

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0042073 (43) 공개일자 2012년05월03일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C09J 133/04 (2006.01) C09J 11/06 (2006.01) C09J 133/14 (2006.01) C08L 33/04 (2006.01)	(71) 출원인 충남대학교산학협력단 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교) 한국화학연구원 대전광역시 유성구 가정로 141 (장동)	
(21) 출원번호 10-2010-0103556 (22) 출원일자 2010년10월22일 심사청구일자 2010년10월22일	(72) 발명자 김형일 대전광역시 유성구 어은로 57, 132동 1304호 (어은동, 한빛아파트) 김경만 대전광역시 유성구 유성대로783번길 38, 월드킵패밀리아파트 106동 2002호 (장대동) (뒷면에 계속)	
	(74) 대리인 권오식, 박창희	

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 점착제 조성물 및 이의 제조방법

(57) 요 약

본 발명은 a) C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물;을 중합하는 단계; 및 b) 상기 중합체에 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 투입하여 그래프트(부가반응)하여 중합하는 단계;를 포함하는 점착제 조성물의 제조방법 및 이의 제조방법으로부터 제조된 점착제 조성물에 관한 것이다. 본 발명에 따른 점착제 조성물은 젖음성 및 재박리성이 우수하다.

(72) 발명자

유종민

충청남도 천안시 동남구 구성동 신성미소지움아파트 108-1005

남영희

전라북도 전주시 완산구 완산길 15 (동완산동)

이승현

대전광역시 유성구 지족로 362, 반석마을아파트 303-1503 (지족동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 SK-1003

부처명 지식경제부

연구사업명 연구기관간 협동과제

연구과제명 MCP용 초박형 Bonding/Debonding 속경화 소재 개발

주관기관 한국화학연구원

연구기간 2010.03.01 ~ 2011.02.28

특허청구의 범위

청구항 1

a) C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물;을 중합하는 단계; 및
b) 상기 중합체에 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 투입하여 그라프트(부가반응) 중합하는 단계;
를 포함하는 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 중합체는 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체가 70~90 중량%인 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 중합체는 히드록시를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물이 10 ~ 30 중량%인 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 히드록시를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물에 대하여 상기 C8~C12의 알킬글리시딜에테르는 (메타)아크릴레이트계 단량체의 관능기 대비 0.1~1mol 을 부가반응하는 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 메틸아크릴레이트, 에틸아크릴레이트, 부틸아크릴레이트, 2-에틸부틸아크릴레이트, 2-에틸헥실아크릴레이트, 헥실아크릴레이트, 헵틸아크릴레이트, 옥틸아크릴레이트, n-펜틸아크릴레이트, 비닐아크릴레이트, 라우릴아크릴레이트, 메틸메타아크릴레이트, 에틸메타아크릴레이트, 부틸메타아크릴레이트, 2-에틸부틸메타아크릴레이트, 2-에틸헥실메타아크릴레이트 또는 라우릴메타아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 혼합물인 점착제 조성물 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 히드록시를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 2-히드록시에틸아크릴레이트, 2-히드록시메틸아크릴레이트, 2-히드록시프로필아크릴레이트, 2-히드록시부틸아크릴레이트, 2-히드록시에틸메타아크릴레이트, 2-히드록시메틸메타아크릴레이트, 2-히드록시프로필메타아크릴레이트, 2-히드록시부틸메타아크릴레이트로에서 선택되고;
상기 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 말레인산, 이타콘산, 아크릴산 또는 메타아크릴산으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상의 혼합물인 점착제 조성물 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 C8~C12의 알킬글리시딜에테르는 라우릴글리시딜에테르, 옥틸글리시딜에테르 또는 운데실글리시딜에테르로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 점착제 조성물은 상기 중합체 100중량부에 대하여, 가교제를 0.1 ~ 5 중량부 더 포함하는 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 9

제 8항에 있어서,

상기 가교제는 이소시아네이트계 화합물, 에폭시계 화합물, 아지리딘계 화합물 또는 금속 킬레이트계 화합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상인 점착제 조성물의 제조방법.

