

편광필름용 아크릴 접착제의 합성에서 커플링제와 가교제의 효과

임창혁* · 류 춘** · 조을룡†

한국기술교육대학교 응용화학공학과, *애경 중앙연구소, **삼양그룹 식품연구소
(2009년 2월 4일 접수, 2009년 3월 16일 수정, 2009년 3월 21일 채택)

The Effects of Coupling Agent and Crosslinking Agent in the Synthesis of Acrylic Pressure Sensitive Adhesive for Polarizer Film

Chang Hyuk Lim*, Hoon Ryu**, and Ur Ryong Cho†

Department of Applied Chemical Engineering, Korea Institute of Technology and Education,
307, Gajeon-ri, Byongcheon-myon, Cheoan-si, Chungnam 330-708, Korea

*Aekyung, Central Research Laboratories,
217-2, Shinseong-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-345, Korea

**Samyang Group, Food R&D Center,
63-2, Hwaam-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-717, Korea
(Received February 4, 2009; Revised March 16, 2009; Accepted March 21, 2009)

초록: 편광필름용 접착제를 합성하기 위해 아크릴 단량체를 사용하여 용액중합이 수행되었다. 사용된 아크릴 단량체는 2-ethylhexylacrylate, butylacrylate, acrylic acid였으며, 비율은 접착제의 유리전이온도 -40°C 에 맞추어 2-ethylhexylacrylate: butylacrylate: acrylic acid=25:50:3.6로 하였다. 중합된 접착제에 커플링제를 1 wt% 첨가하였을 때 접착제의 광투과율이 매우 증가하였다. 이러한 현상은 커플링제의 Si-O 결합이 액정셀에 대한 접착력을 향상시킨 결과임을 알 수 있었다. 가교제를 단량체 대비 0.5, 1.0, 1.5 wt% 첨가하였을 때 가교제의 함량이 증가할수록 초기접착력은 감소하고 응집력은 증가하였다. 접촉각 분석에서 가교제의 함량이 증가할수록 표면에너지가 커져 접촉각이 감소하였다. 내열성 측정에서 가교제의 증가나 온도변화에 관계없이 아크릴 접착제는 우수한 내열성을 보였으며 절단면의 관찰에서 가교제의 함량이 증가할수록 절단면이 매끄럽고 깨끗하였다. 종합적으로 접착제의 초기접착력, 응집력, 표면에너지, 절단면의 상태 등을 고려하여 적정 가교제의 투입량을 1.0 wt%로 확정하였다.

Abstract: The solution polymerization was conducted to synthesize pressure sensitive adhesive for polarizer film using acrylic monomers. 2-Ethylhexylacrylate, butylacrylate, acrylic acid were used as acrylic monomers. The ratio was 2-ethylhexylacrylate:butylacrylate:acrylic acid=25:50:3.6 by reflecting -40°C of glass transition temperature in the pressure sensitive adhesive. When 1 wt% of coupling agent was added to the polymerized pressure sensitive adhesive, the light transmissivity was significantly increased. This result is due to the enhancement of adhesive power against liquid crystal cell by Si-O bond of coupling agents. Crosslinking agent was added by 0.5, 1.0, and 1.5 wt% with respect to the synthesized polymer. Initial tackiness decreased, while cohesion increased with increasing crosslinking agent. In the analysis of contact angle, the increase of crosslinking agents yielded the enhancement of surface energy, resulting in the decrease of contact angle. From the measurement of heat resistance, the acrylic pressure sensitive adhesive showed excellent heat resistance regardless of change in temperature and contents in crosslinking agent. In the observation of a cutting plane, the increased crosslinking agent represented a smoother and cleaner section. Comprehensive, the optimum additive amount of crosslinking agent was determined to be 1.0 wt% to monomer.

Keywords: pressure sensitive adhesive, polarizer film, acrylic monomer, coupling agent, crosslinking agent.

서 론

편광(polarization)은 전자기파가 진행할 때 파를 구성하는 전기장

이나 자기장이 특정한 방향으로 진동하는 현상을 가리킨다. 일반적인 의미의 전자기파는 모든 방향으로 진동하는 빛이 혼합된 상태를 말하지만, 특정한 광물질이나 광학필터를 사용해 편광된 상태의 빛을 얻을 수 있다. 일반적으로 LCD에 사용하는 편광판은 Figure 1과 같이 요오드계 화합물 또는 이색성 편광물질을 포함하는 기재필름과 투명

*To whom correspondence should be addressed.
E-mail: urcho@kut.ac.kr

보호필름 등으로 구성되어 있다. 투명보호필름으로 사용되는 친수성 triacetyl cellulose 필름은 친유성의 성질을 가진 기재필름인 poly(vinyl alcohol) 필름을 양측에 합지하고 방향에 따라 물리적 성질이 달라지지 않게 한다. 투명보호 필름에 접착제 30 μm로 도포하여 접착층을 형성하고 일측 면에는 이형필름을 부착한다.

