

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C09J 183/07 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480005724.X

[45] 授权公告日 2008年3月12日

[11] 授权公告号 CN 100374525C

[22] 申请日 2004.3.16

[21] 申请号 200480005724.X

[30] 优先权

[32] 2003.3.17 [33] US [31] 60/455,193

[86] 国际申请 PCT/US2004/008157 2004.3.16

[87] 国际公布 WO2004/083334 英 2004.9.30

[85] 进入国家阶段日期 2005.9.1

[73] 专利权人 陶氏康宁公司

地址 美国密执安

[72] 发明人 D·E·巴格瓦加 L·德菲

M·卢茨 T·米切尔

[56] 参考文献

US6121368A 2000.9.19

EP0108208A2 1984.5.16

CN1281881A 2001.1.31

CN1194280A 1998.9.30

CN1171415A 1998.1.28

审查员 梁爽

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 刘明海

权利要求书3页 说明书23页

[54] 发明名称

具有改进的高温粘结强度的无溶剂硅氧烷压敏粘合剂

[57] 摘要

本发明涉及适于形成压敏粘合剂(PSA)的硅氧烷组合物。更特别地,本发明涉及无溶剂的可固化的PSA组合物,其适于形成具有改进的高温粘结强度同时维持良好粘性与粘合性能的压敏粘合剂组合物。

1. 一种无溶剂的压敏粘合剂，它包括(A) 15 - 40wt%的每一分子平均具有至少两个脂族不饱和位的至少一种有机硅氧烷聚合物；(B) 50 - 80wt%的至少一种具有 $R_3SiO_{1/2}$ 和 $SiO_{4/2}$ 的树脂，其中每一 R 是独立地选择的不具有脂族不饱和位且含 1 - 20 个碳原子的单价烃基，且其中 $R_3SiO_{1/2}$ 单元与 $SiO_{4/2}$ 单元的摩尔比为 0.6:1-4:1；(C) 2 - 7wt%的至少一种反应性稀释剂；(D) 至少一种含 Si-H 的交联剂，所述交联剂包括每一分子平均具有至少两个与硅键合的氢原子的有机氢硅化合物；(E) 至少一种氢化硅烷化催化剂；和(F) 非必需地至少一种抑制剂。

2. 权利要求 1 的无溶剂的压敏粘合剂，其中组分(A) 选自在 25℃ 下的粘度为 150 - 499mPa. s 的己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷 - 聚甲基己烯基硅氧烷共聚物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基或己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷 - 硅酸酯) 共聚物、混合的三甲基甲硅烷氧基 - 乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷 - 乙烯基甲基硅氧烷 - 硅酸酯) 共聚物，和乙烯基或己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷 - 烷基) 共聚物。

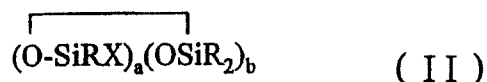
3. 权利要求 1 的无溶剂的压敏粘合剂，其中组分(D) 选自：

(D1) 二有机氢甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷聚合物、二有机氢甲硅烷氧基封端的聚有机氢硅氧烷聚合物、二有机氢甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷 - 聚有机氢硅氧烷共聚物、三有机甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷 - 聚有机氢硅氧烷共聚物、三有机甲硅烷氧基封端的聚有机氢硅氧烷聚合物，其中在这些有机氢硅氧烷上的有机取代基包括具有 1 - 20 个碳原子的单价烃基；

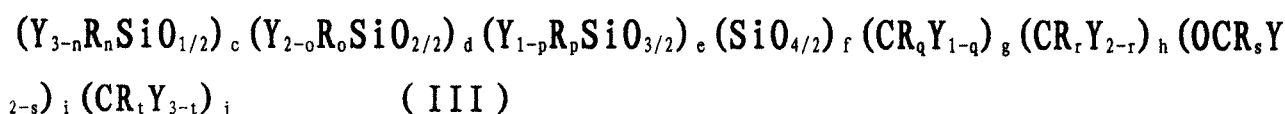
(D2) 粘度为 150 - 50000mPa. s 的有机氢硅氧烷的反应产物，其中通过混合：(a) 每一分子含有至少三个与硅键合的氢基的至少一种有机氢硅氧烷，(b) 每一分子含有至少两个链烯基的至少一种化合物，和(c) 用量足以提供以每百万重量份(a)+(b) 计 0.1 - 10 重量份铂族金属的含铂

族金属的催化剂,从而获得该有机氢硅氧烷的反应产物,条件是组分(a)中与硅键合的氢原子的数量与组分(b)中链烯基的数量之比为至少4.6:1; 和

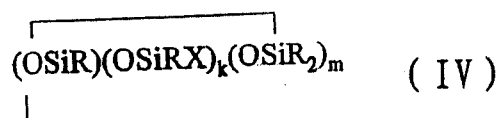
(D3)用式(II)表示的每一分子含有至少两个与硅键合的氢原子的有机硅氧烷:



其中每一R独立地选自氢原子和含1-20个碳原子且不含脂族不饱和位的单价烃基, a是1-18的整数, b是1-19的整数, a+b是3-20的整数, 每一X是选自卤原子、醚基、烷氧基、烷氧基醚基、酰基、环氧基、氨基或甲硅烷基或-Z-R'基中的独立地选择的官能团, 其中每一Z独立地选自氧和含2-20个碳原子的二价烃基, 每一R'基独立地选自-BR_uY_{2-u}、-SiR_vY_{3-v}或下式(III)所述的基团:



其中B是指硼, 每一R如上所述, c+d+e+f+g+h+i+j之和为至少2, n是0-3的整数, o是0-2的整数, p是0-1的整数, q是0-1的整数, r是0-2的整数, s是0-2的整数, t是0-3的整数, u是0-2的整数, v是0-3的整数, 每一Y是选自卤原子、醚基、烷氧基、烷氧基醚基、酰基、环氧基、氨基、甲硅烷基或-Z-G基中的独立地选择的官能团, 其中Z如上所述, 每一G是下式(IV)表示的环硅氧烷:



其中R和X如上所述, k是0-18的整数, m是0-18的整数, k+m是2-20的整数, 条件是在式(III)中, Y基团之一被Z基取代, 所述Z基将R'键合到式(II)的环硅氧烷上, 和另外的条件是若g+h+i+j>0, 则c+d+e+f>0.

4. 权利要求 1 的无溶剂的压敏粘合剂，其中反应性稀释剂包括含 8 - 18 个碳原子和至少一个脂族不饱和位的至少一种烃化合物。

5. 权利要求 1 的无溶剂的压敏粘合剂，其中反应性稀释剂包括具有末端双键的含 12 - 14 个碳原子的至少一种链烯烃。

6. 一种制品，它在至少一个表面上具有权利要求 1 的无溶剂的压敏粘合剂。

7. 权利要求 6 的制品，其中该制品选自聚酯膜、聚酰亚胺膜、硅橡胶或泡沫体、金属、玻璃浸渍布、纸张或塑料涂布的纸张，和氟烃或氟硅氧烷处理的载体。

具有改进的高温粘结强度的无溶剂
硅氧烷压敏粘合剂

[0001] 本发明涉及适于形成压敏粘合剂 (PSA) 的硅氧烷组合物。更特别地, 本发明涉及无溶剂的可固化的 PSA 组合物, 其适于形成具有改进的高温粘结强度同时维持良好粘性与粘合性能的压敏粘合剂组合物。

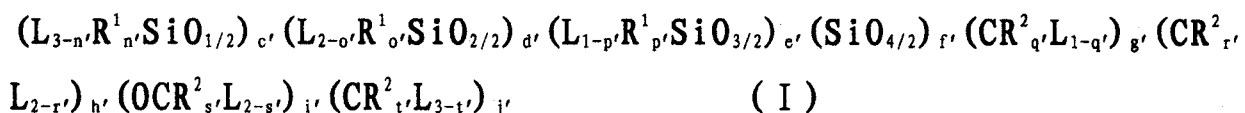
[0002] 在专利文献中报道了适于形成压敏粘合剂的硅氧烷组合物。许多这些组合物含有溶剂, 因此具有与使用、处理和可燃与挥发性有机化合物的释放相关的缺点。低溶剂或无溶剂的组合物也是已知的, 然而, 其高温性能, 尤其通过搭接剪切测量的粘结强度对于一些应用来说是不足的。非常难以在无溶剂的铂 (Pt) 固化体系中, 在高于 400°F (204°C) 下获得搭接剪切稳定性 ((在 6.25sq cm 中) 1sq 的搭接, 1kg 重量, 5 天), 而常规的溶剂基过氧化物固化的硅氧烷 PSA 的基准点是 500°F (260°C)。

