



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0103870
(43) 공개일자 2010년09월28일

(51) Int. Cl.

C09J 183/04 (2006.01) C09J 7/02 (2006.01)
C09J 9/00 (2006.01) B32B 3/02 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7017707

(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년01월05일
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2010년08월10일

(86) 국제출원번호 PCT/US2009/030084

(87) 국제공개번호 WO 2009/089137

국제공개일자 2009년07월16일

(30) 우선권주장

61/020,423 2008년01월11일 미국(US)

(71) 출원인

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 별명자

서면 오드리 에이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

타피오 스콧 엠

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

원클러 웬디 제이

미국 55407 미네소타주 미니애폴리스 식스틴쓰 애비뉴 사우쓰 4501

(74) 대리인

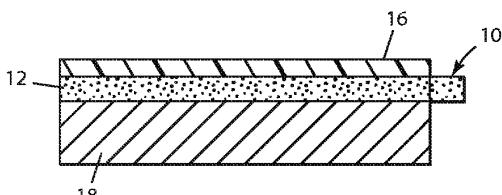
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 35 항

(54) 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제

(57) 요약

실리콘 감압 접착제 조성물 및 접착성 템을 포함하는 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착 필름이 제공된다. 감압 접착제 조성물은 우레아-기반 실리콘 공중합체, 옥사미드-기반 실리콘 공중합체, 아미드-기반 실리콘 공중합체, 우레탄-기반 실리콘 공중합체, 폴리다이오르가노실록산 중합체, 또는 이를 공중합체의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 탄성중합체성 실리콘 중합체로부터 형성된다. 감압 접착제 조성물은 또한 MQ 접착부여 수지를 포함할 수 있다. 감압 접착제 조성물은 접착 용품을 형성하기 위해 사용될 수 있다.

대 표 도 - 도1

특허청구의 범위

청구항 1

실리콘 감압 접착제 조성물; 및

점착성 텁을 포함하는 연신 해제 접착 필름.

청구항 2

제1항에 있어서, 감압 접착제 조성물은 우레아-기반 실리콘 공중합체, 옥사미드-기반 실리콘 공중합체, 아미드-기반 실리콘 공중합체, 우레탄-기반 실리콘 공중합체, 폴리다이오르가노실록산 중합체, 및 그 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 탄성중합체성 실리콘 중합체를 포함하는 접착 필름.

청구항 3

제1항에 있어서, 감압 접착제 조성물은

탄성중합체성 실리콘 중합체; 및

약 10 중량% 내지 약 70 중량% MQ 수지를 포함하는 접착 필름.

청구항 4

제1항에 있어서, 감압 접착제 조성물은 단층을 포함하는 접착 필름.

청구항 5

제4항에 있어서, 감압 접착제는 광학적으로 투명한 접착 필름.

청구항 6

제5항에 있어서, 감압 접착제는 신장가능한 접착 필름.

청구항 7

제6항에 있어서, 추가의 신장가능한 층을 추가로 포함하는 접착 필름.

청구항 8

제4항에 있어서, 감압 접착제 두께는 25 마이크로미터 내지 1,270 마이크로미터인 접착 필름.

청구항 9

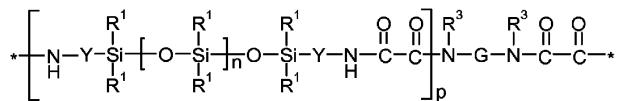
제1항에 있어서, 감압 접착제는 적어도 하나의 구조화된 표면을 포함하는 접착 필름.

청구항 10

제2항에 있어서, 탄성중합체성 실리콘 중합체는 분자량이 적어도 5,000 그램/몰인 폴리다이오르가노실록산 다이아민과 폴리아이소시아네이트의 반응 생성물인 우레아-기반 실리콘 공중합체를 포함하는 접착 필름.

청구항 11

제2항에 있어서, 탄성중합체성 실리콘 중합체는 하기 화학식의 적어도 2개의 반복 단위를 포함하는 아미드-기반 실리콘 공중합체를 포함하는 접착 필름:



(여기서, 각각의 R¹은 독립적으로 알킬, 할로알킬, 아르알킬, 알켄일, 아릴, 또는 알킬, 알콕시 또는 할로로 치환된 아릴이고;

각각의 Y는 독립적으로 알킬렌, 아르알킬렌 또는 그 조합이고;

G는 화학식 R³HN-G-NHR³의 다이아민에서 2개의 -NHR³ 기를 뺀 2가 잔기이며;

R³는 수소 또는 알킬이거나, 또는 R³는 G와 함께 그리고 이들 둘 모두가 부착되는 질소와 함께 헤테로사이클릭 기를 형성하고;

n은 독립적으로 0 내지 1500의 정수이며;

p는 1 내지 10의 정수임).

청구항 12

제1항에 있어서, 제1 기재가 연신 해제 감압 접착 테이프를 통해 제2 기재에 접합될 경우, 연신 해제 감압 접착 테이프는 제1 기재 또는 제2 기재 중 하나로부터 완전히 분리되기 전에 제1 기재 또는 제2 기재 중 다른 하나로부터 완전히 분리될 수 있는 접착 필름.

청구항 13

제1 기재; 및

제1 기재의 표면에 배치된 연신 해제 감압 접착 필름을 포함하고,

연신 해제 감압 접착 필름은

실리콘 감압 접착제 조성물; 및

점착성 템을 포함하는 용품.

청구항 14

제13항에 있어서, 제1 기재는 강성 표면, 테이프 배킹, 필름, 시트, 또는 이형 라이너를 포함하는 용품.

청구항 15

제13항에 있어서, 제2 기재를 추가로 포함하는 용품.

청구항 16

제15항에 있어서, 제1 기재는 이형 라이너이며 제2 기재는 이형 라이너인 용품.

청구항 17

제13항에 있어서, 실리콘 감압 접착제 조성물은 광학적으로 투명한 용품.

청구항 18

제1 기재를 제공하는 단계;

실리콘 감압 접착제 조성물 및 점착성 템을 포함하는 연신 해제 감압 접착 필름을 기재의 표면의 적어도 일부에 배치하는 단계; 및

제2 기재가 연신 해제 감압 접착제를 통해 제1 기재에 접합되고 점착성 템을 사용자가 파지할 수 있도록 제2 기재를 연신 해제 감압 접착제와 접촉시키는 단계를 포함하는 조립체를 제거가능하게 접합시키는 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름을 기재의 표면의 적어도 일부에 배치하는 단계는 기재 상에 접착제 조성물을 코팅하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 20

제18항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름을 기재의 표면의 적어도 일부에 배치하는 단계는 기재 상에 접착 용품을 적층하는 단계를 포함하며, 접착 용품은 연신 해제 접착 필름 조성물이 코팅된 이형 라이너를 포함하는 방법.

청구항 21

제20항에 있어서, 이형 라이너는 연신 해제 감압 접착 테이프 조성물과 접촉하는 미세구조화된 표면을 포함하는 방법.

청구항 22

제18항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름은 단층을 포함하는 방법.

청구항 23

제18항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름은 광학적으로 투명한 접착제를 포함하는 방법.

청구항 24

제18항에 있어서, 접착성 템을 파지하고 연신시킴으로써 제1 및/또는 제2 기재로부터 감압 접착 필름을 연신 해제시키는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 25

제24항에 있어서, 접착성 템을 파지하는 것은 접착성 템에 회수 공구(collection tool)를 부착시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 26

제25항에 있어서, 회수 공구는 플라스틱 공구, 금속 공구, 판지 공구, 목재 공구 또는 세라믹 공구를 포함하는 방법.

청구항 27

제1 기재;

제2 기재; 및

제1 기재와 제2 기재 사이에 배치된 연신 해제 감압 접착제를 포함하고,

연신 해제 감압 접착제는

실리콘 감압 접착제 조성물; 및

접착성 템을 포함하는 조립체.

청구항 28

제27항에 있어서, 제1 기재 및 제2 기재의 각각은 강성 표면, 테이프 배킹, 필름, 시트, 또는 이형 라이너를 포함하는 조립체.

청구항 29

제28항에 있어서, 제1 기재는 유리, 세라믹, 자기, 중합체, 금속, 또는 목재로부터 선택된 강성 기재를 포함하는 조립체.

청구항 30

제28항에 있어서, 제2 기재는 유리, 세라믹 중합체, 금속, 목재, 중합체성 필름, 광학 필름, 또는 이형 라이너를 포함하는 조립체.

청구항 31

제27항에 있어서, 제1 기재 또는 제2 기재 중 하나는 접착성 텁을 덮는 제거가능한 오버랩 세그먼트를 포함하는 조립체.

청구항 32

제7항에 있어서, 추가의 신장가능한 층 중 적어도 하나는 감압 접착제 또는 탄성중합체 층을 포함하는 접착 필름.

청구항 33

제13항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름은 추가의 신장가능한 층을 추가로 포함하며, 추가의 신장가능한 층 중 적어도 하나는 감압 접착제 또는 탄성중합체를 포함하는 용품.

청구항 34

제18항에 있어서, 연신 해제 감압 접착 필름은 추가의 신장가능한 층을 추가로 포함하며, 추가의 신장가능한 층 중 적어도 하나는 감압 접착제 또는 탄성중합체를 포함하는 방법.

청구항 35

제27항에 있어서, 연신 해제 감압 접착제는 추가의 감압 접착제 또는 탄성중합체를 추가로 포함하는 조립체.

명세서

기술 분야

[0001]

본 명세서는 광학적으로 투명하며 연신 해제성인 감압 접착제에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

연신 해제 접착 테이프는 종종 기재에 접합시키고 이어서 연신 시에 기재로부터 해제되도록 사용된다. 연신 해제 접착 테이프는, 예를 들어 조립, 결합, 부착 및 장착 응용을 비롯한 다양한 응용에서 유용하다. 연신 해제 테이프는 테이프가 접합되는 기재의 표면에 대해 일정 각도로 테이프를 연신시킴으로써 기재로부터 제거될 수 있다.

[0003]

기재, 예를 들어 벽판에 일단 접합되면, 많은 연신 해제 접착 테이프는 기재 상에 남아 있는 가시적인 잔류물이 없고 기재에 대한 가시적 손상도 없도록 기재로부터 깨끗하게 제거가능하다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

[0004]

광학적으로 투명한 감압 접착제는 광학 용품에서 사용될 수 있는 접착제이다. 그러한 광학적으로 투명한 감압 접착제가 용이한 제거를 위하여 연신 해제성이면 많은 경우에 바람직할 것이다. 탄성중합체성 실리콘-기반 중합체는 그러한 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제를 생성하는 것으로 밝혀졌다.

[0005]

실리콘 감압 접착제 조성물 및 접착성 텁을 포함하는 연신 해제 접착 필름이 개시된다. 감압 접착제 조성물은 우레아-기반 실리콘 공중합체, 옥사미드-기반 실리콘 공중합체, 아미드-기반 실리콘 공중합체, 우레탄-기반 실리콘 공중합체, 폴리다이오르가노실록산 중합체, 및 그 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 탄성중합체성 실리콘 중합체를 포함한다. 감압 접착제 조성물은 또한 MQ 접착부여 수지를 포함할 수 있다.

[0006]

또한 제1 기재 및 제1 기재의 표면에 배치된 연신 해제 감압 접착 필름을 포함하는 용품이 개시되는데, 여기서 연신 해제 감압 접착 필름은 실리콘 감압 접착제 조성물 및 접착성 텁을 포함한다. 용품은 또한 선택적으로 제2 기재를 함유할 수 있다. 기재는 (소자, 유리 플레이트 등의 표면과 같이) 강성일 수 있거나 또는 (이형 라이너, 테이프 배킹, 필름, 시트 등과 같이) 강성이 아닐 수 있다.

[0007]

본 명세서는 또한 제1 기재를 제공하는 단계, 실리콘 감압 접착제 조성물 및 접착성 텁을 포함하는 연신 해제 접착 필름을 기재의 표면의 적어도 일부에 배치하는 단계, 및 제2 기재가 연신 해제 감압 접착제를 통해 제1 기

재에 접합되며 점착성 템을 사용자가 과지할 수 있도록 제2 기재를 연신 해제 감압 접착제와 접촉시키는 단계를 포함하는, 조립체를 제거가능하게 접합시키는 방법을 개시한다.

[0008] 일부 실시 형태에서, 본 발명은 제1 기재, 제2 기재 및 제1 기재와 제2 기재 사이에 배치된 연신 해제 감압 접착제를 포함하는데, 여기서 연신 해제 감압 접착제는 실리콘 감압 접착제 조성물 및 점착성 템을 포함한다. 기재는 (소자, 유리 플레이트 등의 표면과 같이) 강성일 수 있거나 또는 (이형 라이너, 테이프 배킹, 필름, 시트 등과 같이) 강성이 아닐 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0009] <도 1>

도 1은 연신 해제 접착 필름이 2개의 기재에 부착된 접착 구조체의 측면도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착 필름이 제공되어, 광학적으로 투명한 연신 해제성 접착제가 바람직한 다양한 최종 사용 응용, 예를 들어, 광학 장치에서 또는 접착제가 눈에 잘 안띄는 것이 바람직한 응용에 연신 해제 감압 접착 필름이 적합하도록 한다. 감압 접착제는 실리콘 탄성중합체성 중합체를 포함하며 접착부여 수지와 같은 다른 성분을 함유할 수 있다. 감압 접착제는 단층으로서 유용하며, 다른 신장가능한 층의 존재를 요구하지 않는다. 원한다면, 추가의 신장가능한 층이 개시된 감압 접착제와 함께 사용될 수 있다. 감압 접착제는 또한 점착성 템을 갖는다. 점착성 템은 감압 접착제를 용이하게 과지하여 연신 해제시키도록 한다.

