



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0099983
(43) 공개일자 2017년09월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 183/14 (2006.01) *B32B 7/12* (2006.01)
C08G 77/20 (2006.01) *C08G 77/28* (2006.01)
C08G 77/50 (2006.01) *C09J 5/06* (2006.01)
 (52) CPC특허분류
C09J 183/14 (2013.01)
B32B 7/12 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2017-7020546
 (22) 출원일자(국제) 2015년12월08일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2017년07월21일
 (86) 국제출원번호 PCT/CN2015/096670
 (87) 국제공개번호 WO 2016/101785
 국제공개일자 2016년06월30일
 (30) 우선권주장
 PCT/CN2014/094613 2014년12월23일 중국(CN)

(71) 출원인
헨켈 아게 운트 코. 카게아아
 독일 40589 뒤셀도르프 헨켈스트라쎄 67
헨켈 아이피 앤드 홀딩 게엠베하
 독일 40589 뒤셀도르프 헨켈스트라쎄 67
 (72) 발명자
하인스, 스테판
 중국 201203 상하이 푸둥 뉴 에어리어 장강 하이
 테크놀로지 파크 장형 로드 넘버 928
쑤, 춘위
 중국 201104 상하이 민항 춘쎄 로드 넘버 2768 빌
 당 23 룸601
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 **1k 고온 탈결합 가능한 접착제**

(57) 요약

본 발명은 하나의 기관을 다른 기관에 일시적으로 부착하는데 사용하기 위한 1k 고온 탈결합 가능한 접착제를 제공한다. 상기 접착제 조성물은 (a) 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 또는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물, 또는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물 및 비닐 폴리실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물의 혼합물, 및 (b) 메르캡토-가교제를 포함한다. 상기 접착제 조성물은 UV/Vis/LED 또는 열 또는 조합된 것에 의해 경화되고 더 낮은 에너지를 요구하면서 더 빨리 경화된다. 본 발명은 또한 이러한 접착제를 포함하는 어셈블리 및 상기 접착제를 사용하는 방법을 제공한다.

(52) CPC특허분류

C08G 77/20 (2013.01)

C08G 77/28 (2013.01)

C08G 77/50 (2013.01)

C09J 5/06 (2013.01)

C09J 2205/302 (2013.01)

C09J 2205/31 (2013.01)

(72) 발명자

유양, 지양보

미국 20871-9481 메릴랜드 클라크스버그 호스슈 벤드 씨클 12559

첸, 진치엔

중국 200033 상하이 쉬후이 메이룽 빌리지 7 36 룸 602

명세서

청구범위

청구항 1

(a) 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 또는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물, 또는

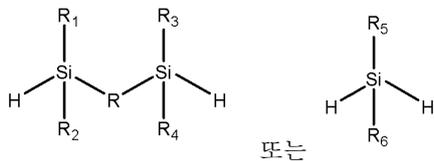
1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물 및 비닐 폴리실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물의 혼합물, 및

(b) 메르캡토-가교제

를 포함하는 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 말단 Si-H 수소를 가지는 상기 실란 또는 실록산은



(여기서 R은 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기, 아릴기, 산소, -(O-SiMe₂)_n-O-, -(O-SiAr₂)_n-O-, -(O-SiMeAr)_n-O-, 및 임의의 이 기의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 여기서 n은 적어도 1인 정수이고, Me는 메틸기이고, Ar은 아릴기이고; 각 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기이다)

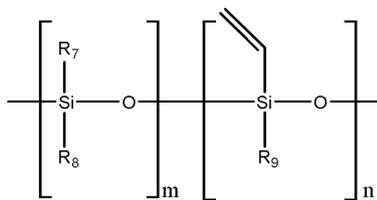
의 구조를 가지는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 3

제2항에 있어서, 말단 Si-H 수소를 가지는 상기 실란 또는 실록산은 폴리디알킬실록산, 폴리알킬아릴실록산, 테트라알킬디실록산, 및 폴리디아릴실록산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 치환된 비닐기를 갖는 상기 폴리실록산은



(여기서 R⁷, R⁸ 및 R⁹는 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되고, m, n은 양의 정수를 나타낸다)

의 구조를 갖는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

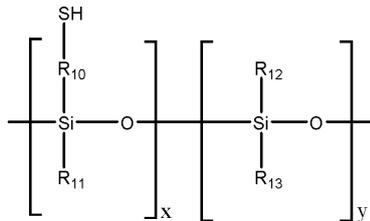
청구항 5

제4항에 있어서, 비닐 폴리실록산은 메틸비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 메틸비닐실록산 및 디에틸실

록산의 공중합체, 메틸비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 메틸에틸실록산, 페닐비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 페닐비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 페닐비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 메르캅토-가교제는 황화수소, 트리카르발릴 메르캅탄, 이소펜틸 테트라메르캅탄, m-트리에탄티올 벤젠, p-디에탄티올 벤젠, 이소펜틸 테트라아세테이트메르캅탄 및

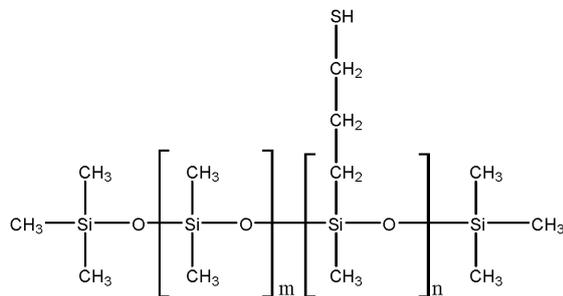


(여기서 R¹⁰, R¹¹, R¹², R¹³은 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀의 알킬기 또는 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되고, x는 1 초과와 정수를 나타내고, y은 양의 정수 또는 0을 나타낸다)

의 구조를 가지는 메르캅토-폴리실록산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 메르캅토-가교제는 바람직하게는



(여기서 m 및 n은 양의 정수를 나타낸다)

의 구조를 가지는 메르캅토-폴리실록산인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 라디칼 경화 개시제(c)를 더 포함하는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 라디칼 경화 개시제는 α-히드록시 케톤, 벤조페논, 페닐 글리옥실산, 아실-포스핀 옥사이드 및 비스-아실-포스핀 옥사이드, 디쿠멘 퍼옥사이드, 쿠멘 히드로퍼옥사이드, 및 2-히드록시-2-메틸-1-페닐 프로판-1-온으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 충전제(d)를 더 포함하는 것인 탈결합 가능한 접착제 조성물.