기술적인 측면에서 편광필름 제조회사마다 공정 특성이 다르기 때문에 각사의 편광필름에 맞는 접착제의 개발은 보다 복잡하다. 그러나, LCD의 수요는 해마다 증가하고 있고 접착제의 사용도 점차 증가하고 있어 접착제에 대한 연구가 절대적으로 필요한 시점이다. 편광필름용 아크릴계 접착제는 응집력과 투과율을 높이는 것이 목표인데, 응집력은 분자량이 높으면 증가하지만 투과율은 저하되므로 두 성질은 상반된 관계를 지니고 있기 때문에 적절히 만족시킬 수 있는 접착제를 제조하는 것은 보다 복잡하다. 그리고 일반적으로 편광필름 용 접착제의 분자량은 수십 내지 수백만의 높은 분자량을 가져야 응집력이 부여된다. 따라서, 응집력과 우수한 광투과율, 그리고 생산성을 향상시키기 위해 필요한 물성인 퍼짐성이 뛰어난 편광필름용 접착제의 연구가 필요하다.

본 연구에서는 2-ethylhexylacrylate, butylacrylate, acrylic acid를 사용하고 개시제로 벤조일 퍼옥사이드를 사용하여 에틸 아세테이트를 용매로 하여 용액 중합에 의한 접착제를 합성하고자 하였고, 2액형으로, 아크릴 공중합체 제조가 끝나면 실란 커플링제와 가교제를 첨가하고 혼합하였다. 실란 커플링제는 접착 촉진제로 사용되고 접착제를 편광필름 상에 캐스팅시킨 후 액정셀(유리)에 부착하게 될 경우 우수한 접착력을 갖도록 하기 위해 사용하였다. 또한, 아크릴

중합체 자체만으로 접착제로서의 성질을 가지기 어렵고 자체 응집력이 너무 낮아 가교제는 필수적이다.¹ 가교제는 에폭시, 멜라민, 이소시아네이트 가교제 등이 있는데 본 실험에서는 상온에서 반응이 용이한 이소시아네이트 가교제를 사용하였다. 본 연구는 실란 커플링제의 첨가에 따른 광투과율의 효과와 가교제에 의한 초기접착력, 응집력, 젖음성, 내열성 등을 관찰하면서 적정 가교제의 첨가량을 찾고자 하였다.

실험

시약 및 재료. 본 연구에서 사용한 아크릴 단량체는 2-ethylhexylacrylate(2-EHA, Aldrich), butylacrylate(BA, Aldrich), acrylic acid(AA, Aldrich)를 사용하였다. 개시제는 benzoyl peroxide(BPO)와 2,2'-azobis(isobutyronitrile)(AIBN)을, 용매는 ethyl acetate를 사용하였다. 실란 커플링제는 아크릴 공중합체와 반응성이 좋은 vinylmethoxysilane(VMS)와 methacryloxypropyltrimetoxysilane(MAPMS)를 사용하였고 가교제로는 이소시아네이트 계열인 toluene diisocyanate(TDI)를 사용하였다.

실험 장치. 실험 장치는 온도계, 냉각기, 질소 주입구, dropping funnel이 장착된 500 mL 4구 플라스크를 사용하였다. Heating mantle을 사용하여 열의 흐름을 균일하게 하였고, dropping funnel이 실험의 재현성을 높이고 분자량을 적절히 조절하기 위해서 사용되었으며 질소의 주입은 용매 또는 단량체가 변성되는 것을 막기 위하여 질소 분위기를 유지하였다. 본 실험은 빌열반응이므로 온도가 변할 수 있으며, stirring speed는 중합시 생기는 접착 때문에 감소하므로 항상 두 요소를 확인해야 하였다.

실험 방법. 재현성을 위하여 Table 1과 같이 Initial charge, Feed 1, Feed 2, Feed 3로 나누어 진행하였다. Initial charge의 경우 사슬 중합에서 개시단계에 해당되며 반응기에 아크릴 단량체, 개시제, 용매를 넣으며 heating mantle을 사용하여 개시제의 활발한 분해에 의한 라디칼 발생을 위하여 온도를 80 °C로 30분간 유지하였다. Feed 1에서는 분자량이 커지는 성장단계로서 개시제 함량을 늘리며 3시간 동안 중합하였다. Feed 2, Feed 3은 종결단계로서 개시제의 양을 늘려 생성된 라디칼을 제거하거나 용매의 양을 늘려 라디칼 사이의 간격을 벌어지게 하여 종결 반응을 유도하였다. 본 실험은 2액형의 실험으로 6시간 30분 동안 중합한 다음 30분 동안 젖음성을 증가시키

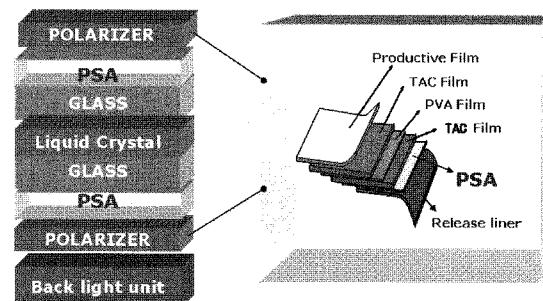


Figure 1. Structure of liquid crystal display and polarizer film.