[0003] 发明人已发现, 添加反应性稀释剂到 Pt 固化的无溶剂的硅氧烷 PSA 组合物中提供诸如优良的高温粘结强度同时维持良好的粘性和粘合性能之类的性能。另外, 该组合物的粘度显著下降, 从而允许良好的可操作性。

[0004] 本发明涉及无溶剂的压敏粘合剂, 所述无溶剂的压敏粘合剂包括 (A) 每一分子平均具有至少两个脂族不饱和位的至少一种有机硅氧烷聚合物; (B) 至少一种具有 $R_3SiO_{1/2}$ (M 单元) 和 $SiO_{4/2}$ (Q 单元) 的树脂, 其中每一 R 是独立地选择的不具有脂族不饱和位且含 1-20 个碳原子的单价烷基; (C) 至少一种反应性稀释剂; (D) 至少一种含 Si-H 的交联剂, 所述交联剂包括每一分子平均具有至少两个与硅键合的氢原子的有机氢硅化合物; (E) 至少一种氢化硅烷化催化剂; 和 (F) 非必需地至少一种抑制剂。

[0005]本发明还涉及在至少一个表面上具有无溶剂的压敏粘合剂的制品,所述无溶剂的压敏粘合剂包括(A)每一分子平均具有至少两个脂族不饱和位的至少一种有机硅氧烷聚合物;(B)至少一种具有 $R_3SiO_{1/2}$ (M单元)和 $SiO_{4/2}$ (Q单元)的树脂,其中每一R是独立地选择不具有脂族不饱和位且含1-20个碳原子的单价烃基;(C)至少一种反应性稀释剂;(D)至少一种含Si-H的交联剂,所述交联剂包括每一分子平均具有至少两个与硅键合的氢原子的有机氢硅化合物;(E)至少一种氧化硅烷化催化剂;和(F)非必需地至少一种抑制剂。

[0006]组分(A)包括每一分子平均具有至少两个脂族不饱和位的至少一种有机硅氧烷聚合物。此处所使用的术语“脂族不饱和位”是指碳-碳多键。或者,组分A的有机硅氧烷聚合物可用式(I)表示:



其中每一 R^1 基独立地选自不含脂族不饱和位且含有1-20个碳原子的单价烃基,和每一L基独立地选自具有至少一个脂族不饱和位、含2-20个碳原子的单价烃基,具有至少一个脂族不饱和位、含2-20个碳原子的单价氧基烃基,卤原子,烷氧基,或酰基,条件是至少两个L基团具有至少一个脂族不饱和位, $c'+d'+e'+f'+g'+h'+i'+j'$ 之和为至少2, n' 为0-3的整数, o' 为0-2的整数, p' 为0-1的整数, q' 为0-1的整数, r' 为0-2的整数, s' 为0-2的整数, t' 为0-3的整数,条件是若 $g'+h'+i'+j'>0$,则 $c'+d'+e'+f'>0$ 。

[0007]在式(I)中,每一 R^1 基是独立地选择不含脂族不饱和位且含有1-20个碳原子的单价烃基。每一 R^1 基可以是直链、支链或环状基团。 R^1 可以未被取代或者被卤原子取代。 R^1 单价烃基可例举烷基如甲基、乙基、丙基、丁基、己基、辛基、3,3,3-三氟丙基、氯代甲基和癸基;脂环族基团如环己基;芳基如苯基、甲苯基和二甲苯基、氯代苯基;和芳烷基如苄基、苯乙烯基和 α -甲基苯乙烯基。或者,每一 R^1 基是独立地选择的含1-8个碳原子的烷基,或者含6-9个碳原子的芳基。或者,每一 R^1 基是独立地选择的甲基、 α -甲基苯乙烯基、

3, 3, 3-三氟丙基和九氟丁基乙基。视需要, 每一 R^1 基可以相同或者不同。

[0008]在式(I)中, 每一 R^2 基是独立地选择的氢原子或不含脂族不饱和位且含 1-20 个碳原子的单价烃基。每一 R^2 单价烃基可以是直链、支链或环状基团。每一 R^2 单价烃基可以是未被取代的或被卤原子取代。 R^2 单价烃基如以上对于 R^1 单价烃基所列举的。或者, 每一 R^2 基是独立地选择的氢原子、含 1-8 个碳原子的烷基, 或含 6-9 个碳原子的芳基。或者, 每一 R^2 是氢。视需要, 每一 R^2 可以相同或者不同。

[0009]在式(I)中, 每一 L 独立地选自具有至少一个脂族不饱和位且含 2-20 个碳原子的单价烃基, 具有至少一个脂族不饱和位且含 2-20 个碳原子的单价氧基烃基, 卤原子, 烷氧基, 或酰基, 条件是至少两个 L 基团具有至少一个脂族不饱和位。

[0010]L 的脂族不饱和位可以在烃链的侧链位置中、在烃链的末端或者在这二者处存在。或者, L 的脂族不饱和位可以在末端位置处存在。每一单价烃和氧基烃基可以是直链、支链或环状基团。

[0011]L 的具有至少一个脂族不饱和位且含 2-20 个碳原子的单价烃基的例子包括链烯基如乙烯基、烯丙基、3-丁烯基、4-戊烯基、5-己烯基、环己烯基、6-庚烯基、7-辛烯基、8-壬烯基、9-癸烯基、10-十一碳烯基; 和含 4-20 个碳原子的二烯基, 如 4, 7-辛二烯基、5, 8-壬二烯基、5, 9-癸二烯基、6, 11-十二碳二烯基、4, 8-壬二烯基和 7, 13-十四碳二烯基。

[0012]L 的具有至少一个脂族不饱和位且含 2-20 个碳原子的单价氧基烃基的例子包括链烯基氧基, 如氧基丁基乙烯基醚和炔氧基如丙炔基氧基或己炔基氧基。

[0013]L 的卤原子的实例包括氯、氟和溴原子。L 的烷氧基的实例包括甲氧基、乙氧基和异丙氧基。L 的酰基的实例是乙酰氧基。

[0014]或者, 每一 L 是独立地选择的具有至少一个脂族不饱和位且含 2-20 个碳原子的单价烃基。或者每一 L 是独立地选择的含 2-20 个碳原子的链烯基。或者, 每一 L 是独立地选择的含 2-8 个碳原

子的链烯基。

[0015]在式(I)中, $c'+d'+e'+f'+g'+h'+i'+j'$ 之和为至少 2, 或者 2-5300, 或者 2-1000。或者, 下标 c' 是 0-50 的整数。或者下标 c' 是 2-20 的整数。或者下标 c' 是 2-10 的整数。或者, 下标 d' 是 0-5000 的整数。或者, 下标 d' 是 0-500 的整数。或者, 下标 d' 是 1-300 的整数。或者, 下标 e' 是 0-48 的整数。或者, 下标 e' 是 0-30 的整数。或者, 下标 e' 是 0-15 的整数。或者, 下标 f' 是 0-24 的整数。或者, 下标 f' 是 0-10 的整数。或者, 下标 f' 是 0-6 的整数。或者, 下标 g' 是 0-50 的整数。或者, 下标 g' 是 0-20 的整数。或者, 下标 g' 是 0-10 的整数。或者, 下标 h' 是 0-150 的整数。或者, 下标 h' 是 0-80 的整数。或者, 下标 h' 是 0-60 的整数。或者, 下标 i' 是 0-50 的整数。或者, 下标 i' 是 0-20 的整数。或者, 下标 i' 是 0-10 的整数。或者, 下标 j' 是 0-50 的整数。或者, 下标 j' 是 0-15 的整数。或者, 下标 j' 是 0-10 的整数。

[0016]在式(I)中, n' 为 0-3, 或者 2-3 的整数; o' 为 0-2, 或者 1-2 的整数; p' 为 0-1 的整数, 或者 1; q' 为 0-1 的整数, 或者 1; r' 为 0-2, 或者 1-2 的整数; s' 为 0-2, 或者 1-2 的整数; 和 t' 为 0-3, 或者 2-3 的整数。

