de 2 o menos, y teniendo la resina (C) de silicona un peso molecular promedio en peso (Mw) de 450 a 2000 y un contenido de silanol de 0.1 a 5% en peso, con base en el peso de la resina (C) de silicona.

La estructura molecular de la resina acrílica es susceptible de cambiar a una temperatura de 50 °C o superior, y es imposible mantener un módulo de almacenamiento constante. El inventor descubrió que este problema puede resolverse usando una composición adhesiva líquida que comprende una combinación de una resina con función acrilato que tiene un peso molecular y una distribución de peso molecular dentro de intervalos específicos, un (met)acrilato que contiene hidroxilo y una resina de silicona que tiene un peso molecular dentro de un intervalo específico y un contenido específico de silanol. Específicamente, el inventor descubrió que cuando esta composición adhesiva líquida se cura, se obtiene una resina híbrida que comprende una resina acrílica y una resina de silicona y que tiene una estructura molecular estable. Esta estabilización de la estructura molecular se logra porque los grupos hidroxilo, que se incorporan a la resina acrílica mediante una reacción con el (met)acrilato que contiene hidroxilo, reaccionan con grupos silanol en la resina de silicona. Esto permite que el módulo de almacenamiento de la composición adhesiva curada sea relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas, en particular, en el intervalo de 0 a 140 °C. Preferiblemente, la composición adhesiva curada tiene un módulo de almacenamiento relativamente constante de menos de 1 MPa entre 0 y 140 °C. Además, la composición adhesiva líquida de la presente invención, cuando se cura, tiene un alto grado de resistencia de unión porque el esqueleto principal de la resina híbrida está formado por una resina acrílica.

65

60

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, se puede proporcionar una composición adhesiva líquida que, cuando se cura, tiene un alto grado de resistencia de unión y exhibe un módulo de almacenamiento relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas.

5 Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un gráfico que muestra el módulo de almacenamiento entre -80 y 150 °C de la película curada obtenida curando una composición adhesiva líquida de la presente invención.

10 Descripción de las realizaciones

20

25

30

En la presente invención, el término "(met)acrilato" incluye tanto acrilatos como metacrilatos.

En la invención, el peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) y el peso molecular promedio en número (M<sub>n</sub>) se determinan por cromatografía de permeación en gel (GPC) usando poliestireno como patrón.

En la invención, el contenido de silanol (% en peso) de la resina (C) de silicona se refiere a la proporción del peso total de las unidades constituyentes que contienen silanol, con base en el peso de la resina (C) de silicona. El contenido de silanol (% en peso) de la resina (C) de silicona se puede determinar, por ejemplo, usando RMN. Específicamente, el contenido de silanol se puede calcular a partir de los resultados del análisis de RMN de <sup>1</sup>H y RMN de <sup>29</sup>Si.

En la invención, el módulo de almacenamiento se mide de la siguiente manera. Se prepararon muestras curadas cilíndricas con un diámetro de 12 mm y un espesor de 2 mm. Usando un reómetro (MCR302 producido por Anton Paar GmbH o un producto similar), la medición se realiza a una temperatura de -80 a 150 °C en un modo de corte a una frecuencia de 1 Hz.

En la invención, la transmitancia de luz total se mide de la siguiente manera. Usando un espectrofotómetro (V-660 producido por JASCO o un producto similar), la medición se realiza en un intervalo de longitud de onda de 300 a 800 nm usando una plantilla fija de muestra sólida.

1. Composición adhesiva líquida

1.1 Resina (A) con función acrilato

- 35 Como la composición adhesiva líquida de la presente invención contiene una resina (A) con función acrilato, una composición adhesiva curada obtenida curando la composición adhesiva líquida tiene un alto grado de resistencia de unión.
- La resina (A) con función acrilato puede ser una resina con función acrilato que tiene un esqueleto principal formado por cualquier tipo de polímero.
  - Los ejemplos preferibles de la resina (A) con función acrilato incluyen resinas de uretano con función acrilato, resinas (poli)éster con función acrilato y resinas (poli)éter con función acrilato.
- 45 Se puede obtener una resina de uretano con función acrilato haciendo reaccionar un (met)acrilato que contiene hidroxilo con un polímero de uretano. Se puede obtener una resina de (poli)éster con función acrilato haciendo reaccionar un (met)acrilato que contiene hidroxilo con un polímero de (poli)éster. Se puede obtener una resina de (poli)éter con función acrilato haciendo reaccionar un (met)acrilato que contiene hidroxilo con un polímero de (poli)éter.
- 50 Como la resina (A) con función acrilato, una resina de uretano con función acrilato es la más preferible.
  - Es importante en vista del efecto estabilizador de la estructura molecular que la resina (A) con función acrilato tiene un peso molecular promedio en peso  $(M_W)$  de 25000 o más y una relación  $M_W/M_D$  de 2 o menos.
- Con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular, es preferible que la resina (A) con función acrilato tenga un peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de 27000 o más, más preferiblemente de 29000 o más, e incluso más preferiblemente de 30000 o más.
- La resina (A) con función acrilato, sin embargo, se selecciona de las que tienen un peso molecular de 100000 o menos.