Table 1. Recipe of Polymerization Used in the Study

	Initial charge(g)	Feed 1(g)	Feed 2(g)	Feed 3(g)	Total(g)	Percent(%)
EAc	57.35	19.1	19.1	38.07	133.62	
2-EHA	10	15			25	11.77
BA	20	30			50	83.16
AA	1.44	2.16			3.6	4.56
BPO	0.017	0.009	0.044		0.07	0.09
Total weight(g)	88.81	66.27	19.14	38.07	212.29	
Percent(%)	41.83	32.46	9.38	18.65	100.00	
Polymerization time	30 min	drop:2 hr	drop:30 min	30 min		
Aging time		30 min	2 hr 30 min			
Total time	30 min	3 hr	6 hr	6 hr 30 min		
Solid(%)					37.08	

기 위해서 중합물을 초음파 처리하였다. 그 후 가교제와 커플링제를 첨가하고 혼합하였다.

접촉각 측정. 접촉각은 contact angle analysis(CAA, P300PLUS, SEO)로 측정이 가능한데 주사기를 사용하여 표면에 액체를 떨어뜨리면 고체 표면과 액체 사이의 표면장력 때문에 접촉각이 생성하게 된다. 접착제 자체의 접도가 크기 때문에 간접적인 방법으로 주사기에 물을 넣어 고체 표면에 떨어뜨려 상대적인 젖음성 및 응집력을 예측할 수 있었다. 고체 표면에는 접착제를 30 μm로 캐스팅시킨 후 건조시키며 주사기와 캐스팅시킨 접착제의 간격은 1 cm 미만으로 하여 측정하였다.²

초기접착력 측정. 시험편의 치수는 너비 10~15 mm, 길이 100 mm의 것을 4매 취하였고 볼의 재질은 KS D 3525에서 규정하는 고탄소 크롬 베어링강 강재의 2종을 사용하였으며, 볼의 크기는 1부터 32까지의 크기인 것을 사용하였고 경사판의 각도는 30°로 하였다. 중합된 접착제를 사용 시험편에 바코터 30 μm로 코팅한 다음 120 °C 조건에서 1분간 건조 후 만든 시험편을 볼 구름 시험장치 측정대 위에 설치한 다음 보조 주행로에는 PET 필름을 시험편 접착면에 붙였고 볼은 이소프로필 알콜로 세척한 다음 볼의 크기를 변경시켜 측정부내에 완전히 정지(5초 이상 볼이 움직이지 않을 것)하는 볼 중의 제일 큰 것을 찾아내어 그 전 후 크기의 볼, 전부 3개의 볼을 1회씩 계 3회 굴려서 제일 큰 볼을 찾아내었다. 측정은 상온에서 실시하였으며 시험편 3매의 평균치를 구해 초기 접착력을 구하였다.³

UV-vis 분석. UV-vis spectrophotometer(Varian, 400)를 사용하여 투과율을 측정하였다. 액정셀(유리)에 접착제를 30 μm로 캐스팅한 후 가시광선 범위인 350~800 cm⁻¹에서 측정하였다.

IR-Spectrum 측정. 제조된 아크릴 접착제 중합물의 구조분석을 위해 적외선분광분석기(IR-spectrometer, Bio Rad)를 이용하여 확인하였다. KBr 팬лет을 제작하여 접착제를 도포시킨 후 측정하며 범위는 4000~600 cm⁻¹의 범위로 하였고 scan 수는 32, resolutions는 8로 측정하였다.

Gel Content 측정. 겔 함량이라 함은 가교제를 첨가하였을 때 어느 정도의 가교반응이 이루어졌는지 알아보는 실험이다. 아크릴 공중합체에 가교제를 첨가한 다음 이형지에 캐스팅시킨 후 70 °C에 3일 동안 방치한다. 이형지에서 공중합체를 분리하여 무게를 측정한 다음 톨루엔에 넣은 후 100 rpm 속도로 교반한다. 3시간 동안 교반한 다음 김김여과장치를 이용하여 잔여물을 얻은 후 건조시킨다. 톨루엔에 넣기 전의 무게와 잔여물의 무게를 비교하여 퍼센트화시킨다.

편광현미경을 이용한 표면분석. 편광필름의 경우 내열성에 대한 아크릴 접착제의 변화가 상당히 중요하다. 그래서 본 실험에서는 편광현미경(LV100POL, Nikon)을 이용해 상온부터 70 °C까지 올려 측정하였다. 먼저, 접착제를 액정셀에 30 μm로 도포시킨 후 열적인 거동을 측정할 수 있다.

절단면 관찰. PET 필름에 접착제를 30 μm 두께로 도포시킨 후 가위로 절단하여 절단면을 CAA에 부착된 줌 카메라의 배율을 5배로 하여 절단면에서의 접착제의 상태를 관찰하였다.