[0017]一般来说, 组分(A)在 25℃下的粘度范围为 50-2000mPa.s。或者, 组分(A)在 25℃下的粘度范围为 100-1000mPa.s。或者, 组分(A)在 25℃下的粘度范围为 150-499mPa.s。

[0018]包括在组分(A)内的有机硅氧烷聚合物的实例包括三甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基乙烯基硅氧烷共聚物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基乙烯基硅氧烷共聚物、三甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基己烯基硅氧烷共聚物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基己烯基硅氧烷共聚物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基己烯基硅氧烷共聚物、三甲基甲硅烷氧基封端的聚甲基乙烯基硅氧烷聚合物、三甲基甲硅烷氧基封端的聚甲基己烯基硅氧烷

聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物, 和己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-单甲基倍半硅氧烷)聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-乙烯基甲基硅氧烷-甲基倍半硅氧烷)共聚物; 三甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-乙烯基甲基硅氧烷-甲基倍半硅氧烷)聚合物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-单甲基倍半硅氧烷)聚合物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-己烯基甲基硅氧烷-甲基倍半硅氧烷)共聚物; 三甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-己烯基甲基硅氧烷-甲基倍半硅氧烷)聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物、三甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-乙烯基甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物和三甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-己烯基甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物、乙烯基甲硅烷氧基或己烯基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-烷基共聚物), 混合的三甲基甲硅烷氧基-乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-硅酸酯共聚物)、混合的三甲基甲硅烷氧基-己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-硅酸酯共聚物)、混合的三甲基甲硅烷氧基-乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-乙烯基甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物和混合的三甲基甲硅烷氧基-己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-己烯基甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物。乙烯基甲硅烷氧基封端或己烯基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-聚氧亚烷基)嵌段共聚物、链烯基氧基二甲基甲硅烷氧基封端的聚异丁烯和链烯基氧基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚异丁烯嵌段共聚物。

[0019] 或者, 组分(A)的实例包括己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷-聚甲基己烯基硅氧烷共聚物、己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基或己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚

(二甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物、混合的三甲基甲硅烷氧基-乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-乙烯基甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物, 和乙烯基或己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-烷基)共聚物。

[0020] 或者, 组分(A)的实例包括己烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷共聚物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、乙烯基二甲基甲硅烷氧基封端的聚(二甲基硅氧烷-硅酸酯)共聚物。

[0021] 一般来说, 组分(A)以 15-40wt% 的用量存在于 PSA 组合物中。或者, 组分(A)以 20-40wt% 的用量存在于 PSA 组合物中。组分(A)的有机硅氧烷聚合物是公知的且或者可商购或者可通过本领域已知的方法制备。

[0022] 组分(B)包括至少一种具有 $R_3SiO_{1/2}$ (M单元) 和 $SiO_{4/2}$ (Q单元) 的树脂, 其中每一 R 是独立地选择的不含脂族不饱和位且包括 1-20 个碳原子的单价烷基。

[0023] R 的不含脂族不饱和位的单价烷基的实例是以上对于 R' 所述的。或者, 每一 R 是独立地选择的烷基。或者, 每一 R 基是甲基。 $R_3SiO_{1/2}$ (M单元) 与 $SiO_{4/2}$ (Q单元) 的摩尔比为 0.6:1 到 4:1。或者, M:Q 的摩尔比为 0.6:1 到 1.9:1。或者, M:Q 的摩尔比为 0.6:1 到 1.0:1。组分(B)可包括最多 5wt% 的硅烷醇基。或者, 组分(B)可包括不大于 1wt% 的硅烷醇基。

[0024] 一般来说, 以树脂固体为基础, 组分(B)以 50-80wt% 的用量存在于 PSA 组合物中。或者, 基于相同的基础, 组分(B)以 55-65wt% 的用量存在。组分(B)中的树脂是公知的, 且或者以通常在芳烃溶剂内的溶液形式供应的产品商购或者可通过本领域已知的方法来制备。

[0025] 组分(C)是一种反应性稀释剂, 它包括至少一种含 8-18 个碳原子和至少一个脂族不饱和位的烃化合物。该反应性稀释剂可以是直链或支链, 和脂族不饱和位可以是侧基或端基。有用的反应性稀释剂的实例包括十二烯、十四烯、十六烯和十八烯。或者, 反应性稀

释剂包括至少一种含 8 - 18 个碳原子且具有末端双键的链烯烃。或者，反应性稀释剂包括至少一种含 12 - 14 个碳原子和末端双键的链烯烃。或者，反应性稀释剂是十四烯。

[0026] 将组分 (C) 以 1 - 7wt % 的用量加入到 PSA 组合物中。或者，将组分 (C) 以 3 - 6wt % 的用量加入到 PSA 组合物中。组分 (C) 的反应性稀释剂是公知的，且或者可商购或者可通过本领域已知的方法来制备。

[0027] 组分 (D) 包括至少一种含 Si-H 的交联剂。含 Si-H 的交联剂是每一分子平均具有至少两个与硅键合的氢原子的有机氢硅氧烷。或者，组分 (D) 包括至少一种每一分子平均具有至少三个与硅键合的氢原子的有机氢硅氧烷。适合作为组分 (D) 的有机氢硅氧烷可以是直链、支链、环状树脂或者其结合。

[0028] 用作组分 (D) 的一类有机氢硅氧烷可例举 (D1) 二有机氢甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷聚合物、二有机氢甲硅烷氧基封端的聚有机氢硅氧烷聚合物、二有机氢甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷 - 聚有机氢硅氧烷共聚物、三有机甲硅烷氧基封端的聚二有机硅氧烷 - 聚有机氢硅氧烷共聚物、三有机甲硅烷氧基封端的聚有机氢硅氧烷聚合物，其中各自的聚合度为 2 - 1000，和优选 5 - 100，和在 25℃ 下的粘度为 1 - 10000mPa. s，和优选 5 - 100mPa. s。在这些硅氧烷上的有机取代基可例举具有 1 - 20 个碳原子的单价烃基，所述烃基可例举烷基如甲基、乙基、丙基、丁基、己基、辛基和癸基，脂环族基团如环己基，芳基如苯基、甲苯基和二甲苯基；和芳烷基如苄基和苯乙基。或者，有机取代基是甲基。视需要，几个有机取代基可以相同或者不同。

[0029] 或者，组分 (D1) 可例举二甲基氢甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷聚合物、二甲基氢甲硅烷氧基封端的聚甲基氢硅氧烷聚合物、二甲基氢甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷 - 聚甲基氢硅氧烷共聚物、三甲基甲硅烷氧基封端的聚二甲基硅氧烷 - 聚甲基氢硅氧烷共聚物，或者三甲基甲硅烷氧基封端的聚甲基氢硅氧烷聚合物，其中各自的聚合度为 5 - 100，和在 25℃ 下的粘度为 5 - 100mPa. s。

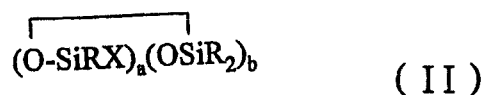
[0030] 包括组分(D1)的有机氢硅氧烷可商购或者可通过本领域已知的方法来制备。

[0031] 在本发明的 PSA 组合物中可用的在每一分子上平均具有至少两个与硅键合的氢原子的另一类有机氢硅氧烷是(D2)粘度为 150 - 50000 mPa.s (1mPa.s-1 厘泊)的有机氢硅氧烷的反应产物。其中通过混合: (a) 每一分子含有至少三个与硅键合的氢基的至少一种有机氢硅氧烷, (b) 每一分子含有至少两个链烯基的至少一种化合物, 和 (c) 以每百万重量份(a)+(b)计, 用量足以提供 0.1 - 10 重量份铂族金属的含铂族金属的催化剂, 从而获得该有机氢硅氧烷的反应产物, 条件是组分(a)中与硅键合的氢原子的数量与组分(b)中链烯基的数量之比为至少 4.6:1。

[0032] 可用于制备有机氢硅氧烷反应产物的有机氢硅氧烷(a)是对组分(D1)中所述的那些。每一分子含有至少两个链烯基的化合物(b)是对组分(A)中所述的那些。此处可用的含铂族金属的催化剂(c)与以下对于组分(E)中所述的那些相同。可用于制备这些有机氢硅氧烷反应产物的 Si-H: Si-链烯基之比为至少 4.6:1, 或者 4.6:1 至 500:1。

