



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2017년06월01일  
 (11) 등록번호 10-1742846  
 (24) 등록일자 2017년05월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C09J 133/04* (2006.01) *C09J 11/00* (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2013-0124346  
 (22) 출원일자 2013년10월18일  
 심사청구일자 2015년12월03일  
 (65) 공개번호 10-2015-0045106  
 (43) 공개일자 2015년04월28일  
 (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020120051771 A\*  
 KR100671405 B1\*  
 JP09316418 A  
 JP2820302 B2  
 \*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
**주식회사 엘지화학**  
 서울특별시 영등포구 여의대로 128 (여의도동)  
 (72) 발명자  
**이한나**  
 경기 안산시 상록구 이화6길 13, 201호 (사동)  
**김장순**  
 경기 성남시 분당구 판교역로 49, 903동 901호 (백현동, 백현마을9단지아파트)  
 (74) 대리인  
**특허법인 피씨알**

전체 청구항 수 : 총 16 항

심사관 : 장기완

(54) 발명의 명칭 **중합 반응 안정성이 우수한 용제형 점착제 조성물 제조방법**

**(57) 요약**

(메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 내지 70중량부 포함하는 중합용 단량체 및 중합반응용 유기용제를 포함하는 제 1혼합용액을 제조하는 단계; 상기 제 1혼합용액에 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 제 2혼합용액에 자외선을 조사하여 광중합반응을 개시하고 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는 단계;를 포함하는 용제형 점착제 조성물 제조방법에 관한 것이다.

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

(메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 내지 70중량부 포함하는 중합용 단량체 및 중합반응용 유기용제를 포함하는 제 1혼합용액을 제조하는 단계;

상기 제 1혼합용액에 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하는 단계; 및

상기 제 2혼합용액에 자외선을 조사하여 광중합반응을 개시하고 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는 단계;를 포함하며,

상기 광중합반응은 25℃ 내지 40℃에서 10분 내지 4시간 수행되고, 상기 광중합반응시 발열온도가 0.5℃ 내지 10℃인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

#### 청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 중합용 단량체의 상기 아크릴계 공중합체 수지로의 전환율이 70%이상인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

#### 청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량이 100만 내지 350만인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

#### 청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량 분포 (Polydispersity Index)가 1 내지 5인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

#### 청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 -20℃ 이하인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

#### 청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체는 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, n-프로필 (메타)아크릴레이트, 이소프로필 (메타)아크릴레이트, 부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, 펜틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, n-옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소노닐 (메타)아크릴레이트, 2-에틸부틸 (메타)아크릴레이트 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 친수성 관능기 함유 단량체가 수산기 함유 단량체, 아미노기 함유 단량체, 카르복실기 함유 단량체, 설펜기 함유 단량체, 모르폴린기 함유 단량체, 글리시딜기 함유 단량체로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 중합반응용 유기용제는 상기 중합용 단량체 100중량부에 대하여 10중량부 내지 90중량부인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 중합반응용 유기용제는 에틸에테르, 아세톤, 아세토니트릴, 석유에테르, 이소프로필알콜, 메탄올, 에탄올, n-펜탄, n-헥산, 벤젠, 디클로로메탄, 트리클로로메탄, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 에틸렌글리콜 디메틸 에테르, 메틸에틸케톤, 트리클로로메탄, 테트라클로로메탄, 1,2-디클로로에탄, 1,1,1-트리클로로에탄, n-헥산, 시클로헥산 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 10

제 1항에 있어서,

상기 광중합 개시제가 상기 중합용 단량체 100중량부에 대하여 0.1중량부 내지 5중량부인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 11

제 1항에 있어서,

상기 광중합 개시제가 벤조인계 화합물, 히드록시 케톤계 화합물, 아미노케톤계 화합물, 포스핀 옥시드계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상인

용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 12

제 1항에 있어서,  
상기 자외선 조사는 100nm 내지 400nm의 파장에서 수행되는  
용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 13

삭제

### 청구항 14

제 1항에 있어서,  
상기 아크릴계 공중합체 수지 100중량부에 대하여 가교제, 경화제, 커플링제 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 0.02중량부 내지 2.0중량부 첨가하는 단계를 더 포함하는  
용제형 점착제 조성물 제조방법.

### 청구항 15

중량평균분자량이 100만 내지 350만인 아크릴계 공중합체 수지를 포함하고, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 분자량 분포(PolyDispersity Index)가 1 내지 5이하이며, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 -20℃ 내지 -45℃이고,  
제 1항에 따른 제조방법으로 제조된  
용제형 점착제 조성물.

### 청구항 16

제 15항에 있어서,  
상기 용제형 점착제 조성물의 박리력이 1,700g/in 내지 2,400g/in인  
용제형 점착제 조성물.

### 청구항 17

제 15항에 있어서,  
상기 용제형 점착제 조성물의 헤이즈값이 0.1% 내지 0.5%인  
용제형 점착제 조성물.

### 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 중합 반응 안정성이 우수한 용제형 점착제 조성물 제조방법에 관한 것이다.

[0002]

**배경 기술**

- [0003] 아크릴 모노머를 중합하여 아크릴 고분자를 제조하기 위한 방법으로는 일반적으로 용액 중합법, 에멀전 중합법, 필 중합법, 벌크 중합법의 네 가지 방법이 주로 사용되고 있다.
- [0004] 이 중 벌크 중합법은 중합개시제로 열에 의해 개시가 되는 퍼옥사이드계 또는 아조계 등을 사용하고 있어 중합 반응을 일으키기 위해서는 어느 정도의 열을 반응계 내부에 공급하여야 하며 이렇게 공급된 열 에너지를 인하여 중합 반응이 일어나면 중합반응 과정 중 발생하는 중합 열에 의해 연쇄적으로 개시제 분해가 촉진되어 반응이 폭발적으로 진행되는 문제가 있다. 또한 용제 또는 물 등 반응 도중 발생하는 중합열을 제어하거나 생성된 고분자를 용해 또는 분산시켜주는 분산매질이 없어 중합 반응 초기에는 중합 반응을 통해 생성된 고분자는 아직 반응하지 않은 아크릴 모노머를 용제로 하여 용해되어 있는 상태로 존재하고 있으나 시간이 지나 중합율이 증가하면 용제로 작용하던 아크릴 모노머가 급격히 감소해 중합 반응물의 점도가 급격히 증가하는 문제점이 있다.
- [0005] 이에, 폭발적 반응의 진행 및 고점도의 문제를 해결할 수 있는 아크릴 중합방법에 대한 필요성이 대두되고 있는 실정이다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0006] 본 발명의 일 구현예는 다량의 친수성 관능기 함유 단량체를 포함함에도 불구하고 중합 반응시 안정성이 우수한 용제형 점착제 조성물 제조방법을 제공한다.
- [0007] 본 발명의 다른 구현예는 저분자량 및 고분자량의 아크릴계 공중합체 수지를 제공한다.