청구항 11

캐리어와 기판 사이에 배치된 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 포함하는 기판과 캐리어의 어셈블리.

청구항 12

- (i) 기판 및 캐리어를 제공하는 단계;
 - (ii) 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기판 및/또는 캐리어에 배치시키는 단계;
 - (iii) 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기판 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기판과 캐리어를 접촉시키는 단계; 및
 - (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가열함에 의해 탈결합 가능한 접착제를 라디칼 경화시키는 단계
- 를 포함하는 기판을 캐리어에 결합시키는 방법.

청구항 13

- (i) 기판 및 캐리어를 제공하는 단계;
 - (ii) 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기판 및/또는 캐리어에 배치시키는 단계;
 - (iii) 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기판 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기판과 캐리어를 접촉시키는 단계;
 - (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가열함에 의해 탈결합 가능한 접착제를 라디칼 경화시키는 단계; 및
 - (v) 임의로 어셈블리를 실온이 되게 하고/거나 기판을 처리하는 하나 이상의 단계 후에 기판 및 캐리어를 기계적으로 분리시키는 단계
- 를 포함하는 캐리어로부터 기판을 탈결합 시키는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 고온 용도로 사용하기 위한 1k (패키지의 측면에서 하나의 성분) 일시적 접착제에 관한 것으로, 특히 하나의 기판을 다른 기판에 일시적으로 부착하기 위한 접착제에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 여러 산업 분야에서 유연하고/거나 매우 얇은 기판, 예를 들어, 스테인리스 강, 실리콘 웨이퍼, 유리, 세라믹, 폴리이미드 및 폴리에스테르 필름의 사용에 대한 관심이 커지고 있다. 유연하고 매우 얇은 기판은 다운스트림 제조 조건에서 독립적으로 취급하기에는 너무 부서지기 쉬우므로 견뎌내기 위해 적합한 캐리어 위에 지지되어야 한다. 제작 공정이 행해진 후, 기판은 캐리어로부터 손상되지 않은 상태로, 바람직하게는 실온에서 제거 가능해야 한다.

[0003] 한 예시로, 전자 산업에서, 이미지 디스플레이, 센서, 광전지 및 RFID는 휴대 전화, 개인 디지털 보조기, 아이팟 또는 TV 용 디스플레이 적용을 위한 얇고/거나 유연한 기판을 점점 더 필요로 한다. 예시적인 기판은 기능 이 패키징된 매우 얇은 (100 μm) 유리이다. 유리는 박막 트랜지스터(TFT)를 증착시키기 위해 300 내지 500 °C 또는 투명 도체인 산화주석인듐(ITO)을 증착시키기 위해 150 내지 400 °C 에서 처리된다. 유리의 연약함과 가혹한 처리 조건으로 인해, 이 유리는 제작 과정에서 보다 안정한 기판에 결합하여 강화 또는 보호되어야 한다. 또한 터치 센서 제조에 대한 피스 유형(piece-type) 접근법에서, 터치 센서 유리는 상기한 바와 같이 증착 처리 전에 사전 절단되고 캐리어에 결합된다. 실리콘 웨이퍼 제조와 같은 다른 산업은 또한 후면 연마(back grinding) 처리 동안 점점 더 얇아지는 실리콘 웨이퍼를 보호하기 위해 캐리어 기판의 결합 후에 후속되는 클린

릴리스를 요구한다.

- [0004] 상기 기술한 것과 같은 용도는, 쉽고 깔끔하게 탈결합 가능하고, 높은 처리 온도에서 일시적인 결합을 하게 하고, 기관의 취급 또는 성능을 손상하지 않게 하는 고온 안정 접착제를 요구한다. 이것은 특히 전자 산업 내에서 목적으로 한다. 이러한 접착제의 개발은 반도체, 활성 매트릭스 박막 트랜지스터, 터치 멤브레인, 또는 광전지용과 같은 기존의 제작 방법이 현재 설치된 제조 도구 및 기계의 기초를 사용하게끔 할 것이다. 그러나 가장 최근 시판되고 있는 일시적 접착제는 400℃ 만큼 높다고 할 수 있는, 제조 단계의 최대 처리에서 열적으로 안정하지 않다.
- [0005] 대상 구성요소에 손상을 야기하지 않고, 실온에서 나중에 제거될 수 있는 고온 일시적 접착 용도에 적합한 접착제는, 따라서, 다양한 산업 분야에 걸쳐 얇거나 더 유연한 기관의 용도를 진전시킬 것이다.
- [0006] 고온 탈결합 가능한 접착제는 2k(패키지의 측면에서 두 개의 성분)를 가진다. 2k 시스템은 적용 전 또는 과정 중에, 적절한 작업 제품을 제조하기 위해 추가의 첨가제와 혼합될 필요가 있다. 이는 짧은 작업시간, 긴 경화 시간, 및 용기의 개방 후에 특히 짧은 저장수명 시간으로 인해 적용과 관리에 손상을 가져온다. 따라서, 2k 시스템과 비교하여 적용 과정을 용이하게 하고, 경화 시간을 단축시키고 작업 시간 또는 가사 시간(pot life)을 연장시키기 위해 1k 시스템이 개발되었다.
- [0007] 현재 1k 조성물은 고출력 광원에 의해 고정되고 경화 시간이 충분히 빠르지 않고, 또한 경화 시스템은 저에너지 LED 광원에 적합하지 않으며, 또한, 탈결합 시험에서, 탈결합 후 현재 1k 접착제 조성물은 양쪽 기관의 표면에 달라붙는다. 이것은 잔류물을 제거하기 위해 용매를 이용한 세정을 필요하게 한다.
- [0008] 따라서, 동시에 다른 성능의 요구 사항, 예를 들어, 열적 안정성 및 작업 시간 또는 가사 시간의 요구사항을 충족시키면서 이러한 문제를 해결할 수 있는 새로운 1k 접착제 조성물의 개발에 대한 요구가 여전히 있다.