  En vista de la facilidad para impartir claridad apropiada a la composición adhesiva curada, la resina (A) con función acrilato tiene preferiblemente un peso molecular de 80000 o menos, más preferiblemente de 60000 o menos, e incluso más preferiblemente de 40000 o menos.
- El intervalo de peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de la resina (A) con función acrilato puede ser cualquier combinación del límite inferior y el límite superior descritos anteriormente. El intervalo de peso molecular promedio en

peso  $(M_W)$  es de 25000 a 100000 g/mol y puede ser, por ejemplo, de 27000 a 80000, de 28000 a 60000, o de 29000 a 40000.

Con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular, es preferible que la resina (A) con función acrilato tenga una relación M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> de 1.8 o menos.

La resina (A) con función acrilato tiene una relación  $M_w/M_n$  de 1 o más, preferiblemente una relación  $M_w/M_n$  de 1.2 o más, más preferiblemente una relación  $M_w/M_n$  de 1.3 o más, e incluso más preferiblemente una relación  $M_w/M_n$  de 1.5 o más.

10

20

La relación  $M_w/M_n$  de la resina (A) con función acrilato puede ser cualquier combinación del límite inferior y el límite superior descritos anteriormente. La relación  $M_w/M_n$  no está particularmente limitada y puede ser, por ejemplo, de 1 a 2, o de 1.2 a 1.8.

15 La resina (A) con función acrilato se puede usar sola o en combinación de dos o más de tales resinas.

La resina (A) con función acrilato usada en el presente documento puede obtenerse comercialmente a partir de varios proveedores. La resina (A) con función acrilato se puede fabricar de acuerdo con métodos comúnmente conocidos. Los ejemplos de dicha resina con función acrilato disponible comercialmente incluyen UF-07DF y UF-C02 (resinas de uretano con función acrilato, producidas por Kyoeisha Chemical Co., Ltd.).

1.2 (Met)acrilato (B) que contiene hidroxilo

La composición adhesiva líquida de la presente invención contiene además un (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo.

En el proceso de curado de la composición adhesiva líquida de la presente invención, una resina (A) con función acrilato reacciona con un (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo para producir una resina acrílica que contiene hidroxilo. La composición adhesiva curada comprende una resina híbrida de la resina acrílica que contiene hidroxilo y una resina (C) de silicona que contiene silanol descrita a continuación. En esta resina híbrida, los grupos hidroxilo reaccionan con los grupos silanol para estabilizar la estructura molecular. Esto permite que el módulo de almacenamiento de la composición adhesiva curada sea relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas.

La composición adhesiva líquida de la presente invención puede comprender uno o más tipos de (met)acrilatos (B) que contienen hidroxilo.

35

En vista del efecto estabilizador de la estructura molecular, el (met)acrilato (B) es preferiblemente un (met)acrilato en el que la fracción éster es un grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo que está opcionalmente sustituido con uno o más heteroátomos. Los ejemplos de heteroátomos incluyen nitrógeno, oxígeno, azufre.

- 40 El grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo puede estar saturado o insaturado. El grupo hidrocarbonado puede ser lineal, ramificado o cíclico, o puede tener una combinación de dos o más de tales estructuras. El grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo contiene preferiblemente de 3 a 5 átomos de carbono, y más preferiblemente 4 átomos de carbono, en vista del efecto estabilizador de la estructura molecular.
- El grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo es preferiblemente alquilo hidroxilado en un extremo, y más preferiblemente alquilo lineal hidroxilado en un extremo, en vista del efecto estabilizador de la estructura molecular. El grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo es preferiblemente un grupo alquilo C<sub>3-5</sub> hidroxilado en un extremo, más preferiblemente butilo hidroxilado en un extremo, e incluso más preferiblemente n-butilo hidroxilado en un extremo, con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular.

50

La composición adhesiva líquida de la presente invención contiene preferiblemente uno o más (met)acrilatos (B) que contienen hidroxilo en una cantidad total de 0.1 a 100 partes en peso, más preferiblemente de 0.5 a 50 partes en peso, e incluso más preferiblemente de 1 a 10 partes en peso, en relación con 100 partes en peso de la resina (A) con función acrilato.