**과제의 해결 수단**

- [0008] 본 발명의 일 구현예에서, (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 내지 70중량부 포함하는 중합용 단량체 및 중합반응용 유기용제를 포함하는 제 1혼합용액을 제조하는 단계; 상기 제 1혼합용액에 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 제 2혼합용액에 자외선을 조사하여 광중합반응을 개시하고 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는 단계;를 포함하는 용제형 점착제 조성물 제조방법을 제공한다.
- [0009] 상기 중합용 단량체의 상기 아크릴계 공중합체 수지로의 전환율이 약 70%이상일 수 있다.
- [0010] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량이 약 100만 내지 약 350만일 수 있다.
- [0011] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량 분포 (PolyDispersity Index)가 약 1 내지 약 5일 수 있다.
- [0012] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 약 -20℃ 이하일 수 있다.
- [0013] 상기 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체는 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, n-프로필 (메타)아크릴레이트, 이소프로필 (메타)아크릴레이트, 부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, 펜틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, n-옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소노닐 (메타)아크릴레이트, 2-에틸부틸 (메타)아크릴레이트 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0014] 상기 친수성 관능기 함유 단량체가 수산기 함유 단량체, 아미노기 함유 단량체, 카르복실기 함유 단량체, 설펜기 함유 단량체, 모르폴린기 함유 단량체, 글리시딜기 함유 단량체로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0015] 상기 중합반응용 유기용제는 상기 중합용 단량체 100중량부에 대하여 약 10중량부 내지 약 900중량부일 수

있다.

- [0016] 상기 중합반응용 유기용제는 에틸에테르, 아세톤, 아세토니트릴, 석유에테르, 이소프로필알콜, 메탄올, 에탄올, n-펜탄, n-헥산, 벤젠, 디클로로메탄, 트리클로로메탄, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 에틸렌글리콜 디메틸 에테르, 메틸에틸케톤, 트리클로로메탄, 테트라클로로메탄, 1,2-디클로로에탄, 1,1,1-트리클로로에탄, n-헥산, 시클로헥산 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0017] 상기 광중합 개시제가 상기 중합용 단량체 100중량부에 대하여 약 0.1중량부 내지 약 5중량부일 수 있다.
- [0018] 상기 광중합 개시제가 벤조인계 화합물, 히드록시 케톤계 화합물, 아미노케톤계 화합물, 포스핀 옥시드계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0019] 상기 자외선 조사는 약 100nm 내지 약 400nm의 파장에서 수행될 수 있다.
- [0020] 상기 광중합반응시 발열온도가 약 0.5℃ 내지 약 10℃일 수 있다.
- [0021] 상기 아크릴계 공중합체 수지 100중량부에 대하여 가교제, 경화제, 커플링제 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 0.02중량부 내지 2.0중량부 첨가하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0022] 본 발명의 다른 구현예에서, 중량평균분자량이 100만 내지 350만인 아크릴계 공중합체 수지를 포함하고, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 분자량 분포(PolyDispersity Index)가 1 내지 5이하이며, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 약 -20℃ 내지 약 -45℃인 용제형 점착제 조성물을 제공한다.
- [0023] 상기 용제형 점착제 조성물의 박리력이 약 1,700g/in 내지 약 2,400g/in일 수 있다.
- [0024] 상기 용제형 점착제 조성물의 헤이즈 값이 약 0.1% 내지 약 0.5%일 수 있다.

**발명의 효과**

- [0025] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법은 중합시간이 짧고 중합시 온도가 낮아 비용상 유리하며, 반응열 제어가 가능하여 중합 반응 안정성이 매우 우수하다.
- [0026] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법으로 인하여 고온, 고습 조건에서 백탁이 발생하지 않고, 박리력이 우수한 용제형 점착제 조성물 및 이를 포함하는 점착필름을 제조할 수 있다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0027] 이하, 본 발명의 구현예를 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 예시로서 제시되는 것으로, 이에 의해 본 발명이 제한되지는 않으며 본 발명은 후술할 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.
- [0028] 본 발명의 일 구현예에서, (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 내지 70중량부 포함하는 중합용 단량체 및 중합반응용 유기용제를 포함하는 제 1혼합용액을 제조하는 단계; 상기 제 1혼합용액에 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하는 단계; 및 상기 제 2혼합용액에 자외선을 조사하여 광중합반응을 개시하고 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는 단계;를 포함하는 용제형 점착제 조성물 제조방법을 제공한다.
- [0029] 통상적으로 중합반응은 열화학적 중합반응과 광화학적 중합반응이 있으며, 이 중 열화학적 중합방법은 열분해로 라디칼이 형성되어 중합반응이 진행됨으로 대량의 열을 필요로 하여 에너지 소모가 많고 중합시간이 긴 단점이 있다. 또한, 열중합반응에 의해 제조된 조성물의 점착성능을 높이기 위해 관능기 함유 단량체를 일정함량 이상 도입할 경우 반응열이 많이 발생하기 때문에 중합반응의 안정성이 떨어져 반응의 진행이 어렵다는 문제점이 있다.
- [0030] 반면, 광화학적 중합방법은 대량의 열을 필요로 하는 일반적인 열화학적 중합반응과 달리 실온에서 중합이 가능

하여 중합반응을 제어하기 쉽고, 중합시간이 짧으며, 다량의 관능기 함유 단량체를 도입하여도 반응온도의 제어가 가능하고, 다량의 반응열 발생하지 않아 중합반응을 계속하여 진행할 수 있고 광중합에 의해 형성된 조성물의 점착성능을 향상시킬 수 있다.

