

**(19) 대한민국특허청(KR)**
(12) 공개특허공보(A)**(11) 공개번호** 10-2020-0018497
(43) 공개일자 2020년02월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 83/04 (2006.01) *C08G 77/20* (2006.01)
C08G 77/28 (2006.01) *C08K 3/36* (2006.01)
C08K 9/06 (2006.01) *C08L 83/08* (2006.01)

(52) CPC특허분류
C08L 83/04 (2013.01)
C08G 77/20 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-7038335
(22) 출원일자(국제) 2017년06월09일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2019년12월26일
(86) 국제출원번호 PCT/CN2017/087690
(87) 국제공개번호 WO 2018/223365
국제공개일자 2018년12월13일

(71) 출원인
다우 실리콘즈 코포레이션
미국 미시간 미들랜드 웨스트 잘츠부르크 로드
2200 (우:48686)

(72) 발명자
첸, 치
중국 201613 상하이, 송지양 디스트릭트 후완청
레지덴셜 콰터스 빌딩 3, 룸 402
팡, 레이
중국 201200 상하이, 푸둥 디스트릭트, 추완저우
알디. 엔오. 8828 빌딩 32, 룸 202
(뒷면에 계속)

(74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 UV 경화성 실리콘 단자 밀봉제**(57) 요약**

A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐 기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산; B) 광개시제; C) 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산; D) 안료; 그리고 E) 및 F) 중 하나 또는 둘 모두를 포함하며, E)는 실리카이고 F)는 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매인, UV 경화성 실리콘 조성물.

(52) CPC특허분류

C08G 77/28 (2013.01)

C08K 3/36 (2013.01)

C08K 9/06 (2013.01)

C08L 83/08 (2013.01)

(72) 발명자

웨이, 평

중국 201319 상하이, 푸둥 디스트릭트, 시우위엔
알다. 엔오. 2875 빌딩 23, 룸 401

자오, 이

중국 201203 상하이, 송지양 디스트릭트, 구양 알
디. 엔오. 1251 빌딩 157, 룸 402

명세서

청구범위

청구항 1

UV 경화성 실리콘 조성물로서,

A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산;

B) 광개시제;

C) 분자당 2개 이상의 메르캅토기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산;

D) 안료; 그리고

E) 및 F) 중 하나 또는 둘 모두를 포함하며, E)는 실리카이고 F)는

12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매인, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 조성물은 E) 및 F) 둘 모두를 포함하는, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 알케닐-함유 유기폴리실록산은 비닐다이메틸실록시-말단화된(terminated) 폴리다이메틸실록산이며 점도가 25,000 cP 이하인, UV 경화성 실리콘 조성물.

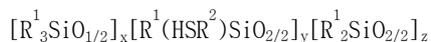
청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 알케닐-함유 유기폴리실록산은 점도가 5,000 cP 이하인, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 하기 화학식 I에 따른 것인, UV 경화성 실리콘 조성물:

[화학식 I]



상기 식에서, x, y, 및 z는 모두 0 초과이고, 각각의 R¹은 독립적으로 1 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 하이드로카르빌이고, R²는 1 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 하이드로카르빌렌임.

청구항 6

제5항에 있어서, R¹은 메틸이고 R²는 프로필렌인, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 알케닐-함유 유기폴리실록산은 25°C에서 200 mPa·s 내지 25,000 mPa·s의 점도를 가지며 상기 UV 경화성 실리콘 조성물의 25 내지 35%(w/w)인, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 실리카는 핵사메틸다이실라잔-처리된 건식 실리카인, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 용매는 25℃에서 200 Pa 미만의 증기압을 갖는, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 용매는 헥사메틸다이실록산, 옥타메틸트라이실록산, 헥사메틸사이클로트라이실록산, 데카메틸테트라실록산, 및 옥타메틸사이클로트라이실록산 중 하나 이상을 포함하는, UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 11

제1항 내지 제10항의 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물.