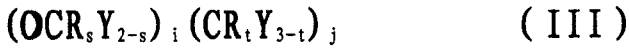
[0033] 有机氢硅氧烷反应产物(D2)可商购或者可通过本领域已知的方法, 例如如 US6489407 中所述的方法制备。

[0034] 在本发明的 PSA 组合物中, 每一分子含有至少两个与硅键合的氢原子的另一类有机氢硅氧烷(D3)用式(II)表示:

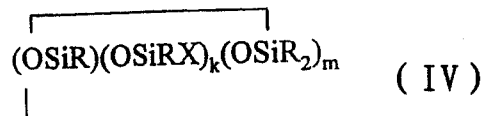


其中每一 R 独立地选自氢原子和含 1 - 20 个碳原子且不含脂族不饱和位的单价烃基, a 是 1 - 18 的整数, b 是 1 - 19 的整数, a+b 是 3 - 20 的整数, 每一 X 是选自卤原子、醚基、烷氧基、烷氧基醚基、酰基、环氧基、氨基或甲硅烷基或 -Z-R' 基中的独立地选择的官能团, 其中每一 Z 独立地选自氧和含 2 - 20 个碳原子的二价烃基, 每一 R' 基独立地选自 -BR_uY_{2-u}、-SiR_vY_{3-v} 或下式(III)所述的基团:



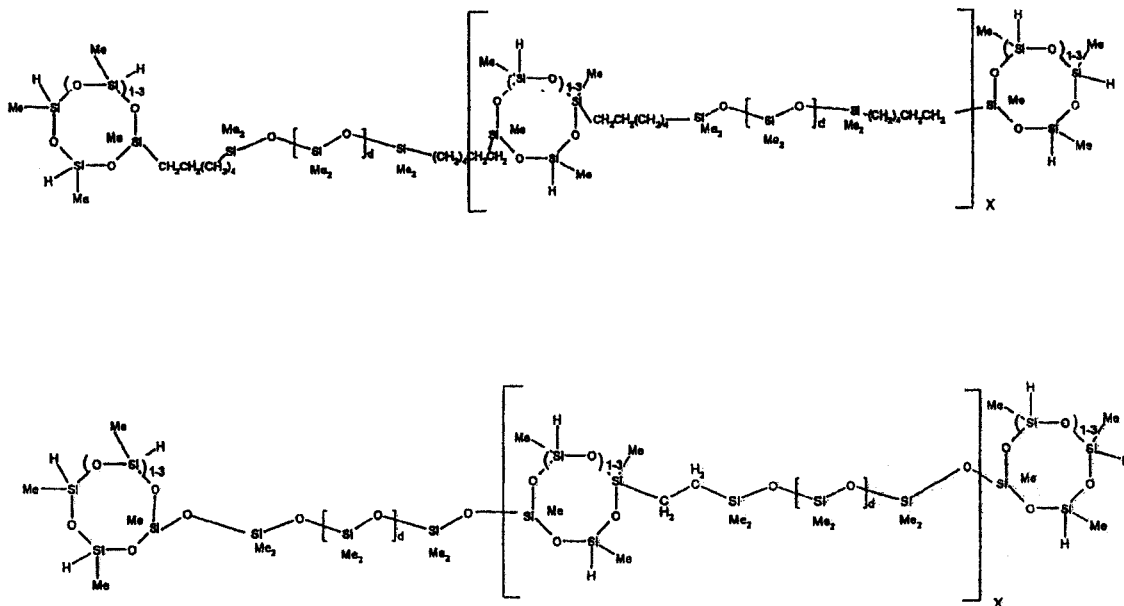


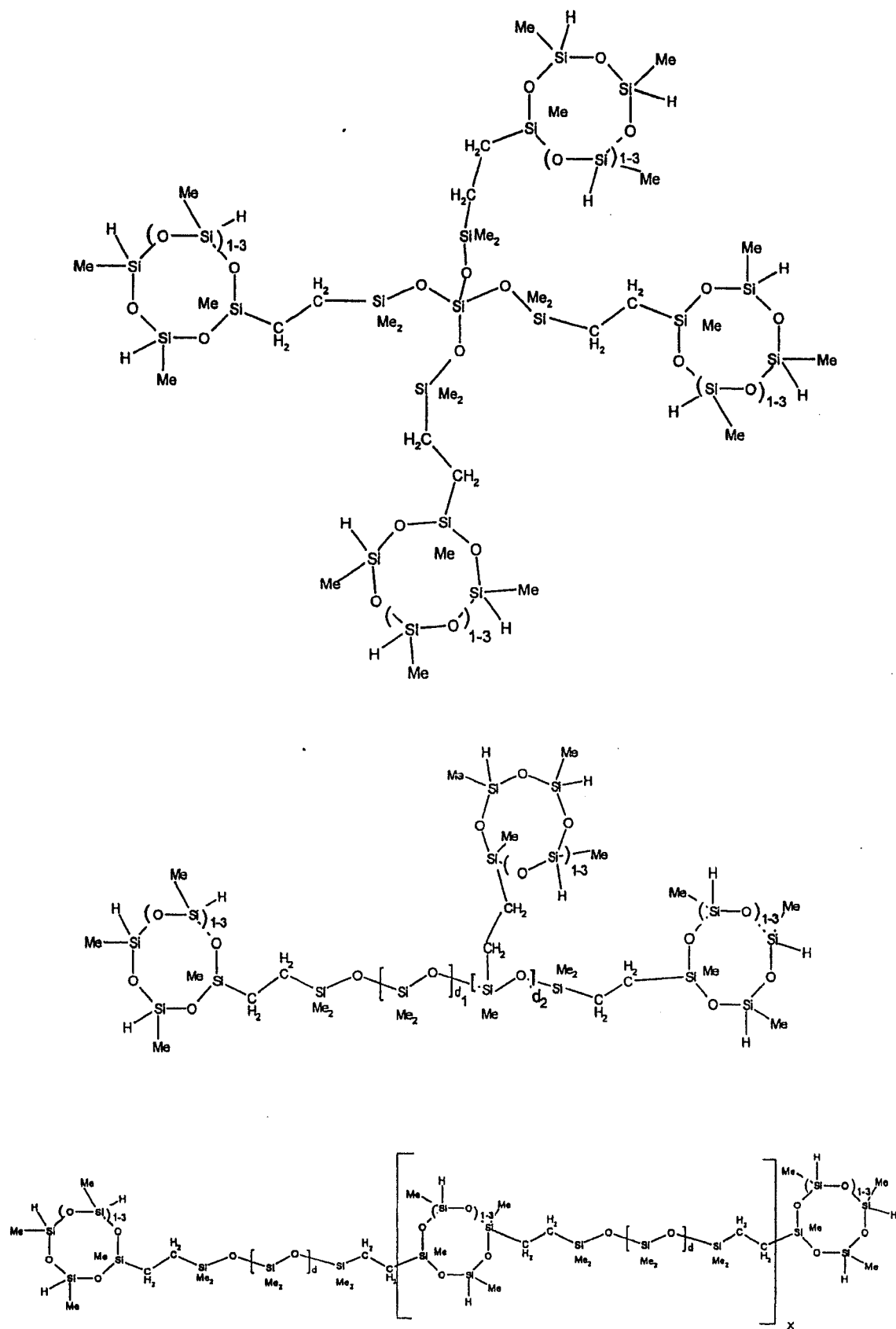
其中 B 是指硼，每一 R 如上所述， $c+d+e+f+g+h+i+j$ 之和为至少 2， n 是 0-3 的整数， o 是 0-2 的整数， p 是 0-1 的整数， q 是 0-1 的整数， r 是 0-2 的整数， s 是 0-2 的整数， t 是 0-3 的整数， u 是 0-2 的整数， v 是 0-3 的整数，每一 Y 是选自卤原子、醚基、烷氧基、烷氧基醚基、酰基、环氧基、氨基、甲硅烷基或 -Z-G 基中的独立地选择的官能团，其中 Z 如上所述，每一 G 是下式 (IV) 表示的环硅氧烷：