발명의 내용

- [0009] 본 발명은
- [0010] (a) 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 또는
- [0011] 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물, 또는
- [0012] 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물 및 비닐 폴리실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물의 혼합물, 및
- [0013] (b) 메르캡토-가교제
- [0014] 를 포함하는 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물에 관한 것이다.
- [0015] 본 발명은 또한 기관 및 캐리어 사이에 배치된, 바람직하게는 본 발명에 따른 경화된 1K 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 포함하는 기관 및 캐리어의 어셈블리에 관한 것이다.
- [0016] 본 발명은
- [0017] (i) 기관 및 캐리어를 제공하는 단계;
- [0018] (ii) 본 발명에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기관 및/또는 캐리어에 배치시키는 단계;
- [0019] (iii) 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기관 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기관과 캐리어를 접촉시키는 단계; 및
- [0020] (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가열함에 의해 탈결합 가능한 접착제를 라디칼 경화시키는 단계
- [0021] 를 포함하는 기관을 캐리어에 결합시키는 방법을 포함한다.
- [0022] 본 발명은
- [0023] (i) 기관 및 캐리어를 제공하는 단계;

- [0024] (ii) 본 발명에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기판 및/또는 캐리어에 배치시키는 단계;
- [0025] (iii) 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기판 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기판과 캐리어를 접촉시키는 단계;
- [0026] (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가열함에 의해 탈결합 가능한 접착제를 라디칼 경화시키는 단계; 및
- [0027] (v) 임의로 어셈블리를 실온이 되게 하고/거나 기판을 처리하는 하나 이상의 단계 후에 기판 및 캐리어를 기계적으로 분리시키는 단계
- [0028] 를 포함하는 캐리어로부터 기판을 탈결합 시키는 방법을 더 포함한다.
- [0029] 마지막으로, 본 발명은 접착제로서, 바람직하게는 기판과 캐리어의 결합용으로서의 본 발명 조성물의 용도를 포함한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0030] 하기 문단에서 본 발명은 더 상세히 기술된다. 이렇게 기술된 각 양상은 반대로 명확하게 명시하지 않는 한, 임의의 다른 양상 또는 양상들과 조합될 수 있다. 특히 바람직하거나 이롭다고 명시되는 임의의 특징은 바람직하거나 이로운 것으로 명시되는 임의의 다른 특징 또는 특징들과 조합될 수 있다.
- [0031] 본 발명의 내용에서, 내용이 다르다고 지시하지 않는 한 사용된 용어는 다음의 정의에 따라 해석될 것이다.
- [0032] 본원에서 사용된 바와 같이, 내용이 명확히 다르다고 지시하지 않는 한 "한", "하나", 및 "그"는 단일 또는 복수 언급을 모두 포함한다.
- [0033] 본원에서 사용된 용어 "포함하는", "포함한다" 및 "를 포함하는"은 "포괄하는", "포괄하다" 또는 "함유하는", "함유하다"와 동의어이고 포괄적이거나 개방형이며 추가의, 기재되지 않은 구성원, 요소 또는 방법 단계를 배제하지 않는다.
- [0034] 수치 종점의 기재는 각 범위 내에 포괄된 모든 수치 및 분율 뿐만 아니라 기재된 종점을 포함한다.
- [0035] 양, 농도 또는 다른 값 또는 파라미터가 범위, 바람직한 범위 또는 바람직한 상한 값 및 바람직한 하한 값의 형태로 표현되는 경우, 얻어지는 범위가 본원에서 명확하게 언급되는지 여부를 고려함 없이, 임의의 상한 또는 바람직한 값이 임의의 하한 또는 바람직한 값과 조합되어서 얻어진 임의의 범위가 구체적으로 개시되었다고 이해되어야 한다.
- [0036] 본 명세서에 인용된 모든 참조는 본원에 그 전체가 참조로 인용된다.
- [0037] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함하여, 발명을 개시하는데 사용된 모든 용어는 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 의미를 가진다. 추가의 지침의 수단에 의하여, 용어 정의가 본 발명의 교시를 더 잘 이해하도록 포함된다.
- [0038] 본원에서 사용된 "두 개 이상"은 적어도 두 개에 관한 것이고 언급한 종류의 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 이상을 포함한다.
- [0039] 본 명세서 및 청구범위에 사용된 바와 같이, "기판"은 제작 공정을 위한 대상 구성요소를 의미하고, "캐리어"는 "기판"을 위한 지지 구조물을 의미한다.
- [0040] 본 발명은 (a) 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 또는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물 또는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물 및 비닐 폴리실록산의 비닐기 및 말단 Si-H 기를 가지는 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 반응의 수소화 규소 첨가 반응 생성물의 혼합물 및 (b) 메르캅토-가교제를 포함하는 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물에 관한 것이다.
- [0041] 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산과 말단 Si-H 수소를 가지는 실란 또는 실록산 사이 또는 1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 비닐 폴리실록산과 말단 Si-H 수소를 가지는 실란 또는 실록산 사이 반응의 부분 수소화 규소 첨가 반응 생성물이 본원에서 비닐카르보실록산 또는 VCS 수지 또는 VCSR로 언급될

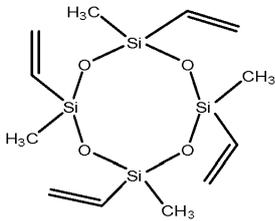
것이다.