청구항 12

전자 장치의 단자를 밀봉하는 방법으로서, 상기 방법은

A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산;

B) 광개시제;

C) 분자당 2개 이상의 메르캅토기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산;

D) 안료; 그리고

E) 실란-처리된 실리카, 및 F) 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매 중 하나 또는 둘 모두

를 포함하는 UV 경화성 실리콘 조성물을

단자에 도포하는 단계, 및

상기 UV 경화성 실리콘 단자 밀봉제를 충분한 UV 방사선에 노출시켜 경화된 실리콘 조성물을 형성하는 단계

를 포함하는, 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 관련 출원의 상호 참조

[0002] 없음

[0003] 기술분야

[0004] 본 발명은, 일반적으로, 알케닐-함유 폴리실록산, 안료, 광개시제, 그리고 실란-처리된 실리카 및 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기실록산을 포함하는 용매 중 하나 또는 둘 모두를 포함하는 UV 경화성 실리콘 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0005] 경화성 유기폴리실록산 조성물은 잘 알려져 있다. 그러한 조성물은 경화성(예를 들어, 가수분해성, 방사선 경화성, 또는 열경화성)기를 갖는 폴리다이오르가노실록산을 필요한 대로 가교결합체 및/또는 촉매와 혼합함으로써 제조될 수 있다. 일반적으로, 폴리다이오르가노실록산은 사슬 단부당 1 내지 3개의 반응성기를 가질 수 있다. 이어서, 이들 성분을 포함하는 조성물은, 존재하는 경화성기에 따라, 예를 들어 대기 중 수분에 대한 노출, 방사선에 대한 노출, 또는 열에 대한 노출에 의해 경화될 수 있다.

[0006] 특정 조성물의 경화 속도는 존재하는 반응성기(들)의 유형 및 수를 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다. 상이한기는 상이한 반응성을 갖는 것으로 알려져 있다. 예를 들어, 수분의 존재 하에서, 모든 다른 조건이 동일할 때, 규소-결합된 아세톡시기는 규소-결합된 알콕시기보다 보통 더 신속하게 가수분해될 것이다.

게다가, 동일한 유형의 경화성 기조차도 특정 규소 원자에 결합된 그러한 경화성 기의 수에 따라 상이한 반응성을 가질 수 있다. 예를 들어, 폴리다이오르가노실록산이 사슬 단부 상의 하나의 규소 원자에 결합된 3개의 규소-결합된 알콕시 기를 갖는 경우, 첫 번째 알콕시 기는 일반적으로 가장 반응성이지만(가장 빠르게 반응하지만), 첫 번째 알콕시 기가 반응한 후, 동일한 규소 원자에 결합된 두 번째 알콕시 기가 반응하는 데에는 더 긴 시간이 걸리고, 세 번째의 경우에는 훨씬 더 긴 시간이 걸린다.

[0007] 게다가, 소정 응용의 경우, 조성물의 생성되는 경화물의 물리적 특성 프로파일(profile)을 개선하기 위해(예를 들어, 인장 강도를 증가시키고 파단신율(%)을 증가시키기 위해) 충전제가 조성물에 첨가될 수 있다. 충전제의 성질,

[0008] 그의 화학적 특성, 입자 크기 및 표면의 화학적 특성이 모두 유기폴리실록산과 충전제 사이의 상호작용의 크기에 영향을 미치고, 그 결과로서 궁극적인 물리적 특성에 영향을 미치는 것으로 나타났다. 접착성 및 분배성(dispensability)과 같은 다른 특성이 또한 상이한 응용을 위한 조성물의 성능 및 상업적 수용(commercial acceptance)에 있어서 역할을 한다.

[0009] 기존의 경화성 조성물은 일부 응용에서 몇몇 단점을 갖는다. 예를 들어, 전자기기 응용에서 단자 밀봉제(terminal sealant)로서 사용될 때, 이들 경화성

[0010] 조성물은 신속하게 경화되어야 하며, 저선량 UV 방사선을 사용하여 경화되어야 한다. 또한, 경화성 조성물은 양호한 유동성을 가져야 하고, 단자 내의 그리고 그 주위의 간극을 충분히 충전하여야 하고, 극히 얇은 필름 두께를 달성해야 하고, 양호한 수리성(repairability)을 가져야 하고, 양호한 재작업성(re-workability)을 나타내어야 한다.

발명의 내용

[0011] 본 발명은 UV 경화성 실리콘 조성물에 관한 것으로, 이는 A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐 기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산; B) 광개시제; C) 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산; D) 안료; 그리고 E) 및 F) 중 하나 또는 둘 모두를 포함하며, E)는 실란-처리된 실리카이고 F)는 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매이다.