결과 및 토론

커플링제의 첨가효과.

접착제 폴리머에 첨가된 실란 커플링제의 역할은 다양하다. 실란 커플링제의 경우 가수분해하여 커플링제로 사용하거나 접착제의 첨가제 역할을 하여 반응에는 영향을 주지 않는 경우도 있다. 본 연구에서는 Table 1의 처방으로 중합한 고분자 용액에 실란을 단량체 100에 대하여 1 wt%의 커플링제를 첨가함으로써 물성의 영향과 접착제의 메카니즘을 간접적으로 비교하였다. Figure 2와 같이 아크릴 공중합체에 실란 커플링제의 첨가 유무에 따라 피크를 비교한 결과 실란의 피크 위치인 800~1100 cm⁻¹에서 뚜렷하게 나타나지 않았다. 이런 결과로 실란 커플링제는 아크릴 공중합체와 결합을 하지 않거나 실란의 투여량이 단량체에 1 wt% 정도로 소량이 들어가기 때문에 확실한 피크를 찾을 수 없었다. 하지만, Figure 3을 보면 실란이 AA에 존재하는 -COOH와의 반응성이 영향을 주는 것을 알 수 있다. 실란의 유무에 따라서 3400 cm⁻¹의 -OH 피크가 달라짐을 알 수 있다. 히드록시기의 피크를 비교해 볼 때, 실란 커플링제의 첨가 여부에 따라서 히드록시기의 피크가 감소함으로 실란 커플링제와 아크릴 공중합체와의 반응을 확인할 수 있었다. 특히, MAPMS가 아크릴 공중합체와 반응성이 우수하나 두 종류의 실란 커플링제를 동시에 사용할 경우 한 종류의 실란을 사용한 것보다 오히려 낮은 물성을 보였다. 이런 원인은 2개의 실란 커플링제를 동시에 사용할 경우 오히려 실란 고유의 역할에 방해를 받기 때문이다.^{4~6}

Figure 3과 마찬가지로 Figure 4에서도 2개의 실란을 사용하는 것보다는 1개의 실란을 사용하는 것이 우수한 물성을 나타낸다. Figure 4를 보면 실란이 투과율에도 영향을 주는 것을 알 수 있었다. VMS와

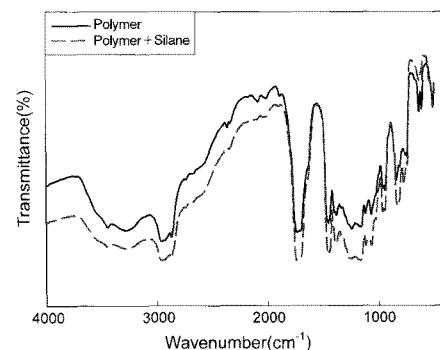


Figure 2. FT-IR spectra of samples with and without silane coupling agent.

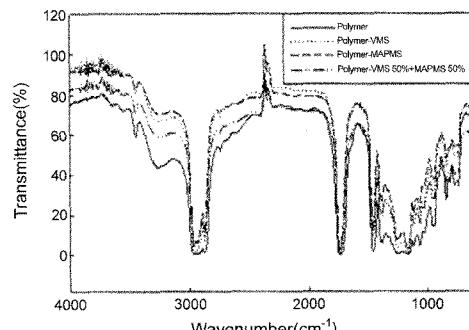


Figure 3. FT-IR spectra depending on various silane coupling agent.

MAPMS를 아크릴 공중합체에 첨가하여 광투과율을 비교하였다. 아크릴 공중합체에 실란 커플링제를 첨가할 경우 광투과율이 상당히 향상됨을 알 수 있었다. 특히 MAPMS의 경우 아크릴계열의 실란으로서 아크릴 공중합체에 첨가할 경우 VMS 보다 높은 투과율을 나타내었다. 하지만 VMS와 MAPMS를 각각 50% 사용할 경우 오히려 투과율이 저하됨을 알 수 있었다. 실란 커플링제의 경우 Si-O 결합은 액정셀이 유리로 구성되어 있기 때문에 아크릴 공중합체를 합지시킬 때 점착성이 향상될 거라 예상되었다.

또한, 실란 커플링제의 사용에 따라 투과율이 상당히 향상됨을 알 수 있었다. 아크릴 공중합체의 투과율이 약 88% 정도였지만 실란 커플링제를 사용함에 따라 100% 이상 되었다. 이는 실란 커플링제 자체에 Si-O의 그룹이 있어 액정셀에 부착될 경우 투과율을 상승시키는 요인이 될 수 있다. 실란 커플링제의 종류에 따른 투과율은 Figure 5와 같다. 순수 아크릴 공중합체에 비해 VMS와 MAPMS를 각 50% 첨가한 공중합체는 투과율이 저하됨을 알 수 있었다. 이런 현상은 앞서 기술한 것처럼 두 가지의 실란을 동시에 사용할 경우 아크릴 공중합체의 반응성과 빛에 대한 투과율이 저하되는 것으로 보아 두 가지 실란을 사용할 경우 오히려 물성과 반응에 방해가 되어 실란 특유 장점을 발휘하지 못함을 알 수 있었다. 덧붙여 VMS보다 MAPMS가 더욱 아크릴 공중합체와 반응성이 뛰어남을 알 수 있었다.