55

El (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo usado en el presente documento puede obtenerse comercialmente de diversos proveedores.

#### 1.3. (Met)acrilato libre de hidroxilo

60

65

La composición adhesiva líquida de la presente invención puede contener además uno o más (met)acrilatos libres de hidroxilo. Por ejemplo, puede usarse como el monómero (a) del (met)acrilato anterior un (met)acrilato libre de hidroxilo. Los ejemplos de (met)acrilatos libres de hidroxilo incluyen acrilatos polifuncionales libres de hidroxilo. Preferiblemente, al menos un acrilato polifuncional libre de hidroxilo se usa como (met)acrilato libre de hidroxilo. Los ejemplos de acrilatos polifuncionales incluyen diacrilato de dimetiloltriciclodecano, acrilato de 1,4-butanodiol, acrilato de 1,6-hexanodiol, acrilato de 1,9-nonanodiol, diacrilato de tripropilenglicol, diacrilato de triciclodecano-dimetanol, diacrilato

de 1,10-decanodiol, diacrilato de polietilenglicol, en el que el polietilenglicol tiene un peso molecular de 200, el diacrilato de polietilenglicol en el que la fracción de polietilenglicol tiene un peso molecular de 400, el diacrilato de polietilenglicol en el que la fracción de polietilenglicol tiene un peso molecular de 600, el triacrilato de trimetilolpropano, el tetraacrilato de ditrimetilolpropano, el tetraacrilato de pentaeritritol etoxilado, tetraacrilato de dipentaeritritol, el hexaacrilato de dipentaeritritol.

Para mejorar, por ejemplo, el contacto cercano entre una superficie de sustrato y la composición adhesiva líquida de la presente invención, el (met)acrilato en el que la fracción éster es un grupo hidrocarbonado ramificado puede usarse como un (met)acrilato libre de hidroxilo . Los ejemplos de tales (met)acrilatos incluyen acrilato de 2-etilhexilo.

10

5

La composición adhesiva líquida de la presente invención contiene preferiblemente uno o más (met)acrilatos libres de hidroxilo en una cantidad total de 1 a 10000 partes en peso, más preferiblemente de 10 a 1000 partes en peso, y aún más preferiblemente de 50 a 200 partes en peso, en relación con 100 partes en peso de la resina (A) con función

15

El (met)acrilato libre de hidroxilo utilizado en el presente documento puede obtenerse comercialmente de diversos proveedores.

### 1.4. Resina (C) de silicona

20

La resina (C) de silicona está compuesta por una combinación de diferentes tipos de silanos, que son la unidad M (monorramificada), la unidad D (con dos ramificaciones), la unidad T (con tres ramificaciones) y la unidad Q (con cuatro ramificaciones). Los ejemplos de la resina (C) de silicona incluyen las resinas DT, MQ, MDT, DTQ, MDQ, MTQ y MDTQ. Entre estas, la resina MQ, la resina DT y la resina MDQ son particularmente preferibles como la resina (C) de silicona.

25

La unidad M (monorramificada) está representada por la fórmula R₃SiO, en la que cada R puede ser igual o diferente e independientemente representa un grupo hidrocarbonado sustituido o no sustituido o un grupo silanol. El grupo hidrocarbonado puede tener uno o más átomos de oxígeno, átomos de azufre, átomos de nitrógeno, enlaces éster, enlaces amida, grupos carbonilo como sustituyentes. El grupo hidrocarbonado puede estar saturado o insaturado. El grupo hidrocarbonado puede ser lineal, ramificado o cíclico, o puede tener una combinación de dos o más de tales estructuras.

30

35

El grupo hidrocarbonado puede contener de 1 a 40 átomos de carbono, de 1 a 30 átomos de carbono, de 1 a 20 átomos de carbono, de 1 a 10 átomos de carbono o de 1 a 6 átomos de carbono. Los ejemplos del grupo hidrocarbonado incluyen grupos alquilo, grupos alquenilo, grupos arilo, grupos arilalquilo. Los ejemplos de grupos alquilo incluyen metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, t-butilo. Los grupos alquilo preferibles son, por ejemplo, etilo, n-propilo, isopropilo y n-butilo. Los ejemplos de grupos alquenilo incluyen vinilo, alilo, 1-butenilo, 1-hexenilo. Los grupos alquenilo preferibles son, por ejemplo, vinilo y alilo. Los ejemplos de grupos arilo incluyen fenilo, tolilo, xililo.