[0012] 본 발명은 또한 전자 장치의 단자를 밀봉하는 방법에 관한 것으로, 이 방법은 A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐 기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산; B) 광개시제; C) 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산; D) 안료; 그리고 E) 실란-처리된 실리카 및 F) 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매 중 하나 또는 둘 모두를 포함하는 UV 경화성 실리콘 조성물을 단자에 도포하는 단계, 및

[0013] UV 경화성 실리콘 단자 밀봉제를 UV 방사선에 노출시켜 경화된 실리콘 조성물을 형성하는 단계를 포함한다.

[0014] 본 경화성 실리콘 조성물은 저선량 UV 방사선을 사용하여 수 초 이내에 경화된다. 또한, 본 경화성 실리콘 조성물은 양호한 유동성을 가지며, 단자를 밀봉하는 데 사용될 때 전자 장치의 단자 내의 그리고 그 주위의 간극을 충분히 충전하고, 극히 얇은 필름 두께를 달성하고, 양호한 재작업성을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명은 UV 경화성 실리콘 조성물에 관한 것으로, 이는

[0016] A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐 기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산;

[0017] B) 광개시제;

[0018] C) 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산;

[0019] D) 안료; 그리고

[0020] E) 및 F) 중 하나 또는 둘 모두를 포함하며, E)는 실리카이고 F)는 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매이다.

[0021] 알케닐-함유 유기폴리실록산은 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖는데 각각의 말단 상에 1개 이상의

알케닐 기를 갖는다. 알케닐-함유 유기폴리실록산의 알케닐은 1 내지 10개의 탄소 원자, 대안적으로 1 내지 6개의 탄소 원자, 대안적으로 1 내지 3개의 탄소 원자를 포함하는 알케닐이다.

- [0022] 알케닐-함유 유기폴리실록산 내의 알케닐은 비닐, 알릴, 아이소프로페닐, 부테닐, 헥세닐, 및 사이클로헥세닐로 예시될 수 있지만 이로 한정되지 않으며, 대안적으로 비닐일 수 있다. 이러한 알케닐에 대한 결합 위치는 중합체 사슬의 분자 말단 상에 있다. 그러나, 알케닐은 분자 중합체 말단에 더하여 보조 사슬 위치에서 또한 결합될 수 있다. 알케닐-함유 유기폴리실록산은 실질적으로 직선 변화 분자 구조를 갖지만, 분자 사슬의 일부는 다소 분지형일 수 있다.
- [0023] 25°C에서의 알케닐-함유 유기폴리실록산의 점도는 25,000 센티푸아즈(cP) 이하, 대안적으로 5,000 cP 이하, 대안적으로 200 내지 3,000 cP이다. 알케닐-함유 유기폴리실록산이 2개 이상의 알케닐-함유 유기폴리실록산의 혼합물인 경우, 25°C에서의 이러한 혼합물의 점도는 직전에 기재된 대안적인 범위 이내여야 한다.
- [0024] 일 실시 형태에서, 알케닐-함유 유기폴리실록산은 0.001%(w/w) 이상, 대안적으로 0.003%(w/w) 이상, 대안적으로 0.001 내지 3.5%(w/w), 대안적으로 0.005%(w/w) 내지 1.0%(w/w), 대안적으로 0.005 내지 0.75, 대안적으로 0.005 내지 0.1%(w/w), 대안적으로 0.01 내지 0.05%(w/w)의 백분율로 알케닐 기를 함유한다.