- [0031] 이에, 본 발명의 일 구현예는 중합용 단량체가 일정함량 이상의 친수성 관능기 함유 단량체를 포함함에도 불구하고, 발열제어가 가능하여 중합반응이 안정되게 진행될 수 있게 하는 용제형 점착제 조성물 제조방법을 제공한다.
- [0032] 일정함량 이상의 친수성 관능기 함유 단량체가 도입되어 제조된 용제형 점착제 조성물로 점착시트를 형성한 경우, 상기 점착시트는 일정수준이상의 박리력과 함께, 고온, 고습의 분위기 하에 장기간 방치하더라도 백탁이 발생하지 않는 백탁 방지 성능을 발휘할 수 있다.
- [0033] 구체적으로, 상기 중합용 단량체는 상기 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 약 15중량부 내지 약 70중량부 포함할 수 있다. 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법은 광중합반응을 통하여 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는바, 상기 친수성 관능기 함유 단량체를 다량 함유하는 경우에도 중합반응이 불안정하지 아니하다.
- [0034] 상기 친수성 관능기 함유 단량체를 상기 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 약 15중량부 미만으로 포함하는 경우 백탁의 우려가 있고, 약 70중량부를 초과하여 포함하는 경우 중합안정성 저하의 문제점이 있다.
- [0035] 그러므로, 상기 범위의 친수성 관능기 함유 단량체를 포함함으로써 중합안정성 확보와 백탁 발생억제 및 내구성 향상 효과를 용이하게 구현할 수 있다.
- [0036] 상기 중합용 단량체의 상기 아크릴계 공중합체 수지로의 전환율이 약 70%이상일 수 있다. 상기 전환율은 중합용 단량체가 아크릴계 공중합체 수지로 전환하는 비율을 의미하는바, 구체적으로 약 85% 내지 약 99%일 수 있다. 중합용 단량체를 광중합하는 경우 중합 반응시간이 지남에 따라 점도가 급격히 상승하여 전환율이 약 70%미만이나, 상기 용제형 조성물 제조방법은 중합반응 중에 희석용 유기용제를 첨가하여 점도를 낮춤으로서 전환율을 약 70%이상으로 구현할 수 있다.
- [0037] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균 분자량이 약 100만 내지 약 350만일 수 있다. 중량평균 분자량은 중량평균 분자량 분포가 있는 고분자 화합물의 성분 분자종의 중량평균 분자량을 중량 분율로 평균하여 얻어지는 평균 중량평균분자량을 의미하며, 상기 친수성 관능기 함유 단량체의 함량 조절을 통한 광중합반응에 의하여 반응제어가 용이한바, 저분자량의 아크릴계 공중합체 수지 및 고분자량의 아크릴계 공중합체 수지를 제조할 수 있다.
- [0038] 상기 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량이 상기 범위를 유지함으로써, 재단성이나 작업성이 뛰어나고 기계적 강도와 고온에서도 안정된 물성을 가진 용제형 점착제 조성물을 확보할 수 있고, 상기 용제형 점착제 조성물의 적용 분야를 확장할 수 있다.
- [0039] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량 분포 (PolyDispersity Index)가 약 1 내지 약 5일 수 있다. 보통의 고분자 화합물은 중량평균분자량이 다른 분자종의 화합물로 중량평균분자량에 다분산성을 가지는데, 상기 제조된 아크릴계 공중합체 수지는 중량평균분자량 분포를 가질 수 있다. 상기 중량평균분자량 분포는 중량평균 분자량( $M_w$ )과 수평균 중량평균분자량( $M_n$ )의 비를 일컫는바, 겔투과크로마토그래피 (GPC)를 사용하여 측정될 수 있고, 중량평균분자량 분포가 클수록 중량평균 분자량을 중심으로 중량평균분자량이 전체적으로 넓게 분포되어 있는 것을, 중량평균 분자량 분포가 작을수록 중량평균 분자량을 중심으로 중량평균분자량이 좁게 분포되어 있는 것을 의미한다.