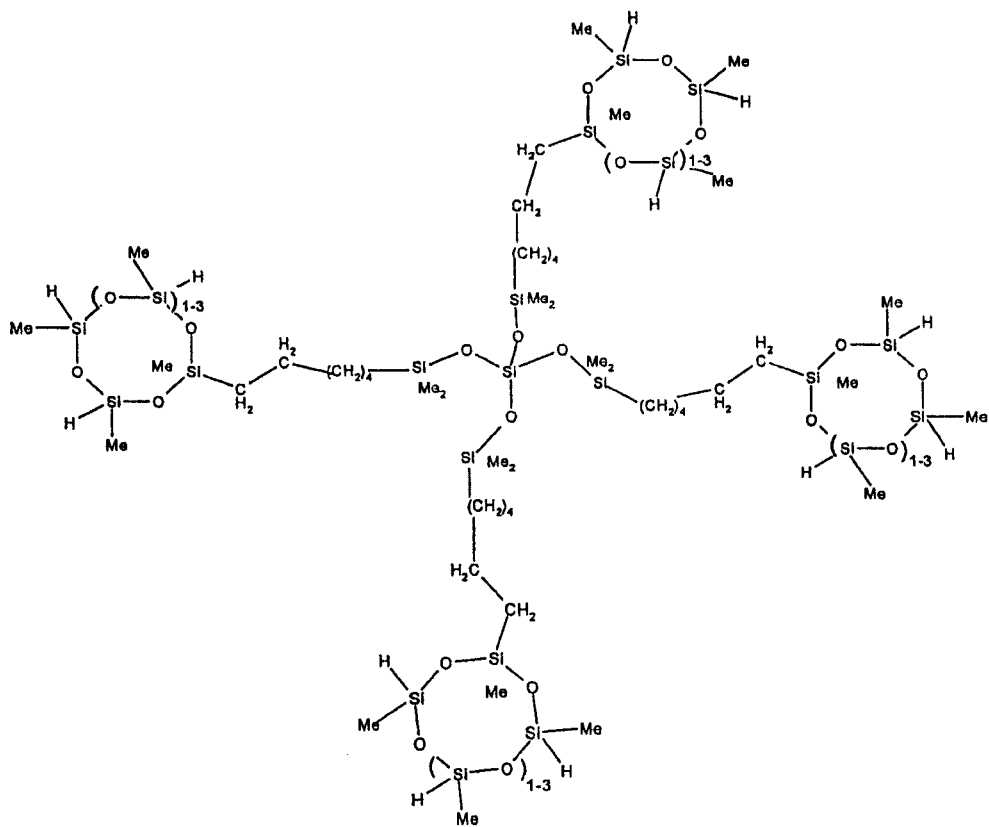
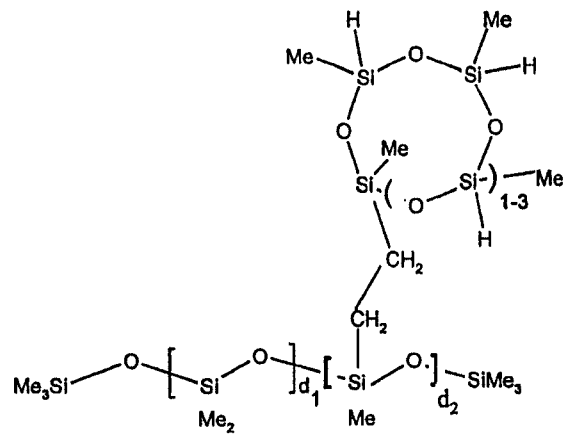


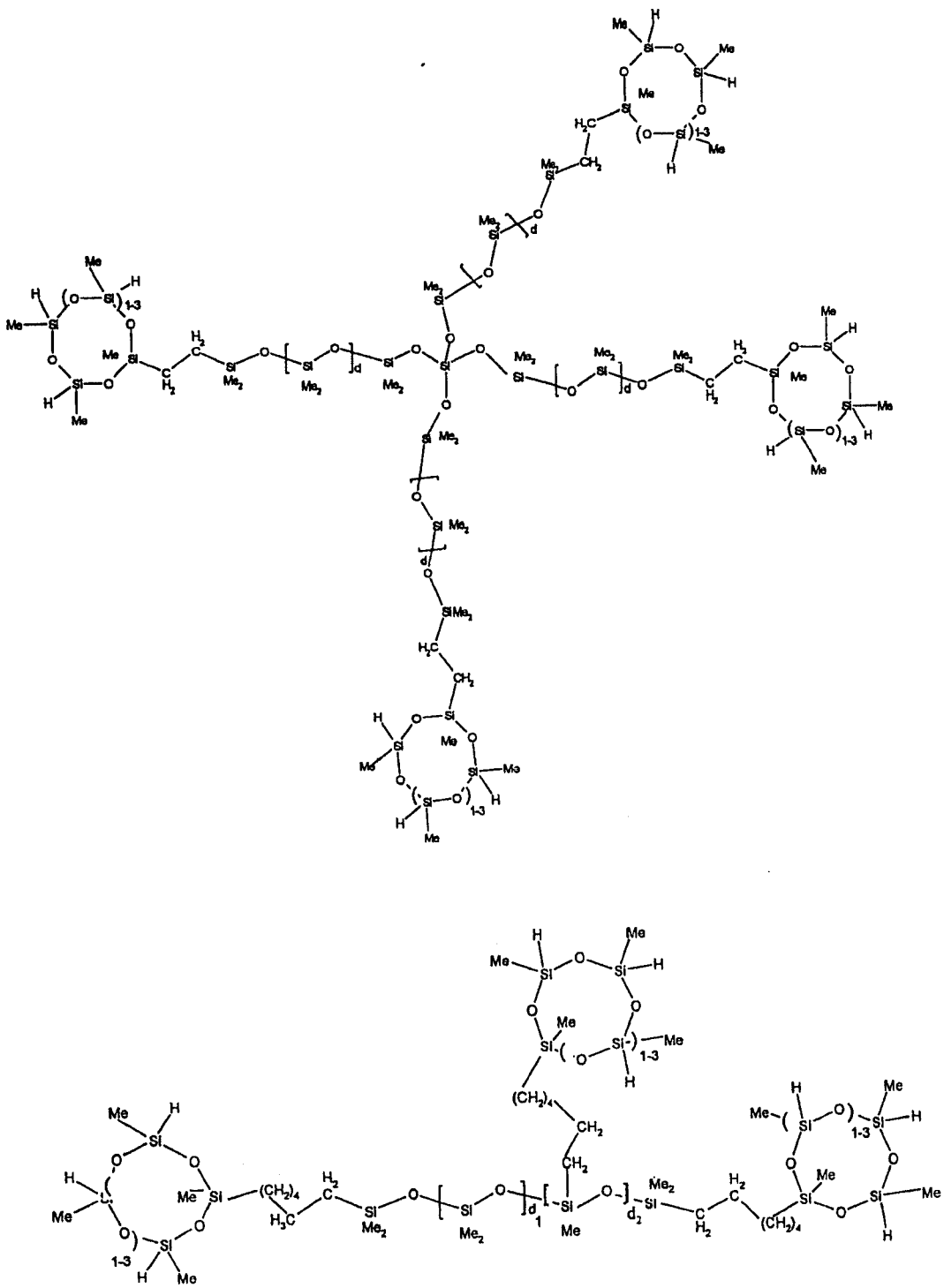
其中 R 和 X 如上所述， k 是 0-18 的整数， m 是 0-18 的整数， $k+m$ 是 2-20 的整数，条件是在式 (III) 中，Y 基团之一被 Z 基取代，所述 Z 基将 R¹ 键合到式 (II) 的环硅氧烷上，和条件是另外若 $g+h+i+j > 0$ ，则 $c+d+e+f > 0$ 。

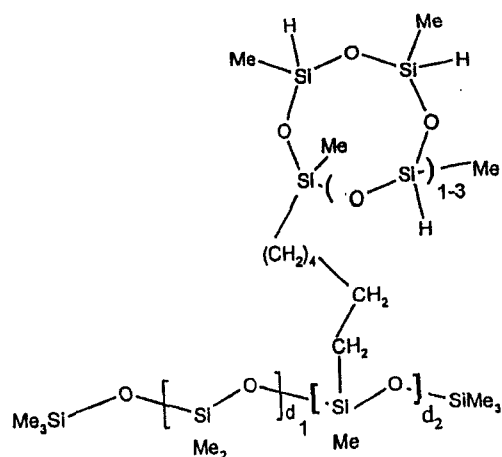
[0035]可在本发明的 PSA 组合物中使用的式 (II) 所述的这类有机硅氧烷 (D3) 的实例如下所述，其中 Me 是甲基， d (它等于 d_1+d_2) 如上所述，和 x 的范围可以是 1-100，优选 1-20。其它实例包括 10-30% 的 Si-H 键被由氯化硅烷化烯丙基缩水甘油醚而得到的官能团取代的这些相同材料。