- [0025] 표준 폴리스티렌 기준으로 겔 투과 크로마토그래피에 의한 알케닐-함유 유기폴리실록산의 질량 평균 분자량은 300 내지 50,000,
- [0026] 대안적으로 5,000 내지 40,000, 대안적으로 10,000 내지 30,000, 대안적으로 15,000 내지 25,000, 대안적으로 17,000 내지 23,000이다. 알케닐-함유 유기폴리실록산이 둘 이상의 알케닐-함유 유기폴리실록산의 혼합물인 경우, 알케닐-함유 유기폴리실록산은 표준 폴리스티렌 기준으로 겔 투과 크로마토그래피에 의한 질량 평균 분자량이 15 내지 25,000, 대안적으로 17,000 내지 23,000이다.
- [0027] 당업자는 알케닐-함유 유기폴리실록산을 제조하는 방법을 알 것이다. 본 발명에 따른 알케닐-함유 유기폴리실록산은 구매가능하다.
- [0028] 알케닐-함유 유기폴리실록산의 예에는 양측 분자 사슬 말단이 다이메틸비닐실록시 기로 말단 블로킹된 (endblocked) 다이메틸폴리실록산(즉, "D" 기로도 알려져 있는 $\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2}$ 를 포함하는 폴리실록산), 양측 분자 사슬 말단이 다이메틸비닐실록시 기로 말단 블로킹된 다이메틸실록산-메틸비닐실록산 공중합체, 및 이들의 혼합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0029] 광개시제는, 광의 흡수 시에 광반응을 겪어서 반응성 화학종을 생성하여 알케닐-함유 유기폴리실록산과 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 반응을 개시하는 임의의 화합물일 수 있다.
- [0030] 광개시제의 예에는 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온, 다이페닐(2,4,6-트라이메틸벤조일)포스핀 옥사이드, 및 에틸(2,4,6-트라이메틸벤조일) 페닐 포스피네이트가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 광개시제는 구매가능하다.
- [0031] 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함한다.
- [0032] 메르캅토 기는 전형적으로 폴리실록산 사슬의 펜던트 위치에 있지만, 메르캅토 기는 펜던트 위치에 있을 수 있고, 대안적으로 메르캅토 기는 폴리실록산 사슬 상의 펜던트 위치에 있어야만 한다. 일 실시 형태에서, 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 하기 화학식 I에 따른 것이다:
- [0033] [화학식 I]
- [0034] $[\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}]_x[\text{R}^1(\text{HSR}^2)\text{SiO}_{2/2}]_y[\text{R}^1_2\text{SiO}_{2/2}]_z$
- [0035] 상기 식에서, x, y, 및 z는 모두 0 초과이며, y는 0.01 내지 0.3, 대안적으로 0.1 내지 0.3이고, z는 0.69 내지 0.98, 대안적으로 0.69 내지 0.89이고, 각각의 R^1 은 독립적으로 1 내지 8개, 대안적으로 1 내지 6개, 대안적으로 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 알킬이다. R^1 로 나타내어지는 기의 예에는 알킬, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 셉틸, 옥틸, 및 이들의 이성체가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 각각의 R^2 는 독립적으로 1 내지 8개, 대안적으로 1 내지 6개, 대안적으로 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 하이드로카르빌렌이다.