[0011] 본 명세서에 사용되는 용어 "접착제"는 2개의 접착물(adherend)을 함께 부착시키는데 유용한 중합체 조성물을 말한다. 접착제의 예는 감압 접착제이다.

[0012] 감압성 접착제 조성물은 다음을 포함하는 성질을 보유하는 것으로 당업자에게 잘 알려져 있다: (1) 강력하면서 영구적인 점착성, (2) 지압 이하로 접착, (3) 접착물 상에서의 충분한 보유력 및 (4) 부착물로부터 깨끗하게 제거되기에 충분한 응집력. 감압성 접착제로서 충분히 기능하는 것으로 밝혀진 물질은 점착성, 박리 접착력 및 전단 보유력 간의 바람직한 밸런스를 가져오는 필요한 점탄성을 나타내도록 설계되어 제제화된 중합체이다. 적절한 밸런스의 특성을 얻는 것은 간단한 공정이 아니다.

[0013] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이 용어 "실리콘-기반"은 실리콘 단위를 함유한 고분자(macromolecule)를 말한다. 용어 실리콘 또는 실록산은 상호호환적으로 사용되며, 다이알킬 또는 다이아릴 실록산(-SiR₂O-) 반복 단위를 갖는 단위를 말한다.

[0014] 본 명세서에서 사용되는 용어 "우레아-기반"은 적어도 하나의 우레아 결합을 함유하는 세그먼트화 공중합체인 고분자를 말한다.

[0015] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "아미드-기반"은 적어도 하나의 아미드 결합을 함유하는 세그먼트화 공중합체인 고분자를 말한다.

[0016] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 용어 "우레탄-기반"은 적어도 하나의 우레탄 결합을 함유하는 세그먼트화 공중합체인 고분자를 말한다.

[0017] "알켄일"이라는 용어는 적어도 하나의 탄소-탄소 이중 결합을 갖는 탄화수소인 알켄의 라디칼인 1가 기를 말한다. 알켄일은 선형, 분지형, 사이클릭 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 2 내지 20개의 탄소 원자를 포함한다. 몇몇 실시 형태에서, 알켄일은 2 내지 18, 2 내지 12, 2 내지 10, 4 내지 10, 4 내지 8, 2 내지 8, 2 내지 6, 또는 2 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 예시적인 알켄일기는 에텐일, n-프로펜일, 및 n-부텐일을 포함한다.

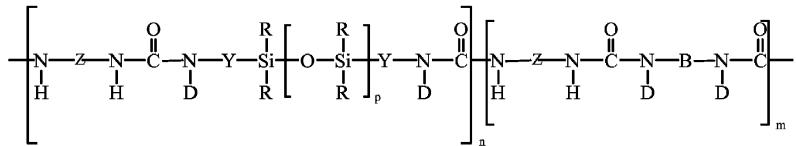
[0018] 용어 "알킬"은 포화 탄화수소인 알칸의 라디칼인 1가 기를 말한다. 알킬은 선형, 분지형, 사이클릭 또는 그 조합일 수 있으며, 전형적으로 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는다. 일부 실시형태에 있어서, 알킬기는 1 내지 18 개, 1 내지 12개, 1 내지 10개, 1 내지 8개, 1 내지 6개 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬기의 예에는 메틸, 에틸, n-프로필, 아이소프로필, n-부틸, 아이소부틸, tert-부틸, n-펜틸, n-헥실, 사이클로헥실, n-헵틸, n-옥틸 및 에틸헥실이 포함되지만, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0019] 용어 "할로"는 플루오로, 클로로, 브로모 또는 요오도를 말한다.

- [0020] 용어 "할로알킬"은 적어도 하나의 수소 원자가 할로로 대체된 알킬을 말한다. 몇몇 할로알킬기는 플루오로알킬기, 클로로알킬기, 및 브로모알킬기이다. 용어 "퍼플루오로알킬"은 모든 수소 원자가 불소 원자에 의해 치환된 알킬기를 말한다.
- [0021] 용어 "아릴"은 방향족이고 카보사이클릭인 1가 기를 말한다. 아릴은 방향족 고리에 연결되거나 융합된 1 내지 5개의 고리를 가질 수 있다. 다른 고리 구조는 방향족, 비-방향족 또는 그 조합일 수 있다. 아릴기의 예로는 페닐, 바이페닐, 터페닐, 안트릴, 나프틸, 아세나프틸, 안트라퀴노닐, 페난트릴, 안트라세닐, 피레닐, 페릴레닐 및 플루오레닐이 포함되지만, 이들에 한정되는 것은 아니다.
- [0022] 용어 "알킬렌"은 알칸의 라디칼인 2가 기를 말한다. 알킬렌은 직쇄, 분지형, 사이클릭 또는 그 조합일 수 있다. 알킬렌의 탄소 원자수는 흔히 1 내지 20개이다. 일부 실시형태에 있어서, 알킬렌은 1 내지 18개, 1 내지 12개, 1 내지 10개, 1 내지 8개, 1 내지 6개 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 포함한다. 알킬렌의 라디칼 중심은 동일한 탄소 원자 상에 (즉, 알킬리텐) 또는 상이한 탄소 원자 상에 존재할 수 있다.
- [0023] 용어 "헥테로알킬렌"은 티오, 옥시, 또는 -NR-로 연결된 적어도 2개의 알킬렌기를 포함하는 2가 기를 말하며, 여기서, R은 알킬이다. 헥테로알킬렌은 선형, 분지형, 사이클릭이거나, 알킬기로 치환되거나 또는 그 조합일 수 있다. 일부 헥테로알킬렌은 헥테로원자가 산소인 폴리옥시알킬렌, 이를 테면, $-\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_2-$ 이다.
- [0024] 용어 "아릴렌"은 카보사이클릭이고 방향족인 2가 기를 말한다. 이 기는 연결되거나, 융합되거나, 그 조합인 1 내지 5개의 고리를 갖는다. 다른 고리들은 방향족, 비-방향족 또는 그 조합일 수 있다. 일부 실시형태에 있어서, 아릴렌기는 5개 이하의 고리, 4개 이하의 고리, 3개 이하의 고리, 2개 이하의 고리 또는 하나의 방향족 고리를 갖는다. 예를 들어, 아릴렌기는 페닐렌일 수 있다.
- [0025] 용어 "헥테로아릴렌"은 카보사이클릭이며 방향족인 2가 기를 말하며, 황, 산소, 질소 또는 할로겐, 이를 테면 불소, 염소, 브롬 또는 요오드와 같은 헥테로원자를 함유한다.
- [0026] 용어 "아르알킬렌"은 식 $-\text{R}^{\text{a}}-\text{Ar}^{\text{a}}-$ 의 2가 기를 말하며, 여기에서, R^{a} 는 알킬렌이며, Ar^{a} 는 아릴렌이다(즉, 알킬렌은 아릴렌에 결합된다).
- [0027] "알콕시"라는 용어는 R이 알킬기인 식 -OR의 1가 기를 말한다.
- [0028] 달리 지시되지 않는다면, "광학적으로 투명한"은 적어도 일부의 가시광선 스펙트럼(약 400 내지 약 700 nm)에 대하여 높은 광 투과율을 나타내며, 낮은 헤이즈(haze)를 갖는 접착제 또는 용품을 말한다. 광학적으로 투명한 물질은 종종 400 내지 700 nm 파장 범위에서 적어도 약 90%의 광 투과율 및 약 2% 미만의 헤이즈를 갖는다. 광 투과율 및 헤이즈 둘 모두는, 예를 들어, ASTM-D 1003-95의 방법을 사용하여 측정될 수 있다.
- [0029] 달리 나타내지 않으면, "연신 해제성"은 접착제 또는 테이프의 특성을 말한다. 연신 해제 접착제 및 테이프는 적어도 하나의 기재에 접착제 접합을 형성하고 이어서 연신시에 기재 또는 기재들로부터 해제된다. 전형적으로, 연신 해제 접착제 및 테이프는 기재 상에 남아 있는 가시적인 잔류물이 거의 또는 전혀 없고 기재에 대한 가시적인 손상도 전혀 없이 기재 또는 기재들로부터 깨끗하게 제거 가능할 수 있다.
- [0030] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "신장가능한"은 연신 해제 조건하에서 파단 또는 끊어짐 없이 연신될 수 있는 물질을 말한다.
- [0031] 감압 접착 필름은 신장가능하며, 연신가능하며 그리고 바람직하게는, 예를 들어 유리, 세라믹, 페인팅된 벽판, 마감된 (예를 들어, 염색되고 바니시처리된) 목재 및 플라스틱을 비롯한 다양한 기재로부터 깨끗하게 제거 가능하다(즉, 가시적인 잔류물을 남기지 않는다). 플라스틱 기재는, 예를 들어 폴리에스테르, 예를 들어, PET(폴리에틸렌 테레프탈레이트), 폴리아크릴레이트, 예를 들어 PMMA(폴리 메틸메타크릴레이트), 폴리카르보네이트, 등을 포함한다. 감압 접착 필름은 기재에 접합된 후, 또한 기재를 손상시키지 않고서 기재로부터 제거될 수 있다.
- [0032] 적합한 감압 접착제 조성물의 예는 실리콘-기반 접착제 조성물을 포함한다. 실리콘-기반 접착제 조성물은 적어도 하나의 실리콘 탄성중합체성 중합체를 포함하며 접착부여 수지와 같은 다른 성분을 함유할 수 있다. 탄성중합체성 중합체는, 예를 들어 우레아-기반 실리콘 공중합체, 옥사미드-기반 실리콘 공중합체, 아미드-기반 실리콘 공중합체, 우레탄-기반 실리콘 공중합체, 폴리다이이오르가노실록산 중합체, 및 그 혼합물을 포함한다.
- [0033] 실리콘 탄성중합체성 중합체의 유용한 부류의 한 가지 예는 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체와 같은 우레아-기

반 실리콘 중합체이다. 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체는 폴리다이오르가노실록산 다이아민(실리콘 다이아민으로도 불림), 다이아이소시아네이트, 및 선택적으로 유기 폴리아민의 반응 생성물을 포함한다. 적합한 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체는 하기의 반복 단위에 의해 나타내진다:

[0034] [화학식 I]



[0035]

[0036] 여기서,

[0037] 각각의 R은 독립적으로, 약 1개 내지 12개 탄소 원자를 가지며 예를 들어 트라이플루오로알킬 또는 비닐기, 화학식 $\text{R}^2(\text{CH}_2)_a\text{CH}=\text{CH}_2$ (여기서, R^2 는 $-(\text{CH}_2)_b-$ 또는 $-(\text{CH}_2)_c\text{CH}=\text{CH}-$ 이며 a는 1,2 또는 3이며; b는 0, 3 또는 6이며; 그리고 c는 3, 4 또는 5임)에 의해 나타내지는 고급 알켄일 라디칼 또는 비닐 라디칼로 치환될 수 있는 알킬 부분, 약 6개 내지 12개 탄소 원자를 가지며 알킬, 플루오로알킬 및 비닐기로 치환될 수 있는 사이클로알킬 부분, 또는 약 6개 내지 20개 탄소 원자를 가지며 예를 들어, 알킬, 사이클로알킬, 플루오로알킬 및 비닐기로 치환될 수 있는 아릴 부분인 부분이거나, 또는 R은 미국 특허 제5,028,679호에 설명된 바와 같은 페플루오로알킬기, 또는 미국 특허 제5,236,997호에 설명된 바와 같은 불소-함유기, 또는 미국 특허 제4,900,474호 및 제5,118,775호에 설명된 바와 같은 페플루오로에테르-함유기이며; 전형적으로, R 부분의 적어도 50%는 메틸 라디칼이며 나머지는 1개 내지 12개 탄소 원자를 가진 1가 알킬 또는 치환된 알킬 라디칼, 알켄일 라디칼, 페닐 라디칼 또는 치환된 페닐 라디칼이며;

[0038] 각각의 Z는 약 6개 내지 20개 탄소 원자를 가진 아르알킬렌 라디칼 또는 아릴렌 라디칼, 약 6개 내지 20개 탄소 원자를 가진 알킬렌 또는 사이클로알킬렌 라디칼인 다가 라디칼이며, 일부 실시 형태에서 Z는 2,6-톨릴렌, 4,4'-메틸렌다이페닐렌, 3,3'다이메톡시-4,4'-바이페닐렌, 테트라메틸-m-자일릴렌, 4,4'-메틸렌다이사이클로헥실렌, 3,5,5-트라이메틸-3-메틸렌사이클로헥실렌, 1,6-헥사메틸렌, 1,4-사이클로헥실렌, 2,2,4-트라이메틸헥실렌 및 그 혼합물이며;

[0039] 각각의 Y는 독립적으로 1개 내지 10개 탄소 원자의 알킬렌 라디칼, 6개 내지 20개 탄소 원자를 가진 아르알킬렌 라디칼 또는 아릴렌 라디칼인 다가 라디칼이며;

[0040] 각각의 D는 수소, 1개 내지 10개 탄소 원자의 알킬 라디칼, 페닐, 및 복소환을 형성하기 위하여 B 또는 Y를 포함하는 고리 구조를 완성하는 라디칼로 이루어진 군으로부터 선택되며;

[0041] 여기서 B는 알킬렌, 아르알킬렌, 사이클로알킬렌, 페닐렌, 헤테로알킬렌으로 이루어진 군으로 선택된 다가 라디칼이며, 예를 들어, 폴리에틸렌 옥사이드, 폴리프로필렌 옥사이드, 폴리테트라메틸렌 옥사이드, 및 그 공중합체 및 혼합물을 포함하며;

[0042] m은 0 내지 약 1000인 수이며;

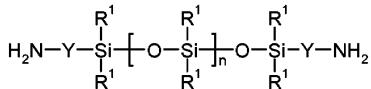
[0043] n은 적어도 1인 수이며;

[0044] p는 적어도 10이며, 일부 실시 형태에서는 15 내지 약 2000, 또는 심지어 30 내지 1500인 수이다.