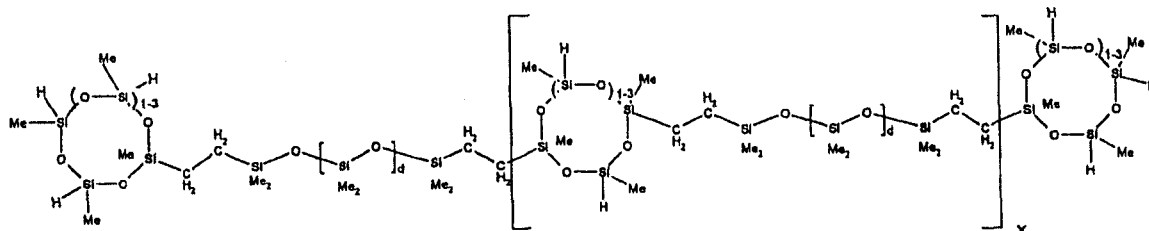








[0036] 或者, (D3) 可例举以下所述的化合物, 其中 Me 是甲基, d 平均为 8, 和 x 是 1 - 15 的整数, 或者以下当 10 - 30% 的 Si-H 键被由氢化硅烷化烯丙基缩水甘油醚而得到的官能团取代时的化合物。



[0037] 式 (II) 所述且包括 (D3) 的有机氢硅氧烷可商购或者以例如 W003/093349A1 和 W003/093369A1 中所述的直接方式制备。例如, 可借助甲基氢环硅氧烷与含脂族不饱和位、羟基官能度的反应物或者这二者混合物之间的铂催化的偶联, 从而制备有机氢硅氧烷。所需的产物不仅是反应物, 而且还是反应的化学计量的函数。可通过预混反应物, 接着催化, 或者通过使用反应物之一作为控制剂, 从而进行反应。一旦制备了起始的有机氢硅化合物, 随后也可进行氢化硅烷化或缩合, 以取代或转化一些剩余的 Si-H 键为其它类型的基团。在制备了所需的有机氢硅化合物之后, 优选使用抑制剂使催化剂失活。

[0038] 一般来说, 制备组分 (D3) 的有机氢硅氧烷可用的 Si-H 与脂族不饱和位或 Si-H 与羟基官能度之比为至少 2.5:1。或者, 可使用 20:1 到 2.5:1 的 Si-H 与脂族不饱和位之比或 Si-H 与羟基官能度之比, 其中最优选 4:1 到 3:1 的比例。尽管如此, 但是若进一步氢化硅烷化或缩合使用上述比例制备的式 (III) 所述的有机氢硅氧烷 (D3), 例如转化或取代一些剩余的 Si-H 键并形成式 (II) 所述的其它的有机氢硅氧烷, 则对于这些随后的反应来说, 所使用的 Si-H 与脂族不饱和位之比或

Si-H 与羟基官能度之比不需要遵照上述建议, 相反仅仅受到在这一最后的有机氢硅氧烷上所需的 SiH 量限制。

[0039] 组分 (D) 可包括一种或多种用 (D1)、(D2) 或 (D3) 描述的有机氢硅氧烷或其混合物。或者, 组分 (D) 可包括仅仅一类有机氢硅氧烷的一种或多种物质。

[0040] 加入到本发明的 PSA 组合物中的组分 (D) 的用量取决于在该组分中存在的 Si-H 基和在 PSA 组合物中存在的来自组分 (A) 和 (C) 和含反应性链烯基官能团的任何非必需成分中的链烯基的总量。一般来说, Si-H: Si-链烯基之比为 1:1 到 40:1。或者, Si-H: Si-链烯基之比为 1:1 到 10:1。或者, Si-H: Si-链烯基之比为 1:1 到 4:1。

[0041] 组分 (E) 包括典型地用于氢化硅烷化反应的任何催化剂。优选使用含铂族金属的催化剂。铂族是指钌、铑、钯、铱、铱和铂, 及其络合物。在制备本发明的组合物中可用的含铂族金属的催化剂是 Willing 的美国专利 No. 3419593 和 Brown 等的美国专利 No. 5175325 中所述的铂络合物, 在此将其通过参考引入, 以示出这种络合物及其制备。可在 Lee 等的美国专利 No. 3989668、Chang 等的美国专利 No. 5036117、Ashby 的美国专利 No. 3159601、Lamoreaux 的美国专利 No. 3220972、Chalk 等的美国专利 No. 3296291、Modic 的美国专利 No. 3516946、Karstedt 的美国专利 No. 3814730 和 Chandra 等的美国专利 No. 3928629 中找到可用的含铂族金属催化剂的其它实例, 所有这些在此通过参考引入, 以示出有用的含铂族金属的催化剂及其制备方法。含铂的催化剂可以是铂金属、在载体如硅胶或粉化活性炭上沉积的铂金属, 或者铂族金属的化合物或络合物。优选的含铂催化剂包括或者六水化物形式或者无水形式的氯铂酸, 和或通过包括使氯铂酸或二氯化铂与脂族不饱和位有机硅化合物如二乙烯基四甲基二硅氧烷反应的方法获得的含铂催化剂, 或在美国专利 No. 6605734 中所述的链烯烃-铂-甲硅烷基络合物, 如 $(\text{COD})\text{Pt}(\text{SiMeCl}_2)_2$, 其中 COD 是 1,5-环辛二烯和 Me 是甲基。可例如通过混合 0.015mol $(\text{COD})\text{PtCl}_2$ 与 0.045mol COD 和 0.0612mol HMeSiCl_2 , 制备这些链烯烃-铂-甲硅烷基

络合物。

[0042]合适量的催化剂取决于所使用的特定催化剂。铂催化剂应当以足以提供至少 2 份/百万份 (ppm)，或者 5 - 200ppm 铂的用量存在于 PSA 组合物中。或者，基于相同的基础，铂以足以提供 5 - 150ppm 铂的用量存在。可以单一物质或者作为两种或多种不同物质的混合物形式添加催化剂。优选以单一物质形式添加催化剂。

[0043]本发明的组合物也可包括抑制剂 (F)。这一非必需的组分 (F) 可以是已知或者可用于抑制含铂族金属的催化剂的催化活性的任何材料。此处所使用的术语“抑制剂”是指在室温下延迟催化剂活性且在升高的温度下不干扰催化剂性能的材料。合适的抑制剂的实例包括烯键式或芳族不饱和酰胺、炔类化合物、甲硅烷化炔类化合物、烯键式不饱和异氰酸酯、烯属硅氧烷、不饱和烃单酯和二酯、共轭烯-炔、氢过氧化物、腈和二氮丙啶。

[0044]或者，可用于本发明的抑制剂包括炔醇，所述炔醇可例举 1-乙炔-1-环己醇、2-甲基-3-丁炔-2-醇、2-苯基-3-丁炔-2-醇、2-乙炔基-异丙醇、2-乙炔基-丁-2-醇和 3,5-二甲基-1-己炔-3-醇；甲硅烷化炔醇，所述甲硅烷化炔醇可例举三甲基(3,5-二甲基-1-己炔-3-氧基)硅烷、二甲基双(3-甲基-1-丁炔-氧基)硅烷、甲基乙烯基双(3-甲基-1-丁炔-3-氧基)硅烷和((1,1-二甲基-2-丙炔基)氧基)三甲基硅烷；不饱和羧酸酯，所述不饱和羧酸酯可例举马来酸二烯丙酯、马来酸二甲酯、富马酸二乙酯、富马酸二烯丙酯和马来酸双-2-甲氧基-1-甲基乙酯、马来酸单辛酯、马来酸单异辛酯、马来酸单烯丙酯、马来酸单乙酯、富马酸单乙酯、富马酸单烯丙酯和马来酸 2-甲氧基-1-甲基乙酯；共轭烯-炔，所述共轭烯-炔可例举 2-异丁基-1-丁烯-3-炔、3,5-二甲基-3-己烯-1-炔、3-甲基-3-戊烯-1-炔、3-甲基-3-己烯-1-炔、1-乙炔基环己烯、3-乙基-3-丁烯-1-炔和 3-苯基-3-丁烯-1-炔，乙烯基环硅氧烷如 1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷，和以上所述的共轭烯-炔与以上所述的乙烯基环硅氧烷的混合物。