[0042] 일반적으로, 본원에서 사용되는 용어 "부분 수소화 규소 첨가 반응 생성물"은 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산과 실란 또는 실록산의 말단 Si-H 수소와의 또는 1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산, 비닐 폴리실록산과 말단 Si-H 수소를 가지는 말단 Si-H 수소를 가지는 실란 또는 실록산과의 수소화 규소 첨가 반응의 생성물을 의미하며, 여기서 반응 생성물은 적어도 하나의 미반응 비닐기를 보유한다. 적어도 하나의 미반응 비닐기는 이어지는 경화 반응 (라디칼 중합에 의한)에서 가교결합의 부분 역할을 한다.

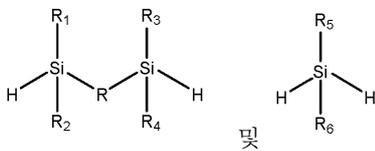
[0043] 다양한 실시양태에서, VCSR은 최대 200000 g/mol, 바람직하게는 1000 내지 150000 g/mol의 분자량(Mw)를 가진다. 분자량(Mw)은 THF를 용리액으로 사용하는 DIN 55672-1:2007-08에 따른 겔 침투 크로마토그래피 (GPC)에 의해 결정될 수 있다.

[0044] 한 실시양태로서, 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산을 메르캅토 가교제와 반응시켜 1k 고온 탈결합 가능한 접착제를 수득한다.

[0045] 다른 실시양태로서, VCSR을 메르캅토-가교제와 반응시켜 1k 고온 탈결합 가능한 접착제를 수득하고, 본원에서 사용된 VCSR은 하기 구조:



[0046] 를 가지는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산과 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산과 반응될 적어도 두개의 말단 Si-H 수소를 가지고 하기 구조:

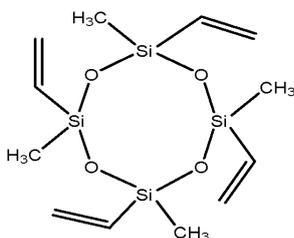


[0048] (여기서 R은 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기, 아릴기, 예를 들어, C₆ 내지 C₁₀ 아릴기, 산소, -(O-SiMe₂)_n-O-, -(O-SiAr₂)_n-O-, -(O-SiMeAr)_n-O-, 및 임의의 이 기의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 여기서 n은 적어도 1인 정수이고, Me는 메틸기이고, Ar은 아릴기, 예를 들어 C₆ 내지 C₁₀ 아릴기이고; 각 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기, 예를 들어 C₆ 내지 C₁₀ 아릴기이다)

[0050] 를 가지는 것을 포함하는, 적합한 실란 또는 실록산과의 부분 수소화 규소 첨가 반응에 의해 형성된다.

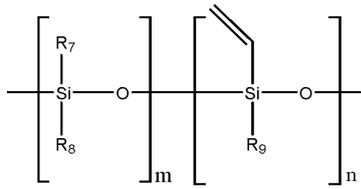
[0051] 바람직하게는 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기, 특히 C₁ 내지 C₄ 알킬기, 예를 들어 메틸 또는 에틸 또는 페닐이다.

[0052] 추가의 실시양태로서, VCSR을 메르캅토-가교제와 반응시켜 1k 고온 탈결합 가능한 접착제를 수득하고, 본원에서 사용된 VCSR은 하기 구조:



[0053]

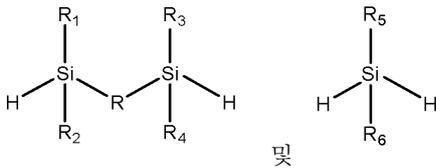
[0054] 를 가지는 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산 및 하기 구조:



[0055]

[0056] (여기서, R⁷, R⁸ 및 R⁹는 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기로 이루어진 군으로부터 독립적으로 선택되고 m, n은 양의 정수를 나타낸다)

[0057] 를 가지는 비닐 폴리 실록산과 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸시클로테트라실록산과 반응될 적어도 두 개의 말단 Si-H 수소를 가지고 하기 구조:



[0058]

[0059] (여기서 R은 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기, 아릴기, 예를 들어, C₆ 내지 C₁₀ 아릴기, 산소, -(O-SiMe₂)_n-O-, -(O-SiAr₂)_n-O-, -(O-SiMeAr)_n-O-, 및 임의의 이 기의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 여기서 n은 적어도 1인 정수이고, Me는 메틸기이고, Ar은 아릴기, 예를 들어 C₆ 내지 C₁₀ 아릴기이고; 각 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기, 예를 들어 C₆ 내지 C₁₀ 아릴기이다)

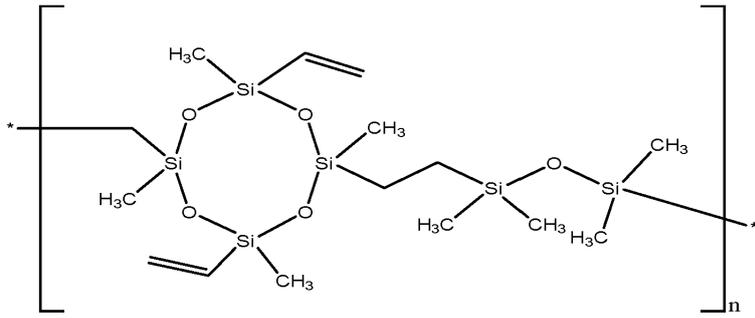
[0060] 를 가지는 것을 포함하는, 적합한 실란 또는 실록산과의 부분 수소화 규소 첨가 반응에 의해 형성된다.

[0061] 바람직하게는 R¹, R², R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기, 특히 C₁ 내지 C₄ 알킬기, 예를 들어 메틸 또는 에틸 또는 페닐이다.