[0045] 유용한 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체는, 예를 들어 미국 특허 제5,512,650호, 제5,214,119호, 제5,461,134호, 및 제7,153,924호 및 국제 특허 공개 WO 96/35458호, WO 98/17726호, WO 96/34028호, WO 96/34030호 및 WO 97/40103호에 개시되어 있다.

[0046] 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체의 제조에 사용되는 유용한 실리콘 다이아민의 예에는 하기 화학식 II로 나타내어지는 폴리다이오르가노실록산 다이아민이 포함된다:

[0047] [화학식 II]



[0048]

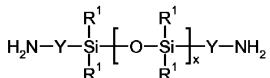
[0049] 여기서, 각각의 R^1 은 독립적으로 알킬, 할로알킬, 아르알킬, 알켄일, 아릴, 또는 알킬, 알콕시 또는 할로로 치환된 아릴이고, 각각의 Y는 독립적으로 알킬렌, 아르알킬렌 또는 그 조합이며 n은 0 내지 1500의 정수이다.

[0050]

화학식 II의 폴리다이오르가노실록산 다이아민은 임의의 공지된 방법에 의해 제조될 수 있으며, 임의의 적합한 분자량, 예를 들어 700 내지 150,000 g/몰 범위의 평균 분자량을 가질 수 있다. 적합한 폴리다이오르가노실록산 다이아민 및 폴리다이오르가노실록산 다이아민의 제조 방법이, 예를 들어 미국 특허 제3,890,269호, 제4,661,577호, 제5,026,890호, 제5,276,122호, 제5,214,119호, 제5,461,134호, 제5,512,650호, 및 제6,355,759호에 설명되어 있다. 일부 폴리다이오르가노실록산 다이아민은, 예를 들어 미국 캘리포니아주 토랜스 소재의 신에츠 실리콘스 오브 아메리카, 인크.(Shin Etsu Silicones of America, Inc.)로부터 그리고 미국 펜실베이니아주 모리스빌 소재의 젤레스트 인크.(Gelest Inc.)로부터 구매 가능하다.

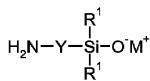
[0051]

2,000 g/몰보다 크거나 5,000 g/몰보다 큰 분자량을 가진 폴리다이오르가노실록산 다이아민은 미국 특허 제5,214,119호, 제5,461,134호, 및 제5,512,650호에 설명된 방법을 이용하여 제조될 수 있다. 설명된 방법 중 하나는 반응 조건하에서 그리고 불활성 분위기하에서 (a) 하기 화학식의 아민 작용성 말단 차단제



[0052]

[0053] (여기서 Y 및 R^1 은 화학식 II에 대해 정의된 바와 동일함); (b) 2,000 g/몰 미만의 분자량을 가진 폴리다이오르가노실록산 다이아민을 형성하기 위하여 아민 작용성 말단 차단제와 반응하기에 충분한 사이클릭 실록산; 및 (c) 하기 화학식:

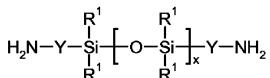


[0054]

[0055] (여기서 Y 및 R^1 은 화학식 II에서 정의된 바와 동일하며 M^+ 는 나트륨 이온, 칼륨 이온, 세슘 이온, 루비듐 이온, 또는 테트라메틸암모늄 이온임)의 무수 아미노알킬 실라놀레이트 촉매를 조합하는 것을 포함한다. 반응은 사실상 모든 아민 작용성 말단 차단제가 소모될 때까지 계속되며, 이어서 추가의 사이클릭 실록산을 첨가하여 분자량을 증가시킨다. 추가의 사이클릭 실록산은 흔히 서서히 첨가된다(예를 들어, 적가된다). 반응 온도는 흔히 80°C 내지 90°C 범위에서 조절되며, 반응 시간은 5 내지 7시간이다. 생성된 폴리다이오르가노실록산 다이아민은 고순도(예를 들어, 2 중량% 미만, 1.5 중량% 미만, 1 중량% 미만, 0.5 중량% 미만, 0.1 중량% 미만, 0.05 중량% 미만, 또는 0.01 중량% 미만의 실라놀 불순물)의 것일 수 있다. 아민 작용성 말단 차단제 대 사이클릭 실록산의 비의 변경을 이용하여 화학식 II의 생성된 폴리다이오르가노실록산 다이아민의 분자량을 달라지게 할 수 있다.

[0056]

화학식 II의 폴리다이오르가노실록산 다이아민의 다른 제조 방법은, 반응 조건 하에서 그리고 불활성 분위기 하에서, (a) 하기 화학식:

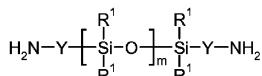
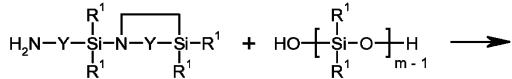


[0057]

[0058] (여기서, R^1 및 Y는 화학식 I에 대하여 설명한 것과 동일하며, 하첨자 x는 1 내지 150의 정수임)의 아민 작용성 말단 차단제와; (b) 평균 분자량이 아민 작용성 말단 차단제의 평균 분자량보다 큰 폴리다이오르가노실록산 다이아민을 얻기에 충분한 사이클릭 실록산과; (c) 수산화세슘, 세슘 실라놀레이트, 루비듐 실라놀레이트, 세슘 폴리실록사놀레이트, 루비듐 폴리실록사놀레이트 및 그 혼합물로부터 선택되는 촉매를 조합하는 것을 포함한다. 반응은 사실상 모든 아민 작용성 말단 차단제가 소모될 때까지 계속된다. 이 방법은 추가로 미국 특허 제

6,355,759호에 설명된다. 이 절차는 임의의 분자량의 폴리다이오르가노실록산 다이아민을 제조하기 위해 사용될 수 있다.

[0059] 화학식 II의 폴리다이오르가노실록산 다이아민의 또 다른 제조 방법은 미국 특허 제6,531,620호에 설명된다. 이 방법에서, 사이클릭 실라잔이 하기 반응식에 나타난 바와 같이 하이드록시 말단기를 가진 실록산 물질과 반응된다.



[0060]

[0061] 기 R^1 및 Y 는 화학식 II에 대하여 설명한 것과 동일하다. 하첨자 m 은 1 초과의 정수이다.

[0063] 폴리다이오르가노실록산 다이아민의 예에는 폴리다이메틸실록산 다이아민, 폴리다이페닐실록산 다이아민, 폴리트라이플루오로프로필메틸실록산 다이아민, 폴리페닐메틸실록산 다이아민, 폴리다이에틸실록산 다이아민, 폴리다이비닐실록산 다이아민, 폴리비닐메틸실록산 다이아민, 폴리(5-헥세닐)메틸실록산 다이아민, 및 그 혼합물이 포함되지만, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0064]

폴리다이오르가노실록산 다이아민 성분은 생성된 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체의 모듈러스를 조정하는 수단을 제공한다. 일반적으로, 고분자량 폴리다이오르가노실록산 다이아민은 보다 낮은 모듈러스의 공중합체를 제공하며, 반면, 저분자량 폴리다이오르가노실록산 폴리아민은 보다 높은 모듈러스의 공중합체를 제공한다.

[0065]

유용한 폴리아민의 예는, 예를 들어 헌츠만 코포레이션(Hunstman Corporation)(미국 텍사스주 휴스턴)으로부터 상표명 D-230, D-400, D-2000, D-4000, ED-2001 및 EDR-148로 구매 가능한 폴리옥시알킬렌 다이아민을 비롯한 폴리옥시알킬렌 다이아민과, 예를 들어 헌츠만으로부터 상표명 T-403, T-3000 및 T-5000으로 구매 가능한 폴리옥시알킬렌 트라이아민을 비롯한 폴리옥시알킬렌 트라이아민과, 예를 들어 듀폰(DuPont)(미국 델라웨어주 월밍턴)으로부터 상표명 다이텍(DYTEK) A 및 다이텍 EP로 구매 가능한 에틸렌 다이아민 및 폴리알킬렌을 비롯한 폴리알킬렌을 포함한다.

[0066]

선택적인 폴리아민은 공중합체의 모듈러스를 변경하는 수단을 제공한다. 유기 폴리아민의 농도, 유형 및 분자량은 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체의 모듈러스에 영향을 준다.

[0067]

실리콘 폴리우레아 블록 공중합체는 약 3몰 이하, 일부 실시 형태에서는 약 0.25 내지 약 2몰의 양으로 폴리아민을 포함할 수 있다. 전형적으로 폴리아민은 약 300 g/몰 이하의 분자량을 갖는다.

[0068]

상기에 기재된 폴리아민과 반응할 수 있는, 예를 들어 다이아이소시아네이트 및 트라이아이소시아네이트를 포함하는 임의의 폴리아이소시아네이트가 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체의 제조에 사용될 수 있다. 적합한 다이아이소시아네이트의 예에는 방향족 다이아이소시아네이트, 예를 들어 2,6-톨루엔 다이아이소시아네이트, 2,5-톨루엔 다이아이소시아네이트, 2,4-톨루엔 다이아이소시아네이트, m -페닐렌 다이아이소시아네이트, p-페닐렌 다이아이소시아네이트, 메틸렌 베스(o-클로로페닐)다이아이소시아네이트, 메틸렌다이페닐렌-4,4'-다이아이소시아네이트, 폴리카르보다이이미드-개질된 메틸렌다이페닐렌 다이아이소시아네이트, (4,4'-다이아이소시아나토-3,3',5,5'-테트라에틸) 다이페닐메탄, 4,4-다이아이소시아나토-3,3'-다이메톡시바이페닐 (o-다이아이소시아나토-3,3',5,5'-테트라에틸), 5-클로로-2,4-톨루엔 다이아이소시아네이트, 및 1-클로로메틸-2,4-다이아이소시아나토벤젠, 방향족-지방족 다이아이소시아네이트, 예를 들어 m -자일릴렌 다이아이소시아네이트 및 테트라메틸- m -자일릴렌 다이아이소시아네이트, 지방족 다이아이소시아네이트, 예를 들어 1,4-다이아이소시아나토부탄, 1,6-다이아이소시아나토헥산, 1,12-다이아이소시아나토도데칸 및 2-메틸-1,5-다이아이소시아나토펜탄, 및 사이클로지방족 다이아이소시아네이트, 예를 들어 메틸렌다이사이클로헥실렌-4,4'-다이아이소시아네이트, 3-아이소시아나토메틸-3,5,5-트라이메틸사이클로헥실 아이소시아네이트 (아이소포론 다이아이소시아네이트) 및 사이클로헥실렌-1,4-다이아이소시아네이트가 포함된다.

[0069]

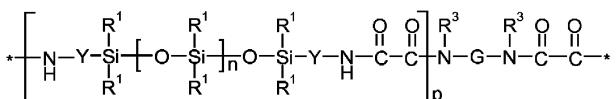
폴리아민, 그리고 특히 폴리다이오르가노실록산 다이아민과 반응할 수 있는 임의의 트라이아이소시아네이트가 적합하다. 그러한 트라이아이소시아네이트의 예에는, 예를 들어 다작용성 아이소시아네이트, 예를 들어 바이우

레트로부터 생성되는 것, 아이소시아누레이트, 및 부가물이 포함된다. 구매가능한 폴리아이소시아네이트의 예에는 상표명 데스모두르(DESMODUR) 및 몬두르(MONDUR)로 바이엘(Bayer)로부터 그리고 상표명 PAPI로 다우 플라스틱스(Dow Plastics)로부터 입수가능한 폴리아이소시아네이트 시리즈의 부분들이 포함된다.

[0070] 폴리아이소시아네이트는 전형적으로 폴리다이오르가노실록산 디아이민 및 선택적 폴리아민의 양을 기준으로 화학량론적 양으로 존재한다.

[0071] 실리콘 탄성중합체성 중합체의 다른 유용한 부류는 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 블록 공중합체와 같은 옥사미드-기반 중합체이다. 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 블록 공중합체의 예는, 예를 들어 미국 특허 공개 제2007-0148475호에 제시된다. 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 블록 공중합체는 화학식 III의 반복 단위를 적어도 2개 함유한다.

[0072] [화학식 III]



[0073]

[0074] 상기 식에서, 각각의 R^1 은 독립적으로 알킬, 할로알킬, 아르알킬, 알켄일, 아릴, 또는 알킬, 알콕시 또는 할로로 치환된 아릴이며, 적어도 50%의 R^1 기는 메틸이다. 각각의 Y는 독립적으로 알킬렌, 아르알킬렌 또는 그 조합이다. 하첨자 n은 독립적으로 40 내지 1500의 정수이며 하첨자 p는 1 내지 10의 정수이다. 기 G는 화학식 $R^3HN-G-NHR^3$ 의 디아이민에서 2개의 $-NHR^3$ 기를 뺀 것과 동일한 잔기 단위인 2가 기이다. 기 R^3 는 수소 또는 알킬(예컨대, 1 내지 10, 1 내지 6, 또는 1 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 알킬)이거나, 또는 R^3 는 G와 함께 그리고 이들 둘 모두가 부착되는 질소와 함께 헤테로사이클릭 기를 형성한다(예컨대, $R^3HN-G-NHR^3$ 는 피페라진 등임). 각각의 별표(*)는, 예를 들어 화학식 III의 다른 반복 단위와 같은 공중합체 중의 다른 기에의 반복 단위의 부착 부위를 나타낸다.