- [0040] 중량평균분자량 분포가 넓을수록 전단응력이 감소함에 따라 가공성은 향상되지만 점착제 조성물의 기계적 강도 및 내구성을 저하되고, 중량평균분자량 분포가 좁아질수록 기계적 강도 및 내구성을 향상되지만 가공성이 저하될 수 있다.
- [0041] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량 분포가 상기 범위로 측정됨으로써 점착제 조성물의 기계적 강도 및 내구성뿐 아니라 가공성도 높일 수 있다는 점에서 우수하며, 상기 범위를 벗어나는 경우 기계적 강도 및 내구성이 저하될 수 있고, 가공성 또한 저하될 수 있다는 문제점이 발생할 수 있다.
- [0042] 상기 용제형 점착제 조성물 제조방법에 의해 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 약  $-20^{\circ}\text{C}$  이하, 구체적으로 약  $-45^{\circ}\text{C}$  내지  $-25^{\circ}\text{C}$  일 수 있다. 상기 제조된 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가 상기 범위를 벗어나면, 탄성률이 지나치게 증가하여 점착성이 저하되거나, 재단성 및 작업성이 떨어질 우려가 있다.
- [0043] 상기 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체는 메틸 (메타)아크릴레이트, 에틸 (메타)아크릴레이트, n-프로필 (메타)아크릴레이트, 이소프로필 (메타)아크릴레이트, 부틸 (메타)아크릴레이트, t-부틸 (메타)아크릴레이트, 펜틸 (메타)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메타)아크릴레이트, n-옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소옥틸 (메타)아크릴레이트, 이소노닐 (메타)아크릴레이트, 2-에틸부틸 (메타)아크릴레이트 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0044] 상기 친수성 관능기 함유 단량체가 수산기 함유 단량체, 아미노기 함유 단량체, 카르복실기 함유 단량체, 설펜기 함유 단량체, 모르폴린기 함유 단량체, 글리시딜기 함유 단량체로부터 선택되는 하나 이상일 수 있다.
- [0045] 상기 수산기 함유 단량체로서는 예컨대, 2-히드록시에틸(메타)아크릴레이트, 4-히드록시부틸(메타)아크릴레이트, 5-히드록시펜틸(메타)아크릴레이트, 6-히드록시헥실(메타)아크릴레이트, 8-히드록시옥틸(메타)아크릴레이트, 10-히드록시데실(메타)아크릴레이트, (4-히드록시메틸시클로헥실)메틸(메타)아크릴레이트 등의 (메타)아크릴산히드록시알킬에스테르, 카프로락톤 변성 2-히드록시에틸(메타)아크릴레이트 등의 카프로락톤 변성 모노머, 2-아크릴로일옥시에틸-2-히드록시에틸프탈산, N-메틸올(메타)아크릴아미드, N-히드록시에틸(메타)아크릴아미드 등의 1급 수산기 함유 모노머; 2-히드록시프로필(메타)아크릴레이트, 2-히드록시부틸(메타)아크릴레이트, 2-히드록시-3-페녹시프로필(메타)아크릴레이트, 3-클로로-2-히드록시프로필(메타)아크릴레이트, 2-히드록시-3-페녹시프로필(메타)아크릴레이트 등의 2급 수산기 함유 모노머; 2,2-디메틸-2-히드록시에틸(메타)아크릴레이트 등의 3급 수산기 함유 모노머를 들 수 있다.
- [0046] 통상적으로 투명 점착제 조성물은 아크릴계열의 단량체로 이루어져 있으며, 여기에 아크릴 산과 같은 산 성분이 포함된다. 이에 따라 터치패드 쪽에는 투명 점착제 조성물에 존재하는 각종 산 성분이 ITO로 구성된 도전층을 산화시키게 되는데, 이로 인해 도전층의 저항이 증가되어 터치패드의 특성을 저하시킬 수 있다.
- [0047] 이러한 문제점을 해결하기 위해 무산 타입의 단량체를 사용하는바, 상기 수산기 함유 단량체 중에서도, 2-히드록시에틸아크릴레이트를 사용하는 경우 아크릴계 공중합체 수지가 산(acid)을 포함하지 않는 무산타입으로 부식의 염려가 없어 디스플레이용 소재에 적용될 수 있다.
- [0048] 상기 아미노기 함유 단량체로서는, 예컨대, 디메틸아미노에틸(메타)아크릴레이트, 디에틸아미노에틸(메타)아크릴레이트 등을 들 수 있다.
- [0049] 상기 카르복실기 함유 단량체로서는, 아크릴산, 메타크릴산, 크로톤산, 말레산, 무수말레산, 이타콘산, 푸마르



산, 아크릴아미드 N-글리콜산, 계피산, (메타)아크릴산의 마이클 부가물(예컨대, 아크릴산 다이머, 메타크릴산 다이머, 아크릴산 트라이머, 메타크릴산 트라이머, 아크릴산 테트라머, 메타크릴산 테트라머 등), 2-(메타)아크릴로일옥시에틸디카르복실산모노에스테르(예컨대, 2-아크릴로일옥시에틸숙신산모노에스테르, 2-메타크릴로일옥시에틸숙신산모노에스테르, 2-아크릴로일옥시에틸프탈산모노에스테르, 2-메타크릴로일옥시에틸프탈산모노 에스테르, 2-아크릴로일옥시에틸헥사히드로프탈산모노에스테르, 2-메타크릴로일옥시에틸헥사히드로프탈산모노에스테르 등) 등을 들 수 있다.

[0050] 예를 들어, 친수성 관능기 함유 단량체로 아크릴산을 사용하는 경우, 산(acid)를 포함하는 산타입 아크릴계 광중합체 수지를 형성할 수 있어, 산업용, 가정용으로 사용할 수 있고, 점착력이 우수하여 고정용으로 많이 사용될 수 있다.

[0051] 상기 설폰기 함유 단량체로서는, 예컨대, 에틸렌설폰, 알릴설폰, 메타알릴설폰 등의 올레핀설폰, 2-아크릴아미드-2-메틸프로판설폰, 스티렌설폰 또는 그의 염 등을 들 수 있다. 상기 모르핀린기 함유 단량체로서는 4-메틸모르핀린(4-Methylmorpholine), 상기 글리시딜기 함유 단량체로서는, 예컨대, 글리시딜(메타) 아크릴레이트, 알릴 글리시딜에테르 등을 들 수 있다.

[0052] 상기 중합반응용 유기용제는 상기 중합용 단량체 100중량부에 대하여 약 10중량부 내지 약 900중량부일 수 있다. 상기 유기용제를 상기 범위내로 포함함으로써 광중합시 중량평균분자량이 증가함에 따라 급격한 점도상승으로 인해 교반 및 가공이 어려워지는 문제점을 해결할 수 있다.

[0053] 구체적으로, 상기 중합반응용 유기용제는 특별히 한정되지 않는다. 다만, 상기 유기용제의 건조 시간이 지나치게 길어지거나, 혹은 고온에서의 건조가 필요할 경우, 작업성 또는 용제형 점착제 조성물의 내구성 측면에서 문제가 발생할 수 있으므로, 휘발 온도가 약 100°C 이하인 용제를 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 용제형 점착제 조성물의 성형성 등을 고려하여, 상기 범위 이상의 휘발 온도를 가지는 유기용제를 소량 혼합하여 사용할 수 있다.

[0054] 예를 들어, 상기 중합반응용 유기용제는 에틸에테르, 아세톤, 아세토니트릴, 석유에테르, 이소프로필알콜, 메탄올, 에탄올, n-펜탄, n-헥산, 벤젠, 디클로로메탄, 트리클로로메탄, 메틸아세테이트, 에틸아세테이트, 에틸렌글리콜 디메틸에테르, 메틸에틸케톤, 트리클로로메탄, 테트라클로로메탄, 1,2-디클로로에탄, 1,1,1-트리클로로에탄, n-헥산, 시클로헥산 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.

[0055] 상기 광중합 개시제는 상기 중합용 단량체 100 중량부에 대하여 약 0.1 중량부 내지 약 5 중량부일 수 있다. 상기 광중합 개시제의 함량이 약 0.1 중량부 미만이면, 중합 또는 경화 반응이 원활하게 이루어지지 않을 우려가 있고, 약 5 중량부를 초과하면, 내구신뢰성이나 투명성 등과 같은 물성이 저하될 우려가 있다.

