



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0018900
(43) 공개일자 2014년02월13일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G02B 1/10 (2006.01) *H01L 31/052* (2014.01)
G02B 5/12 (2006.01) *B32B 15/08* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2013-7024226
- (22) 출원일자(국제) 2012년02월16일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2013년09월12일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2012/025336
- (87) 국제공개번호 WO 2012/154244
국제공개일자 2012년11월15일
- (30) 우선권주장
13/397,208 2012년02월15일 미국(US)
61/443,544 2011년02월16일 미국(US)

- (71) 출원인
허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
미국 뉴저지 모리스타운 콜롬비아로드 101
- (72) 발명자
무코페다이, 수립
미국 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스
2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인
코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
바람라사드, 데사라주
미국 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스
2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인
코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
특허법인씨엔에스

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 거울 조립체를 위한 차단 물질

(57) 요 약

본원에, 플루오로폴리머 차단층을 함유하는 반사성 광학 구조체로서, 상기 플루오로폴리머는 적어도 하나의 테트라플루오로프로펜 또는 웬타플루오로프로펜, 바람직하게는 2,3,3,3-테트라플루오로프로펜의 코폴리머 및 호모폴리미로 이루어진 군으로부터 선택되는 반사성 광학 구조체가 제공된다. 또한, (a) 적어도 하나의 테트라플루오로프로펜 또는 웬타플루오로프로펜의 코폴리머 및 호모폴리미로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 플루오로폴리미를 포함하는 차단층을 도포하는 단계, 및 (b) 경화하는 단계를 포함하는, 반사성 광학 구조체를 형성하는 방법이 개시된다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

네일워찌, 데이비드

미국 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스
2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인코
포레이티드 특허서비스 앤/에스 에이비/2비]

커카, 아우드후트 바산트

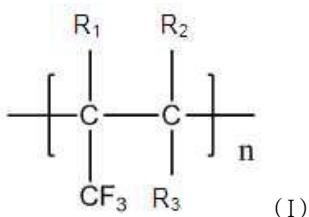
미국 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스
2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인코
포레이티드 특허서비스 앤/에스 에이비/2비

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 기판의 백(back)에 배치된 반사층을 함유하는 광학적으로 투명한 기판; 및
 (b) 상기 반사층의 적어도 하나의 표면의 일부에 배치된 차단층으로서, 하기 식(I)로 표시되는 적어도 하나의 폴리머 또는 폴리머 세그먼트를 포함하는 플루오로폴리머를 포함하되, 상기 폴리머는 약 2,000 내지 약 200,000 달톤의 분자량을 갖는 차단층

을 포함하는 반사성 광학 구조체:



상기 식에서,

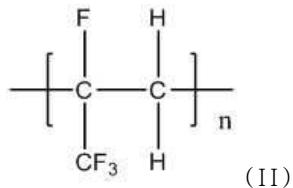
n은 약 10 내지 약 2,500이고,

R₁, R₂ 및 R₃은 독립적으로 H 및 F로부터 선택된다.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 적어도 하나의 폴리머 또는 폴리머 세그먼트가 하기 식(II)로 표시되는 반사성 광학 구조체:



상기 식에서,

n은 약 15 내지 2,000이다.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 플루오로폴리머 차단층의 두께가 약 1 내지 약 3,000마이크론인 반사성 광학 구조체.

청구항 4

- (a) 기판의 백(back)에 배치된 반사층을 함유하는 광학적으로 투명한 기판; 및
 (b) 상기 반사층의 적어도 하나의 표면의 일부에 배치된 차단층으로서, 테트라플루오로프로펜 또는 펜타플루오로프로펜 화합물로부터 유도된 코폴리머 및 호모폴리미로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 폴리머를 포함하되, 상기 폴리머는 약 2,000 내지 약 200,000 달톤의 분자량을 갖는 차단층

을 포함하는 반사성 광학 구조체.

청구항 5

제5항에 있어서,

상기 코폴리머가 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 플로오로에틸렌, 1,1-디플루오로에틸렌, 1,2-디플루오로에틸렌, 트리플루오로에틸렌, 테트라플루오로에틸렌, 클로로트리플루오로에틸렌, 클로로에틸렌, 1,1-디클로로에틸렌, 1,2-디클로로에틸렌, 트리클로로에틸렌 및 테트라클로로에틸렌으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 코모노머를 포함하는 반사성 광학 구조체.