[0075] 화학식 III에서 R^1 에 있어서 적합한 알킬기는 전형적으로 탄소 원자수가 1 내지 10, 1 내지 6, 또는 1 내지 4이다. 예시적인 알킬기에는 메틸, 에틸, 아이소프로필, n-프로필, n-부틸 및 아이소부틸이 포함되지만, 이에 한정되는 것은 아니다. R^1 에 있어서 적합한 할로알킬기는 흔히 상응하는 알킬기의 수소 원자들 중 일부분만이 할로겐으로 대체된다. 예시적인 할로알킬기는 1 내지 3개의 할로 원자 및 3 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 클로로알킬 및 플루오로알킬 기를 포함한다. R^1 에 있어서 적합한 알켄일기는 흔히 탄소 원자수가 2 내지 10이다. 예시적인 알켄일기, 예를 들어 에텐일, n-프로펜일 및 n-부텐일은 흔히 탄소 원자수가 2 내지 8, 2 내지 6, 또는 2 내지 4이다. R^1 으로 적합한 아릴기는 흔히 탄소 원자수가 6 내지 12이다. 페닐이 예시적인 아릴기이다. 아릴기는 비치환되거나, 알킬(예를 들어, 탄소 원자수 1 내지 10, 탄소 원자수 1 내지 6, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬), 알콕시(예를 들어, 탄소 원자수 1 내지 10, 탄소 원자수 1 내지 6, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시), 또는 할로(예를 들어, 클로로, 브로모 또는 플루오로)로 치환될 수 있다. R^1 에 있어서 적합한 아르알킬기는 일반적으로 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬렌기 및 탄소 원자수 6 내지 12의 아릴기를 갖는다. 몇몇 예시적 아르알킬기에서, 아릴기는 페닐이며, 알킬렌기는 탄소 원자수가 1 내지 10이거나, 탄소 원자수가 1 내지 6이거나, 탄소 원자수가 1 내지 4이다(즉, 아르알킬의 구조는 알킬렌이 페닐기에 결합된 알킬렌-페닐임).

[0076] 적어도 50%의 R^1 기는 메틸이다. 예를 들어, R^1 기의 적어도 60%, 적어도 70%, 적어도 80%, 적어도 90%, 적어도 95%, 적어도 98%, 또는 적어도 99%는 메틸일 수 있다. 남아있는 R^1 기는 탄소 원자수 2 이상의 알킬, 할로알킬, 아르알킬, 알켄일, 아릴, 또는 알킬, 알콕시 또는 할로로 치환된 아릴로부터 선택될 수 있다.

[0077] 화학식 III에서, 각각의 Y는 독립적으로 알킬렌, 아르알킬렌 또는 그 조합이다. 적합한 알킬렌기는 전형적으로 탄소 원자수가 최대 10이거나, 탄소 원자수가 최대 8이거나, 탄소 원자수가 최대 6이거나, 탄소 원자수가 최대 4이다. 예시적인 알킬렌기는 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌 및 부틸렌 등을 포함한다. 적합한 아르알킬렌기는 일반적으로 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬렌기에 결합된 탄소 원자수 6 내지 12의 아릴렌기를 갖는다. 몇몇 예시적인 아르알킬렌기에서, 아릴렌 부분은 페닐렌이다. 즉, 2가 아르알킬렌기는 페닐렌-알킬렌이며, 여기서, 페

닐렌은 탄소 원자수 1 내지 10, 1 내지 8, 1 내지 6, 또는 1 내지 4의 알킬렌에 결합된다. 기 Y와 관련하여 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "그 조합"은 알킬렌 및 아르알킬렌 기로부터 선택되는 2개 이상의 기의 조합을 말한다. 조합은, 예를 들어 단일 알킬렌에 결합된 단일 아르알킬렌일 수 있다(예를 들어, 알킬렌-아릴렌-알킬렌). 하나의 예시적인 알킬렌-아릴렌-알킬렌 조합에서, 아릴렌은 페닐렌이며, 각각의 알킬렌은 탄소 원자수가 1 내지 10, 1 내지 6, 또는 1 내지 4이다.

[0078] 화학식 III에서 각각의 하첨자 n은 독립적으로 40 내지 1500의 정수이다. 예를 들어, 하첨자 n은 최대 1000, 최대 500, 최대 400, 최대 300, 최대 200, 최대 100, 최대 80, 또는 최대 60의 정수일 수 있다. n의 값은 종종 적어도 40, 적어도 45, 적어도 50, 또는 적어도 55이다. 예를 들어, 하첨자 n은 40 내지 1000, 40 내지 500, 50 내지 500, 50 내지 400, 50 내지 300, 50 내지 200, 50 내지 100, 50 내지 80, 또는 50 내지 60 범위일 수 있다.

[0079] 하첨자 p는 1 내지 10의 정수이다. 예를 들어, p의 값은 종종 최대 9, 최대 8, 최대 7, 최대 6, 최대 5, 최대 4, 최대 3, 또는 최대 2의 정수이다. p의 값은 1 내지 8, 1 내지 6, 또는 1 내지 4의 범위일 수 있다.

[0080] 화학식 III에서 기 G는 화학식 $R^3HN-G-NHR^3$ 의 다이아민 화합물에서 2개의 아미노기(즉, $-NHR^3$ 기)를 뺀 잔기 단위이다. 기 R^3 는 수소 또는 알킬(예를 들어, 탄소 원자수 1 내지 10, 1 내지 6, 또는 1 내지 4의 알킬)이거나, R^3 는 G와 함께 그리고 이들 둘 모두가 부착되는 질소와 함께 헤테로사이클릭 기를 형성한다(예를 들어, $R^3HN-G-NHR^3$ 는 피페라진임). 상기 다이아민은 1차 또는 2차 아미노기를 가질 수 있다. 대부분의 실시 형태에서, R^3 는 수소 또는 알킬이다. 많은 실시 형태에서, 다이아민의 아미노기 둘 모두는 1차 아미노기(즉, R^3 기 둘 모두가 수소임)이며, 다이아민은 화학식 $H_2N-G-NH_2$ 를 갖는다.

[0081] 몇몇 실시 형태에서, G는 알킬렌, 헤테로알킬렌, 폴리다이오르가노실록산, 아릴렌, 아르알킬렌 또는 그 조합이다. 적합한 알킬렌은 흔히 탄소 원자수가 2 내지 10, 2 내지 6, 또는 2 내지 4이다. 예시적인 알킬렌기는 에틸렌, 프로필렌 및 부틸렌 등을 포함한다. 적합한 헤테로알킬렌은 흔히 폴리옥시알킬렌, 예를 들어 적어도 2개의 에틸렌 단위를 갖는 폴리옥시에틸렌, 적어도 2개의 프로필렌 단위를 갖는 폴리옥시프로필렌, 또는 그의 공중합체이다. 적합한 폴리다이오르가노실록산은 2개의 아미노기를 뺀, 상기에 기재된 화학식II의 폴리다이오르가노실록산 다이아민을 포함한다. 예시적인 폴리다이오르가노실록산은 알킬렌 Y 기를 갖는 폴리다이메틸실록산을 포함하지만, 이에 한정되는 것은 아니다. 적합한 아르알킬렌기는 일반적으로 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬렌기에 결합된 탄소 원자수 6 내지 12의 아릴렌기를 포함한다. 몇몇 예시적인 아르알킬렌기는 페닐렌이 탄소 원자수 1 내지 10, 탄소 원자수 1 내지 8, 탄소 원자수 1 내지 6, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 알킬렌에 결합된 페닐렌-알킬렌이다. 기 G와 관련하여 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "그 조합"은 알킬렌, 헤�테로알킬렌, 폴리다이오르가노실록산, 아릴렌 및 아르알킬렌으로부터 선택되는 2개 이상의 기의 조합을 말한다. 조합은, 예를 들어 알킬렌에 결합된 아르알킬렌일 수 있다(예를 들어, 알킬렌-아릴렌-알킬렌). 하나의 예시적인 알킬렌-아릴렌-알킬렌 조합에서, 아릴렌은 페닐렌이며, 각각의 알킬렌은 탄소 원자수가 1 내지 10, 1 내지 6, 또는 1 내지 4이다.

[0082] 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드는 화학식 $-R^a-(CO)-NH-$ 를 갖는 기가 없는 경향이 있으며, 여기서 R^a 는 알킬렌이다. 공중합체성 물질의 골격을 따라 있는 카르보닐아미노기 모두는 옥살릴아미노기(즉, $-(CO)-(CO)-NH-$ 기)의 일부이다. 즉, 당해 공중합체성 물질의 골격을 따라 있는 임의의 카르보닐기는 다른 카르보닐기에 결합되며, 옥살릴기의 일부분이다. 더 구체적으로는, 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드는 복수의 아미노살릴아미노기를 갖는다.

[0083] 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드는 선형, 블록 공중합체이며, 탄성중합체성 물질이다. 츠성 고체 또는 경질 플라스틱으로서 일반적으로 조제되는 다수의 공지된 폴리다이오르가노실록산 폴리아미드와는 달리, 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드는 공중합체의 중량을 기준으로 50 중량% 초과의 폴리다이오르가노실록산 세그먼트를 포함하도록 조제될 수 있다. 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 중 다이오르가노실록산의 중량%는 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 중 폴리다이오르가노실록산 세그먼트 60 중량% 초과, 70 중량% 초과, 80 중량% 초과, 90 중량% 초과, 95 중량% 초과, 또는 98 중량% 초과를 제공하도록 보다 큰 분자량의 폴리다이오르가노실록산 세그먼트를 사용하여 증가시킬 수 있다. 보다 많은 양의 폴리다이오르가노실록산을 이용하여 합리적인 정도는 유지하면서 보다 낮은 모듈러스를 갖는 탄성중합체성 물질을 제조할 수 있다.

- [0084] 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 중 몇몇은 이 물질의 눈에 띠는 분해 없이 최대 200°C, 최대 225°C, 최대 250°C, 최대 275°C, 또는 최대 300°C의 온도로 가열할 수 있다. 예를 들어, 공기의 존재 하에 열중량 측정 분석기에서 가열될 때, 당해 공중합체는 20°C 내지 약 350°C의 범위에서 1분 당 50°C의 비율로 스캐닝될 때 흔히 10 중량% 미만의 손실을 갖는다. 게다가, 흔히 당해 공중합체는 냉각시 기계적 강도의 탐지가능한 손실이 없음에 의해 측정되는 바와 같이 명백한 분해 없이 공기 중에서 250°C와 같은 온도에서 1시간 동안 가열될 수 있다.
- [0085] 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 공중합체는 폴리실록산의 다수의 바람직한 특징, 예를 들어 낮은 유리 전이 온도, 열 및 산화 안정성, 자외선에 대한 내성, 낮은 표면 에너지 및 소수성과, 다수의 가스에 대한 높은 투과성을 갖는다. 게다가, 당해 공중합체는 우수 내지는 탁월한 기계적 강도를 나타낸다.
- [0086] 실리콘 탄성중합체성 중합체의 다른 유용한 부류는 아미드-기반 실리콘 중합체이다. 그러한 중합체는 우레아 결합(-N(D)-C(O)-N(D)-) 대신 아미드 결합(-N(D)-C(O)-)을 함유하여, 우레아-기반 중합체와 유사하며, 여기서 C(O)는 카르보닐기를 나타내며 D는 수소 또는 알킬기이다.
- [0087] 그러한 중합체는 다양한 다른 방식으로 제조될 수 있다. 화학식 II에서 상기에 설명된 폴리다이오르가노실록산 다이아민으로부터 출발하여, 아미드-기반 중합체는 폴리-카르복실산 또는 폴리-카르복실산 유도체, 예를 들어 다이-에스테르와의 반응에 의해 제조될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 아미드-기반 실리콘 탄성중합체는 폴리다이오르가노실록산 다이아민과 아디프산의 다이-메틸 살리실레이트의 반응에 의해 제조된다.
- [0088] 아미드-기반 실리콘 탄성중합체로의 대안적 반응 경로는 카르복실산 에스테르와 같은 실리콘 다이-카르복실산 유도체를 이용한다. 실리콘 카르복실산 에스테르는 실리콘 하이드라이드(즉, 규소-하이드라이드(Si-H) 결합으로 종결된 실리콘)와 에틸렌계 불포화 에스테르의 하이드로실릴화 반응을 통해 제조될 수 있다. 예를 들어, 실리콘 다이-하이드라이드는 에틸렌계 불포화 에스테르, 예를 들어 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_n-\text{C}(O)-\text{OR}$ (여기서 C(O)는 카르보닐기를 나타내며 n은 최대 15의 정수이며, R은 알킬, 아릴 또는 치환된 아릴기임)과 반응되어, $-\text{Si}-(\text{CH}_2)_{n+2}-\text{C}(O)-\text{OR}$ 로 캡핑된 실리콘 사슬을 생성할 수 있다. $-\text{C}(O)-\text{OR}$ 기는 실리콘 다이아민, 폴리아민 또는 그 조합과 반응될 수 있는 카르복실산 유도체이다. 적합한 실리콘 다이아민 및 폴리아민이 상기에 논의되었으며, 지방족, 방향족 또는 올리고머 다이아민(예를 들어, 에틸렌 다이아민, 페닐렌 다이아민, 자일릴렌 다이아민, 폴리옥스알킬렌 다이아민, 등)을 포함한다.
- [0089] 실리콘 탄성중합체성 중합체의 다른 유용한 부류는 실리콘 폴리우레아-우레탄 블록 공중합체와 같은 우레탄-기반 실리콘 중합체이다. 실리콘 폴리우레아-우레탄 블록 공중합체는 폴리다이오르가노실록산 다이아민(실리콘 다이아민으로도 불림), 다이아이소시아네이트, 및 유기 폴리올의 반응 생성물을 포함한다. 그러한 물질은 $-\text{N}(D)-\text{B}-\text{N}(D)-$ 링크가 $-0-\text{B}-0-$ 링크에 의해 치환되는 것을 제외하고는 화학식 I의 구조와 구조적으로 매우 유사하다. 그러한 중합체의 예는, 예를 들어 미국 특허 제5,214,119호에 제시되어 있다.
- [0090] 이들 우레탄-기반 실리콘 중합체는 유기 폴리올이 유기 폴리아민 대신 사용되는 것을 제외하고는 우레아-기반 실리콘 중합체와 동일한 방식으로 제조된다. 전형적으로, 알코올기와 아이소시아네이트기 사이의 반응이 아민기와 아이소시아네이트기 사이의 반응보다 느리기 때문에, 폴리우레탄 화학에 통상 사용되는 주석 촉매와 같은 촉매가 사용된다.
- [0091] 실리콘 중합체의 유용한 부류의 다른 예는 폴리다이오르가노실록산 중합체이다. 적합한 폴리다이오르가노실록산 중합체는, 예를 들어 실라놀 작용기 또는 알켄일 작용기를 가진 폴리다이메틸실록산 및 폴리다이메틸다이페닐실록산 중합체를 포함한다.
- [0092] 실리콘 폴리다이오르가노실록산-기반 실리콘 감압 접착제 조성물은 MQ 수지와 폴리다이오르가노실록산을 반응시켜 제조될 수 있다. 그러한 반응을 이루기 위하여, 두 가지 상이한 반응 화학이 통상 사용되었다. 즉, 축합화학 및 부가-경화 화학.
- [0093] 요약하면, 축합 화학은, 예를 들어 미국 특허 제2,736,721호, 제2,814,601호, 제4,309,520호, 제4,831,070호, 제2,857,356호, 제3,528, 940호, 및 제5,308,887호와, 영국 특허 제998,232호에 설명된 바와 같이, 트라이오르가노실록산 단위와 $\text{SiO}_{4/2}$ 단위를 포함하는 실라놀 작용성 MQ 접착부여 수지를 실라놀-말단차단된 폴리다이오르가노실록산과 혼합하는 것을 포함한다. MQ 수지와 폴리다이오르가노실록산은 상호축합되어, 접착제 조성물 내에서 내부- 및 상호-축합을 제공할 수 있다. 공중합체성 실리콘 수지와 폴리다이오르가노실록산 사이의 축합은 주위 온도 또는 승온에서 촉매 존재하에, 또는 승온에서 촉매 부재하에 이루어질 수 있다.
- [0094] 상기에 논의한 바와 같이, 실라놀 작용성 폴리다이오르가노실록산과 실라놀 작용성 MQ 수지의 상호축합 생성물