[0062] 비닐 폴리실록산의 예시는 메틸비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 메틸비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 메틸비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 에틸비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 프로필비닐실록산 및 메틸에틸실록산, 페닐비닐실록산 및 디메틸실록산의 공중합체, 페닐비닐실록산 및 디에틸실록산의 공중합체, 페닐비닐실록산 및 메틸에틸실록산의 공중합체를 포함한다. 상기 공중합체 리스트에서 비닐실록산 블록의 몰 비는 0.3 내지 13 및 바람직하게는 0.8 내지 11이다.

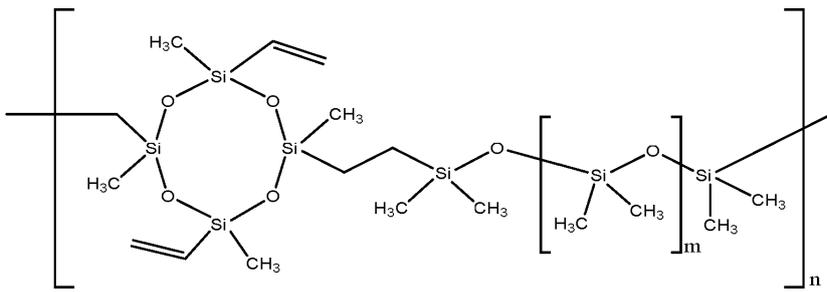
[0063] 예시적인 실란 또는 실록산은 규소 원자 상의 알킬기가 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기인 폴리알킬실란 및 폴리알킬-실록산을 포함한다. 다양한 실시양태에서, 실란 및 실록산은 폴리디알킬실록산, 예를 들어, 폴리디메틸실록산, 폴리알킬아릴실록산, 예컨대, 폴리메틸페닐실록산, 테트라알킬디실록산, 예를 들어, 테트라메틸실록산 및 폴리디아릴실록산을 포함한다. 이 화합물은 겔레스트(Gelcast)로부터 시판되고 있다.

[0064] 바람직한 VCSR 반응 생성물은 다음의 이상적인 구조를 가지는 것으로, 분자량은 중량-평균 분자량이다. 다양한 실시양태에서, VCSR 반응 생성물의 규소 원자 상의 알킬기는 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기를 포함한다. 다음의 이상적인 구조에서, 메틸기는 실란/실록산 부분에 그려져 있으나, 다른 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기가 치환될 수 있음을 이해해야 한다.



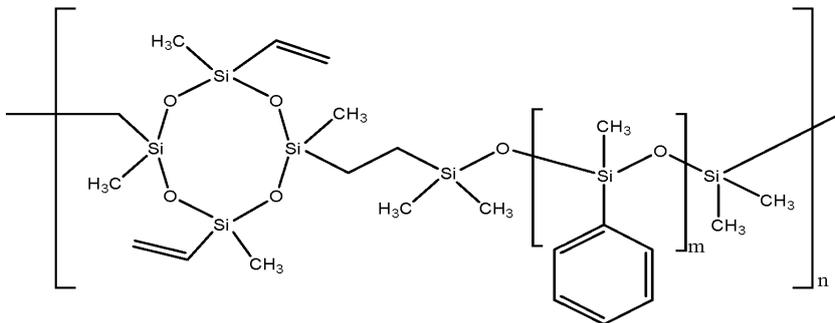
VCSR-1, Mw = 1000 – 100,000

[0065]



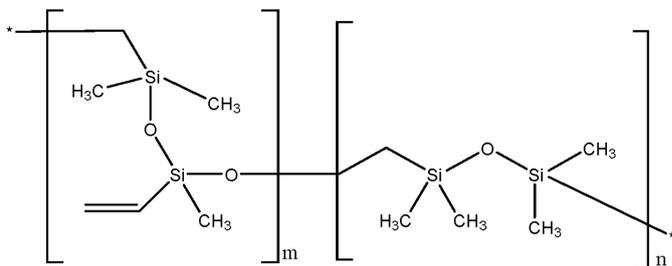
VCSR-2, Mw = 1000 – 150,000

[0066]



VCSR-3, Mw = 1000 – 100,000

[0067]

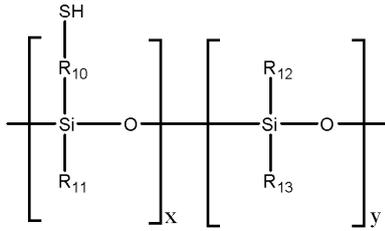


VCSR-4, Mw = 1000 – 100,000

[0068]

[0069]

탈결합 가능한 접착제 조성물은 황화수소, 트리카르발릴메르캡탄, 이소펜틸테트라메르캡탄, m-트리에탄디올 벤젠, p-디에탄디올 벤젠, 이소펜틸테트라아세이트메르캡탄 및

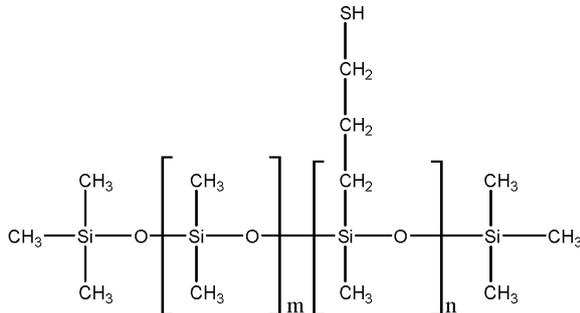


[0070]

[0071] (여기서 R¹⁰, R¹¹, R¹², R¹³은 독립적으로 C₁ 내지 C₁₀ 알킬기 또는 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되고, x는 1 초과와 정수를 나타내고, y는 양의 정수 또는 0을 나타낸다)

[0072] 의 구조를 가지는 메르캡토-폴리실록산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 메르캡토-가교제를 더 포함한다.

[0073] 바람직하게는 메르캡토-가교제는



[0074]

[0075] (여기서, m 및 n은 양의 정수를 나타낸다)

[0076] 의 구조를 가지는 메르캡토-폴리실록산이다.