- [0036] R²로 나타내어지는 기의 예에는 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 페틸렌, 헥실렌, 셉틸렌, 옥틸렌, 및 이들의 이성체가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일 실시 형태에서, 하이드로카르빌렌은 탄소 및 수소를 포함하는 2가 지방족 기로 한정된다.
- [0037] 25℃에서의 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 점도는 10 내지 50,000 cP, 대안적으로 25 내지 2,000 cP, 대안적으로 75 내지 200 cP이다. 당업자는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 점도를 측정하는 방법을 알 것이다. 유기폴리실록산은 그의 점도에 따라 구매가능하다.
- [0038] 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 분자량은 다양할 수 있다. 일 실시 형태에서, 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 분자량은 표준 폴리스티렌 기준으로 겔 투과 크로마토그래피에 의해 측정할 때 500 내지 20,000, 대안적으로 1,000 내지 10,000, 대안적으로 2,000 내지 7,000이다.
- [0039] 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 1 내지 6 질량%, 대안적으로 2 내지 5 질량%, 대안적으로 3 내지 4 질량%의 메르캅탄을 SH로서 포함한다. 당업자는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산 내의 메르캅토 기의 질량%를 결정하는 방법을 알 것이다.
- [0040] 메르캅토-작용성 유기폴리실록산의 예에는 다이메틸, 메틸(메르캅토프로필)실록산이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0041] 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 당업계에 알려진 방법에 의해 제조될 수 있다. 예를 들어, 메르캅토-작용성 유기폴리실록산은 산 촉매의 존재 하에 승온에서 알콕시알킬메르캅토실란과 폴리다이메틸실록산의 평형화 반응에 의해 제조될 수 있다. 당업자는 본 발명의 메르캅토-작용성 유기폴리실록산을 제조하는 방법을 이해할 것이다.
- [0042] 안료는 경화성 조성물에 사용되는 것으로 알려진 임의의 안료 또는 색소(color)를 포함한다. 안료의 예에는 CP-87(청색), CP-84(흑색), 및 4-FS(백색)가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 당업자는 본 발명의 조성물에 사용될 안료 또는 색소를 선택하는 방법을 알 것이다. 안료 및 색소는 구매가능하다.
- [0043] UV 경화성 실리콘 조성물은 실리카를 포함할 수 있으며, 대안적으로 실리카를 포함한다. 실리카는 입자 표면적이 50 내지 10,000, 대안적으로 50 내지 1,000, 대안적으로 100 내지 500 m²/g이다. 일 실시 형태에서, 실리카는 건식 실리카이다. 다른 실시 형태에서, 실리카는 실란, 대안적으로 다이실란, 대안적으로 다이실라잔, 대안적으로 헥사메틸다이실라잔으로 처리된다. 일 실시 형태에서, 실리카는 헥사메틸다이실라잔으로 처리된 건식 실리카이다. 헥사메틸다이실라잔은 구매가능하다.
- [0044] 실리카는 당업계에 알려진 방법에 의해 실란으로 처리된다. 예를 들어, 실리카 및 알케닐-함유 유기폴리실록산을 혼련기(kneader) 내에서 혼합한 후에, 실리카를 처리하는 데 사용될 물 및 실란을 첨가할 수 있다. 일 실시 형태에서, 실리카는 실리카와 실란의 중량을 기준으로 5 내지 50%(w/w), 대안적으로 10 내지 45%(w/w), 대안적으로 15 내지 30%(w/w)의 실란으로 처리된다.
- [0045] UV 경화성 실리콘 조성물은 용매를 포함할 수 있으며, 대안적으로 용매를 포함한다. 용매는 12개 이하의 규소 원자, 대안적으로 8개 미만의 규소 원자, 대안적으로 5개 미만의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함한다.
- [0046] 용매는 25℃에서 200 Pa 미만, 대안적으로 150 Pa 미만, 대안적으로 130 Pa 미만의 증기압을 갖는다.
- [0047] 용매의 예에는 헥사메틸다이실록산, 옥타메틸트라이실록산, 헥사메틸사이클로트라이실록산, 데카메틸테트라실록산, 및 옥타메틸사이클로트라이실록산이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0048] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 20 내지 40%(w/w), 대안적으로 25 내지 35%(w/w)의 알케닐-함유 유기폴리실록산을 포함한다.
- [0049] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 내지 10%(w/w), 대안적으로 0.1 내지 2%(w/w)의 안료를 포함한다.
- [0050] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 3 내지 20%(w/w), 대안적으로 5 내지 15%(w/w)의 실리카를 포함한다.
- [0051] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01 내지 8%(w/w), 대안적으로 0.5 내지 4%(w/w)의 메르캅토-작용성 실란을 포함한다.