[0056] 상기 광중합 개시제가 벤조인계 화합물, 히드록시 케톤계 화합물, 아미노케톤계 화합물, 포스핀 옥시드계 화합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있으나, 광조사에 의해 라디칼을 발생시켜 중합반응을 개시시킬 수 있는 것이라면 특별히 제한되지 않는다.

[0057] 예를 들면, 상기 광중합 개시제는 벤조인, 벤조인 메틸에테르, 벤조인 에틸에테르, 벤조인 이소프로필에테르, 벤조인 n-부틸에테르, 벤조인 이소부틸에테르, 아세토페논, 디메틸아니노 아세토페논, 2,2-디메톡시-2-페닐아세토페논, 2,2-디에톡시-2-페닐아세토페논, 2-히드록시-2-메틸-1-페닐프로판-1-온, 1-히드록시시클로헥실페닐케톤, 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-몰포리노-프로판-1-온, 4-(2-히드록시에톡시)페닐-2-(히드록시-2-프로필)케톤, 벤조페논, p-페닐벤조페논, 4,4'-디에틸아미노벤조페논, 디클로로벤조페논, 2-메틸안트라퀴논, 2-에틸안트라퀴

논, 2-t-부틸안트라퀴논, 2-아미노안트라퀴논, 2-메틸티오잔톤(thioxanthone), 2-에틸티오잔톤, 2-클로로티오잔톤, 2,4-디메틸티오잔톤, 2,4-디에틸티오잔톤, 벤질디메틸케탈, 아세토페논 디메틸케탈, p-디메틸아미노 안식향산 에스테르, 올리고[2-히드록시-2-메틸-1-[4-(1-메틸비닐)페닐]프로판논] 및 2,4,6-트리메틸벤조일-디페닐-포스핀옥시드 등을 들 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0058] 상기 자외선 조사는 약 100nm 내지 약 400nm의 파장에서 수행될 수 있다. 상기 범위의 파장에서 자외선을 조사함으로써 광중합반응시 중합 개시반응의 효과를 용이하게 구현할 수 있다. 또한, 자외선 조사량은, 제반 물성을 훼손하지 않으면서 충분한 경화가 이루어질 정도로 제어된다면 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, 조도가 약 50 mW/cm<sup>2</sup> 내지 약 1,000 mW/cm<sup>2</sup>이고, 광량 약 50 mJ/cm<sup>2</sup> 내지 약 1,000 mJ/cm<sup>2</sup> 일 수 있다.

[0059] 상기 광중합반응은 약 10분 내지 약 4시간 동안 수행될 수 있다. 상기 범위의 시간내에서 광중합반응에 수행됨으로써 반응시간이 짧다는 점에서 점착제 조성물의 생산성을 확보할 수 있다.

[0060] 열중합반응에 의하여 아크릴계 공중합체 수지를 형성하는 경우, 약 6시간 내지 약 10시간 동안 반응이 진행되어야 하는바, 광중합반응 보다 다량의 열이 투입됨에도 불구하고, 중합시간이 길어지고 많은 에너지 소모를 필요로 하나, 광중합반응을 함으로써 반응시간을 단축하고 에너지 소모를 최소화 할 수 있다.

[0061] 상기 광중합반응시 공정온도가 약 25℃ 내지 약 40℃일 수 있다. 상기 광중합반응시 중합온도가 열중합반응시 중합온도에 비해 상대적으로 낮게 유지됨으로써 발열량을 제어하기 쉬움으로 반응열 및 반응속도를 조절하여 온화한 조건에서 반응을 제어할 수 있다.

[0062] 통상의 경우 다량의 관능기 함유 단량체를 포함하여 중합을 개시하는 경우 발열량이 커져 반응 폭주나 점도상승으로 인한 교반불량을 유발할 수 있으나, 광중합반응을 이용하면 발열온도의 제어가 가능해져 효율적으로 아크릴계 공중합체 수지를 제조할 수 있다. 구체적으로, 광중합반응시 발열온도가 약 0.5° C미만인 경우 설정된 목표 중량평균분자량의 고분자가 중합되지 않는다는 문제점이 있고, 약 10° C를 초과하는 경우 겔반응이나 부반응이 일어날 우려가 있다.

[0063] 상기 형성된 아크릴계 공중합체 수지에 가교제, 경화제, 커플링제 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 추가로 투입하는 단계를 포함할 수 있다.

[0064] 상기 가교제는 상기 아크릴계 공중합체 수지에 포함되는 극성 관능기와의 반응을 통해 용제형 점착제 조성물의 응집력을 개선하고, 가교 구조를 부여하며, 점착 특성을 조절하는 역할을 한다.

[0065] 상기 가교제의 종류는 특별히 한정되지 않으며, 예를 들면 우레탄계 가교제, 에폭시계 가교제, 아지리딘계 가교제, 폴리이소시아네이트 가교제 및 금속 킬레이트계 화합물과 같은 일반적인 가교제를 사용할 수 있고, 이 중 폴리이소시아네이트 가교제를 사용하는 것이 경화속도 및 점착제 조성물의 내구성 향상에 유리하다.

[0066] 상기 우레탄계 가교제의 예로는 톨루일렌 디이소시아네이트, 디페닐메탄 디이소시아네이트, 이소포론 디이소시아네이트 및 트리페닐메탄-4,4',4''-트리 이소시아네이트 등으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상을 들 수 있고; 에폭시계 가교제의 예로는 에틸렌글리콜 디글리시딜에테르, 트리글리시딜에테르, 트리메틸올프로판 트리글리시딜에테르, N,N,N',N'-테트라글리시딜 에틸렌디아민 및 글리세린 디글리시딜에테르로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상을 들 수 있으며; 아지리딘계 가교제의 예로는 N,N'-헥사메틸렌-1,6-비스(1-아지리딘카르복사미드)[HDU], N,N'-톨루엔-2,4-비스(1-아지리딘카르복사이드), N,N'-디페닐메탄-4,4'-비스(1-아지리딘카르복사이드), 트리에틸렌 멜라민, 비스이소프로탈로일-1-(2-메틸아지리딘) 및 트리-1-아지리딘포스핀옥시드로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상을 들 수 있다.