가교제 첨가의 영향: 용액중합으로 점착제를 제조할 경우 가교제는 필수적이다. 용액중합의 점착제는 유화중합의 점착제와 달리 자체

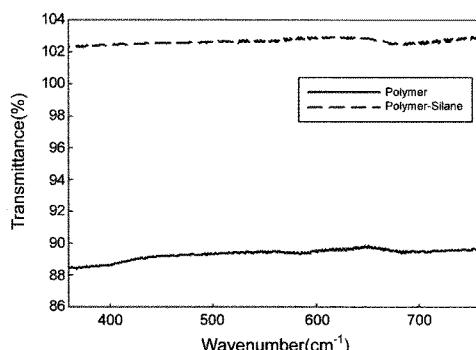


Figure 4. UV spectra with and without silane coupling agent.

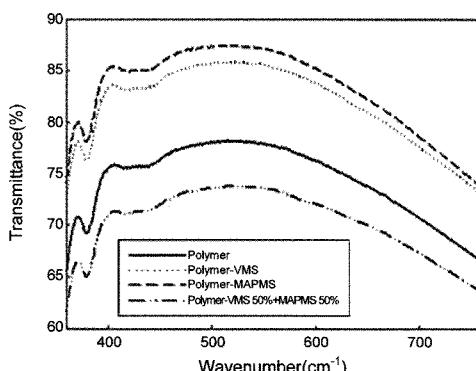


Figure 5. UV spectra with various silane coupling agent.

응집력이 낮기 때문에 가교제를 사용해야 한다. 본 실험에서는 Table 2와 같이 총 중합물 대비 가교제를 0.5, 1.0, 1.5 wt% 아크릴 공중합체에 첨가하였다. 상온에서 반응하는 이소시아네이트를 아크릴 공중합체에 첨가하면 AA 유니트의 카르복실기와 이소시아네이트기와의 반응에 의해 아미드 결합을 형성하게 된다. 그리하여 아크릴 공중합체 간의 가교 역할을 하게 되어 분자간의 응집력을 최대화시켜 점착제 역할을 할 수 있게 한다. Figure 6의 FT-IR 피크에서 볼 수 있듯이 1600 cm⁻¹ 정도에서 -NH 결합이 발생함을 알 수 있다. 이런 결과로 AA에 존재하는 카르복실기와 이소시아네이트의 결합으로 가교과정이 생김을 알 수 있다. 이로 인해 분자간의 응집력은 높아져 점착제로서 요구되어지는 여러 물성을 만족할 수 있게 된다. 이소시아네이트 가교제의 함량에 따라 점착제의 3대 물성, 접도, pot life, 응집력 향상 등 여러 물성들이 달라질 수 있으므로 편광필름 점착제로서 적절한 함량을 찾아야 하였다. 우선, 가교제의 함량에 따른 초기점착력의 경향성을 측정하였다. 초기 점착력은 Ball Tack을 이용하였으며 Figure 7과 같이 가교제의 함량에 따라 측정하였으며 경사는 각 30°, 45°, 60°로 조절하였다. 그 결과, 가교제 함량이 증가할 경우 ball number는 상당히 낮았고 가교제의 함량이 적을 경우 ball number가 높은 수치를 나타내었다. 이 이유는 이론상 초기 점착력과 응집력은 반비례하는데, 초기 점착력의 경우 분자간의 응집력이 낮을 경우에 높게 되며 피착제에 대해 전사가 되어 점착제의 역할을 할 수 없게 된다. 그 반대일 경우, 점착제에 의해 피착제가 잘 붙지 않게 된다. 그래서, 점착제는 용도와 피착제의 성질에 따라 적합한 초기점착력과 응집력을 찾아야 한다. 본 실험에서는 초기점착력의 측정으로 가교제 함량이 1 wt% 일때 편광필름용 점착제로서 적합함을 알 수 있었다.

Table 2. Polymerization Recipe with Crosslinking Agent Used in the Study

Sample	Solvent (g) Ethyl acetate (Monomer/Solvent)	Monomer (g) 2-EHA BA AA	Initiator (g) BPO	Crosslinking agent(wt%) TDI
PPSA-4	133.62 (1/1.7)	25 50 3.6	0.07	0
PPSA-13	133.62 (1/1.7)	25 50 3.6	0.07	0.5
PPSA-14	133.62 (1/1.7)	25 50 3.6	0.07	1.0
PPSA-15	133.62 (1/1.7)	25 50 3.6	0.07	1.5

^appm(part per hundred monomer) wt%.