- [0052] UV 경화성 실리콘 조성물은 저선량 UV 방사선과 반응하고 UV 경화성 실리콘 조성물의 경화를 촉매하는 반응성 화학종을 형성하기에 충분한 양의 광개시제를 포함하며, 광개시제의 충분한 양은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 0.01%(w/w) 이상, 대안적으로 0.1 내지 5%(w/w)의 광개시제이다.
- [0053] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물의 총 중량을 기준으로 40 내지 80%(w/w), 대안적으로 50 내지 60%(w/w)의, 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매를 포함한다.
- [0054] UV 경화성 실리콘 조성물은 0.1 내지 100, 대안적으로 0.1 내지 10, 대안적으로 0.5 내지 5의 비닐 기에 대한 메르캅토 기의 몰비를 포함한다.
- [0055] UV 경화성 실리콘 조성물을 제조하기 위한 특정한 첨가 순서는 없다. 당업자는 조성물의 성분들을 조합하는 방법을 이해할 것이다. 예를 들어, 전형적으로 실리카는 실란과 반응할 수 있는 성분들과 혼합하기 전에 실란으로 처리된다.
- [0056] 조성물이 제조되어야 하는 특정한 온도 또는 압력은 없다. 전형적으로, 조성물의 성분들은 대략 실내 온도(즉, 20 내지 25℃) 및 압력에서 조합된다.
- [0057] UV 경화성 실리콘 조성물의 성분들이 혼합되는 시간은 다양할 수 있다. 전형적으로, 성분들은 균일해질 때까지 혼합되고, 이어서 혼합이 중지된다.
- [0058] 본 발명의 UV 경화성 조성물은, 조성물의 원하는 물리적 특성을 방해하지 않는 한, 이러한 종류의 경화성 실리콘 조성물에 보통 사용되는 다른 성분들을 포함할 수 있다. 당업자는 포함될 추가 재료를 알 것이다.
- [0059] UV 경화성 조성물의 점도는 50 내지 10,000 cP, 대안적으로 50 내지 1,000 cP, 대안적으로 100 내지 600 cP, 대안적으로 300 내지 700 cP이다.
- [0060] 점도는 ASTM D3236-88(2009)에 기재된 역학 점도를 측정하기 위한 시험 절차에 의해 측정된다.
- [0061] 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물.
- [0062] UV 경화성 조성물을 경화시키는 데 필요한 UV 방사선의 선량은 다양할 수 있으며, 대안적으로 UV 경화성 조성물을 경화시키는 데 필요한 선량은 5,000 mJ/cm² 미만, 대안적으로 4,000 mJ/cm² 미만, 대안적으로 2,000 mJ/cm² 미만이다.
- [0063] UV 경화성 조성물을 경화시키는 데 필요한 시간은 다양할 수 있으며, 대안적으로 경화에 필요한 시간은 20초(s) 미만, 대안적으로 10s 미만, 대안적으로 7s 미만, 대안적으로 5s 미만이다. 당업자는 경화 시간을 결정하는 방법을 알 것이다.
- [0064] ASTM D2240-05(2010)에 따라 쇼어 A 정도에 의해 측정할 때 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물의 경도는 15 내지 30, 대안적으로 18 내지 25, 대안적으로 20 내지 25, 대안적으로 23이다. 당업자는 ASTM D2240-05(2010)에 따라 경도를 결정하는 방법을 알 것이다.
- [0065] ASTM D412-06ae2에 따라 측정할 때 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물의 인장 강도는 1 내지 10, 대안적으로 3 내지 5, 대안적으로 4 내지 5 MPa이다. 당업자는 ASTM D412-06ae2에 따라 인장 강도를 결정하는 방법을 알 것이다.
- [0066] ASTM D412-06ae2에 따라 측정할 때 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물의 연신율(%)은 300 내지 700, 대안적으로 400 내지 600, 대안적으로 525 내지 560, 대안적으로 550이다. 당업자는 ASTM D412-06ae2에 따라 연신율(%)을 결정하는 방법을 알 것이다.
- [0067] 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물은 수리성이 10% 미만이다. 수리성은 0.2 mm 미만의 두께의 필름에 폭 1 밀리미터(mm)당 0.88 뉴턴 이상의 힘을 가하는 것에 의한 응집 파괴의 척도이다.
- [0068] 본 발명은 전자 장치의 단자를 밀봉하는 방법에 관한 것으로, 이 방법은
- [0069] A) 각각의 분자 내에 2개 이상의 알케닐 기를 갖고 각각의 말단 상에 1개 이상의 알케닐 기를 갖는 알케닐-함유 유기폴리실록산;
- [0070] B) 광개시제;
- [0071] C) 분자당 2개 이상의 메르캅토 기를 포함하는 메르캅토-작용성 유기폴리실록산;