- [0067] 상기 폴리이소시아네이트 가교제를 형성하는데 사용되는 디이소시아네이트는 이소포론 디이소시아네이트, 헥사메틸렌 디이소시아네이트, 테트라메틸크실렌 디이소시아네이트, 비스(4-이소시아네이토시클로헥실)메탄으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0068] 또한, 상기 금속 킬레이트제 화합물의 예로는, 알루미늄, 철, 아연, 주석, 티탄, 안티몬, 마그네슘 및/또는 바나듐과 같은 다가 금속이 아세틸 아세톤 또는 아세토초산 에틸 등에 배위하고 있는 화합물을 사용할 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0069] 상기 아크릴계 공중합체 수지에 경화제를 추가로 포함할 수 있다. 상기 경화제는 아민계 경화제, 구아니딘계 경화제, 이미다졸 경화제, 페놀계 경화제, 산무수물계 또는 이소시아네이트계 화합물로서 트리렌 디이소시아네이트, 헥사메틸렌 디이소시아네이트, 이소포름디이소시아네이트, 크실렌 디이소시아네이트, 수첨가 크실렌 디이소시아네이트, 디페닐메탄 디이소시아네이트, 수첨가 디페닐메탄 디이소시아네이트, 테트라메틸크실렌 디이소시아네이트, 나프탈렌 디이소시아네이트, 트리페닐메탄 트리이소시아네이트 또는 폴리메틸렌 폴리페닐 이소시아네이트 중에서 적어도 하나일 수 있다.
- [0070] 또한, 상기 아크릴계 공중합체 수지에 커플링제를 추가로 포함할 수 있다. 상기 커플링제는 용제형 점착제 조성물의 밀착성 및 점착 안정성을 향상시켜, 내열성 및 내습성을 개선할 수 있다. 또한, 상기 커플링제는, 고온 또는 고습 조건에서 점착제 조성물이 장기간 방치되었을 경우에 점착 신뢰성을 향상시키는 작용을 할 수 있다.
- [0071] 상기 커플링제의 예로는,  $\gamma$ -글리시독시프로필 트리에톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필트리메톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필 메틸디에톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필 트리에톡시 실란, 3-머캅토프로필 트리메톡시 실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시 실란,  $\gamma$ -메타크릴록시프로필 트리메톡시 실란,  $\gamma$ -메타크릴록시 프로필 트리에톡시 실란,  $\gamma$ -아미노프로필 트리메톡시 실란,  $\gamma$ -아미노프로필 트리에톡시 실란, 3-이소시아네이트 프로필 트리에톡시 실란,  $\gamma$ -아세토아세테이트프로필 트리메톡시실란,  $\gamma$ -아세토아세테이트프로필 트리에톡시 실란,  $\beta$ -시아노아세틸 트리메톡시 실란,  $\beta$ -시아노아세틸 트리에톡시 실란, 아세톡시아세토트리메톡시 실란을 들 수 있으며, 상기 중 일종 또는 이종 이상의 혼합을 사용할 수 있다. 본 발명에서는 아세토아세테이트기 또는  $\beta$ -시아노아세틸기를 갖는 실란계 커플링제를 사용하는 것이 바람직하지만, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0072] 상기 첨가제를 상기 아크릴계 공중합체 수지 100중량부에 대하여 약 0.02중량부 내지 약 2.0중량부 포함할 수 있다. 상기 첨가제의 함량이 약 0.02 중량부 미만이면, 점착제 조성물의 응집력 및 경화도가 낮아서 내열 물성이 저하되어 장기 사용이 어렵고, 약 2.0 중량부를 초과하면 경화도가 과도하게 증가하여 기본적인 점착 물성이 나오지 않을 수 있다.
- [0073] 이외에도, 상기 용제형 점착제 조성물의 제조방법은 특정한 목적을 위하여 자외선 안정제, 산화 방지제, 조색제, 보강제, 충전제, 소포제, 계면활성제, 가소제 등을 일반적인 목적에 따라 적절히 첨가하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0074] 본 발명의 다른 구현에는 중량평균분자량이 100만 내지 350만인 아크릴계 공중합체 수지를 포함하고, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 분자량 분포(Polydispersity Index)가 1 내지 5이하이며, 상기 아크릴계 공중합체 수지의 유리전이온도가  $-20^{\circ}\text{C}$  내지  $-45^{\circ}\text{C}$ 인 용제형 점착제 조성물을 제공한다.
- [0075] 상기 용제형 점착제 조성물의 박리력이 약 1,700g/in 내지 약 2,400g/in일 수 있다. 상기 점착제 조성물의 점착력이 좋을수록 박리력은 커지고, 점착력이 좋지 않을수록 박리력은 작아지는바, 상기 용제형 점착제 조성물은 (메타)아크릴산 에스테르계 단량체 100중량부에 대해서 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 내지 70중량부 포함하는 중합용 단량체로부터 형성되는바 우수한 점착력을 확보할 수 있다.
- [0076] 구체적으로, 상기 용제형 점착제 조성물 내에서 친수성 관능기 함유 단량체의 함량이 지나치게 낮으면 용제형

점착제 조성물의 목적하는 내구성 확보가 어려워 점착력의 효과가 미미할 수 있고, 상기 단량체의 함량이 지나치게 높으면 제조과정시 발열로 인하여 공정효율이 떨어져 점착력에 대한 불량률이 높아질 수 있다.

[0077] 상기 용제형 점착제 조성물의 헤이즈 값이 약 0.1%내지 약 0.5%일 수 있다. 고온 고습 환경에 통상의 점착제 조성물이 장시간 노출되면 부엌에 보이는 백탁 현상이 발생되는데, 상기 용제형 점착제 조성물의 아크릴계 공중합체 수지는 친수성 관능기 함유 단량체를 일정함량 포함하여 형성되는데, 상기 용제형 점착제 조성물 내부에 수분이 흡수되어 백탁 현상이 발생할 확률을 감소시킬 수 있다.

[0078] 구체적으로, 상기 용제형 점착제 조성물을 85℃ 및 85% RH의 항온항습 조건에서 7일 보관한 뒤 헤이즈 값을 평가하였는데, 상기 범위의 헤이즈 값을 유지 하면서 백탁 현상을 방지 할 수 있다.