을 포함하는 실리콘 감압 접착제 조성물은 선택적으로 접착제 조성물을 가교결합시키기 위하여 자유 라디칼 중합 촉매, 예를 들어 다이아릴 퍼옥사이드 가교결합제를 포함하여, 문헌[The Handbook of Pressure-Sensitive Adhesive Technology, (Satas, 1982)]에서 교시된 바와 같이 박리 접착력의 단지 약간의 손실을 가지고서 실리콘 감압 접착제 조성물의 고온 전단 특성을 개선할 수 있다.

[0095] 부가-경화 화학에 의해 제조된 실리콘 감압 접착제 조성물은 일반적으로 알켄일기를 가진 폴리다이오르가노실록산, $R_3SiO_{1/2}$ 및 $SiO_{4/2}$ 구조 단위를 포함하는 MQ 실리콘 수지를 포함하며, 여기서 R은 하기 작용기 중 하나 이상을 갖는 것으로 앞서 정의된 바와 같다. 즉, 실리콘-결합된 수소, 실리콘 결합된 알켄일기, 예를 들어 비닐, 알릴, 프로펜일 및 고급 알켄일기로 이루어진 군으로부터 선택된 것들; 또는 실라놀, 선택적으로 가교결합 또는 사슬 증량 제제, 및 Pt 또는 실리콘 감압 접착제 조성물의 경화를 이루기 위한 기타 귀금속 하이드로실릴화 촉매. 그러한 조성물의 예는 미국 특허 제3,527,842호; 제3,983,298호; 제4,774,297호; 유럽 특허 공개 제355,991호 및 제393,426호, 및 일본 특허 공개 (평) 2-58587호에 알려져 있다.

[0096] 넓은 범위의 구매가능한 실리콘 감압 접착제 조성물이 적합하다. 그러한 실리콘 감압 접착제 조성물의 예는 다우 코닝(Dow Coming)의 280A, 282, 7355, 7358, 7502, 7657, Q2-7406, Q2-7566 및 Q2-7735; 제네럴 일렉트릭(General Electric)의 PSA 590, PSA 600, PSA 595, PSA 610, PSA 518(중간 페닐 함량), PSA 6574(고 페닐 함량), 및 PSA 529, PSA 750-D1, PSA 825-D1, 및 PSA 800-C를 포함한다. 실리콘 감압 접착제 조성물의 다양한 블렌드, 예를 들어 문헌[The Handbook of Pressure-Sensitive Adhesive Technoloy, (Satas, 1982), p. 346]에 교시된 바와 같은 두 가지 상이한 다이메틸실록산-기반 실리콘 감압 접착제 조성물의 블렌드, 또는 미국 특허 제4,925,671호에 설명된 바와 같은 다이메틸실록산을 갖는 다이메틸실록산-기반 실리콘 감압 접착제 조성물/다이페닐실록산-기반 감압 접착제 조성물의 블렌드가 또한 유용하다.

[0097] 실리콘 탄성중합체성 중합체는 용매 기반의 공정, 무용매 공정, 또는 그 조합에 의해 제조될 수 있다. 유용한 용매-기반 공정은, 예를 들어 문헌[Tyagi et al., "Segmented Organosiloxane Copolymers: 2. Thermal and Mechanical Properties of Siloxane-Urea Copolymers," Polymer, vol. 25, December, 1984], 및 미국 특허 제5,214,119호에 설명되어 있다. 실리콘 탄성중합체성 중합체를 제조하는 유용한 방법은 또한, 예를 들어 미국 특허 제5,512,650호, 제5,214,119호, 및 제5,461,134호, 미국 특허 공개 제2007-0148475호 및 국제 특허 WO 96/35458호, WO 98/17726호, WO 96/34028호, 및 WO 97/40103호에 설명되어 있다.

[0098] 유용한 실리콘-기반 감압 접착제 조성물은 전형적으로 MQ 접착부여 수지 및 실리콘 탄성중합체성 중합체를 포함한다. MQ 접착부여 수지 및 실리콘 탄성중합체성 중합체는 일반적으로 MQ 접착부여 수지와 실리콘 중합체의 블렌드 형태로 존재한다. 전형적으로 실리콘 중합체는 약 30 중량% 내지 약 90 중량%, 30 중량% 내지 85 중량%, 30 중량% 내지 70 중량%, 또는 심지어 45 중량% 내지 55 중량%의 양으로 실리콘-기반 감압 접착제 조성물에 존재한다. 존재한다면, MQ 접착부여 수지는 전형적으로 적어도 10 중량%의 양으로 존재한다. 일부 실시 형태에서, MQ 접착부여 수지는 약 15 중량% 내지 약 70 중량%, 약 30 중량% 내지 약 70 중량%, 약 40 중량% 내지 약 60 중량%, 또는 심지어 45 중량% 내지 55 중량%의 양으로 실리콘-기반 감압 접착제 조성물에 존재한다.

[0099] 유용한 MQ 접착 부여 수지는, 예를 들어 MQ 실리콘 수지, MQD 실리콘 수지, 및 MQT 실리콘 수지를 포함하며, 이는 또한 공중합체성 실리콘 수지로서 지칭될 수도 있고, 전형적으로는 수평균 분자량이 약 100 내지 약 50,000, 또는 약 500 내지 약 20,000이며 일반적으로 메틸 치환체를 갖는다. MQ 실리콘 수지는 비작용성 및 작용성 수지 둘 모두를 포함하며, 작용성 수지는 예를 들어 규소-결합된 수소, 규소-결합된 알켄일, 및 실라놀을 포함하는 하나 이상의 작용기를 갖는다.

[0100] MQ 실리콘 수지는 $R'^3SiO_{1/2}$ 단위(M 단위) 및 $SiO_{4/2}$ 단위(Q 단위)를 갖는 공중합체성 실리콘 수지이다. 그러한 수지는, 예를 들어 문헌[Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, vol. 15, John Wiley & Sons, New York, (1989), pp. 265 to 270]와, 미국 특허 제2,676,182호; 제3,627,851호; 제3,772,247호; 및 제5,248,739호에 설명되어 있다. 작용기를 가진 MQ 실리콘 수지는 실릴 하이드라이드기를 설명하는 미국 특허 제4,774,310호, 비닐 및 트라이플루오로프로필기를 설명하는 미국 특허 제5,262,558호, 및 실릴 하이드라이드 및 비닐기를 설명하는 미국 특허 제4,707,531호에 설명되어 있다. 상기에 설명된 수지는 일반적으로 용매 중에 제조된다. 건조 또는 무용매 MQ 실리콘 수지는 미국 특허 제5,319,040호; 제5,302,685호; 및 제4,935,484호에 설명된 바와 같이 제조된다.

[0101] MQD 실리콘 수지는, 예를 들어 미국 특허 제5,110,890호 및 일본 특허 공개 (평) 2-36234호에 설명된 바와 같이 $R'^3SiO_{1/2}$ 단위(M 단위), $SiO_{4/2}$ 단위(Q 단위), 및 $R'^2SiO_{2/2}$ 단위(D 단위)를 가진 삼중합체이다.

- [0102] MQT 실리콘 수지는 $R_3SiO_{1/2}$ 단위(M 단위), $SiO_{4/2}$ 단위(Q 단위), 및 $RSiO_{3/2}$ 단위(T 단위)를 가진 삼중합체이다 (MQT 수지).
- [0103] 구매가능한 MQ 수지는 제네럴 일렉트릭 컴퍼니, 실리콘 레진스 디비전(General Electric Co., Silicone Resins Division)(미국 뉴욕주 워터포드)으로부터 입수가능한 톨루엔 중의 SR-545 MQ 수지, 피씨알 잉크.(PCR, Inc.) (미국 플로리다주 게인스빌)로부터 입수가능한 톤루엔 중의 MQ 실리콘 수지인 MQOH 수지를 포함한다. 그러한 수지는 일반적으로 유기 용매 중의 것으로 공급된다. MQ 실리콘 수지의 이들 유기 용액은 그대로 사용될 수도 있거나, 예를 들어 스프레이 건조, 오븐 건조, 및 스텁 분리를 포함하는 당업계에 공지된 많은 기술에 의해 건조되어 100% 비휘발성 물질 함량의 MQ 실리콘 수지를 제공할 수도 있다. MQ 실리콘 수지도 2종 이상의 실리콘 수지의 블렌드를 포함할 수 있다.
- [0104] 실리콘 탄성중합체성 중합체가 다양한 공정으로부터 제조될 수 있는 것처럼, 실리콘-기반 감압 접착제 조성물은 또한 다양한 공정에 의해 제조될 수 있다. 조성물은 용매-기반 공정, 무용매 공정 또는 그 조합으로 제조될 수 있다.
- [0105] 용매-기반 공정에서, 만일 사용된다면, MQ 실리콘 수지는, 폴리아민과 폴리아이소시아네이트와 같은 중합체를 형성하기 위해 사용되는 반응물이 반응 혼합물 내로 도입되기 전에, 그 동안에, 또는 그 후에 도입될 수 있다. 반응은 용매 또는 용매 혼합물에서 실시될 수 있다. 용매는 바람직하게는 반응물과 비반응성이다. 출발 물질 및 최종 생성물은 바람직하게는 중합 동안 및 중합의 완료 후 용매 중에 완전히 혼화성인 채 남아있다. 이들 반응은 실온에서 또는 반응 용매의 비등점까지의 온도에서 실시될 수 있다. 상기 반응은 일반적으로 주위 온도에서 최대 50°C까지의 온도에서 수행된다. 부가적으로, 탄성중합체성 중합체는 중합체가 형성된 후, MQ 수지가 나중에 첨가된 용매 혼합물에서 제조될 수 있다.
- [0106] 사실상 무용매 공정에서, 중합체를 형성하기 위하여 사용되는 반응물과 MQ 실리콘 수지는, 만일 사용된다면, 반응기에서 혼합되며, 반응물들은 실리콘 탄성중합체성 중합체를 형성하도록 반응시키고, 그에 따라서 감압 접착제 조성물을 형성한다. 부가적으로, 실리콘 탄성중합체성 중합체는, 예를 들어 혼합기 또는 압출기에서, 무용매 공정으로 제조될 수 있고, 단리되거나 또는 단순히 압출기로 옮겨져 MQ 실리콘 수지와 혼합될 수 있다.
- [0107] 용매 기반의 공정과 무용매 공정의 조합을 포함하는 하나의 유용한 방법은 무용매 공정을 이용하여 실리콘 탄성중합체성 중합체를 제조하고, 이어서 실리콘 탄성중합체성 중합체를 용매 중 MQ 수지 용액과 혼합하는 것을 포함한다.
- [0108] 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제는 필름 형태일 수 있다. 그러한 필름은 독립하여 있거나 기재 상에 배치될 수 있다. 기재는 이형 라이너, 강성 표면, 테이프 배킹, 필름 또는 시트일 수 있다. 연신 해제 감압 접착 필름은 감압 접착 필름의 제조를 위한 다양한 통상의 방법을 이용하여 제조될 수 있다. 예를 들어, 감압 접착제 조성물은 이형 라이너 상에 코팅되거나, 기재 또는 배킹 상에 직접 코팅되거나, 또는 별도 층(예를 들어, 이형 라이너 상에 코팅됨)으로 형성된 후 기재에 적층될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 감압 접착 필름은 전사 테이프이며, 즉 두 이형 라이너 사이에 배치된다.
- [0109] 일부의 실시형태에 있어서, 미세구조화된(microstructured) 표면을 접착제의 한쪽 또는 양쪽 주표면에 부여하는 것이 바람직할 수 있다. 적층 시에 공기 방출을 돋도록 접착제의 적어도 하나의 표면에 미세구조화된 표면을 갖는 것이 바람직할 수 있다. 접착 필름의 한쪽 또는 양쪽 표면에 미세구조화된 표면을 갖는 것이 요구되는 경우, 접착제 코팅 또는 필름은 미세 구조화(microstructuring)를 포함하는 공구 또는 라이너 상에 배치될 수 있다. 라이너 또는 공구는 미세구조화된 표면을 갖는 접착 필름을 노출시키도록 제거될 수 있다. 일반적으로 광학적 적용에 관해서는, 광학 특성과의 간섭을 저지시키도록 미세 구조가 시간이 경과함에 따라 소실되는 것이 바람직하다.
- [0110] 일부 실시 형태에서, 감압 접착 필름은 단층을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 감압 접착 필름은 다층을 포함하며, 즉 추가 층이 감압 접착제에 더하여 존재한다. 다층이 존재하는 경우, 추가 층은 광학적으로 투명하며 신장가능하며 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제의 기능을 억제하는 한 추가 층은 필름, 폼, 또는 추가의 탄성중합체 또는 감압 접착제일 수 있다. 탄성중합체 또는 감압 접착제가 추가 층으로 사용될 경우, 그들은 표준 용매계 및/또는 무용매 기술을 이용하여 제조될 수 있다. 일부 무용매 기술의 경우, 추가의 탄성중합체 또는 감압 접착제층은 코팅 및 경화 기술에 의해 제조될 수 있다. 이러한 기술에서, 코팅성 혼합물이 웨브(예를 들어, 이형 라이너) 상에 코팅되거나 본 발명의 감압 필름 상에 코팅된 후, 일반적으로 광화학적 경화를 거칠 수 있다. 코팅성 혼합물이 단지 단량체만을 함유한다면, 점도는 쉽게 코팅 가능할 만큼 충분히 높지 않을 수