- [0072] D) 안료; 그리고
- [0073] E) 실란-처리된 실리카 및 F) 12개 이하의 규소 원자를 갖는 유기폴리실록산을 포함하는 용매 중 하나 또는 둘 모두를 포함하는 UV 경화성 실리콘 조성물을 단자에 도포하는 단계, 및 UV 경화성 실리콘 단자 밀봉제를 충분한 UV 방사선에 노출시켜 경화된 실리콘 조성물을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0074] UV 경화성 실리콘 조성물의 성분 A), 성분 B), 성분 C), 성분 D), 성분 E), 및 성분 F)는 상기에 기재된 바와 같다.
- [0075] UV 경화성 실리콘 조성물은 당업계에 알려진 방법에 따라 단자에 도포된다. 예를 들어, UV 경화성 실리콘 조성물은 주사기를 사용하여 또는 노즐을 통해 단자에 도포된다. 당업자는 UV 경화성 실리콘 조성물을 단자에 도포하는 방법을 알 것이다.
- [0076] UV 경화성 실리콘 조성물은 UV 경화성 실리콘 조성물을 UV 방사선에, 대안적으로 2,000 밀리줄/제곱센티미터 (mJ/cm²) 미만에 노출시킴으로써 경화된다. 노출은 충분한 선량, 대안적으로 2,000 mJ/cm² 미만, 대안적으로 10 내지 2,000 mJ/cm² 미만을 방출하는 UV 램프 아래에 UV 경화성 실리콘 조성물을 위치시킴으로써 달성될 수 있다. 당업자는 UV 경화성 실리콘 조성물을 UV 방사선에 노출시키는 방법을 이해할 것이다.
- [0077] 본 발명의 방법은 단자 상에 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물을 생성하였으며, 이는 단자를 밀봉하였다.
- [0078] 단자는 전자 장치의 일부분이다. 단자는 LED 조명 및 텔레비전 및 플라즈마 텔레비전과 같은 장치에 포함된다. 당업자는 단자가 무엇인지 이해할 것이다.
- [0079] 본 발명의 UV 경화성 실리콘 조성물은 저선량 UV 방사선을 사용하여 수 초 이내에 경화의 이점을 제공한다. 또한, 본 경화성 실리콘 조성물은 양호한 유동성을 가지며, 단자를 밀봉하는 데 사용될 때 전자 장치의 단자 내의 그리고 그 주위의 간극을 충분히 충전하고, 극히 얇은 필름 두께를 달성한다. 경화된 UV 경화성 실리콘 조성물은 양호한 재작업성을 비롯한 양호한 단자 밀봉제 특성을 나타낸다. 본 발명의 방법은 탁월한 밀봉제 및 재작업성 특성을 제공하는 UV 경화성 밀봉제 조성물로 밀봉된 단자를 제공한다.
- [0080] 유기폴리실록산 및 폴리오르가노실록산은 본 명세서에서 상호교환가능하게 사용된다. 둘 모두는 폴리실록산의 규소 원자의 일부 또는 전체에 부착된 유기기를 갖는 폴리실록산을 의미하고자 하는 것이다.
- [0081] 실시예
- [0082] 하기 실시예는 본 발명의 방법을 더 잘 설명하기 위해 제공되지만, 첨부된 청구범위에 기술된 본 발명을 제한하는 것으로 여겨져서는 안 된다. 달리 언급되지 않는 한, 실시예에 기록된 모든 부(part) 및 백분율은 중량 기준이다. 하기 표에는 실시예에 사용된 약어가 설명되어 있다:
- [0083] [표 1]