청구항 10

a) C1-C14의 알킬기를 갖는 아크릴레이트계 단량체; 및

b) 히드록시기 또는 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체;

의 중합체에 C8-C12의 알킬글리시딜에테르를 그래프트(부가)하여 제조되는 점착제 조성물.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 점착성 조성물은 하이드록시기가 30?130 또는 산가가 5~80인 점착제 조성물.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 점착제 조성물의 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 젖음성이 우수하고 재박리성이 유지되면서도 후기 점착력이 안정한 점착제 조성물 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 젖음성이 우수하고 재박리성이 유지되고 경시변화가 적은 점착제 조성물은 특수 라벨지나 테이프, 표면 보호용 점착 시트 및 마스킹용 점착 테이프, 웨이퍼 제조 공정용 테이프 등에서 현재 산업분야 전반에 널리 사용되고 있다. 젖음성이란 점착제가 가지는 표면에너지 및 점착특성에 의해 부착후 순간적으로 젖어드는 성질을 말하며 재박리성이란 점착제가 가지는 점착성에 의해 피착체에 점착된 후 잔유물을 남기지 않고 다시 피착체로부터 떨어지는 성질을 말한다.

[0003] 그런데, 점착제에 있어서 젖음성과 점착성은 서로 상관관계가 있으며 점착성, 젖음성으로 인한 점착력이 유지되는 것은 경시변화에도 안정하다. 점착성이 우수한 특성과 재박리성이 우수한 특성은 상반되는 개념으로, 점착성이 우수하면 재박리성이 저하되고 재박리성이 증가하면 점착성이 낮아지는 문제점이 있었다.

[0004] 즉, 점착성 강화를 위하여 점착제의 유리전이온도를 낮춰 점착제의 유동성을 향상시킬 경우 피착체 표면으로의 침투가 용이하여 높은 점착성을 가질 수 있으나, 가교밀도가 낮고 저분자 물질의 표면이행으로 재박리성이 저하되고 점착력이 높은 관능기를 사용하면 경시변화가 심한 문제점이 있었다.

[0005] 대한민국 공개특허 제10-2009-0111286호는 탁월한 내수성을 나타내면서도, 박리 특성, 재박리성 및 웨이퍼로의 젖음성이 우수한 점착 필름 및 이를 사용한 백그라인딩 방법을 개시한다. 또한, 대한민국 공개특허 제2006-0047526호는 반도체 웨이퍼의 두께가 박형화되는 경우에도, 그 파손을 방지할 수 있는 것으로서, 특정 온도에서 저장탄성률이 한정된 반도체 웨이퍼 보호용 점착 필름을 개시한다. 전술한 종래 기술에서 제시하는 점착 필름의 경우, 초기점착력 및 재박리성의 물성을 만족하나 부착후 시간이 흐르면 점착력의 경시변화 및 잔유물이 생기는 문제를 야기하고, 반도체 공정용 점착제에서는 이면 연삭 시에 웨이퍼의 파손 방지 효과는 어느 정도 얻을 수 있으나, 작업공정이 바로 이루어지지 않으면 피착체와 점착제와의 상호작용으로 인하여 점착력이 상승하고 점착력 상승으로 인한 잔유물이 남게 하는 결과를 초래한다. 또한 공정 과정에서 웨이퍼의 절단 시에 절단성이 현저히 열악하다는 문제점이 있다. 이와 같이, 웨이퍼의 공정에 있어서 점착력의 상승은 점착제의 불량으로 인한 웨이퍼 불량으로 이어져 많은 공정의 효율성이 저하되게 된다. 보호필름의 절단성이 떨어질 경우, 인-라인(in-line) 공정으로 행해지는 반도체 가공 공정 도중에 필름의 절단 불량 문제로 인해 반도체 가공 공정이 불연속적

으로 행하여 질 수 밖에 없어서, 공정의 효율성이 저하되게 된다.

[0006] 따라서, 젖음성을 높여 점착성을 유지하고 재박리성을 조화시키는 다양한 점착제 조성물의 제조방법이 연구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 상기의 문제점들을 해결하기 위하여 젖음성이 우수하여 초기 부착시 점착력이 일정하게 유지되며, 부착 후 시간이 경과함에도 피착체에 잔사가 남지 않으면서 점착력 및 재박리성이 우수한 점착제 조성물의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다. 또한, 본 발명은 상기 제조방법으로부터 제조되는 점착제 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명자들은 상기 목적을 달성하기 위하여

[0009] a) C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물;을 중합하는 단계; 및

[0010] b) 상기 중합체에 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 투입하여 그라프트(부가반응) 중합하는 단계;를 포함하는 점착제 조성물의 제조방법을 제공한다.