40

Un grupo arilo preferible es, por ejemplo, fenilo.

Ejemplos de grupos arilalquilo incluyen bencilo, 1-feniletilo, 2-feniletilo. Un grupo arilalquilo preferible es, por ejemplo, bencilo.

45

La unidad D (con dos ramificaciones) está representada por la fórmula R2SiO2 (en la que la definición de R es la misma que en la definición anterior de la unidad M).

La unidad T (con tres ramificaciones) está representada por la fórmula R<sub>1</sub>SiO<sub>3</sub> (en la que la definición de R es la misma que en la definición anterior de la unidad M).

50

La Unidad Q (con cuatro ramificaciones) está representada por la fórmula SiO<sub>4</sub>.

55

Por ejemplo, la resina MQ está representada por la fórmula (R<sub>3</sub>SiO)<sub>c</sub>(SiO<sub>4</sub>)<sub>d</sub> (en la que c y d son números enteros). Por ejemplo, la resina DT está representada por la fórmula (R<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>)<sub>a</sub>(R<sub>1</sub>SiO<sub>3</sub>)<sub>b</sub> (en la que a y b son números enteros). Otras resinas, tales como las resinas MDT, DTQ, MDQ, MTQ y MDTQ, también pueden representarse de manera similar mediante fórmulas generales.

60

En vista de permitir que la composición adhesiva líquida de la presente invención se cure con luz UV, la resina (C) de silicona contiene preferiblemente al menos un tipo de grupo polimerizable por radicales. Los ejemplos preferibles del grupo polimerizable por radicales incluyen un grupo acrílico y un grupo epoxi.

Es importante en vista del efecto estabilizador de la estructura molecular que la resina (C) de silicona tenga un peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de 450 o más y un contenido de silanol de 5% en moles o menos.

65 Es preferible con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular que la resina (C) de silicona tenga un peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de 470 o más, y más preferiblemente 500 o más.

La resina (C) de silicona se selecciona de aquellas que tienen un peso molecular promedio en peso (Mw) de 2000 o menos. En vista de impartir fácilmente claridad apropiada a la composición adhesiva curada, el peso molecular es preferiblemente de 1500 o menos, y más preferiblemente de 1000 o menos.

5

El intervalo de peso molecular promedio en peso  $(M_w)$  de la resina (C) de silicona puede ser cualquier combinación del límite inferior y el límite superior descritos anteriormente. El intervalo de peso molecular promedio en peso  $(M_w)$  de la resina (C) de silicona es de 450 a 2000 g/mol, y puede ser, por ejemplo, de 450 a 2000, de 470 a 1500, o de 500 a 1000.

10

- El contenido de silanol de la resina (C) de silicona es de 0.1 a 5% en peso, más preferiblemente de 0.5 a 4% en peso, y aún más preferiblemente de 1 a 3% en peso, con base en la resina (C) de silicona con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular.
- 15 Con el fin de proporcionar el efecto estabilizador de la estructura molecular, es preferible que la composición adhesiva líquida de la presente invención contenga la resina (C) de silicona en una cantidad de 0.5 a 500 partes en peso, más preferiblemente de 1 a 100 partes en peso, e incluso más preferiblemente de 2 a 50 partes en peso, en relación con 100 partes en peso de la resina (A) con función acrilato.
- 20 La resina (C) de silicona puede usarse individualmente o en una combinación de dos o más de tales resinas.

La resina (C) de silicona usada en este documento puede obtenerse comercialmente de varios proveedores. La resina (C) de silicona se puede fabricar de acuerdo con métodos comúnmente conocidos. Los ejemplos de dicha resina de silicona disponible comercialmente incluyen KR-513 (resina de silicona sustituida con grupos silanol y acrílicos, producida por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.).

#### 1.5. Disolvente

La composición adhesiva líquida de la presente invención puede contener al menos una resina (A) con función acrilato, 30 un (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo y una resina (C) de silicona en un disolvente.

Específicamente, la composición adhesiva líquida de la presente invención puede obtenerse diluyendo al menos una resina (A) con función acrilato, un (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo y una resina (C) de silicona con un disolvente para lograr una viscosidad adecuada.

35

25

Ejemplos de disolventes incluyen disolventes de hidrocarburos alifáticos tales como n-hexano y n-heptano; disolventes de hidrocarburos aromáticos tales como benceno y tolueno; disolventes cetónicos tales como metil etil cetona.

Estos disolventes se pueden usar solos o en combinación de dos o más.