[0077] 상기 메르캡토-폴리실록산의 분자량(Mw)는 2000 내지 20000 g/mol이며 바람직하게는 4000 내지 8000 g/mol이다. 분자량(Mw)은 THF를 용리액으로 사용하는 DIN 55672-1:2007-08에 따른 겔 침투 크로마토그래피 (GPC)에 의해 결정된다.

[0078] 메르캡토-가교제가 바람직한데, 그 이유는 그것이 관여하는 티오렌 반응이 더 낮은 에너지 UV, 예를 들어 LED 광원에 의해 보다 쉽게 개시될 수 있기 때문이다. 또한 아크릴레이트 및 결과물인 술폰드 결합은 아크릴레이트 중합체보다 더 열적으로 안정한 것처럼 보인다.

[0079] 임의로, 탈결합 가능한 접착제 조성물은 라디칼 중합 또는 비닐기의 가교-결합에 의한 VCSR 경화용 촉매로서 라디칼 개시제를 더 포함할 수 있다.

[0080] 적합한 라디칼 개시제는 당업자에게 잘 알려져 있다. 예를 들어, 라디칼 개시제는 α-히드록시 케톤, 벤조페논, 페닐 글리옥실산으로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 또한 적합한 것은 일반적으로 업계에 잘 알려진 아실-포스핀 옥사이드 및 비스-아실-포스핀 옥사이드의 모든 유형, 및 제한없이 추가로 디쿠멘 퍼옥사이드, 쿠멘 히드رو퍼옥사이드, 및 2-히드록시-2-메틸-1-페닐 프로판-1-온이다.

[0081] 바람직한 라디칼 개시제는 디쿠멘 퍼옥사이드이다. 바람직한 광개시제는 다로큐어®(Darocure®)1173 및 일가큐어(Irgacure®)184의 상표명으로 판매되는 것 (1-히드록시-시클로헥실-α-히드록시케톤) 또는 2100 (모노아실 포스핀 옥사이드(MAPO) 및 비스아실포스핀 옥사이드(BAPO))을 포함한다.

[0082] 임의로, 탈결합 가능한 접착제 조성물은 충전제를 더 포함할 수 있다. 바람직한 예시로서 적합한 충전제는 흙드(fumed) 실리카이다.

[0083] 다양한 실시양태에서, 조성물은 조성물 총 중량의 50 내지 95 중량%의, 바람직하게는 60 내지 95 중량%의 VCSR 및 조성물 총 중량의 5 내지 50 중량%의, 바람직하게는 5 내지 40 중량%의 메르캡토 가교제를 포함한다.

[0084] 라디칼 개시제가 존재하는 경우, 조성물은 조성물 총 중량의 0.1 내지 5 중량%, 바람직하게는 0.5 내지 1.5 중량%의 라디칼 개시제를 포함한다.

- [0085] 충전제가 존재하는 경우, 조성물은 조성물 총 중량의 0.5 내지 40 중량%, 바람직하게는 2.5 내지 10 중량%의 충전제를 포함한다.
- [0086] 본 발명에 따른 접착제 조성물은 300 °C 이상, 최대 450 °C의 온도에서 그것의 접착 특성을 유지한다.
- [0087] 본 발명에 따른 접착제 조성물은 실온에서 약 0.1 내지 5 N/25mm의 힘, 바람직하게는 0.2 내지 1.5 N/25mm의 힘에서 기계적 탈결합 가능함을 유지한다.
- [0088] 전형적인 경화 조성물은 UV/Vis/LED 방사선 및/또는 200 °C 미만 온도의 열에의 노출을 포함한다.
- [0089] 에너지 투입은 바람직하게는 2000 내지 20000 mJ/cm², 바람직하게는 2000 내지 4000 mJ/cm²의 범위이다.
- [0090] 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물은 상기 언급한 경화 조건에서 45 초 미만, 바람직하게는 35 초 미만, 더 바람직하게는 25 초 미만으로 경화된다.
- [0091] UV 경화 시간은 고정 시간에 따라 계산되고 고정 시간은 다음과 같이 측정된다:
- [0092] (i) 76 mm*26 mm*1 mm 치수의 두 개의 유리 시편 및 광 차폐를 준비하고;
- [0093] (ii) UV 방사선조사를 위해 첫번째 유리 시편에 작은 영역을 세세하게 준비하고;
- [0094] (iii) 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물을 상기 영역에 적하하고;
- [0095] (iv) 상기 영역을 두번째 유리 시편에 의해 첫번째 유리 시편 위에 덮는데, 두번째 유리 시편은 첫번째 것과 중첩되지 않고 30 내지 90도의 각으로 회전하고; 및
- [0096] (v) 상기 영역을 우발록(UVALOC) 1000으로 MPMA 500W 전구에서 10 초, 30 초, 2 분 동안 방사선조사하고, 각 명시된 시간에 도달하면 유리의 두 개 시편의 고정이 완료되었는지 여부를 수작업으로 확인한다.
- [0097] 고정 시간은 하기의 관계에 의해 UV 경화 시간으로 전환된다.
- [0098] - 고정 시간이 10 초 미만이면, 경화 시간 간격은 5 초이다;
- [0099] - 고정 시간이 10 초 초과 30 초 미만이면, 경화 시간 간격은 10 초이다;
- [0100] - 고정 시간이 30 초 초과 2 분 미만이면, 경화 시간 간격은 15 초이다;
- [0101] - 고정 시간이 2 분 초과 3.5 분 미만이면, 경화 시간 간격은 20 초이다;
- [0102] - 고정 시간이 3.5 분 초과 5 분 미만이면 경화 시간 간격은 30 초이다;
- [0103] - 고정 시간이 5 분 초과 10 분 미만이면, 경화 시간 간격은 45 초이다;
- [0104] - 고정 시간이 10 분 초과 1 시간 미만이면, 경화 시간 간격은 5 분이다;
- [0105] - 고정 시간이 1 시간 초과이면, 경화 시간 간격은 15 분이다.
- [0106] 특정 경화 시간에 세 개의 연속 시편이 고정되는 경우, 특정 경화 시간의 절반으로 시험을 반복한다. 세 개의 연속 시편이 고정되지 않으면, 특정 경화 시간의 1.5 배로 시험을 반복한다.
- [0107] 경화 에너지는 경화용 광원의 파워에 경화 시간을 곱하고 경화용 접착제 면적으로 나누어서 계산된다.
- [0108] 중량 손실률(%)은 조성물의 열적 안정성을 측정하는 지표로서 사용된다. 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물의 중량 손실률은 350 °C에서 5 % 미만, 바람직하게는 4.5 % 미만, 및 더 바람직하게는 4.0 % 미만이다.
- [0109] 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물의 중량 손실률은 400 °C에서 9.5 % 미만, 바람직하게는 7.5 % 미만, 및 더 바람직하게는 5.5 % 미만이다.
- [0110] 측정에 사용된 장비는 TA 장치 Q50 열중량 분석기이다. 샘플 무게는 25 mg ± 2 mg이며 온도 프로그램은 실온에서 550 °C까지 10 °C/min의 속도로 상승한다. 중량 손실을 계산하는 식은
- [0111] 중량 손실 % = [(W-R)/W]*100 %
- [0112] 이고, 여기서 W는 샘플 시편의 원 질량, R은 온도 X에서의 샘플 시편의 질량이다. 온도 X는 350 °C 또는 400 °C이다.