청구항 6

(a) 광학적으로 투명한 기판의 백(back)에 배치된 반사층에 차단 코팅 용액을 도포하는 단계로서, 상기 차단 코팅 용액은 테트라플루오로프로펜 또는 웨타플루오로프로펜으로부터 유도된 코폴리머 및 호모폴리머로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 폴리머를 포함하되, 상기 폴리머는 약 2,000 내지 약 200,000 달톤의 분자량을 갖는 단계; 및

(b) 상기 차단 코팅 용액을 경화하여 상기 반사층 상에 차단층을 형성하는 단계
를 포함하는, 반사성 광학 구조체를 형성하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 차단 코팅 용액이 유기용매를 추가로 포함하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 유기용매가 에틸 아세테이트를 포함하는 방법.

명세서

기술분야

[0001]

이 출원은, 본원에 참고로 인용되고 있는, 2011년 2월 16일자로 출원된 미국 가출원 61/443,544에 관한 것이며 그의 우선권을 주장하고 있다.

[0002]

본 발명은 거울 조립체에서 반사층의 보호를 위한 플루오로폴리머 차단층에 관한 것이다.

배경기술

[0003]

태양열 전기 발생에 기반이 되는 기초 원리(집광형 태양열발전(concentrated solar power - CSP)는 다음과 같다: 태양으로부터의 에너지는 직접적으로 또는 간접적으로 물을 가열시키며, 이는 증발시키고, 생성된 스텁은터빈을 구동하며, 이의 움직임은 발전기에서 전기로 전환된다. CSP 유닛에 의해 발생되는 파워의 장점을 중 하나는 완벽하게 CO₂가 없다는 것이며, 따라서 무시할만한 탄소 혼적을 갖는다.

[0004] 물을 가열하는 데 요구되는 높은 온도를 달성하기 위해, 태양 방사선은 집중되어야 한다. CSP 플랜트는 작은 면적을 가로질러 분포하는 거울들을 사용하여 태양 에너지를 집중시킨다. 4개의 주요 CSP 기술들은 파라볼릭 트로프(parabolic troughs), 선형 프레넬(linear fresnel), 파워 타워(power tower) 및 디쉬(dish)/엔진을 포함한다. 파라볼릭 트로프 수거기(collector)는 태양 에너지를 집중하기 위한 가장 진보된 기술을 대변한다. 이들 트로프는 전형적으로 길이 1,300피트 초과이며, 포물선 모양의 거울 세그먼트들로 구성된다. 거울들의 굴곡으로 인해, 이들이 선형 수용기에 태양의 직접적인 비임 방사선을 집중하도록 허용된다.

[0005] 현존하는 파라볼릭 트로프 파워 플랜트는 유기 거울 패널들을 사용하고 있다. 상기 거울들은 전형적으로 제 2 표면 은-처리된(silvered) 유리 거울들이며, 이는 반사성 금속층, 바람직하게는 은층(silver layer)이 상기 유리의 백사이드(backside) 상에 존재하는 것을 의미한다. 유리는 전형적으로 높은 투과성을 갖는 4mm 두께, 특수한 저철분(low-iron), 또는 화이트(white) 유리이다. 이들 거울은 흔히는 약 93.5%의 태양-가중된(solar-weighted) 거울 반사도(specular reflectivity)를 가질 것이다. 지금까지는, 거울의 백(back)에 대한 반사성 금속층을 보호하기 위해 특수 다층 도료 코팅이 통상적으로 사용되었다. 전형적인 구성에서, 각각의 거울 패널의 면적은 약 2m²이다.

[0006] 대부분의 CSP 시스템 상의 거울들은 은의 높은 태양 반사도(93%), 상대적으로 낮은 비용 및 높은 내구성으로 인해 은-처리된 유리로 제조된다. 대부분의 통상의 구조화 기술은 얇은 은 거울을 더욱 무거운 유리 배킹(backing) 구조체에 적층하는 것을 포함한다. 태양 집중기(concentrator) 내의 반사기로서 사용되어 온 다른 물질로는 은-처리된 폴리머 필름 및 보강된 알루미늄 반사기가 포함된다. 상기 반사층은 또한 장기간 내구성을 위해 구리 백층을 포함할 수 있다.