[0011] 또한, 본 발명은 상기 제조방법으로 제조되는 점착제 조성물을 제공한다.

[0012] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0013] 본 발명은 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물;을 중합하는 단계를 포함한다.

[0014] 상기 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 점착력을 제공하는 단량체로서, 유리전이온도가 -70~130℃인 보다 바람직하게는 C4~C14의 알킬기를 갖는 것이 좋다. 탄소수가 상기 범위를 벗어날 경우 유리전이온도가 높아지거나 점착성의 조절이 어렵기 때문에 바람직하지 않다.

[0015] 상기 중합체는 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 70~90중량%를 포함한다. 아크릴레이트계 단량체의 함량이 70 중량% 미만일 경우 점착성이 저하되어 점착제로서의 물성을 나타내지 못하며, 90중량% 초과할 경우 점착제의 흐름성이 너무 커서 시간이 경과함에 따라 점착면적이 넓어지고 재박리성이 저하된다.

[0016] 상기 C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 메틸아크릴레이트, 에틸아크릴레이트, 부틸아크릴레이트, 2-에틸부틸아크릴레이트, 2-에틸헥실아크릴레이트, 헥실아크릴레이트, 헵틸아크릴레이트, 옥틸아크릴레이트, n-펜틸아크릴레이트, 비닐아크릴레이트, 라우릴아크릴레이트, 메틸메타아크릴레이트, 에틸메타아크릴레이트, 부틸메타아크릴레이트, 2-에틸부틸메타아크릴레이트, 2-에틸헥실메타아크릴레이트 또는 라우릴메타아크릴레이트 등이 있으며 이들 단량체는 단독 또는 2종이상 혼합하여 사용될 수 있다.

[0017] 상기 중합체는 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물이 10 ~ 30 중량%를 포함한다. 이들의 함량에 따라 C8~C12의 알킬글리시딜에테르의 함량이 결정되며 상기 범위가 10 중량 % 미만일 경우 응집력이 낮아 재박리성이 저하되고, 30중량% 초과할 경우 가교도가 커져서 점착력이 약해지고 젖음성과 재박리성이 저하되는 문제점이 있다.

[0018] 상기 히드록시를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 2-히드록시에틸아크릴레이트, 2-히드록시메틸아크릴레이트, 2-히드록시프로필아크릴레이트, 2-히드록시부틸아크릴레이트, 2-히드록시에틸메타아크릴레이트, 2-히드록시메틸메타아크릴레이트, 2-히드록시프로필메타아크릴레이트, 2-히드록시부틸메타아크릴레이트로에서 선택되고; 상기 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체는 말레인산, 이타콘산, 아크릴산 또는 메타아크릴산 등이 있고, 이들 단량체는 단독 또는 2종 이상 혼합하여 사용될 수 있다. 보다 바람직하게는 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체가 좋다. 카복실기를 갖는 단량체는 점착제의 합성시에 관능성 부여 및 가교관능기를 가지고 있어 점착제의 분자설계를 통한 합성시에 매우 유용하고 반응성이 좋다. 또한, 카복실기의 높은 극성은 피착제와의 상호작용을 통하여 점착력 및 물성 조절이 쉬우며 다른 이종 단량체 및 물질과 부가반응 및 다양한

관능기와 화학결합시 반응성이 뛰어나다.