[0045]或者，抑制剂包括马来酸二烯丙酯、马来酸双-2-甲氧基-1-

甲基乙酯、1-乙炔基-1-环己醇和 3,5-二甲基-1-己炔-3-醇。

[0046]一般来说,当抑制剂加入到组合物中时,它以 0.05 - 1wt% 的用量加入到 PSA 组合物中。或者,基于相同的基础,可使用 0.05 - 0.5wt% 的抑制剂。

[0047]一般来说,本发明的无溶剂的 PSA 组合物可进一步包括其它添加剂,条件是该添加剂不负面影响 PSA 组合物的物理性能,尤其是过氧化物辅助固化催化剂,小量的含乙烯基的树脂,稀土稳定剂或氧化硅添加剂。

[0048]这些成分的添加顺序对实现所需的最终组合物来说是重要的。优选的合成方法是混合组分 A 与组分 B,并在添加组分 C、D 和非必需的 F 之前,在升高的温度/减压下汽提树脂溶剂,同时保持汽提的混合物温热。当混合物冷却和 PSA 准备涂布在制品或载体上时,应当添加组分 (E)。该程序不应当解释为限制;可使用这一程序的变体,只要各组分的完整性不改变且获得提供可操作性的最终粘度即可。该组合物可以以单份形式制备,或者视需要,具有多份。

[0049]可使用本领域已知的任何设备进行各成分的混合。进行这种混合的温度也不是关键的,只要可实现汽提程序且不牺牲各成分的完整性即可。或者,在减压下,同时升高温度到 150℃ 下汽提溶剂。优选在低于各成分的闪点下混合额外成分;对于使用十四碳烯来说,优选 90 - 100℃。

[0050]本发明还涉及在至少一个表面上具有如上所述的无溶剂的压敏粘合剂的制品。

[0051]本发明的硅氧烷组合物可施加到许多不同的制品或载体上,其中包括但不限于聚酯膜、聚酰亚胺膜、硅橡胶或泡沫体、金属、玻璃浸渍布、纸张或塑料涂布的纸张,和氟烃或氟硅氧烷处理的载体。

[0052]可通过任何合适的方式,例如辊涂、刮刀式涂布、刮涂、辊衬刮刀涂布、照相凹板涂布、浸涂、刷涂或喷涂,将本发明的硅氧烷 PSA 组合物施加到制品或载体上。另外,可通过镂花印刷,将本发明的 PSA 组合物施加到制品或载体基底上。

[0053] 硅氧烷 PSA 可借助其独特的性能, 其中包括优良的粘合和粘结强度、高粘性、非常低的 α 颗粒发射、良好的耐湿性、良好的耐热或冷环境、良好的电性能、高的离子纯度和对低能基底的良好粘合性, 从而用于各种应用上。例如硅氧烷 PSA 广泛用于粘合剂胶带、绷带、低温衬里、转移膜、标签、徽章和装饰或信息标记上。另外, 硅氧烷 PSA 用于组装机动车部件、玩具、电子电路和键盘。这些组合物在高温下的有利性能使得它们可在其中粘合剂需要在高温下具有良好的保持性和耐久性的应用中使用。特别有利的是, 硅氧烷 PSA 可具有这些性能特征和可以以具有非常好操作的粘度的无溶剂的形式施加。无溶剂的形式得到降低的可燃性、所要求的存货空间和环境友好性的优势。

[0054] 公开下述实施例进一步教导但不限制本发明, 本发明合适地通过所附权利要求定义。

[0055] 实施例 A 和 B 的成分

[0056] 聚合物 A: 粘度为约 300 - 600 厘泊 (mPa. s) 的二甲基乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷流体。

[0057] 树脂 A (溶剂中): 由 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元 (M 单元) 和 $\text{SiO}_{4/2}$ 单元 (Q 单元) 组成的有机聚硅氧烷树脂, 其 MW 为约 11000, 和 M/Q 之比介于 0.6 至 0.9, 和 SiOH 含量 < 1wt%。

[0058] 树脂 B (溶剂中): 由 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ 硅氧烷单元和 $\text{SiO}_{4/2}$ 单元组成的有机聚硅氧烷树脂, 其 MW 为约 8000, 和 M/Q 之比介于 0.6 至 0.9, 和 SiOH 含量 < 1wt%。

[0059] 交联剂 (有机氢聚硅氧烷 A): 三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢二甲基硅氧烷, 其中每一分子平均具有 5 个甲基氢硅氧烷单元和 3 个二甲基硅氧烷单元。

[0060] 交联剂 (有机氢聚硅氧烷 B): (I) 选自具有化学式的 $(\text{RSiHO})_x$ 的环状硅氧烷, 其中 $\text{R}=\text{Me}$ 和 $x=3-20$ 的有机氢聚硅氧烷, 和 (II) 选自具有 2 - 18 个碳原子的 α -链烯烃的不饱和有机化合物的氢化硅烷化反应产物。

[0061]反应性稀释剂(添加剂 A): 1-十四碳烯

[0062]非反应性稀释剂(添加剂 B): 直链脂族烃溶剂(获自 Exxon 的 686 溶剂)。

[0063]催化剂: 乙烯基聚合物稀释的 1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷的铂络合物, 其中 Pt 含量为 ~5200ppm。

[0064]抑制剂: 马来酸双(2-甲氧基-1-甲基乙酯)。

[0065]实施例 A: (比较)无溶剂 A 的制备:

结合并彻底共混 24.21 份聚合物 A 和 72.72 份树脂 B 溶液(~70% 固体)。然后在 130℃和完全真空下汽提该混合物 1 小时, 以除去挥发性材料。然后将该混合物冷却到 100℃, 并将 0.95 份有机氢聚硅氧烷 B 和 2.0 份添加剂 B 添加并共混到该混合物内。然后冷却该材料并将 0.12 份抑制剂完全混入混合物中。然后结合 100 份该材料与 0.5 份催化剂, 并混合直到均匀。然后, 使用 1.5mil 的涂布棒, 将该样品涂布到 2mil 厚的聚酯片材和 1mil 厚的聚酰亚胺片材上。然后在 150℃下固化每一片材 3 分钟。粘合剂性能见表 1。

[0066]实施例 B: 无溶剂 B 的制备:

结合并彻底共混 26.43 份聚合物 A 和 67.2 份树脂 A 溶液(~70% 固体)。然后, 在 130℃和完全真空下汽提该混合物 1 小时, 以除去挥发性材料。然后将该混合物冷却到 100℃, 并将 3.93 份有机氢聚硅氧烷 A 和 2.35 份添加剂 A 添加并共混到该混合物内。然后冷却该材料并将 0.09 份抑制剂完全混入混合物中。然后结合 100 份该材料与 0.4 份催化剂, 并混合直到均匀。然后, 使用 1.5mil 的涂布棒, 将该样品涂布到 2mil 厚的聚酯片材和 1mil 厚的聚酰亚胺片材上。然后在 150℃下固化每一片材 3 分钟。粘合剂性能见表 1。

表 1: 粘合剂性能

样品	2mil 聚酯 的粘合性 (oz/in)	1mil 聚酰 亚胺的粘 合性(oz/in)	2mil 聚酯 的粘性(g)	1mil 聚酰 亚胺的粘 性(g)	高温剪切 (°F)*
无溶剂 B	37	21	1229	890	500次通过
(比较)无溶 剂 A	60	32	1417	996	400次通过 500次失败

*搭接剪切试验条件是在 1in×1in. 试验区域上悬浮 1kg 重量 5 天。记录粘合剂通过试验时最大达 500°F 的温度。

[0067] 实施例 1-10 和对比例 1-4 的各成分(表 2 和 3):

[0068] 聚合物 A: 粘度为约 450mPa.s 且乙烯基含量为 0.44wt% 的二甲基乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷流体。

[0069] 聚合物 B: 粘度为约 200mPa.s 且乙烯基含量为 0.68wt% 的二甲基乙烯基封端的聚二甲基硅氧烷流体。

[0070] 聚合物 C: 粘度为约 100mPa.s 且乙烯基含量为 1.4wt% 的二甲基乙烯基封端的支化聚二甲基硅氧烷-硅酸酯共聚物。

[0071] 有机氢硅氧烷 A: SiH(以 H 计)含量为 0.78wt% 的三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢二甲基硅氧烷共聚物。

[0072] 有机氢硅氧烷 B: SiH(以 H 计)含量为 1.05wt% 的三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢二甲基硅氧烷共聚物。