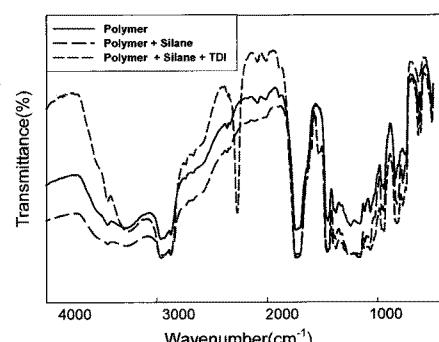


Figure 6. FT-IR spectra with and without isocyanate.

아크릴 공중합체의 경우 투명한 색을 가지고 있으나 가교제를 투여할 경우 분자간의 다리결점이 발생하여 불투명한 색으로 변하게 된다. 이런 색의 변화로 분자간의 응집력을 향상될 수 있으나 편광필름용 접

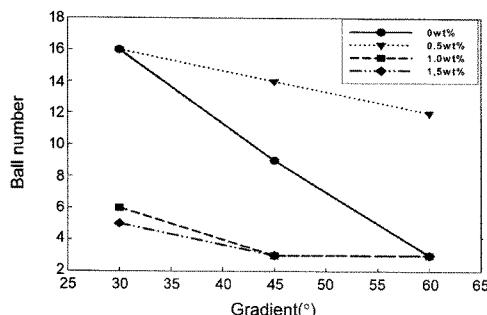


Figure 7. Ball tack with various isocyanate contents.

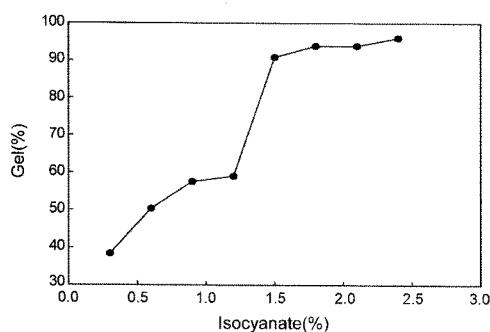


Figure 8. Effect of viscosity on various ratios of solvent to monomer.

착제로서는 적합하지 않다. 보통 가교가 되지 않은 상태에서는 용매에 대해 잘 용해되지만 가교가 형성될 경우에는 용매에 잘 녹지 않으며 팽윤상태가 된다. 그래서, 본 실험에서는 Figure 8에서 볼 수 있듯이 젤 퍼센트를 측정하여 가교제의 함량에 따른 공중합체의 거동을 알 수 있었다. 보통 편광필름용 접착제로서 요구되어지는 젤 퍼센트는 65~75%가 적당하다. 1.5 wt% 이상의 가교제를 첨가할 경우 젤 함량이 급격하게 높아져 투명성을 유지할 수 없게 된다. 가교제의 함량에 따라 고분자의 표면에너지가 변할 수 있다. 지금까지 표면에너지는 단량체의 종류, 개시제의 함량, 단량체와 용매의 비율에 따라 달라질 수 있으나 그 변화는 크지 않았으며 오차 범위 안에 있었다. 하지만, 가교제를 첨가할 경우에 표면에너지의 차이는 굉장히 크다고 볼 수 있다. Figure 9에서 볼 수 있듯이 가교제는 분자간의 응집력을 높이는 동시에 분자간의 표면에너지를 높여 상당한 차이를 보였다. 0.5~1.0 wt%의 차이는 젤 퍼센트의 커다란 차이는 없었으나 1.5 wt% 이상일 경우 굉장히 큰 표면에너지를 가지고 있음을 예상할 수 있다. 큰 표면에너지는 액상의 물질이 닿을 때는 퍼짐성이 좋아져 접촉각이

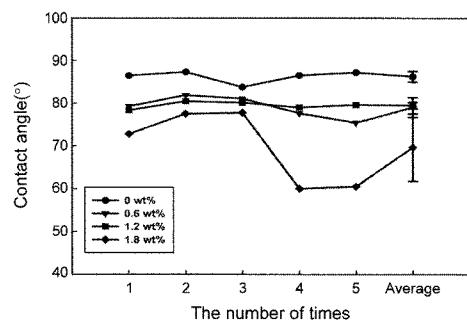


Figure 9. Contact angle with various contents of isocyanate.

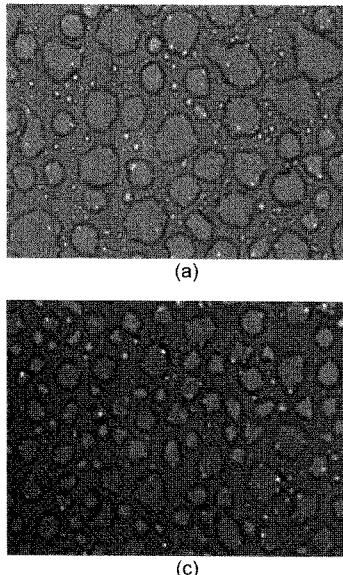


Figure 10. Microscopic surface with various wt% of isocyanate at 25 °C: (a) 0; (b) 0.5; (c) 1.0; (d) 1.5.