있다. 몇몇 기술을 이용하여 코팅가능 점도를 가진 혼합물을 생성할 수 있다. 고 분자량 또는 상대적 고분자량 화학종과 같은 점도 개질제가 첨가될 수 있으며 또는 단량체 혼합물이 부분적으로 예비중합되어, 예를 들어 미국 특허 제6,339,111호(문(Moon) 등)에 설명된 바와 같이 코팅성 시럽을 제공할 수 있다.

[0111] 일부 실시 형태에서 연신 해제 감압 접착 필름은 배킹에 배치된 테이프 형태일 수 있다. 배킹은 단층 및 다층 구조체를 포함할 수 있다. 유용한 배킹은, 그러한 배킹이 적절한 광학적 및 신장성 특성을 갖는다면, 예를 들어 중합체성 폼층, 중합체성 필름층, 및 그 조합을 포함한다.

[0112] 잠재적으로 유용한 중합체성 배킹 물질은 미국 특허 제5,516,581호 및 국제 특허 공개 WO 95/06691호에 개시된다.

[0113] 중합체성 폼층 또는 고체 중합체성 필름층을 위한 잠재적으로 유용한 중합체성 배킹 물질의 대표적인 예는 폴리올레핀, 예를 들어 고밀도 폴리에틸렌, 저밀도 폴리에틸렌, 선형 저밀도 폴리에틸렌, 및 선형 초저밀도 폴리에틸렌을 비롯한 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 및 폴리부틸렌; 비닐 공중합체, 예를 들어 가소화된 및 비가소화된 폴리비닐 클로라이드, 및 폴리비닐 아세테이트; 올레핀 공중합체, 예를 들어 에틸렌/메타크릴레이트 공중합체, 에틸렌/비닐아세테이트 공중합체, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체 및 에틸렌/프로필렌 공중합체; 아크릴 중합체 및 공중합체; 및 이들의 조합을 포함한다. 임의의 플라스틱 또는 플라스틱과 탄성중합체성 물질의 혼합물 또는 블랜드, 예를 들어, 폴리프로필렌/폴리에틸렌, 폴리우레탄/폴리올레핀, 폴리우레탄/폴리카르보네이트, 및 폴리우레탄/폴리에스테르가 또한 사용될 수 있다.

[0114] 중합체성 폼은 테이프가 표면 불규칙성을 가진 표면, 예를 들어 페인트칠된 벽판에 부착되어야 할 경우에 유용한 정합성 및 탄성과 같은 테이프 특성을 최적화하기 위해 선택될 수 있다. 정합성이며 탄성인 중합체성 폼은 접착 테이프가 표면 불규칙성을 가진 표면에 부착되는 응용에 충분히 적합하다. 전형적인 벽 표면의 경우가 그러하다. 배킹에 사용하기 위한 중합체성 폼층은 일반적으로, 특히 폼이 접합 해제를 이루기 위해 연신되는 테이프 구조체에서, 약 32 내지 약 481 kg/m²(2 내지 약 30 파운드/세제곱피트)의 밀도를 가질 것이다.

[0115] 다층 배킹의 단지 하나의 중합체성 필름 또는 폼층을 접합 해제를 이루기 위하여 연신시키려고 하는 경우, 그 층은 충분한 물리적 특성을 나타내야 하며 그 목적을 이루기에 충분한 두께를 가져야 한다.

[0116] 중합체성 필름은 테이프의 하중 보유 강도 및 파열 강도를 증가시키기 위해 사용될 수 있다. 필름은 부드러운 표면들을 함께 접착시키는 것을 포함하는 응용에 특히 충분히 적합하다. 중합체성 필름층은 전형적으로 두께가 약 10 마이크로미터(0.4 밀(mil)) 내지 약 254 마이크로미터(10 밀)이다.

[0117] 배킹은 탄성중합체성 물질을 포함할 수 있다. 적합한 탄성중합체성 배킹 물질은, 예를 들어 스티렌-부타디엔 공중합체, 폴리클로로프렌(즉, 네오프렌), 니트릴 고무, 부틸 고무, 폴리설파이드 고무, 시스-1,4-폴리아이소프렌, 에틸렌-프로필렌 삼중합체(예를 들어, EPDM 고무), 실리콘 고무, 실리콘 탄성중합체, 예를 들어 실리콘 폴리우레아 블록 공중합체, 폴리우레탄 고무, 폴리아이소부틸렌, 천연 고무, 아크릴레이트 고무, 열가소성 고무, 예를 들어 스티렌-부타디엔 블록 공중합체 및 스티렌-아이소프렌-스티렌 블록 공중합체, 및 열가소성 폴리올레핀 고무 물질을 포함한다.

[0118] 다층 구조체에서 광학적 투명성과 신장성을 보유하는 잠재적 어려움 때문에, 많은 실시 형태에서 감압 접착 필름은 단층 구조체이다.

[0119] 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착 필름은 도 1에 예시된 바와 같이 접착성 텁을 포함한다. 도 1에서, 16 및 18은 기재이며 12는 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착 필름이다. 접착성 텁은 10으로 표시된다. 접착성 텁(10)은 테이프가 고정된 물체 또는 기재로부터 테이프를 제거하기 위하여, 제거 과정 동안 테이프를 연신하기 위하여 사용자가 파지하고 당길 수 있다. 접착성 텁은 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제의 연장부이다. 많은 광학적 용도에서 텁의 크기를 최소로 유지하는 것이 바람직하므로, 텁의 접착 특성은 사용자가 텁을 파지하는 것을 돋는다.

[0120] 도 1은 사용자가 감압 접착제를 연신 해제하기에 적합한 하나의 구조체를 보여주는 한편, 다른 구조체도 가능하다. 특히 강성이거나 비강성인 기재 중 하나가 접착성 텁과 오버랩되는 세그먼트를 갖는 것이 바람직할 수 있다. 이러한 오버랩 세그먼트는 감압 접착제의 작동 수명 동안 접착성 텁을 숨기기 역할을 할 수 있으나 영구적으로 그에 부착되지는 않는다. 전형적으로, 오버랩은 제거가능하거나 또는 사용자가 접착성 텁을 파지하는 것을 방해하지 않는 방식으로 위치된다. 제거가능한 오버랩의 예는 인열 스트립, 강성 기재의 이탈 세그먼트 등을 포함한다.

- [0121] 일부 응용에서 감압 접착 필름의 연신 제거를 돋기 위하여, 와인딩 공구와 같은 회수 공구(collection tool)을 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 그러한 공구는 감압 접착 필름이 제거될 때 이의 회수를 도울 수 있다. 그러한 공구의 예는, 감압 접착 필름이 연신 제거될 때 필름이 감기도록 접착성 텁이 부착되는 플라스틱, 목재, 금속, 판지 등의 조각과 같이 간단할 수 있는 와인딩 공구이거나, 또는 더 복잡한 장비일 수 있다. 회수 공구를 이용한 감압 접착 필름의 회수는, 예를 들어 공장 조립 라인에서처럼 공간이 제한되는 경우에 감압 접착 필름의 연속 선형 연신보다 더 바람직할 수 있다.
- [0122] 연신 해제 감압 접착 필름은 용품을 제조하기 위해 사용될 수 있다. 그러한 용품은 광학 필름, 기재 또는 둘 모두를 포함할 수 있는 광학 용품을 포함한다. 광학 용품은 정보 디스플레이, 윈도우 커버링(window covering), 그래픽 용품, 핸드헬드 전자 장치, 프로젝션 시스템, 보호 필름, 터치 센서 등을 비롯한 넓은 범위의 광학 응용에 사용될 수 있다.
- [0123] 정보 디스플레이 장치의 예로는 액정 디스플레이, 플라즈마 디스플레이, 전후방 프로젝션 디스플레이, 음극선관 및 사이니지(signage)를 비롯한 매우 다양한 디스플레이 영역 구성을 갖는 장치가 포함된다. 이러한 디스플레이 영역 구성은 개인 휴대 정보 단말기, 휴대전화기, 터치식 감응 스크린, 손목 시계, 차량 네비게이션 장치, 위성위치확인 시스템, 수심 측정기, 계산기, 전자책, CD 또는 DVD 플레이어, 프로젝션 텔레비전 스크린, 컴퓨터 모니터, 노트북 컴퓨터 디스플레이, 기기 측정기(instrument gauges), 계기판 덮개, 사이니지, 이를 테면 그래픽 디스플레이(실내 및 실외 그래픽, 범퍼 스티커 등을 포함) 반사 시트 등을 비롯한 다양한 휴대용 및 비휴대용 정보 디스플레이 장치에 사용될 수 있다.
- [0124] 2개의 강성 기재 및 2개의 강성 기재들 사이의 감압 접착 필름을 포함하는 용품이 제공된다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "강성 기재"는 강성이거나 실질적으로 강성인 기재를 말한다. 예를 들어, 강성 기재는 유리 시트, 강성 중합체성 시트 및 디스플레이 표면을 포함한다. 하나의 강성 기재가 다른 강성 기재에 적층되는 응용의 예는, 예를 들어 반사방지(AR) 또는 보호용 커버 유리와 같은 강성 시트에 의해 보호된 CRT(음극선관) 및 LCD(액정 디스플레이) 디스플레이 스크린을 포함한다. 그러한 적층체를 이용할 수 있는 장치의 예는 개인 휴대 정보 단말기, 휴대전화기, 터치식 감응 스크린, 손목 시계, 차량 네비게이션 장치, 위성 위치확인 시스템, 프로젝션 텔레비전 스크린, 컴퓨터 모니터, 노트북 컴퓨터 디스플레이, 등을 비롯한 휴대용 및 비휴대용 정보 디스플레이 장치와 같은 장치를 포함한다. 디스플레이 스크린에 대한 강성 커버의 접합과 그에 따른 그들 사이의 임의의 공기 갭의 제거는 디스플레이된 이미지의 품질의 개선을 제공하는 것으로 관찰되었다.
- [0125] 광학적으로 투명한 연신 해제 감압 접착제는 그러한 시스템에 특히 유용한데, 이는 만일 결함이 그들을 포함하는 장치의 제작 동안 겹출되면 광학 감압 접착제를 연신 해제시켜 강성 커버가 제거될 수 있으며 장치가 재적층되어 무결함 적층체를 제공할 수 있기 때문이다. 또한, 장치의 수명에 걸쳐, 만일 대체 또는 재활용을 위해 강성 커버 시트를 제거하는 것이 바람직하다면, 강성 커버는 광학 감압 접착제의 연신 해제에 의해 제거될 수 있다. 그러한 제거는 광학 접착제의 경화로는 가능하지 않으며 감압 접착제로도 매우 어렵다.
- [0126] 광학 필름 및 광학 필름의 적어도 하나의 주표면에 인접한 감압 접착 필름을 포함하는 용품이 제공된다. 상기 용품은 추가로 또 하나의 기재(예를 들어, 감압 접착제층에 영구적으로 또는 일시적으로 부착됨), 또 하나의 접착제층 또는 그 조합을 포함할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "인접한"은 직접 접촉하거나 하나 이상의 층 또는 필름에 의해 분리되어 있는 2개의 층 또는 필름을 지칭하는데 사용될 수 있다. 종종, 인접한 층 또는 필름은 직접 접촉한다.
- [0127] 일부의 실시형태에 있어서, 얻어진 용품은 광학 장치이거나, 광학 장치를 제조하는데 사용될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "광학 장치"는 광학적 효과 또는 광학적 용도를 갖는 용품을 말한다. 광학 장치는, 예를 들어 전자 디스플레이, 건축 용도, 수송 용도, 프로젝션 용도, 포토닉스 용도 및 그래픽스 용도에 사용될 수 있다. 적절한 광학 장치로는 스크린 또는 디스플레이, 음극선관, 편광자, 반사기, 터치 센서 등을 들 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.
- [0128] 임의의 적합한 광학 필름이 용품에 사용될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "광학 필름"은 광학적 효과를 생성하는데 사용될 수 있는 필름을 말한다. 광학 필름은 전형적으로 단일 층 또는 다층일 수 있는 중합체 함유 필름이다. 광학 필름은 가요성이며, 임의의 적합한 두께일 수 있다. 광학 필름은 종종 전자기 스펙트럼의 일부 파장(예를 들어, 전자기 스펙트럼의 가시 자외선 또는 적외선 영역의 파장)에 대하여 적어도 부분적으로 투과성, 반사성, 반사방지성, 편광성, 광학적 투명성 또는 확산성을 나타낸다. 예시적인 광학 필름으로는 가시광선 미러(visible mirror) 필름, 컬러 미러 필름, 태양광 반사 필름, 적외선 반사 필름, 자외선 반사 필름, 반사 편광 필름, 예컨대 휘도 향상 필름 및 이중 휘도 향상 필름, 흡수 편광 필름, 광학적으로 투명한 필름, 틴트 필름