[0079] 이하에서는 본 발명의 구체적인 실시예들을 제시한다. 다만, 하기에 기재된 실시예들은 본 발명을 구체적으로 예시하거나 설명하기 위한 것에 불과하며, 이로서 본 발명이 제한되어서는 아니된다.

[0080] <실시예 및 비교예>

[0081] 실시예 1

[0082] 질소 가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 3L반응기에 에틸헥실아크릴레이트(EHA) 100중량부에 대해서 2-히드록시에틸 아크릴레이트(2-HEA)단량체 17.64중량부를 포함하는 중합용 단량체와 중합반응용 유기용제로서 에틸아세테이트(EAc)를 투입하고 이를 교반함으로써 제 1혼합용액을 제조하였다.

[0083] 상기 교반을 지속하고 제 1혼합용액 내의 용존산소를 30분동안 제거시키면서 제 1혼합용액의 온도를 30℃로 승온시켰다. 이 때, 제 1혼합용액의 온도를 30℃로 유지시킨 뒤, 반응기에 소량의 에틸아세테이트에 녹여 준비한 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하였으며 360nm파장의 자외선을 조사하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공중합체 수지를 형성하였다.

[0084] 상기 제조된 아크릴계 공중합체 수지 100중량부에 대하여 0.3중량부로 HDI계열의 경화제 MHG-80B(Asahi Kasei사), 실란계 커플링제(KBM 403, ShinEtsu(제)) 0.2중량부를 추가하여 점착제 조성물을 제조하고, 이를 용제로 희석하여 코팅액을 제조하였다. 상기 제조된 코팅액을 이형처리된 두께가 75um인 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름에 도포 및 건조 후 두께가 약 50um가 되도록 코팅하였다. 그 후, 110℃에서 3분동안 건조하여 열경화시킨 후 50℃에서 3일동안 숙성시켜 점착제층을 포함하는 점착시트를 제조하였다.

[0085] 실시예2

[0086] EHA를 100중량부 및 2-HEA를 33.3중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0087] 실시예3

[0088] EHA를 100중량부 및 2-HEA를 66.67중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0089] 실시예4

[0090] 질소 가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 3L반응기에 에틸헥실아크릴레이트(EHA) 100중량부에 대해서 아크릴산(AA)단량체 17.64중량부를 포함하는 중합용 단량체와 유기용제로서 에틸 아세테이트(EAc)를 투입하고 이를 교반함으로써 제 1혼합용액을 제조하였다.

[0091] 상기 교반을 지속하고 제 1혼합용액 내의 용존 산소를 30분동안 제거시키면서 혼합용액의 온도를 30℃로 승온시켰다. 이 때, 혼합용액의 온도를 30℃로 유지시킨 뒤, 반응기에 소량의 에틸아세테이트에 녹여 준비한 광중합 개시제를 투입하여 제 2혼합용액을 제조하였으며 360nm파장의 자외선을 조사하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공

중합체 수지를 형성하였다.

[0092] 상기 아크릴계 공중합체 수지 100중량부에 대하여 아지리딘계 가교제(HDU, N,N' - 헥사메틸렌-1,6-비스(10아지리딘카르복사미드)) 0.1중량부를 배합하여 용제형 점착제 조성물(코팅액)을 제조하였다. 그 후 상기 제조된 코팅액을 두께가 75 $\mu$ m인 이형처리된 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET)필름에 도포 및 건조 후 두께가 30 $\mu$ m가 되도록 코팅하였다. 그 후, 코팅액을 110 $^{\circ}$ C의 온도에서 3분동안 건조 후, 50 $^{\circ}$ C의 온도에서 24시간 동안 숙성시켜 점착제층을 포함하는 점착시트를 제조하였다.

[0093] 실시예5

[0094] EHA를 100중량부 및 AA을 33.3중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0095] 실시예6

[0096] EHA를 100중량부 및 AA을 66.7중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0097] 비교예 1

[0098] 상기 제 2혼합용액을 질소가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 2L의 반응기에 투입하고, 65 $^{\circ}$ C 온도의 열을 가하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공중합체 수지를 형성한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0099] 비교예 2

[0100] 상기 제 2혼합용액을 질소가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 2L의 반응기에 투입하고, 65 $^{\circ}$ C 온도의 열을 가하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공중합체 수지를 형성한 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0101] 비교예 3

[0102] 상기 제 2혼합용액을 질소가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 2L의 반응기에 투입하고, 65 $^{\circ}$ C 온도의 열을 가하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공중합체 수지를 형성한 것을 제외하고는 상기 실시예 4와 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0103] 비교예 4

[0104] 상기 제 2혼합용액을 질소가스가 환류되고 온도 조절이 용이하도록 냉각장치를 설치한 2L의 반응기에 투입하고, 65 $^{\circ}$ C 온도의 열을 가하여 중합반응을 진행시켜 아크릴계 공중합체 수지를 형성한 것을 제외하고는 상기 실시예 6과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0105] 비교예 5

[0106] EHA를 100중량부 및 2-HEA을 5.263중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

[0107] 비교예 6

[0108] EHA를 100중량부 및 2-HEA을 80중량부 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 점착시트를 제조하였다.

표 1

[0109]	중합법	모노머 조성비		중합반응 안정성
실시예1	광중합	EHA(100)	HEA(17.64)	0
실시예2	광중합	EHA(100)	HEA(33.3)	0
실시예3	광중합	EHA(100)	HEA(66.67)	0
실시예4	광중합	EHA(100)	AA(17.64)	0
실시예5	광중합	EHA(100)	AA(33.3)	0
실시예6	광중합	EHA(100)	AA(66.67)	0
비교예1	열중합	EHA(100)	HEA(17.64)	X
비교예2	열중합	EHA(100)	HEA(66.67)	X
비교예3	열중합	EHA(100)	AA(17.64)	X
비교예4	열중합	EHA(100)	AA(66.67)	X
비교예5	광중합	EHA(100)	HEA(5.263)	△
비교예6	광중합	EHA(100)	HEA(80)	X

[0110] 0 : 중합반응 안정성 높음, △ : 중합반응 안정성 보통, X : 중합반응 안정성 낮음

[0111] <실험예> - 용제형 점착제 조성물의 물리적 특성

[0112] 1) 중량평균분자량 및 중량평균분자량 분포 측정: 겔투과크로마토그래피(Agilent사)에서 용매 테트라하이드로퓨란을 이용해 속도 1.0분으로 하고, 폴리스티렌(polystyrene) 표준시료의 검정선(calibration curve)과 비교하여 상기 실시예 및 비교예 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량 및 중량평균분자량 분포를 측정하였다.