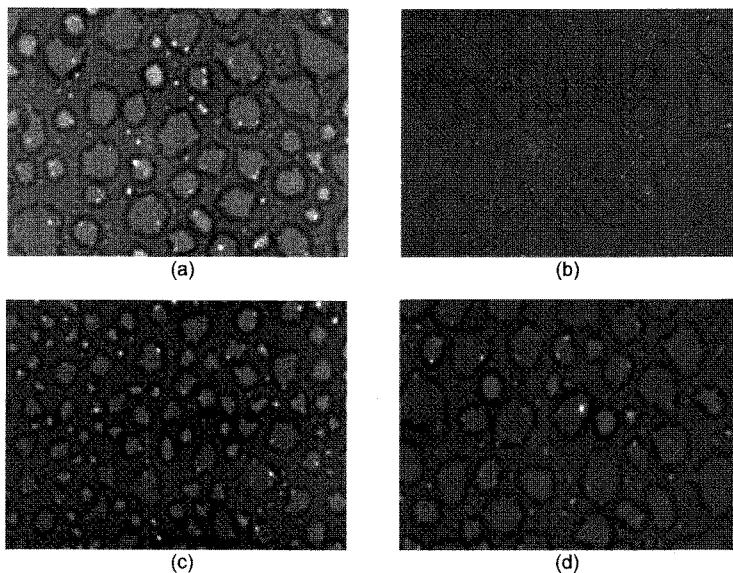


Figure 11. Microscopic surface with various wt% of isocyanate at 50 °C: (a) 0; (b) 0.5; (c) 1.0; (d) 1.5.

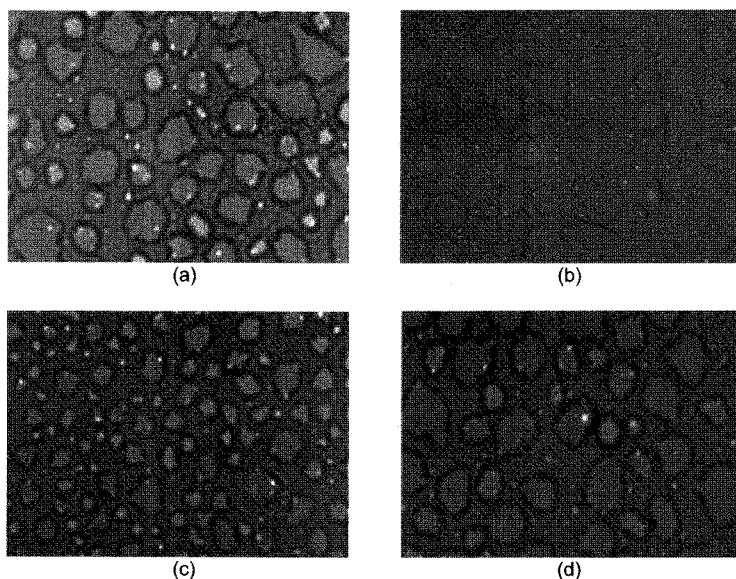


Figure 12. Microscopic surface with various wt% of isocyanate at 70 °C: (a) 0; (b) 0.5; (c) 1.0; (d) 1.5.

작게 나타나게 됨을 알 수 있다. 본 실험에서도 가교제의 함량이 증가할수록 표면에너지가 커져 접촉각이 감소함을 상대적으로 비교할 수 있다.⁷

편광필름용 접착제는 온도에 따른 거동이 중요하다. 특히, 온도에 대한 내구성이 중요한 변수가 될 수 있는데, 이는 LCD-TV의 경우 장시간동안 빛에 노출되어 있기 때문이다. LCD의 과부하 온도는 60 °C 정도이며 평상시 온도는 25~40 °C 정도이다. 그래서, 본 실험에서 편광현미경을 이용하여 모든 공정이 종료된 상태의 접착제

를 액정셀에 도포시킨 후 온도에 따라 거동을 살펴보았다. Figures 10 ~12까지 가교제의 함량에 따라 25, 50, 70 °C에서 접착제의 거동 또는 변화를 관찰한 결과 어느 가교제의 함량에서도 온도에 따른 차이가 전혀 발생하지 않았다. 따라서, 아크릴 접착제의 장점은 내열성, 내구성이 상당히 뛰어난 것인데 보통 124 °C 정도까지 온도 상승에 따른 변화가 없다고 한다. 이것이 편광필름용으로 내열성 및 내구성이 뛰어난 아크릴 접착제를 사용하는 이유라 할 수 있다.