름 및 반사방지 필름이 포함되나, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0129] 일부 실시형태에 있어서, 광학 필름은 코팅을 갖는다. 일반적으로, 코팅은 필름의 기능을 증진시키거나 필름에 추가의 기능성을 제공하기 위해 사용된다. 코팅의 예로는 예컨대 하드코트(hardcoat), 김서림 방지 코팅(anti-fog coating), 스크래치 방지 코팅(anti-scratch coating), 프라이버시 코팅(privacy coating) 또는 그 조합이 포함된다. 증가된 내구성을 제공하는 하드코트, 김서림 방지 코팅 및 스크래치 방지 코팅과 같은 코팅은 예컨대 터치 스크린 센서, 디스플레이 스크린, 그래픽 용도 등과 같은 용도에서 바람직하다. 프라이버시 코팅의 예로는 예컨대 시야각을 제한하기 위해 침침한 시야 또는 차폐 필름(louvered film)을 제공하기 위한 흐릿하거나 탁한 코팅을 포함한다.

[0130] 일부의 광학 필름은 다층, 예컨대 중합체 함유 물질(예를 들어, 염료와 함께, 또는 이것 없이 중합체)로 된 다층 또는 금속 함유 물질 및 중합체성 물질로 된 다층을 갖는다. 일부의 광학 필름은 상이한 굴절률을 갖는 중합체성 물질로 된 교대 층을 갖는다. 다른 광학 필름은 교대하는 중합체 층 및 금속 함유 층을 갖는다. 예시적인 광학 필름은 하기 특허에 기재되어 있다: 즉, 미국 특허 제6,049,419호, 제5,223,465호, 제5,882,774호, 제6,049,419호, RE 34,605호, 제5,579,162호, 및 제5,360,659호.

[0131] 용품에 포함되는 기재는 중합체성 물질, 유리 물질, 세라믹 물질, 금속 함유 물질(예를 들어, 금속 또는 금속 산화물) 또는 이들의 조합을 포함한다. 기재는 물질의 다층, 예컨대 지지층, 프라이머 층, 하드 코트 층, 장식 디자인 등을 포함할 수 있다. 기재는 접착 필름에 영구적으로 또는 일시적으로 부착될 수 있다. 예를 들어, 이형 라이너는 접착 필름을 또 하나의 기재에 부착시키기 위해 일시적으로 부착된 다음에, 제거될 수 있다.

[0132] 기재는, 예를 들어 가요성, 강성, 강도 또는 지지, 반사성, 반사방지성, 편광 또는 투과성(예를 들어, 상이한 파장에 대하여 선택적임)과 같은 다양한 기능을 가질 수 있다. 즉, 기재는 가요성 또는 강성; 반사성 또는 비반사성; 육안으로 투명하고, 색을 띠나 투과성 또는 불투명성(예를 들어, 비투과성); 및 편광성 또는 비편광성을 나타낼 수 있다.

[0133] 예시적인 기재로는 전자 디스플레이, 예컨대 액정 디스플레이 또는 음극선관의 외부 표면, 윈도우 또는 글레이징의 외부 표면, 광학 부품, 예컨대 반사기, 편광자, 회절 격자, 미러 또는 렌즈의 외부 표면, 또 하나의 필름, 예컨대 장식용 필름 또는 또 하나의 광학 필름 등이 포함되나, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0134] 중합체성 기재의 대표적인 예로는 폴리카보네이트, 폴리에스테르(예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트 및 폴리에틸렌 나프탈레이트), 폴리우레탄, 폴리(메트)아크릴레이트(예를 들어, 폴리메틸 메타크릴레이트), 폴리비닐 알코올, 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌, 폴리비닐 클로라이드, 폴리이미드, 셀룰로오스 트라이아세테이트, 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체 등을 포함하는 것들을 들 수 있다.

[0135] 다른 실시형태에 있어서, 기재는 이형 라이너이다. 임의의 적합한 이형 라이너가 사용될 수 있다. 적합한 라이너의 예는 종이, 예를 들어 크라프트지, 또는 중합체성 필름, 예를 들어 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 폴리에스테르를 포함한다. 라이너의 적어도 일 표면은 이형제, 예를 들어 실리콘, 불소화학물질, 또는 기타 저 표면 에너지 기반 이형 물질로 처리되어 이형 라이너를 제공할 수 있다. 적합한 이형 라이너 및 라이너 처리 방법은, 예를 들어 미국 특허 제4,472,480호, 제4,980,443호 및 제4,736,048호에 설명되어 있다. 접착 필름의 표면에 미세구조체를 형성하기 위하여 라이너는 접착제에 부여된 미세구조체를 그 표면에 가질 수 있다. 그 다음, 라이너는 제거되어, 미세구조화된 표면을 갖는 접착 필름을 노출시킬 수 있다.

[0136] 이형 라이너에는 선, 브랜드 표지, 또는 기타 정보가 인쇄될 수 있다.

[0137] 접착 필름의 두께는 적어도 약 20 마이크로미터인 경향이 있으며 종종 약 1,500 마이크로미터 이하이다. 일부 실시 형태에서 두께는 25 내지 1,270 마이크로미터, 50 내지 1,000 마이크로미터, 또는 100 내지 750 마이크로미터일 수 있다.

[0138] [실시예]

[0139] 이들 실시예는 단지 예시 목적만을 위한 것이며, 첨부된 특허청구범위의 범주를 제한하려는 것이 아니다. 달리 지시되지 않는 한, 실시예 및 본 명세서의 나머지 부분에서 모든 부, 백분율, 비 등은 중량을 기준으로 한다. 이용한 용매 및 기타 시약은 달리 지시되지 않는 한 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 얻었다.

약어에 대한 표

약어 또는 상표명	설명
PDMS 다이아민 33,000	미국 특허 제 5,461,134 호의 실시에 2에 설명된 바와 같이 제조한 대략 33,000의 분자량의 폴리다이메틸실록산 다이아민.
MQ 수지-1	미국 뉴욕주 워터포드 소재의 지이 실리콘즈(GE Silicones)로부터 상표명 "SR-545"로 구매 가능한, 툴루엔 중의 MQ 실리콘 수지의 60% 고형불용액.
폴리아민-1	미국 텔라웨어주 월링턴 소재의 듀폰으로부터 상표명 "다이텍 A"로 구매 가능한 유기 다이아민.
H12MDI	미국 펜실베이니아주 피츠버그 소재의 바이엘로부터 상표명 "테스모두르 W"로 구매 가능한 메틸렌다이사이클로헥실렌-4,4'-다이아이소시아네이트.
14K PDMS 다이아민	미국 특허 제 5,214,119 호에 설명된 바와 같이 제조한, 평균 분자량이 약 14,000 g/몰인 폴리다이메틸실록산 다이아민.
DEO	다이에틸 옥살레이트
ED	에틸렌 다이아민
MXDA	메타-자일릴렌 다이아민
THF	테트라하이드로푸란
5K PDMS 다이아민	미국 특허 제 5,214,119 호에 설명된 바와 같이 제조한, 평균 분자량이 약 5,000 g/몰인 폴리다이메틸실록산 다이아민.
PSA-1	"다우 코닝 Q2-7735 접착제"로서 입수 가능한, 미국 미시간주 미드랜드 소재의 다우 코닝으로부터 구매 가능한 폴리다이메틸실록산 겸 및 수지 분산물.
전사 테이프-1	쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 상표명 "8185"로 구매 가능한 127 마이크로미터(5 밀) 두께의 아크릴 접착제 전사 테이프.
현미경 슬라이드	에스코(ESCO) 현미경 글레이드(glade)로서 에리 사이언티픽(Eric Scientific)으로부터 구매 가능한, 치수 75 밀리미터 x 38 밀리미터 x 1 밀리미터 두께를 가진 유리 현미경 슬라이드.
전사 테이프-2	미국 특허 RE 24,906 호(울리히(Ulrich))에 설명된 바와 같이 용액에서 제조되고 용매 주조되고 실리콘 이형 라이너(미국 버지니아주 마틴스빌 소재의 씨피 필름(CP Film)으로부터 상표명 "T-10"으로 구매 가능한 라이너) 상에 건조된 3% 아크릴아미드 및 97% 아이소옥틸 아크릴레이트의 조성물을 가진 51 마이크로미터(2 밀) 두께의 아크릴 접착제 전사 테이프.

[0140]

시험 방법

[0142]

당량 중량 결정을 위한 적정 방법

[0143]

시험될 화합물을 10 그램(정확하게 청량함)을 병에 첨가하였다. 대략 50 g의 THF 용매(정확하게 청량하지 않음)를 첨가하였다. 내용물을 혼합물이 균질해질 때까지 자기 교반 막대 믹스를 이용하여 혼합하였다. 전구체의 이론적인 당량 중량을 계산하고, 이어서 이 당량수의 3 내지 4배 범위의 양의 N-헥실아민(정확하게 청량함)을 첨가하였다. 반응 혼합물을 최소 4시간 동안 교반시켰다. 브로모페놀 블루(10-20 드롭(drop))를 첨가하고, 내용물을 균질해질 때까지 혼합하였다. 혼합물을 1.0 N 염산을 사용하여 황색 종점까지 적정하였다. 전구체의 당량수는 샘플에 첨가한 N-헥실아민의 당량수에서 적정 동안 첨가한 염산의 당량수를 뺀 것이었다. 당량 중량(그램/당량)은 전구체의 샘플 중량을 전구체의 당량수로 나눈 것이었다.

[0144]

고유 점도(IV)

[0145]

0.2 g/dℓ의 농도에서 THF 용액 중에서 캐논-펜스케(Canon-Fenske) 점도계(모델 번호 50 P296)를 이용하여 30°C에서 평균 고유 점도(IV)를 측정하였다. 시험된 물질의 고유 점도는 본질적으로 0.1 내지 0.4 g/dℓ 범위의 농도와는 관계가 없는 것으로 밝혀졌다. 평균 고유 점도는 3회 이상 실시하여 평균을 냈다. 평균 고유 점도를 결정하는 임의의 변수는 특정 실시예에서 설명한다.

[0146]

접착 필름 제조 및 연신 해제 시험

[0147]

접착제 조성물을 이형 라이너인 로파렉스(Loparex) 5100 PET 이형 라이너(미국 일리노이주 월로우브룩 소재의 로파렉스 엘엘씨(Loparex LLC)) 상에 코팅하고, 178 마이크로미터(7 밀)의 두께로 건조시켰다. 접착제를 0.64 센티미터(0.25 인치)의 두께로 유리 플레이트에 적층시켜, 유리 플레이트의 가장자리에 걸린 대략 0.64 센티미

터(0.25 인치)의 텁을 남겨 접착성 텁을 형성하였다. 이형 라이너를 제거하고 두번째 유리 플레이트를 노출된 접착제 표면에 적층시켜 접착성 텁을 가진 유리/접착제/유리 구조체를 형성하였다. 접착성 텁을 파지하고 유리 표면에 대략 0° 각도로 당겨 두 유리 조각을 접합 해제시켰다. 두 유리 플레이트를 접착제 잔류물에 대해 검사하였다.