- [0019] 또한, 상기 중합체는 개시제를 더 포함하여 공중합 할 수 있다.
- [0020] 상기 공중합법에는 용액중합법, 광중합법, 벌크중합법, 서스펜션중합법 또는 에멀전중합법 등이 있으며 용액중합법이 가장 바람직하다. 이때 중합온도는 50~140℃에서 6시간~12시간이 바람직하며, 단량체들을 균일하게 혼합한 후 개시제를 첨가하는 것이 좋다.
- [0021] 상기 개시제는 4-(2-히드록시에톡시페닐)의 광중합개시제; 2,2'-아조비스이소부티로니트릴, 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴), 1,1'-아조비스(시클로hex산-1-카보니트릴)등의 아조계중합개시제, tert-부틸 히드로퍼옥사이드, 벤조일 퍼옥사이드, 쿠멘 히드로퍼옥사이드 등의 유기 퍼옥사이드류, 칼륨 퍼슬페이트, 과산화수소 등의 무기 퍼옥사이드류의 열중합개시제;가 있으나 반드시 이에 한정하는 것은 아니다.
- [0022] 본 발명은 a) C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 히드록시기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물;을 중합하고 생성된 중합체에 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 투입하여 그래프트(부가반응) 중합하는 단계를 포함한다.
- [0023] 상기 C8~C12의 알킬글리시딜에테르는 상기 히드록시를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체, 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체 또는 이들의 혼합물의 관능기 대비 0.1~1mol이 첨가된다. 0.1mol 미만일 경우 함량이 적어 젖음성 및 점착력 저하가 크고, 1mol을 초과할 경우 가교점이 없어 고분자의 응집력이 저하되고 후기 점착력이 상승하며 피착제에 잔사가 남아 재박리성이 용이하지 않으며, 시간 경과 및 열에 의한 점착력 증가 현상이 나타난다.
- [0024] 상기 C8~C12의 알킬글리시딜에테르에는 라우릴글리시딜에테르, 옥틸글리시딜에테르, 운데실글리시딜에테르 등이 있으며 이들 알킬글리시딜에테르는 단독 또는 2종 이상 혼합하여 사용될 수 있다.
- [0025] 상기 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 첨가함으로써 부드러운 구조를 가지는 탄소-탄소 사이드 체인 길이가 길어짐으로 점착제의 유동성이 증가한다. 그로 인해 점착제가 피점착면에 보다 우수하게 젖어 들어가도록 하여 점착력을 증가시키는 효과가 있다.
- [0026] 본 발명은 상기 점착제 조성물 100중량부에 대하여 가교제를 0.1~5 중량부 더 포함한다. 가교제의 함량이 0.1 중량부 미만일 경우 가교반응이 원활히 진행되지 않아, 점착제의 응집력이 저하될 수 있고, 5 중량부 초과일 경우에는 가교 반응이 과도하게 진행되어, 내구신뢰성이 저하될 우려가 있다.
- [0027] 상기 가교제는 이소시아네이트계 화합물, 에폭시계 화합물, 아지리딘계 화합물 또는 금속 킬레이트계 화합물 등이 있으며 보다 바람직하게는 에폭시계 화합물이다. 상기 에폭시계 화합물에는 에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 트리글리시딜에테르, 트리메티올프로판트리글리시딜에테르, N,N,N',N'-테트라글리시딜에틸렌디아민 또는 글리세린 디글리시딜에테르 등이 있으나 반드시 이에 한정하는 것은 아니다.
- [0028] 또한, 본 발명은 a) C1~C14의 알킬기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 및 b) 히드록시기 또는 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체; 의 중합체에 C8~C12의 알킬글리시딜에테르를 그래프트(부가)하여 제조되는 점착제 조성물을 제공한다.
- [0029] 또한, 본 발명의 상기 점착성 조성물은 하이드록시기가 30~130 또는 산가가 5~80인 점착제 조성물을 제공한다.
- [0030] 또한, 상기 점착제 조성물에 발명의 효과에 영향을 미치지 않는 범위에서 자외선 안정제, 산화방지제, 안료, 염료, 보강제, 충전제 등을 일반적인 목적에 따라 적절히 첨가하여 사용할 수 있다.
- [0031] 또한, 본 발명의 점착제조성물은 폴리올렌계열, 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리에틸렌 또는 폴리프로필렌 필름의 일면에 코팅하여 건조시킨 후 5~30 μ m의 균일한 점착층을 갖는 점착필름을 제공할 수 있다.

발명의 효과

- [0032] 본 발명에 따른 제조방법에 의해 제조된 점착제 조성물은 젖음성이 우수하여 초기 부착시 점착력이 일정하게 유지되며, 부착 후 시간이 경과함에도 피착제에 기포나 잔사가 남지 않으면서 점착력 및 재박리성이 우수한 효과가 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 보다 상세히 설명하나, 이는 발명의 구성 및 효과를 이해시키기 위한 것일 뿐,

본 발명의 범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

[실시예 1~5]

점착제 조성물의 제조

질소가스가 충전되고 내부와 외부에 온도계와 냉각장치를 설치하여 온도조절이 용이하며 반응물의 반응속도와 발열을 제어 할 수 있는 2 L의 반응기에 하기 표 1의 조성으로 (메타)아크릴레이트계 단량체, 히드록시 또는 카복실기를 갖는 (메타)아크릴레이트계 단량체들을 투입하였다. 표 1에 기재된 단량체로 구성되는 혼합물 100중량부에 대하여 용제로써 톨루엔 30중량부, 에틸아세테이트(ethylacetate, EAc) 70 중량부를 투입하였다.