[0007] 은 반사층 및 구리 백층 모두는 공기 산화되기 쉽다. 또한, 습기는 물이 부식을 촉진시킴에 따라 이들 금속-함유 층들을 분해시킬 수 있다. 특히, 이러한 외부 요소들은, 거울의 반사성의 소실을 초래하게 되는 혼탁화(tarnishing), 변색, 고장 및 탈층에 의해 입증된 바와 같이, 시간 경과에 따라 반사층 내의 함유된 은 또는 다른 금속의 분해 및 파괴를 초래할 수 있다. 따라서, 당해 분야의 현재 상태에서 이해되는 바와 같이, 지금까지는 금속층들이 통상적으로 적어도 2개의 도료층들 + 상기 도료층을 배킹하는(back) UV/습기 보호층으로 보호되어 왔다. 이 목적을 위해 전형적으로 사용되는 도료는 납-기반의 도료이다.

[0008] 출원인들은, 환경적 이유들에 대해 완벽하게 감안한다면, 도료, 특히 납-함유 성분들을 제거한다는 이점(incentive)을 이해하게 되었다. 지금까지 사용되어 온 다층 코팅에 대해서는 고비용이 또한 문제이다. 따라서, 출원인은, 차단 보호를 제공할 수 있는 단일 코팅 또는 필름의 층이 지금까지 통상적으로 사용되어 온 다층 도료층들을 대체하고자 하는 요구를 이해하게 되며 그에 대한 욕망을 해소하게 되었다. 본 발명은 무엇보다도 이들 요구와 욕망을 해결하는 것이다.

발명의 내용

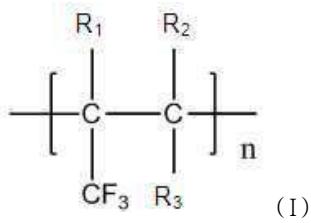
해결하려는 과제

[0009] 본원에는, 차단 코팅, 차단 필름 및 차단 코팅 용액, 차단 코팅/필름을 사용하는 반사성 광학 구조체, 및 차단 코팅, 차단 필름 및 차단 코팅 용액을 제조하기 위한 개선된 방법이 제공된다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명의 하나의 양태는, 기판의 백(back)에 배치된 반사층을 함유하는 광학적으로 투명한 기판; 및 상기 반사층의 적어도 백 표면(back surface)의 적어도 일부 상에, 바람직하게는 그의 전부에 배치된 차단 코팅 또는 필름을 포함하는 반사성 광학 구조체를 제공한다. 하나의 실시양태에서, 차단 코팅/필름은 폴리머로부터 형성되

며, 바람직하게는 플루오로폴리머를 포함하는 실질적 성분, 및 더욱더 바람직하게는 하기 식(I)로 표시되는 적어도 하나의 폴리머 또는 폴리머 세그먼트를 포함하는 실질적 성분을 함유하는 열경화성 폴리머로부터 형성된다:



[0011] 상기 식에서,

[0013] n은 약 10 내지 약 2,500이고,

[0014] R₁, R₂ 및 R₃은 독립적으로 H 및 F로부터 선택된다.

[0015] 바람직하게는, 특정 실시양태에서, 상기 폴리머는 약 2,000 내지 약 200,000 달톤의 분자량을 갖는, 상기 식(I)에 실질적으로 따른 폴리머이다.

[0016] 본 발명의 다른 양태는, 테트라플루오로프로펜 또는 펜타플루오로프로펜 모노머 화합물로부터 적어도 실질적 비율로 유도되는 호모폴리머, 코폴리머, 터폴리머 등인 세그먼트들을 포함하는, 바람직하게는 상기 세그먼트들을 필수적으로 이루어진 적어도 하나의 폴리머를 포함하는 차단 코팅 또는 필름을 제공한다. 하나의 실시양태에서, 테트라플루오로프로펜 또는 펜타플루오로프로펜 모노머는 식 $CF_3CR_1=CR_2R_3$ (여기서, R₁, R₂ 및 R₃은 각각 독립적으로 H 및 F로부터 선택됨)에 따른 적어도 하나의 화합물을 포함한다.