[0073] 有机氢硅氧烷 C: SiH(以 H 计)含量为 1.6wt% 的三甲基甲硅烷氧基封端的聚甲基氢硅氧烷流体。

[0074] 有机氢硅氧烷 D: SiH(以 H 计)含量为 0.94wt% 的三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢二甲基硅氧烷烷基共聚物基流体混合物。

[0075] 有机氢硅氧烷 E: SiH(以 H 计)含量为 0.70wt% 的三甲基甲硅烷氧基封端的甲基氢二甲基硅氧烷烷基共聚物基流体混合物, 由 Dow Corning Corporation 以商品名 Sy1-Off® 制备并销售。

[0076] 有机氢硅氧烷 F: SiH(以 H 计)含量为 0.04wt% 的环状甲基氢二甲基硅氧烷烷基共聚物流体, 由 Dow Corning Corporation 以商

品名 Syl-Off®制备并销售。

[0077]树脂 A(在溶剂中):由 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ (M 单元)和 $\text{SiO}_{4/2}$ (Q 单元)组成的有机聚硅氧烷树脂,其中使用三重检测 GPC 方法测量的 M_w 为 ~18000、M/Q 之比为约 1.0,硅烷醇含量 $\leq 1.0\text{wt}\%$ 和树脂含量为约 70wt%。

[0078]树脂 B(在溶剂中):由 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ (M 单元)和 $\text{SiO}_{4/2}$ (Q 单元)组成的有机聚硅氧烷树脂,其中使用三重检测 GPC 技术测量的 M_w 为 ~21000、M/Q 之比为约 0.9,硅烷醇含量 $\leq 1.0\text{wt}\%$ 和树脂含量为约 62wt%。

[0079]抑制剂 A: 马来酸双(2-甲氧基-1-甲基乙酯)

[0080]抑制剂 B: 马来酸二烯丙酯

[0081]反应性稀释剂 A: 十四碳烯

[0082]Pt 催化剂: 乙烯基聚合物稀释的 1,3,-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷的铂络合物,其中 Pt 含量为约 5200ppm。

[0083]PSA 基配方:

向 500ml 单颈圆底烧瓶中引入树脂溶液和聚合物。在 100°C 、20-40mmHg,接着在 150°C 、20mmHg 下汽提溶剂。冷却树脂-聚合物溶液到 100°C ,并将特定量的有机氢硅氧烷、反应性稀释剂和抑制剂共混到树脂-聚合物溶液内,得到无溶剂的压敏粘合剂基料。在所有情况下每批料的大小为 150g。表 2 示出了各成分与结果。

[0084]可固化的粘合剂配方:

将无溶剂的压敏粘合剂基料与 0.4 份 Pt 催化剂一起配制,得到可固化配方。使用为得到 ~1.5-2.0mil 粘合剂厚度(采用千分尺测量)而选择的刮板,将该配方涂布到 2mil 的聚酯上以供粘性和粘合性测试并涂布到 1mil 的聚酰亚胺膜上以供内聚破坏/高温保持测试。固化方案是在 150°C 下 3 分钟。表 2 示出了结果。

[0085]参考 PSA:

Dow Corning®7735 是为得到低剥离力而设计的具有 Dow Corning®Q2-7785 剥离涂层的过氧化物固化的 PSA。在该实施例中,基于硅氧烷固体,使用 2% 含量的过氧化二苯甲酰用于固化。

[0086]氟剥离涂层:

Dow Corning®Q2-7785 剥离涂层是为得到低剥离性能而设计的具有硅氧烷 PSA 的氟官能的剥离涂层。

[0087]性能测量

[0088]树脂 Mw 测量:

在乙酸乙酯中稀释树脂样品到约 10mg/ml, 用 0.45 微米的 PTFE 过滤器过滤, 并通过 GPC3 分析。对于所有这些材料来说, 测量到 Dn/dc 为 0.055, 和根据 RI 面积计算样品浓度。Mw 为 94637 的 ASTM Certified Polystyrene 用于仪器的校正。使用 Viscotek T-301 Triple Detector Array (折射指数、粘度测定法和 90 度光散射) 以及 Waters 515 泵、717 Autosampler 与在线脱气器进行分析。安装 Polymer Laboratories 5u 100A (100 × 7.8mm) 柱以供 FIPA (流动注射聚合物分析)。

[0089]使用按程序在 1.0ml/min 下进行试验的 HPLC 级乙酸乙酯, 进行分离, 注射体积为 100 微升, 和在 35°C 下热控制这两根柱子和检测器。数据收集为 15 分钟, 和使用 Viscotek OmniSec 版本 2.0.0.80 处理。

[0090]粘性: 使用 Polyken Probe Tack 仪器, 由在 2mil 的聚酯膜上涂布的样品获得粘性测量值。仪器设定值是停留时间 1.0 秒和探针速度 0.5cm/sec。表 2 示出了结果。

[0091]粘合性: 使用 Keil 测试仪, 以 12 英寸/分钟 (0.3m/min), 从清洁的不锈钢板上牵拉在 2mil 聚酯膜上涂布的 1 英寸 (2.5cm) 宽的粘合剂长条。表 2 示出了结果。

[0092]粘结强度/高温保持力 (HTH): 将涂布在 1mil 聚酰亚胺膜上的 1 英寸 (6.25sq cm) 的粘合剂的正方形样品粘合到清洁的不锈钢板上, 用 21b 的辊辊压 2 次, 和从该样品上悬垂 1kg 的重量。将该样品放在 500°F (260°C) 的烘箱内 5 天。表 2 示出了结果。

[0093]评价剥离性能: 使用湿法流延和干法流延技术, 将本发明的 PSA 和参考 PSA 施加到氟剥离涂层上。使用来自 Instrumentors, Inc. 的 3M90 和 ZPE-1000 剥离测试仪, 测量剥离。表 3 示出了结果。

表 2	对比例 1	对比例 2	对比例 3	对比例 4	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6	实施例 7	实施例 8	实施例 9	实施例 10
树脂 A	124.8		126.9	124.8	127.3	119.1	119.1	119.1	119.1	119.8	119.2	125.3	125.3	127.3
树脂 B		132.5												
聚合物 A	60.8	64.7	53.7	60.8	48.7	51.1	53.1	55.5	52.3	55.3	52.7	49.7	46.3	
聚合物 B														
聚合物 C				4.5	4.5	6.8	6.8	6.8	6.8	6.0	6.8	6.8	4.5	36.0
稀释剂 A				2.4	7.9	9.1							4.5	4.5
有机氢硅氧烷 A	2.4	2.7	7.9											
有机氢硅氧烷 B							7.0							
有机氢硅氧烷 C								4.6						
有机氢硅氧烷 D									7.8	5.1				
有机氢硅氧烷 E											7.4	6.1		
有机氢硅氧烷 F													10.4	20.8
抑制剂 A					0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2		
抑制剂 B	0.1	0.1	0.1	0.1									0.1	0.1
SiH/VI	1.8	2.0	7.0	0.6	2.0	1.7	1.7	1.7	1.7	1.2	1.2	1.0	1.2	2.0
最终树脂	58	55	59	56	59	55	55	55	55	56	55	58	59	59
R/P	58:42	55:45	59:41	58:42	61:39	58:42	58:42	58:42	58:42	58:42	58:42	61:39	61:39	61:39
粘度 (mPa·s)	>2M	1330000	>2M	60000	92000	7200	23000	18500	28500	34000	25000	84000	106000	150000
粘性 (grams)	284	411	349	647	870	986	399	599	623	692	711	619	835	512
粘合力 (kg/m)	34	24	54	34	58	28	34	35	37	39	35	51	57	40
高温保持 (HTH)	通过	通过	通过	失败	通过	通过	通过	通过	通过	通过	通过	通过	通过	通过

表 3	相对于 Dow Corning®Q2-7785 剥离涂层的剥离力 (g/2.5cm)					
	与剥离速度 (m/min)					
	0.3 (m/min)	90	400	1200	4000	12000
实施例 湿法流延	21 (g/2.5cm)	19	17	21	20	12
实施例 1 干法流延	6	7	9	14	14	12
参考的 Dow Corning®7735 过氧化 物固化的 PSA 湿法流延	10	11	10	13	16	18
参考的 Dow Corning®7735 过氧化 物固化的 PSA 干法流延	3	3	5	7	8	9