40

La cantidad total de resina (A) con función acrilato, (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo y resina (C) de silicona en el disolvente es preferiblemente del 30 al 95% en peso, más preferiblemente del 50 al 85% en peso, y aún más preferiblemente de 65 a 80% en peso.

### 45 1.6. Otros componentes

La composición adhesiva líquida de la presente invención puede contener otros componentes además de la resina (A) con función acrilato, el (met)acrilato (B) que contiene hidroxilo y la resina (C) de silicona. Ejemplos de otros componentes incluyen agentes de entrecruzamiento, plastificantes, agentes antiestáticos, adhesivos, suavizantes, colorantes, antioxidantes, agentes niveladores, estabilizadores, conservantes. Tales otros componentes pueden incorporarse en la composición adhesiva líquida de la presente invención individualmente o en una combinación de dos o más.

### 2. Composición adhesiva curada

55

60

50

La composición adhesiva líquida de la presente invención se cura para obtener una composición adhesiva curada. La composición adhesiva líquida de la presente invención se aplica típicamente a una superficie de sustrato y se irradia con luz UV. La luz ultravioleta en un intervalo de longitud de onda de 200 a 420 nm se puede usar como luz UV. En el momento del curado, si es necesario, las resinas (A) con función acrilato pueden entrecruzarse entre sí, o la resina (A) con función acrilato puede entrecruzarse con resina (C) de silicona. El entrecruzamiento se puede lograr mediante la acción de un agente de entrecruzamiento contenido en la composición adhesiva líquida, o se puede agregar un agente de entrecruzamiento a la composición adhesiva líquida para efectuar el entrecruzamiento.

Es preferible que la composición adhesiva líquida de la presente invención, cuando se cure, sea ópticamente transparente porque dicha composición puede usarse para aplicaciones ópticas. Específicamente, la composición

adhesiva curada tiene preferiblemente una transmitancia total de luz del 85% o más, más preferiblemente del 90% o más, e incluso más preferiblemente del 95% o más.

La composición adhesiva curada tiene preferiblemente un módulo de almacenamiento de menos de 1 MPa de 0 a 140 °C.

La composición adhesiva líquida de la presente invención es tal que cuando la composición adhesiva líquida se cura, la composición de resina adhesiva curada resultante presenta un módulo de almacenamiento relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas y tiene un alto grado de resistencia de unión. Por lo tanto, la composición adhesiva líquida de la invención es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones de pantalla flexible, tales como aplicaciones para exteriores y portátiles.

La presente invención también se refiere a un uso de la composición adhesiva líquida de la presente invención como un adhesivo óptico, preferiblemente como un adhesivo óptico para aplicaciones de pantalla flexible.

3. Lámina adhesiva

5

10

15

20

25

30

35

45

50

55

La lámina adhesiva de la presente invención se puede obtener aplicando la composición adhesiva líquida explicada anteriormente en la sección 1 a al menos un lado de un sustrato directamente o sobre otra capa sobre el sustrato y luego curando la composición mediante irradiación UV para formar una capa de composición adhesiva curada.

Ejemplos del sustrato incluyen películas plásticas.

Ejemplos de películas plásticas incluyen películas formadas de resinas, tales como polipropileno, copolímeros de etileno-propileno, cloruro de polivinilo, tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno, policarbonato y poliarilato.

El lado del sustrato sobre el que se forma la capa de composición adhesiva curada puede ser tratada para desprenderse. Los ejemplos del tratamiento para desprendimiento incluyen tratamiento con silicona, tratamiento con flúor.

La composición adhesiva líquida se puede aplicar a la superficie del sustrato, por ejemplo, usando un revestimiento. Los ejemplos de revestimientos incluyen revestimientos de rodillo de huecograbado, revestimientos de rodillo inverso, revestimientos de rodillo de beso, revestimientos de rodillo de inmersión, revestimientos de barra, revestimientos de cuchillos, revestimientos de aspersión.

Desde el punto de vista de promover la reacción de entrecruzamiento o la eficiencia de fabricación, la composición adhesiva líquida diluida con un disolvente se seca preferiblemente mientras se calienta. La temperatura de secado puede ser, por ejemplo, de 40 a 150 °C.

40 El espesor de la capa de composición adhesiva curada no está particularmente limitado y puede ajustarse típicamente de 10 a 250 μm.

Preferiblemente, la lámina adhesiva es ópticamente transparente porque dicha lámina puede encontrar aplicaciones ópticas. Más específicamente, con respecto a la claridad, la lámina adhesiva tiene preferiblemente una transmitancia total de luz del 85% o más, más preferiblemente del 90% o más, e incluso más preferiblemente del 95% o más.