[0017] 본 발명의 다른 양태는 차단 코팅 용액을 반사층 상에 도포함으로써 반사성 광학 구조체를 형성하는 방법을 제공한다. 특정의 바람직한 실시양태에서, 상기 도포 단계는 광학적으로 투명한 기판의 백 상에 배치된 반사층 상에 차단 코팅 용액을 도포하는 것을 포함한다. 상기 방법들은 또한 코팅 용액을 경화하여서 반사층 상에 경화된 코팅 또는 보호 필름을 형성시키는 것을 포함하는 것이 바람직하다. 특정 실시양태에서, 상기 차단 코팅 용액 및/또는 경화된 코팅은, 테트라플루오로프로펜 모노머, 펜타플루오로프로펜 모노머 및 이들의 조합들을 적어도 실질적 비율로 포함하는, 바람직하게는 이들로부터 유도된 폴리머 물질로 필수적으로 이루어진 호모폴리머, 코폴리머, 터폴리머 등으로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 폴리머를 포함한다. 특정의 바람직한 실시양태에서, 경화는 약 60 내지 약 350°C의 온도에서 실시된다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 당해 기술의 표준인 다층 거울 조립체의 개략적 도면이다.

도 2는, 본 발명에 따라, 차단 코팅을 함유하는 다층 거울 조립체의 일 실시양태의 개략적 도면이다.

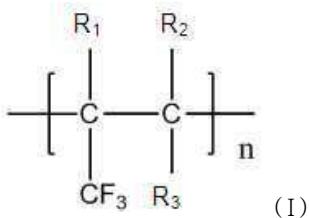
도 3은, 본 발명에 따라, 차단 코팅을 함유하는 다층 포물선 거울 조립체의 일 실시양태의 개략적 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 놀랍게도, 테트라플루오로프로펜 모노머 및/또는 펜타플루오로프로펜 모노머, 특히 2,3,3,3-테트라플루오로펜("HFO-1234yf")으로부터 형성된 실질적 부분 또는 세그먼트들을 함유하는 불소화된 폴리머, 바람직하게는 폴루오로폴리머가, 거울 조립체 내의 반사층을 위한 보호 층 또는 필름으로서, 바람직하게는 UV/습기 접착층뿐만 아니라 다층 도료층에 대한 대체제로서 그리고 이를 대신하여 유리하게 사용될 수 있음이 현재 비로소 밝혀졌다. 본 발명의 불소화된 폴리머는 또한 차단층으로서 상부 유리 표면에 얇은 코팅으로서 사용될 수 있다.