실시예에 사용된 약어 목록

약어	단어
g	그램
Me	메틸
wt	중량
%	퍼센트
mol	몰
hr	시간
°C	섭씨 온도
NA	적용 불가
mL	밀리리터
고형물 함량	(건조된 샘플의 중량/초기 샘플의 중량) x 100이며, 하기에 기재된 바와 같이 결정됨
cm	센티미터 1
cP	센티푸아즈
mJ	밀리줄
mm	밀리미터

[0084]

[0085] 절차:

- [0086] 경도 - ASTM D2240-05(2010)에 따라 쇼어 A 경도에 의해 측정.
- [0087] 인장 강도 - ASTM D412-06ae2에 따라 측정.
- [0088] 연신율(%) - ASTM D412-06ae2에 따라 측정.
- [0089] 수리성 - 재료의 수리성은 180도 박리 분리를 사용하여 특정 라미네이트의 접착 강도를 결정함으로써 평가한다. 기재(substrate)를 시험할 재료로 코팅하고 경화되게 둔다. 이어서, 접합부를 생성하는 재료의 새로운 부분을 사용하여 2개의 경화된 부분을 라미네이팅한다. 재료가 경화된 후에, 고무 인장 강도를 시험하기에 적합한 임의의 장비에서 라미네이트를 박리하고, 이를 분리하는 데 필요한 평균 하중을 폭 1 인치당 파운드의 단위로 보고한다. 강성 기재의 3 × 6 × 0.040 인치 패널과, 가요성 기재의 3 × 12 인치 30 메시 스크린 또는 0.25 또는 1 인치 폭 중실 스트립 중 어느 하나를 사용하였다. 먼저 트라이클로로에틸렌, 이어서 메틸 아이소부틸 케톤 및 마지막으로 아세톤을 사용하여 조각들을 깨끗한 면 거즈 조각으로 닦음으로써 기재들을 우선 세정하고 건조되게 두었다. 이어서, 기재들을 약 77°F 및 50% 상대 습도(RH)에서 30분 동안 컨디셔닝하고, 이어서 기재에 대해 명시된 프라이머로 프라이밍하고 건조시켰다. 드로우다운(drawdown) 기술 및 적절한 시임(shim)을 사용하여 탄성중합체 재료를 둘 모두의 기재에 도포하여 0.22 mm 두께의 층들을 생성하였다. 이어서, 이들 층을 77°F 및 50% RH에서 4시간 동안 경화되게 둔다. 다음으로, 0.025 +/- 0.001 cm 두께의 새로운 재료 층을 강성 기재 상의 탄성중합체 재료 상에 펴 바르고, 긴 치수들이 평행하고 가요성 기재의 일측 단부에 패널이 없도록, 가요성 기재의 탄성중합체 표면을 새로운 재료와 즉시 접촉시켰다. 이어서, 이 라미네이트를 부드럽게 함께 프레싱하여 명시된 접착제 라인(glue line)을 생성하였다. 이어서, 라미네이트를 77°F 및 50% RH에서 경화시켰다. 이어서, 강성 기재의 맨 표면을 노출시키지 않으면서, 강성 기재 상의 탄성중합체 재료를 부분적으로 통과하도록 2.54 cm 폭 및 패널 전장의 스트립을 절단하였다. 다음으로, 가요성 기재의 자유 단부에서 시작하여, 면도날을 사용하여 약 2.5 cm에 대해 강성 기재 상의 탄성중합체 재료로부터 이것을 잘라내었다.
- [0090] 이어서, 가요성 기재를 강성 기재에 대해 180도로 뒤로 구부렸다. 이어서, 가요성 기재의 단부를 고무 인장 시험기의 하중 검출 그룹에 부착하였다. 시험기의 그룹은 폭이 2.5 cm 초과였다. 이어서, 라미네이트를 폭 1 밀리미터당 0.88 뉴턴 이상의 힘으로 5 cm/min의 속도로 0.2 미만의 두께의 필름까지 그리고 패널 전장에 대해 잡아당겼다. 당김 동안 하중 곡선을 기록하였다.
- [0091] 인치당 파운드 단위의 평균 하중을 기록하였다. 결과는 정성적이다.
- [0092] 분자량 - 폴리스티렌 표준물을 사용한 겔 투과 크로마토그래피에 의해 측정.
- [0093] 점도는 ~에 의해 측정하였다.
- [0094] 실시예 1
- [0095] 실시예 1에 사용된 성분
- [0096] A - 양측 분자 사슬 말단이 다이메틸비닐실록시 기로 말단 블로킹된 다이메틸폴리실록산; 점도: 2,200 cP.
- [0097] B - 헥사메틸다이실라잔 처리된 건식 실리카; 표면적: 200 m²/g; 실란과 실리카의 중량을 기준으로 20% 실란 처리됨.
- [0098] C - 용매; 헥사메틸다이실록산
- [0099] D - CP-87(청색 안료)
- [0100] E - 트라이메틸실릴-말단 캡핑된 다이메틸, 메틸(메르캅토프로필)실록산; 분자량: 4,000 내지 5,000; 점도 70 내지 130, SH로서의 3.2 내지 4.0 질량% 메르캅탄
- [0101] F - 광개시제; 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온.
- [0102] 혼련기 내에서 실온에서 A 및 B를 혼합하여 하기 표에서의 제형을 제조하였다. 이어서, 혼합하면서 순서대로 나머지 성분들과 함께 A와 B의 조합을 배치식 혼합기에 첨가하였다. 제형은 외관이 청색이었고 점도가 4,550 cP였다.

성분	중량%
A	30.89
B	10.85
C	55.10
D	0.535
E	2.09
F	0.535

[0103]

[0104]

이어서, 상기 제형을 전술된 절차를 사용하여 경화시키고 시험하였다. 결과가 하기 표에 있다.

경화 조건	UV 선량 < 2,000 mJ/cm ²
경화 시간	5 초
경도(쇼어 A)	23
인장 강도 (mPa)	4.3
연신율 (%)	550
수리성 (.02 mm 두께)	양호

[0105]

[0106]

상기 결과는 본 발명의 조성물이 저선량 UV 방사선을 사용하여 신속하게 경화되고 양호한 인장 강도, 경도, 연신율 및 수리성을 제공함을 입증한다.