- [0113] 본 발명에 따른 1k 조성물의 탈결합 박리력은 0.5 MPa 미만, 바람직하게는 0.3 MPa 미만이며, 여기서 탈결합 박리력은 표준 ASTM D2095에 따라 측정된다.
- [0114] 탈결합 가능한 접착제는 박리된 후에 두 기관 중 하나에만 달라붙는다. 기관 표면의 접착제 잔류물도 박리된 후 검사한다.
- [0115] 접착제의 작업 시간 또는 가사 시간은 몇 주 동안 점도 증가를 모니터링하는 시험이다.
- [0116] 바람직하게는, 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물의 작업 시간 또는 가사 시간은 10 일 초과, 바람직하게는 20 일 초과, 보다 바람직하게는 30 일 초과이며, 여기서 점도는 브룩필드 점도계 (동적) (RVT DV-II CP#5 2.5 rpm, 25 °C)를 사용하여 측정된다.
- [0117] 본 발명은 또한 기관을 캐리어에 결합시키는 방법에 관한 것으로,
- [0118] (i) 기관 및 캐리어를 제공하는 단계;
- [0119] (ii) 본 발명에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기관 및/또는 캐리어 상에 배치시키는 단계;
- [0120] (iii) 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기관 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기관과 캐리어를 접촉시키는 단계; 및
- [0121] (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나, 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가열함에 의해 탈결합 가능한 접착제를 라디칼 경화시키는 단계
- [0122] 를 포함하는 기관을 캐리어에 결합시키는 방법에 관한 것이다.
- [0123] 본원에 기술된 바와 같이, 캐리어, 기관, 및 캐리어를 기관에 결합하는 본 발명에 따른 경화된 접착제로 이루어지는 결합된 어셈블리에 기관의 추가 처리 단계가 가해질 수 있다.
- [0124] 캐리어로부터 기관을 결합 또는 탈결합시키는 기술된 방법의 다양한 실시양태에서, 어셈블리를 가열하여 경화시키는 것은 100 °C 내지 175 °C의 온도 또는 온도의 범위를 1 내지 30 분 동안 적용하는 것을 포함할 것이다. UV/Vis/LED 방사선에 의한 경화는 UV/Vis/LED 램프에 의해 생성된 방사선에 상기 어셈블리를 노출시킴으로써 수행될 수 있으며, 다른 방사선 소스도 당업자의 재량 내에서 사용될 수 있다.
- [0125] 다양한 실시양태에서, 가열 및 방사선조사는 임의로 상기 기술한 가열/방사선조사 조건을 적용함으로써 조합될 수 있다. 일반적으로, 당업자는 일반적인 기술적 지식 또는 일상적 실험에 의지하여 적절한 경화 조건을 용이하게 결정할 수 있다.
- [0126] 처리 단계는 박막 트랜지스터(TFT)를 증착시키기 위해 예를 들어, 300 °C 내지 500 °C, 또는 투명 도체로서 산화주석인듐(ITO)을 증착시키기 위해 150 °C 내지 400 °C의 온도에서의 노출을 포함할 수 있다.
- [0127] 다양한 실시양태에서, 기관은 유리 기관 또는 실리콘 웨이퍼, 예를 들어 0.5 mm 미만, 바람직하게는 100 μm 이하의 두께를 갖는 초박형 유리 또는 웨이퍼이다.
- [0128] 상기 처리 단계 동안 기관과 캐리어의 결합은 기관을 강화하고 보호한다.
- [0129] 캐리어는 금속, 유리, 플라스틱 및 세라믹을 포함하는 임의의 적절한 재료로 제조될 수 있다. 다른 실시양태에서, 캐리어는 또한 예를 들어 상기 정의된 바와 같은 기관일 수 있다.
- [0130] 상기 처리 단계가 완료된 후에, 어셈블리는 냉각될 수 있고 캐리어와 기관은 서로 기계적으로 분리될 수 있다. 본원에서 "탈결합(debonding)"이라고 언급하는 이 기계적 분리 단계에서, 분리는 기관을 손상 없이, 상온에서 기관과 캐리어의 계면에서의 접착제 파괴로 일어나게 된다.
- [0131] 또한, 본 발명은
- [0132] (i) 기관 및 캐리어를 제공하는 단계;
- [0133] (ii) 본 발명에 따른 1k 고온 탈결합 가능한 접착제 조성물을 기관 및/또는 캐리어 상에 배치하는 단계;
- [0134] (iii) 본 발명에 따른 탈결합 가능한 접착제 조성물을 캐리어와 기관 사이에 배치시켜 어셈블리를 형성하도록 기관과 캐리어를 접촉시키는 단계;
- [0135] (iv) 어셈블리를 가열함으로써, 또는 어셈블리를 방사선에 노출시키거나, 어셈블리를 방사선에 노출시킨 후 가

열함에 의해 탈결합 가능함 접착제를 라디칼 경화시키는 단계; 및

[0136] (v) 임의로 어셈블리를 실온이 되게 하고/거나 기판을 처리하는 하나 이상의 단계 후에 기판 및 캐리어를 기계적으로 분리시키는 단계

[0137] 를 포함하는 캐리어로부터 기판을 탈결합시키는 방법에 관한 것이다.