La composición adhesiva curada de la presente invención exhibe un módulo de almacenamiento relativamente constante en un amplio intervalo de temperaturas y tiene una alta resistencia de unión. Por lo tanto, la lámina adhesiva de la presente invención que comprende una capa formada por la composición adhesiva curada de la presente invención es adecuada, por ejemplo, para aplicaciones de pantalla flexible, tales como aplicaciones para exteriores y portátiles.

La presente invención también se refiere a un uso de la lámina adhesiva de la presente invención como una lámina adhesiva óptica, preferiblemente como una lámina adhesiva óptica para aplicaciones de pantalla flexible.

### **Ejemplos**

La presente invención se explica a continuación con más detalle con referencia a ejemplos y ejemplos comparativos. Sin embargo, el alcance de la invención no se limita a los Ejemplos. En los Ejemplos y Ejemplos comparativos a continuación, las partes son todas en peso, a menos que se especifique lo contrario.

Las Tablas 1 y 2 muestran tres tipos de resinas con función acrilato y tres tipos de resinas de silicona usadas en los Ejemplos o los Ejemplos comparativos.

65

60

Tabla 1

	Peso molecular promedio en peso	Distribución de peso molecular
Resina A con función acrilato (resina de uretano con función acrilato)	30000	1.7
Resina B con función acrilato (resina de uretano con función acrilato)	30000	2.5
Resina C con función acrilato (resina de uretano con función acrilato)	20000	1.7

#### Tabla 2

	Peso molecular promedio en peso	Grupo silanol (% en peso)
Resina X de silicona (resina de silicona con función acrilato)	500	3
Resina Y de silicona (resina de silicona con función acrilato)	400	3
Resina Z de silicona (resina de silicona con función acrilato)	500	6

#### 5 Ejemplo 1

10

15

20

Como fotoiniciadores, se agregaron 1.2 partes de óxido de 2,4,6-trimetilbenzoil difenil fosfina (nombre comercial Irgacure TPO, producido por BASF) y 0.6 partes de un éster metílico del ácido fenilglioxílico (nombre comercial Irgacure MBF, producido por BASF) a 43.8 partes de una mezcla de resina A con función acrilato y resina X de silicona (A:X = 90:10 (relación en peso)). Como estabilizadores de luz, se agregaron 0.4 partes de un absorbente de radiación UV hidroxifenil triazina (nombre comercial Tinuvin 477, producido por BASF) y 0.2 partes de un absorbente de radiación UV benzotriazol (nombre comercial Tinuvin 326, producido por BASF). Como agente antiespumante, se agregaron 0.2 partes de una solución de polímeros destructores de espuma y polisiloxanos (nombre comercial BYK-088, producido por BYK-Chemie). Como monómeros, se agregaron 2.0 partes de acrilato de 4-hidroxibutilo (nombre comercial 4-HBA, producido por Osaka Organic Chemical Industry, Ltd.), 0.2 partes de diacrilato de dimetilol triciclodecano (nombre comercial DCP-A, producido por Kyoeisha Chemical Co., Ltd.), 6.4 partes de acrilato de noctilo (nombre comercial NOAA, producido por Osaka Organic Chemical Industry, Ltd.) y 25.1 partes de acrilato de 2-etilhexilo (nombre comercial 2EHA, producido por Nippon Shokubai Co., Ltd.). Como agente adhesivo, se agregaron 19.9 partes de un copolímero de terpeno fenol (nombre comercial YS Polyster TH130, producido por Yasuhara Chemical Co., Ltd.). El líquido obtenido al agregar estos componentes se agitó completamente y se mezcló para producir una composición adhesiva líquida.

#### Ejemplo 2

25 Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina A con función acrilato y resina X de silicona (A:X = 95:5 (relación en peso)).

#### Ejemplo 3

30 Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina A con función acrilato y resina X de silicona (A:X = 80:20 (relación en peso)).

### Ejemplo 4

35 Se obtiene una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina de uretano con función acrilato (nombre comercial UF-07DF, producida por Kyoeisha Chemical Co., Ltd.) y resina de silicona sustituida con grupos silanol y acrílico (nombre comercial KR-513, producida por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) (resina con función acrilato : resina de silicio = 90:10 (relación en peso)).

### 40 Ejemplo comparativo 1

Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina B con función acrilato y resina X de silicona (B:X = 90:10 (relación en peso)).

#### 45 Ejemplo comparativo 2

Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que no se añadió acrilato de 4-hidroxibutilo como monómero.

### 50 Ejemplo comparativo 3

Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina C con función acrilato y resina X de silicona (C:X = 90:10 (relación en peso).