그 다음, 산소를 제거하기 위하여 질소가스를 20분간 퍼징(purging)한 후, 상기 단량체 혼합물을 균일하게 교반한 후, 반응개시제로 아조비스이소부티로니트릴(azobisisobutyronitrile, AIBN) 0.06 중량부를 10시간동안 1.6 중량부를 투입하였다. 반응조의 온도를 90℃로 유지하고 반응물의 일정량을 소분하여 적하하면서 10 시간 동안 반응시켜 중합체를 제조하였다. 상기 중합체에 알킬글리시딜에테르를 표 1의 조성으로 80℃에서 10시간 동안 반응시켜 실시예 1~5 을 제조하였다.

[비교예 1]

알킬글리시딜에테르를 넣지 않은 것을 제외하고는 실시예 1~5와 동일한 방법으로 제조하였다.

[비교예 2]

라우릴글리시딜에테르를 5mol 첨가한 것을 제외하고는 실시예 1~5와 동일한 방법으로 제조하였다.

[비교예 3]

라우릴글리시딜에테르를 10mol 첨가한 것을 제외하고는 실시예 1~5와 동일한 방법으로 제조하였다.

[표 1]

	비교예 1	비교예 2	비교예 3	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5
2-EHMA	10	10	10	10	10	10	10	10
2-EHA	40	40	40	40	40	40	40	40
BA	30	30	30	30	30	30	30	30
AA,MA	20	20	20	20	20	20		
2-HEMA, 2-HEA							20	20
LGE(mol)	0	5.0	10.0	0.5	1.0		0.5	1.0
OGE(mol)						0.5		
Mw/Mn (g/mol)	489000/ 248800	516000/ 258000	511000/ 264000	534000/ 261000	542000/ 278000	525000/ 256000	503000/ 274000	501000/ 276000
OHvalue (mg/KOH)	—	87	91	37	78	34	120	128
Acid value (mg/KOH)	145	12	11	70	9	78	—	—

주)

BA : 부틸아크릴레이트 (butyl acrylate)

2-EHA : 2-에틸헥실아크릴레이트 (2-ethylhexyl acrylate)

2-EHMA : 2-에틸헥실메타아크릴레이트 (2-ethylhexyl methacrylate)

AA : 아크릴산 (acrylic acid)

MA : 메타 아크릴산 (methacrylic acid)

2-HEMA:2-하이드록시에틸메타아크릴레이트(2-hydroxy ethylmethacrylate)

2-HEA : 2-하이드록시에틸아크릴레이트 (2-hydroxy ethylacrylate)

[0054] LGE : 라우릴글리시딜에테르(lauryl glycidyl ether)(2-HEMA,2-HEA,AA,MA >>대비 몰비)

[0055] OGE : 옥틸글리시딜에테르(octyl glycidyl ether)(AA,MA >> 대비 몰비)

[0056] **점착필름의 제조**

[0057] 상기 제조된 실시예 1~5 및 비교예 1~3에 가교제로 (상품명 Tetra-DX : 일본제품)의 2.0 중량부 투입하고, 균일하게 혼합한 후, 두께 38 μm 의 2축 연신 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름(SK Chemicals)의 일면에 코팅하여 건조시킨 후 20 μm 의 균일한 점착층을 갖는 점착필름을 제조한 후 하기 표 2와 같이 하기의 물성을 평가하였다.

[0058] (1) 점착력 테스트

[0059] 상기 제조된 점착필름에 이형필름을 합판하고 43℃의 온도에서 3일 동안 보관하여 숙성한 후, 유리에 부착하여 점착력을 테스트하였다. 제조한 필름을 유리 면에 JIS Z 0.27에 의거하여 2 kg의 물러로 부착한 후, 25℃의 온도와 50%의 상대습도 조건에서 24 시간 동안 보관한 후, 180° 각도 및 300 mm/분 박리속도로 인장시험기 Texture analyzer(제조사: Stable Micro Systems)를 이용하여 측정하였다.