[0138] 본 발명은 탈결합 가능한 접착제로서의, 특히 기판과 캐리어를 서로 가역적으로 결합시키기 위한 본원에 기재된 조성물의 용도를 포함한다. 용도는 상기 기술한 방법과 유사한 단계를 포함할 수 있다.

[0139] **실시예**

[0140] 일반적으로, 본 발명의 조성물과 관련하여 본원에 개시된 모든 실시양태는 개시된 방법 및 용도에 동등하게 적용 가능하며 그 반대도 마찬가지이다.

[0141] 본 발명에 따른 조성물은 당업자에게 공지된 방법에 의해 제조된다. 몇 가지 중요한 시험, 예를 들어, 작업 시간/가사 시간, UV 경화 시간 및 경화 에너지, 열적 안정성 및 탈결합 박리력이 본 발명의 1k 조성물과 현재의 1k 조성물을 비교하기 위해 수행된다. 본 발명의 1k 조성물 및 현재의 1k 조성물의 제형 및 그 시험 결과를 표 1 및 2에 나타내었다.

[0142] <표 1>

	실시예 1: 발명 1k 제형		비교예 2: 현재 1k 제형	
제형	비닐 폴리실록산과 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸-시클로테트라실록산의 중량비가 1:9 인 혼합물 비닐 카르보실록산수지	93.65%	비닐 카르보실록산	84.8 중량%
	메르캅토실록산 (겔레스트 SMS-042)	5%	비닐실록산 가교제 (예: 겔레스트 PDV-0535)	9%
	비닐 실록산 (예: 1,3,5,7-테트라비닐-1,3,5,7-테트라메틸-시클로실록산)	0.5%	(메트)아크릴레이트 실록산 (예: 겔레스트 RMS-083)	5.0%
	광 개시제 (일가큐어 651)	0.5%	광 개시제 (예: 다로큐어 1173)	1.0%
	열 라디칼 개시제 (디쿠밀 퍼옥시드)	0.35%	열 라디칼 개시제 (디쿠밀 퍼옥시드)	0.2%

[0143] 작업 시간/가사 시간은 상기 기술한 시험 방법에 따라 측정된다.

[0145] UV 경화 시간 및 경화 에너지는 상기 기술한 시험 방법에 따라 측정된다.

[0146] 고정 시간은 상기 기술한 바와 같이 하기의 관계로 UV 경화 시간으로 변환된다.

[0147] 경화 에너지는 상기 기술한 바와 같이 계산된다.

[0148] 접착제의 열 안정성은 상기 기술한 방법에 따라 수행된다.

[0149] 탈결합 박리력은 표준 ASTM D2095에 따라 측정된다. 그리고 박리 후 기판 표면 상의 접착제 잔류물도

조사한다.

[0150] <표 2>

	실시예 1: 발명 1k 제형	비교예 2: 현재 1k 제형
UV 경화시간*	20 초	45초
LED 경화가능성	유	무, 여전히 액체임
경화 에너지	2000 mJ/cm ²	4500mJ/cm ²
열 안정성**	30 분, 350°C 에서의 중량 손실 3.9%	350°C 에서의 중량 손실 3.12%
	1 시간, 400°C 에서의 중량 손실 5.41%	400°C 에서의 중량 손실 7.12%
완전 경화 후 중합체의 복합 모듈러스	1*10 ⁵	6*10 ⁵
열 베이킹 후의 접착 균열 및 충분리 성능***	균열 없음, 충분리 없음	균열 없음, 충분리 없음
탈결합 박리력	0.33MPa	0.4MPa
결합 파괴 모드	탈결합 후 두 기관 중 하나의 접착제 잔류물	두 기관 모두에 달라붙어 있는 접착제 잔류물
열 베이킹 후 잔류물의 제거	접착제 잔류물은 유리로부터 박리될 수 있음	접착제 잔류물을 용매로 제거해야함
작업 시간 / 가사 시간	6개월 후 10 % 미만으로 점도 증가	6개월 후 10 % 미만으로 점도 증가

[0151]

[0152] * MPMA UV 플로드 챔버(flood chamber)를 사용, 예: 록타이트(Loctite) 우바록 (UVALOC) 1000, 500 W, 세기 UVA, ~ 100 mW/cm²

[0153] ** 질소 하의 TGA에 의해 측정됨: RT-350C, 30 분-RT 유지, 상승 속도 20 C/min 또는 RT-400C, 1 시간-RT 유지, 상승 속도 20 C/min.

[0154] *** 유리 대 유리 합판(150 마이크론 결합 겹)은 250 C 1 시간, 이어서 350 C 10 분으로 가열했다.

[0155] 표 2에 나타낸 바와 같이, 발명 1k 조성물은 현재의 1k 조성물과 비교하여 경화 에너지를 덜 요구하면서 더 짧은 경화 시간을 가지고 LED 단일 파장 광원으로 경화될 수 있다. 또한, 본 발명의 조성물의 열 안정성은 400 °C에서 현재의 것보다 열 안정성이 높다. 탈결합 박리력은 수용가능하고, 본 발명의 조성물의 다른 이점은 접착제가 두 개의 기관 중 하나에만 달라붙고 열 베이킹 후에도 박리 가능하다는 것이다.