Ejemplo comparativo 4

5

- Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina de resina A con función acrilato y resina Y de silicona (A:Y = 90:10 (relación en peso)).
- Ejemplo comparativo 5

10

- Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina de resina B con función acrilato y resina Y de silicona (B:Y = 90:10 (relación en peso)).
- Ejemplo comparativo 6

15

- Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina A con función acrilato y resina Y de silicona (A:Y = 90:10 (relación en peso)) y que no se añadió acrilato de 4-hidroxibutilo como monómero.
- 20 Ejemplo comparativo 7

Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina de resina C con función acrilato y resina Y de silicona (C:Y = 90:10 (relación en peso)).

25 Ejemplo comparativo 8

Se obtuvo una composición adhesiva líquida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó una mezcla de resina de resina A con función acrilato y resina Z de silicona (A:Z = 90:10 (relación en peso).

La Tabla 3 muestra los tipos de resinas y las proporciones de resina con función acrilato y resina de silicona contenida en las mezclas de resina utilizadas en los Ejemplos.

Fabla 3

	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo Ejemplo Ejemplo Ejemplo Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo
	<u>_</u>	7	ო	comparativo	comparativo	comparativo	comparativocomparativocomparativo comparativo comparativo		comparativo comparativo comparativo	comparativo	comparativo
				1	2	3	4	5	9	7	8
Resina A con función acrilato	06	92	80		06		06		06		06
Resina B con función acrilato				06				06			
Resina C con función acrilato						06				06	
Resina X de silicona	10	2	20	10	10	10					
Resina Y de silicona							10	10	10	10	
Resina Z de silicona											10

Cada una de las composiciones adhesivas líquidas obtenidas en los Ejemplos 1 a 3 y los Ejemplos comparativos 1 a 8 se aplicó a una primera lámina de un revestimiento desprendible. Una segunda lámina de un revestimiento desprendible se superpuso adicionalmente sobre la capa de revestimiento. La capa de revestimiento se irradió con luz ultravioleta a una intensidad de aproximadamente 200 mW/cm² y una dosis de aproximadamente 2000 mJ/cm² para formar una capa adhesiva curada que tenía un espesor de 50 µm, obteniéndose así una capa adhesiva en las dos caras. Como revestimientos de desprendimiento, se usaron películas de ftalato de polietileno (PET) con un espesor de 38 µm y 75 µm cuya superficie en contacto con la capa adhesiva se trató con un agente de desprendimiento de silicona.

10 Las capas adhesivas así obtenidas se sometieron a una prueba de resistencia al desprendimiento de 180° de la siguiente manera.

5

15

20

25

Una película de PET de 50 µm de espesor (no tratada para desprendimiento) se unió a una primera superficie adhesiva, que se expuso mediante desprendiendo al primer revestimiento desprendible de cada lámina adhesiva. El producto resultante se cortó con un ancho de 25 mm para preparar una pieza de prueba. Después de que el segundo revestimiento desprendible se desprendió de la pieza de prueba, el producto resultante se unió a presión a una película de PET de 50 µm de espesor (sin tratamiento de desprendimiento) mediante una rotación de un rodillo de 2 kg sobre ella. Después de que la pieza de prueba unida a presión se mantuvo a 25 °C durante 1 día, se midió la resistencia al desprendimiento (N/25 mm) contra la película de PET de 50 µm de espesor (sin tratamiento de desprendimiento) a una velocidad de tracción de 300 mm/min y un ángulo de desprendimiento de 180° con un probador de tracción.

El módulo de almacenamiento de cada capa adhesiva se midió de la siguiente manera. Se prepararon muestras curadas cilíndricas con un diámetro de 12 mm y un espesor de 2 mm. Usando un reómetro (MCR302 producido por Anton Paar GmbH), la medición se realizó a una temperatura de -80 a 150 °C en un modo de corte a una frecuencia de 1 Hz.

La Tabla 4 muestra los resultados de la medición, así como los resultados de la observación de la apariencia. El módulo de almacenamiento que se muestra en la Tabla 4 es el resultado de la medición a 80 °C:

Tabla 4

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo comparativo	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6	Ejemplo comparativo 7	Ejemplo comparativo 8
Prueba de resistencia al desprendimiento de 180°	853	940	200	355	133	449	649	157	125	30	Turbia
Módulo de almacenamiento	2.0 E+04	3.0 E+04	4.5 E+04	7.0 E+04	2.0 E+04 3.0 E+04 4.5 E+04 7.0 E+04 6.0 E+03	7.0 E+03	8.0 E+03	6.0 E+03	5.0 E+03	4.0 E+03	
Apariencia	Clara	Clara	Clara	Clara	Clara	Clara	Ligeramente turbia	Ligeramente turbia	Ligeramente Ligeramente Ligeramente turbia turbia turbia	Ligeramente turbia	
Juicio exhaustivo	Bueno	Bueno	Bueno	NB	NB	NB	NB	NB	NB	NB	NB