[0060] (2) 젖음 성질

[0061] 상기 제조된 점착필름을 실리콘 웨이퍼에 각각 가로 2.54cm, 세로 10cm의 크기로 재단하여 시료를 준비하고 보호필름을 박리시킨 후 외부 압력을 가하지 않고 스스로 보호필름이 유리 표면에 완전히 젖어드는 시간을 측정하고, 하기 기준에 따라 평가하였다. (○: 10초 미만, △: 10초 이상 30초 미만, ×: 30초 이상)

[0062] (3) 시간에 따른 점착력 증가

[0063] 시간에 따른 점착 강도를 측정하기 위해, 제조된 점착필름을 유리 표면에 점착한 후 20 분의 점착강도를 측정하고, 24시간 후의 점착강도, 7일 후의 점착강도를 20분 후 점착강도 대비 상승률을 측정하여 그 상승률을 %로 나타내었다.

[0064] (4) 박리후 외관의 잔사(피착제 즉 웨이퍼 표면의 잔유물)

[0065] 상기의 점착력 테스트 후, 필름이 박리된 실리콘 표면의 오염도와 외관, 박리력 등을 종합적으로 평가하였다.

[0066] (양호: 쉽게 박리 가능하며 유리 기판에 점착제의 잔사 없음, 불량: 유리 기판에 점착제의 잔사 있음)

[0067] (5) 하이드록시가 (hydroxy value)측정

[0068] 하이드록시기는 잔류 -OH 작용기량의 척도이며 아세틸화(acetylated)할 수 있는 존재 hydroxyl기의 수를 측정하는 것이다. hydroxyl value(or acetyl value)는 샘플 1g의 acetylation에서 (생성되는) acetic acid를 중성화하는데 필요한 KOH의 milligram의 수로써 정의된다.

CALCULATION

$$\text{HYDROXYL VALUE} = \frac{(\text{ml KOH blank} - \text{ml KOH sample}) \times N \text{ KOH} \times 56.1}{\text{g sample}} + \text{acid value}$$

[0069]

[0070] (6) 산가 (acid value)측정

[0071] 산가는 잔류 -COOH 의 작용기량의 척도이며 산가(Acid Value)란 시료 1g에 함유된 산을 중화시키는데 필요한 KOH의 mg 수이다.

$$\text{Acid value} = \frac{5.6108 \times F \times A}{M}$$

[0072]

[0073] (A = 적정에 사용된 0.1N KOH 용액의 소모량 (ml)

[0074] F = KOH 용액의 보정 계수 (Factor)

[0075] M = 시료의 무게)

[0076] [표2]

구분	비교예 1	비교예 2	비교예 3	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5
알킬글리시딜에테르(mole)	0	LGE 5.0	LGE 10.0	LGE 0.5	LGE 1.0	OGE 0.5	LGE 0.5	LGE 1.0
점착력 (gf/inch)	315	230	258	140	163	96	82	68
점착력 상승률 (1hr)	15%	59%	68%	5%	18%	25%	16%	18%
점착력 상승률 (24hr)	143%	83%	87%	30%	27%	58%	42%	52%
점착력 상승률 (7day)	328%	121%	134%	36%	28%	126%	84%	95%
젖음성	x	△	x	○	○	○	△	△
재박리성	불량	불량	불량	양호	양호	양호	양호	양호

[0077]

[0078] 상기 표 2에 나타난 바와 같이, 알킬글리시딜에테르를 0.5~1.0몰을 첨가한 실시예 1 내지 5의 경우에는 젖음성 및 점착력이 안정화 되는 것을 확인하였다.

[0079] 한편, 알킬글리시딜에테르를 넣지 않은 비교예 1의 경우에는 젖음성이 불량한 것을 볼 수 있으며, 점착력이 상당히 높아 상대적으로 재박리성이 떨어지며, 박리시 표면 오염이 심한 것을 확인하였다. 또한, 비교예 2 내지 3 과 같이 알킬글리시딜에테르가 과량으로 첨가될 경우 젖음성은 양호한 편이나 초기 점착력 대비 후기 점착력 상승 효과가 커서 재박리성 및 재작업의 용이성이 떨어졌다.