[0148] 광학 특성

8 센티미터 x 5 센티미터, 51 마이크로미터 두께의 폴리에스테르 조각 상에 접착제의 적층체를 제조하고, 51 마이크로미터 두께의 이형 라이너 조각으로 덮고, BYK-가드너(Gardner) USA(미국 메릴랜드주 콜롬비아 소재)로부터 구매가능한 HB 4725 헤이즈-가드 플러스(Haze-Gard Plus)를 이용하여 특성을 측정하여, 접착제 샘플의 투과율, 헤이즈 및 투명도를 시험하였다.

[0150] 180° 박리 접착력

이러한 박리 접착력 시험은, ASTM D 3330-90에 설명된 시험 방법과 유사하며, 당해 시험에서 설명된 스테인레스 강 기재 대신 유리 기재를 사용한다.

달리 표시되지 않으면, 폴리에스테르 필름 상의 178 마이크로미터(7 밀) 두께의 접착제 코팅을 1.27 센티미터 x 15 센티미터 스트립으로 절단하였다. 이어서, 2 칼로그램 룰러를 스트립 위로 1회 통과시키는 것을 이용하여 10 센티미터 x 20 센티미터의 청결하고 용매 세척된 유리 쿠폰(glass coupon)에 각각의 스트립을 부착시켰다. 접착된 조립체를 실온에 약 1분 동안 두고, 아이매스(IMASS) 슬립/박리 시험기(모델 3M90, 미국 오하이오주 스트롱스빌 소재의 인스트루멘터스 인크.(Instrumentors Inc.)로부터 구매가능)를 사용하여 2.3 m/분(90 인치/분)의 속도로 5 초간의 데이터 수집 시간에 걸쳐 180° 박리 접착력에 대하여 시험하였다. 2개의 샘플을 시험하였으며, 보고한 박리 접착력 값은 2개의 샘플 각각으로부터의 박리 접착력 값의 평균이었다. 박리 접착력 값을 온스/인치 단위로 기록하여 뉴턴/데시미터(N/dm)로 환산하였다.

[0153] 실시예 1

1/1/2의 몰비의 실리콘 다이아민/폴리아민-1/H12MDI를 함유한 탄성중합체를 가진 감압 접착제 조성물을 50 중량% MQ 수지-1과 제제화하였다. 제형은 0.05부 폴리아민-1, 39.00부 톨루엔 및 21.00부 2-프로판올을 가진 유리 반응기에 14.86부 PDMS 다이아민 33,000을 둘으로써 제조하였다. 0.23부 H12MDI를 용액에 첨가하고, 혼합물을 2시간 동안 실온에서 교반하여 접성을 가지게 되었다. 여기에 25.00부의 MQ 수지-1을 첨가하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성 및 180° 박리 접착력은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0155] 실시예 2

실시예 1에서 제조된 동일한 탄성중합체를 가진 감압 접착제 조성물을 30 중량% MQ 수지-1과 함께 사용하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성 및 180° 박리 접착력은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0157] 실시예 3

실시예 1에서 제조된 동일한 탄성중합체를 가진 감압 접착제 조성물을 15 중량% MQ 수지-1과 함께 사용하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성 및 180° 박리 접착력은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0159] 제조 실시예 1

기계적 교반기, 가열 맨틀, 질소 유입관(마개를 가짐), 및 유출관을 갖춘 2 리터의 3목 수지 플라스크에 14K PDMS 다이아민의 샘플(830.00 그램)을 넣었다. 플라스크를 질소로 15분 동안 펴징하고, 이어서 격렬하게 교반하면서 다이에틸 옥살레이트(33.56 g)를 적가하였다. 이 반응 혼합물을 대략 1시간 동안 실온에서, 이어서 75 분 동안 80°C에서 교반하였다. 반응 플라스크에 중류 어댑터 및 리시버를 설치하였다. 반응 혼합물을 더 이상 중류물이 수집될 수 없을 때까지 진공(133 파스칼, 1 Torr) 하에 120°C에서 2시간 동안, 그리고 130°C에서 30분 동안 가열하였다. 반응 혼합물을 실온으로 냉각하여 에틸 옥살릴아미도프로필 종결된 PDMS 다이아민을 제공하

였다. 투명한 이동성 액체의 가스 크로마토그래피 분석에 의하면, 탐지가능한 수준의 다이에틸 옥살레이트가 전혀 남아있지 않음이 나타났다. 에스테르의 당량 중량을 ^1H NMR(당량 중량은 7,916 g/당량임)을 사용하여 그리고 적정에 의해 (당량 중량은 8,272 g/당량임) 결정하였다.

[0161] 실시예 4

20°C 스테인레스강 반응 용기 내에, 18,158.4 그램의 제조예 1의 전구체를 두었다. 용기를 교반시키고(75 rpm), 질소 흐름으로 펴징하고 15분간 진공이 되게 하였다. 용기를 25분의 과정에 걸쳐 80°C로 가열하였다. 73.29 그램의 MXDA를 용기 내로 진공 충전시키고, 이어서 73.29 그램의 틀루엔을 충전시켰다(역시 진공 충전하였다). 용기를 6,895 파스칼(1 psig)로 가압하고 120°C의 온도로 가열하였다. 30분 후에, 용기를 150°C로 가열하였다. 일단 15°C의 온도에 도달하면, 5분에 걸쳐 용기의 압력을 뺐다. 용기를 40분 동안 진공(약 65 mmHg)에 노출시켜 에탄올과 틀루엔을 제거하였다. 용기에 13,790 파스칼(2 psig)로 압력을 가하고, 점성 용융 중합체를 텤플론 코팅된 트레이로 배출시켜 냉각되게 하였다. 냉각된 실리콘 폴리옥사미드 생성물, 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 블록 공중합체를 미세 펠렛으로 분쇄하였다. 이 물질의 IV는 0.829 g/dL(THF 중)인 것으로 결정되었다.

[0163] 생성된 폴리다이오르가노실록산 폴리옥사미드 블록 공중합체를 에틸 아세테이트에 용해시키고 7.42부 MQ 수지-1과 혼합하여, 50 중량% MQ 수지-1을 가진 감압 접착제 조성물을 형성하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0164] 실시예 5

[0165] 본 실시예는 탄성중합체의 형성에서 1.0 몰%의 MXDA가 동물수의 ED로 대체된 것을 제외하고는 실시예 4에서와 같이 제조하였다. 탄성중합체를 30 중량% MQ 수지-1과 혼합하여 감압 접착제 조성물을 형성하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성 및 180° 박리 접착력은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0166] 실시예 6

[0167] 본 실시예는 실시예 5에서 동일한 탄성중합체로 제조되었으며 15 중량% MQ 수지-1과 혼합하여 감압 접착제 조성물을 형성하였다. 용액을 상기에 설명한 접착 필름 제조 및 연신 해제 시험 방법을 이용하여 코팅하고 시험하였다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다. 광학 특성 및 180° 박리 접착력은 상기에 설명한 시험 방법을 이용하여 측정하였다. 그 데이터가 표 1에 나타나 있다.

[0168] [표 1]

실시예	투과율 (%)	헤이즈 (%)	투명도 (%)	180° 박리 접착력 (N/dm)
1	96.4	2.05	92.4	88.8
2	96.5	1.22	90.8	7.1
3	96.4	1.80	91.4	2.8
4	96.3	7.00	93.4	NT
5	96.4	2.25	89.6	13.3
6	96.5	2.09	92.8	1.5

NT = 시험하지 않음

[0169] 실시예 7

[0170] 교반하면서 틀루엔 중의 152.2부의 메틸 살리실레이트 및 101.2부의 트라이에틸아민의 용액(30%)에 틀루엔 중의 91.5부의 아디포일 클로라이드의 40% 용액을 적가하였다. 트라이에틸아민 하이드로클로라이드의 침전물이 즉각적으로 형성되었다. 침가가 완료된 후 1시간 동안 계속 교반하였다. 혼합물을 여과하고, 여과액을 회전 증발기에서 증발 건조하여 백색 결정질 고체를 얻었다. 헥산 중에 슬러리화하고 여과하고 오븐에서 건조하여 생성물, 아디프산의 다이-메틸 살리실레이트를 단리하였다. TLC 및 NMR 스펙트럼에 의하면 생성물은 순수하였다.

[0171] 아이소프로필 알코올 중의 526.0부의 5K PDMS 다이아민 및 11.6부의 헥사메틸렌 다이아민의 30 중량% 용액을 제

조하였다. 82.9부의 메틸 살리실레이트 아디페이트 에스테르(상기와 같이 제조)의 아이소프로필 알코올 중의 30 중량% 용액을 제조하고, 이 용액을 불시에 첫 번째 용액에 첨가하였다. 투명한 용액을 실온에서 하룻밤 교반하였는데, 그동안 용액의 점도가 유의하게 상승하였다. 용액을 유리 트레이 내로 주조하였고 수 시간에 걸쳐 용매를 증발시키고, 70°C 오븐에서 하룻밤 완전히 건조하여 투명하고 강한 실리콘 폴리아디프아미드의 탄성중합체 필름을 얻었다. 실리콘 폴리아디프아미드를 50 중량% 메틸 에틸 케톤/50 중량% 아이소프로판올 블렌드 중에 10 중량% 고체로 용해하였다.

[0173] 실시예 8

PSA-1을 이용하여 접착제 조성물을 제조하였다. PSA-1의 분산액을 0.5 중량% 다이클로로벤조일 페옥사이드로 경화시키고 이형 라이너 상에 76 마이크로미터(3 밀)의 견조 두께로 코팅하였다. 코팅된 접착제를 그 자체 위에 접어서 152 마이크로미터(6 밀)의 접착층을 형성하였다. 접착제를 0.64 센티미터(0.25 인치)의 두께로 유리 플레이트에 적층시켜, 유리 플레이트의 가장자리에 걸린 대략 0.64 센티미터(0.25 인치)의 텁을 남겨 접착성 텁을 형성하였다. 이형 라이너를 제거하고 두번째 유리 플레이트를 노출된 접착제 표면에 적층시켜 접착성 텁을 가진 유리/접착제/유리 구조체를 형성하였다. 접착성 텁을 파지하고 유리 표면에 대략 0° 각도로 당겨 두 유리 조각을 접합 해제시켰다. 어느 유리 플레이트에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다.

[0175] 실시예 9

1/1/2의 몰비의 실리콘 다이아민/폴리아민-1/H12MDI를 함유한 탄성중합체를 가진 감압 접착제 조성물을 58 중량% MQ 수지-1과 제제화하였다. 제형은 0.05부 폴리아민-1, 39.00부 톤휴엔 및 21.00부 2-프로판올을 가진 유리 반응기에 14.86부 PDMS 다이아민 33,000을 둠으로써 제조하였다. 0.23부 H12MDI를 용액에 첨가하고, 혼합물을 2시간 동안 실온에서 교반하여 접성을 가지게 되었다. 여기에 29.00부의 MQ 수지-1을 첨가하였다. 용액을 이형 라이너 상에 코팅하고 견조시켜 25 마이크로미터(1 밀) 두께의 견조 접착제 코팅을 형성하였다. 이 접착제의 2개의 샘플을 전사 테이프-1의 각 면에 적층시켜 178 마이크로미터(7 밀)의 두께를 가진 3층 구조체를 생성하였다. 이 다층 구조체를 2개의 현미경 슬라이드들 사이에 적층시켜, 유리 플레이트의 가장자리에 걸린 대략 0.64 센티미터(0.25 인치)의 텁을 남겨 접착성 텁을 형성하였다. 실온에서 24시간 동안 둔 다음, 슬라이드는 손으로 분리할 수 없었다. 접착성 텁을 접합선으로부터 0도 각도로 당겼으며 테이프는 파단되지 않고 접합선으로부터 연신될 수 있었다. 2개의 유리 슬라이드가 분리되었으며 어느 슬라이드에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다.

[0177] 실시예 10

1/1/2의 몰비의 실리콘 다이아민/폴리아민-1/H12MDI를 함유한 탄성중합체를 가진 감압 접착제 조성물을 58 중량% MQ 수지-1과 제제화하였다. 제형은 0.05부 폴리아민-1, 39.00부 톤휴엔 및 21.00부 2-프로판올을 가진 유리 반응기에 14.86부 PDMS 다이아민 33,000을 둠으로써 제조하였다. 0.23부 H12MDI를 용액에 첨가하고, 혼합물을 2시간 동안 실온에서 교반하여 접성을 가지게 되었다. 여기에 29.00부의 MQ 수지-1을 첨가하였다. 용액을 이형 라이너 상에 코팅하고 견조시켜 25 마이크로미터(1 밀) 두께의 견조 접착제 코팅을 형성하였다. 전사 테이프-2의 샘플을 서로에 적층시켜 102 마이크로미터(4 밀) 두께의 전사 테이프를 형성하였으며 시험 접착제의 샘플 2개를 이중 두께의 전사 테이프-2의 각 면에 적층시켜 152 마이크로미터(6 밀)의 두께를 가진 3층 구조체를 제공하였다. 이 다층 구조체를 2개의 현미경 슬라이드들 사이에 적층시켜, 유리 플레이트의 가장자리에 걸린 대략 0.64 센티미터(0.25 인치)의 텁을 남겨 접착성 텁을 형성하였다. 실온에서 24시간 동안 둔 다음, 슬라이드는 손으로 분리할 수 없었다. 접착성 텁을 접합선으로부터 0도 각도로 당겼으며 테이프는 파단되지 않고 접합선으로부터 연신될 수 있었다. 2개의 유리 슬라이드가 분리되었으며 어느 슬라이드에서도 접착제 잔류물은 관찰되지 않았다.

도면

도면1