[0113] 2) 전환율: 투입한 중합용 단량체가 100% 아크릴계 공중합체 수지로 전환된다고 가정하였을때 아크릴계 공중합체 수지의 이론상 고형분 농도와, 실제 실험에서 측정된 고형분 농도의 차이를 백분율로 나타내었고, 하기[일반식]에 의하여 전환율을 계산하였다.

[0115] [일반식]

[0116] 
$$\text{전환율(\%)} = \{(\text{측정된 고형분 농도}) / (\text{이론상 고형분 농도})\} \times 100$$

[0117] 3) 겔함량 측정: 상기 실시예 및 비교예의 점착시트를 약 7일 동안 항온항습실(23℃, 60% R.H)에서 보관하였다. 이어서, 상기 점착시트에서 용제형 점착제 조성물 0.3g을 채취하였고, 이를 스테인리스 200mesh 철망에 넣고 100ml의 에틸 아세테이트에 침적시킨 다음 상온의 암실에서 48시간 동안 보관하였다.

[0118] 이어서 불용해분을 분리한 후, 불용해분 점착제 조성물을 120℃의 오븐에서 4시간 동안 건조하고, 그 건조 질량을 측정하였다. 그 후, 상기 각 질량의 측정 결과를 하기 <일반식 1>에 대입하여 겔 함량을 측정하였다.

[0119] <일반식1> 
$$\text{겔함량(\%)} = B / A \times 100$$

[0120] A: 상기 점착시트에서 채취한 점착제 조성물의 질량

[0121] B: 상기 점착제 조성물을 상온에서 에틸 아세테이트에 48시간 침적시킨 후, 불용해분을 채취하여, 상기 불용해분 점착제 조성물에서 에틸 아세테이트를 제거한 후 측정된 불용해분의 건조 질량

[0122] 4) 박리력 측정: 상기 실시예 및 비교예 점착필름을 300/min 속도로 유리면에 부착하고, 30분 후 박리하면서 박리력을 측정하였다.

[0123] 5) 내구성 평가: 실시예 및 비교예에서 제조된 점착시트에서 PET 필름을 제거하고, 상기 점착제층의 한쪽면에는 폴리카보네이트(PC) 필름의 하드코팅면을 부착하고, 상기 점착제층의 다른쪽 면에는 일면에 ITO층이 형성된 PET 필름의 ITO면을 부착 및 압착하여 시편(PET 필름 ITO면/점착제층/PC필름 하드코팅면)을 제조하였다. 그 후 상기 시편을 85℃ 및 85% RH의 항온항습 조건에서 7일 보관한 뒤 백탁 여부를 육안으로 관찰하고, 하기 기준에 따라 평가하였다.

[0124] 6) 박리력 평가: 실시예 및 비교예에서 제조된 점착시트를 25mm×20cm(가로×세로)의 크기로 재단하여 시편을 제조하였다. 그 후, 상기 시편의 일면을 유리 기재면에 2kg 롤러로 5회 왕복하여 부착한 후, 30분이 경과한 시점에서 인장 시험기를 사용하여 300 mm/min의 박리 속도 및 180°의 박리 각도의 조건에서 박리력을 측정하였다.

[0125] 7) HAZE(%) 측정: 실시예 및 비교예에서 제조된 점착시트에서 PET 필름을 제거하고, 상기 점착제층의 한쪽면에는 유리면에 부착하고, 이를 85℃ 및 85% RH의 항온항습 조건에서 7일 보관한 뒤, ASTM D1003에 근거하여 헤이즈(Haze) 값을 측정하였다.

표 2

[0126]	Mw	전환율(%)	PDI	젤(%)	박리력(g/in)	Haze 값 (%)	백탁유무 (7일후)
실시예1	103만	91	3	82	1750	0.5	0
실시예2	110만	91	3	83	2040	0.4	0
실시예3	100만	92	2.8	81	1900	0.2	0
실시예4	147만	93	3.5	80	2200	0.4	0
실시예5	170만	91	2.7	84	2000	0.3	0
실시예6	230만	90	3	82	2380	0.1	0
비교예1	98만	87	8	85	1530	0.7	X
비교예2	95만	89	8.5	88	1650	0.8	X
비교예3	87만	90	10	86	1690	0.6	X
비교예4	89만	91	8.9	87	1500	0.6	X
비교예5	100만	92	7.2	88	980	1.0	X
비교예6	99만	91	8	89	1200	0.6	X

[0127] 0 : 백탁이 관찰되지 않음, X : 백탁이 관찰됨

[0128] 상기 표 2를 참고하면, 아크릴계 공중합체 수지를 제조함에 있어서 실시예 1 내지 6이 비교예 1 내지 4에 비해 중합반응 안정성이 더 우수함을 알 수 있었고, 광중합반응에 의해 형성된 실시예 1 내지 6의 헤이즈 값이 비교예의 헤이즈 값에 비해 현저히 적게 측정되었는바 백탁이 관찰되지 않은 반면, 비교예 1 내지 4는 백탁이 관찰되었음을 확인하였다.

[0129] 또한, 실시예 1 내지 5의 아크릴계 공중합체 수지의 중량평균분자량은 100만 이상으로 비교예 1 내지 4의 아크릴계 공중합체 수지 중량평균분자량에 비해 고분자량이었으며, 중량평균분자량 분포(PDI) 또한 5이하로 측정되었다.

[0130] 반면, 비교예 5는 친수성 관능기 함유 단량체를 15중량부 보다 적게, 비교예 6은 70중량부 보다 많게 포함한 것으로, 광중합에 의해 형성되기는 하였으나 비교예 6은 중합반응시 친수성기가 지나치게 많아 중합 안정성이 없고, 비교예 5는 친수성의 함량이 적기 때문에 헤이즈 값이 증가하여 백탁이 관찰되었음을 알 수 있었는바, 친수성 관능기 함유 단량체의 함량이 중합반응 안정성 및 백탁에 중요한 영향을 미침을 알 수 있었다.