가교제의 첨가로 응집력이 증가하여 초기 접착력이 감소하면서 분

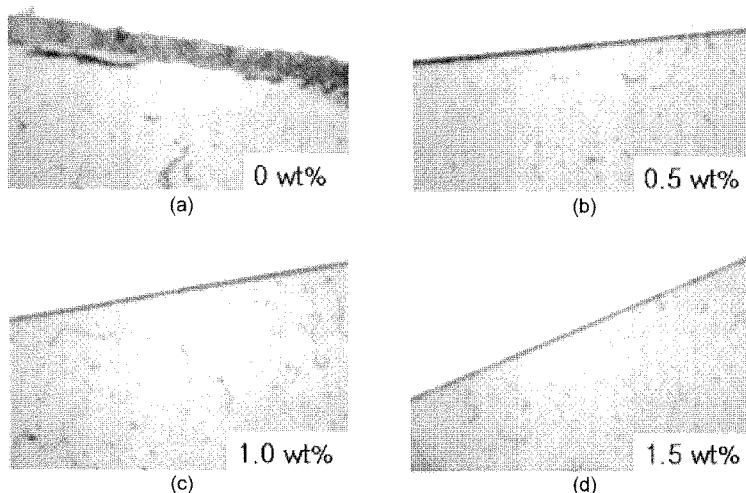


Figure 13. State of section with various contents of isocyanate by microscope of CAA: (a) 0; (b) 0.5; (c) 1.0; (d) 1.5.

자간의 응력이 강해져 접착제를 도포한 필름의 절단이 매끄럽게 된다. Figure 13은 CAA의 줌 카메라를 사용하여 가교제의 함량에 따라 접착제가 도포된 필름의 절단면을 촬영한 사진이다. 가교제를 첨가하지 않는 경우에는 절단면이 굉장히 지저분하여 공정상 사용이 불가능 하며 0.5 wt%일 경우에는 절단면이 0 wt% 보다 매끄럽지만 1.0, 1.5 wt% 보다는 깨끗하지 않았다. 이는 유연성이 높은 접착층이 접착제가 도포된 편광판을 정밀하게 절단시킬 때 접착제가 쉽게 빠져나가 오염되는 등의 문제가 발생할 수 있다. 따라서, 본 실험 결과 가교제의 함량에 따른 응집력이 접착제의 절단면에도 영향을 주는 것을 알 수 있었다. 이는 공정상 절단 작업이 필연적이므로 절단면의 상태도 고려할 때 적절한 가교제의 첨가가 이루어져야 함을 알 수 있었다.

결 론

편광필름용 접착제의 제조를 위해 아크릴 단량체를 2-EHA; BA : AA=25 : 50 : 3.6의 비율로 사용하고 개시제로 BPO를 0.07파트를 넣어 중합한 후 커플링제 1 wt% 넣은 후 그 효과를 관찰한 결과 커플링제 첨가에 의해 접착제의 광투과율이 상당히 증가하였다. 이는 실란 커플링제의 Si-O 결합이 유리로 구성된 액정셀로 접착제를 핫지 시킬 때 결합력 향상에 의한 접착성의 증가에 기인하는 것으로 판단되었다. 중합된 접착제에 가교제인 TDI를 단량체 대비 0.5, 1.0, 1.5 wt% 첨가하고 가교제 첨가량에 따른 Ball Tack 실험에서 가교제의 함량이 증가할수록 ball number가 낮아서 가교제의 증가에 따라 초기접착력은 감소하고 응집력은 증가함을 알 수 있었다. 접촉각 분석에서 가교제의 함량이 증가할수록 표면에너지가 커져 접촉각이 감소함을 알 수 있었다. 편광현미경으로 관찰한 접착제의 내열성 측정에서 가교제의 증가나 온도의 상승에 관계없이 아크릴 접착제가 도포된 표면은 변화가 없어 뛰어난 내열성을 보였으며 CAA 줌 카메라로 절

단면을 관찰한 결과 가교제를 1.0 wt% 이상 사용하였을 때 절단면이 매끄럽고 깨끗하였다. 이상의 실험에서 초기 접착력과 응집력, 젖음성, 적정 젤 함량, 절단면 상태 등을 종합적으로 고려하여 가교제의 적절한 함량을 1.0 wt%로 결정하였다.

감사의 글: 본 연구는 교육과학기술부와 한국산업기술재단의 지역 혁신인력양성사업으로 수행된 연구결과이며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. T. Yamagishi, S. Node, Y. Chishima, and K. Fukuzawa, *Adhesion Science and Technology: Proceedings of the International Adhesion Symposium*, Yokohama, p 703–714 (1994).
2. I. H. Park, *Application and Testing of Adhesives*, Korea Chemical Research Institute, chap. 6 (1994).
3. L. Peter, “Pressure Sensitive Adhesives Market 1997: A Multi-client Sensitive Adhesive Applications”, *BASF Symposium, Ludwigshafen*, Germany, Feb. 15–16 (1996).
4. R. Milker and Z. Czech, *Proceedings of the 14th Conference munchener klebstoff- und veredelungsseminar*, p 134 (1989).
5. L. H. Sperling, *Introduction to Physical Polymer Science*, 3rd, Wiley–Interscience, New York, p 322 (2001).
6. H. J. Kim, “*Miscibility and Performance of Acrylic Pressure Sensitive Adhesive*”, Ph. D Thesis, The University of Tokyo (1995).
7. C. Creton and L. Leibler, *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, **34**, 545 (1996).