Además, la Figura 1 muestra el módulo de almacenamiento de -80 a 150 °C de la película curada obtenida curando la composición adhesiva líquida obtenida en el Ejemplo 1. La Figura 1 también muestra los resultados de medición de películas curadas obtenidas curando individualmente resina A con función acrilato, resina X de silicona y resina M de silicona (nombre comercial SD4584, producida por Toray Dow Inc.) solas de la misma manera que curando la composición adhesiva líquida de la presente invención. Como se muestra en la Figura 1, los resultados muestran claramente que la película curada obtenida curando la composición adhesiva líquida de la presente invención tiene un módulo de almacenamiento casi constante en un amplio intervalo de temperaturas.

10

5

#### REIVINDICACIONES

- 1. Una composición adhesiva líquida que comprende:
- 5 (A) una resina con función (met)acrilato,
  - (B) un (met)acrilato que contiene hidroxilo, y
  - (C) una resina de silicona,

15

25

40

- teniendo la resina (A) con función acrilato un peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de 25000 a 100000 y una relación M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> de 2 o menos, y teniendo la resina (C) de silicona un peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>) de 450 a 2000 y un contenido de silanol de 0.1 a 5% en peso, con base en la resina (C) de silicona.
  - 2. La composición adhesiva líquida de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el (met)acrilato (B) está presente en una cantidad de 0.1 a 100 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la resina (A) con función acrilato.
  - 3. La composición adhesiva líquida de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el (met)acrilato (B) es un monómero de (met)acrilato en el que la fracción éster es un grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo que está opcionalmente sustituido con uno o más heteroátomos.
- 4. La composición adhesiva líquida de acuerdo con la reivindicación 3, en la que el grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo en el (met)acrilato (B) contiene de 3 a 5 átomos de carbono.
  - 5. La composición adhesiva líquida de acuerdo con la reivindicación 3 o la reivindicación 4, en la que el grupo hidrocarbonado hidroxilado en un extremo en el (met)acrilato (B) es alquilo hidroxilado en un extremo.
  - 6. La composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la resina (C) de silicona está presente en una cantidad de 0.5 a 500 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de la resina (A) con función acrilato.
- 7. La composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que la resina (C) de silicona comprende al menos una resina de silicona seleccionada del grupo que consiste en resinas de silicona con función acrilato y resinas de silicona con función epoxi.
- 8. La composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la que la composición adhesiva, cuando se cura, tiene un módulo de almacenamiento de menos de 1 MPa en un intervalo de temperatura de 0 a 140 °C.
  - 9. La composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la composición adhesiva, cuando se cura, es ópticamente transparente.
  - 10. La composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que la composición adhesiva, cuando se cura, tiene una transmitancia total de luz del 85% o más.
- 11. Uso de la composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 como un adhesivo óptico.
  - 12. Una composición adhesiva curada obtenible curando la composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
- 50 13. Un método para unir un artículo usando la composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, comprendiendo el método:
  - (1) aplicar la composición adhesiva líquida al menos a una superficie de un primer artículo y curar la composición para formar una composición adhesiva curada; y
- 55 (2) unir adhesivamente la composición adhesiva curada obtenida en la etapa (1) a un segundo artículo.
  - 14. Una lámina adhesiva que comprende una capa adhesiva curada obtenible curando la composición adhesiva líquida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
- 60 15. La lámina adhesiva de acuerdo con la reivindicación 14, que es ópticamente transparente.
  - 16. La lámina adhesiva de acuerdo con la reivindicación 14, que tiene una transmitancia total de luz del 85% o más.
- 17. Uso de la lámina adhesiva de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16 como una lámina adhesiva óptica.

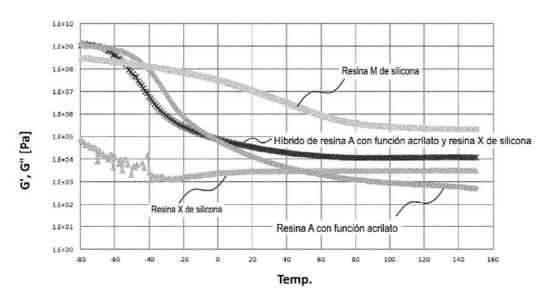


Fig. 1