- [0020] 본원에 사용되는 바와 같이, 용어 "반사성 광학 구조체"는 전자기적 방사선, 특히 태양광을 재배향하는 (redirect) 임의의 거울-유사 조립체를 포함한다. 본 발명의 바람직한 양태들은, 본원에 기재된 바와 같은 폴리머, 바람직하게는 플루오로폴리머, 더욱더 바람직하게는 식(I)에 따라 형성된 폴리머를 포함하는 차단층을 함유하는 반사성 광학 구조체를 제공하되, 상기 반사성 광학 구조체는 하기 성능 시험 조건들 중 적어도 하나, 바람직하게는 이들 각각에 노출시킨 후 실질적으로 불변 수준의 광학 성능 및 탁월한 내구성을 입증한다: (1) 1,000시간 동안 85 상대습도에서의 85°C; (2) 표준 QUV 가속화 내후성 시험 조건(Accelerated Weathering testing condition)(예컨대, ASTM G154 및/또는 AATCC TM186); 및 (3) 1,000시간 동안 100% 상대습도에서의 45 °C. 바람직한 실시양태에서, 도포된 상태의 폴리머, 바람직하게는 플루오로폴리머는 약 110 내지 약 130°의 범위의 접촉각을 생성시킨다.
- [0021] 특정 실시양태에서, 반사성 광학 구조체는 다층 CSP 거울 조립체 내에 포함된다. 당해 분야의 전형적인 CSP 거울 조립체는 도 1에 개략적으로 제시되어 있다. 다중 층들은 전형적으로 기판(1), 반사층(1), 구리층(3), 적어도 2개의 납 도료층(4-5), UV/습기 차단 접착층(6), 접착층(7) 및 지지체(8)를 포함한다. 기판은 태양 에너지를 모으기 위한 제 1 측부 및 상기 제 1 측부에 대향하는 제 2 측부를 갖는다. 기판은 편평하거나, 또는 태양 방사선을 집중하고자 한다면 포물선으로 굴곡될 수 있다. 반사층은 기판의 제 2 측부의 백에 배치되며, 상기 기판을 통해 제 2 측부까지 투과하는 제 1 측부에 의해 모아진 태양 에너지를 반사시킨다. 납 도료층(4-5)은 전형적으로 제 1 도료층에 대해 2.5 내지 20%의 납 함량 및 제 2 도료층에 대해 1 내지 10%의 납 함량을 갖는다. 종합하면, 납 도료층(4-5) 및 UV/습기 차단 접착층(6)은 UV 방사선, 가스 및 습기로부터 반사층(2) 및 구리층(3)을 차폐하도록 디자인된다.
- [0022] 도 2에 제시된 바와 같이, 출원인은, 놀랍게도, 이러한 광학 구조체의 반사층들이, 바람직한 실시양태에서는 본 발명의 플루오로폴리머의 단일한 일체화 층 또는 코팅인 차단 코팅(5)을 포함하는, 더욱더 바람직하게는 이로 필수적으로 이루어진 차단층, 예컨대 코팅 또는 필름에 의해 보호될 수 있음을 밝혀냈다. 본 발명에 따른 이러한 구조체는 실질적으로 경제적이고 환경적인 장점들을 제공한다. 예를 들면, 납 내의 잠재적 납 오염물의 제거는 CSP 거울 조립체에 의해 초래된 환경적 충격을 개선시킨다.
- [0023] 차단 코팅은 또한 가스 및/또는 물을 포함하는 환경적 요인들에 노출됨으로써 초래된 분해로부터 반사성 광학 구조체 또는 거울 조립체를 보호한다. 산소 및 오존과 같은 대기 가스는 금속층, 특히 은 반사층을 부식시킨다. 또한, 환경에서 발견되는 가스 오염물, 예컨대 황 산화물 및 질소 산화물은 부식을 초래할 수 있다. 또한, 습기는 부식의 진행을 촉진시킨다. 그러나, 본 발명에 따른 플루오로폴리머 차단 코팅은 이러한 환경적 요인들의 영향들로부터 상기 반사층을 효과적으로 보호할 수 있다.
- [0024] 도 2를 참고하면, 본 발명의 하나의 양태는, 기판(11), 반사층(12), 선택적으로는 구리 백층(13) 및 접착층(14), 차단 코팅층(15), 접착층(16) 및 지지체(17)을 포함하는 거울 조립체를 제공한다. 기판은 저철분 유리 기판 또는 차단 코팅된 저철분 유리 기판일 수 있으며, 약 1 내지 약 4mm의 두께를 가질 수 있다. 반사층은, 거울-처리된 표면을 제공하고 입사광을 반사시키고 바람직한 실시양태에서는 약 100마이크론 내지 약 5mm의 두께를 갖는 임의의 금속을 포함할 수 있다. 금속층을 위한 바람직한 금속은 은 및 알루미늄을 포함한다. 지지체는 유리, 세라믹, 스테인레스 스틸, 알루미늄, 또는 거울 조립체의 중량을 견딜 수 있는 다른 물질로 형성될 수 있다.
- [0025] 도 3은 반사성 광학 구조체가 포물선 형태인 바람직한 실시양태를 제시한다. 반사층(12)는 기판(11)의 백 상에 배치되고, 차단 코팅층(15)는 어떠한 습기 또는 부식성 가스가 반사층(12)과 접촉되지 않도록 반사층(12)을 감싼다.
- [0026] 특정 실시양태에서, 반사성 코팅은 하기 식(I)로 표시되는 적어도 하나의 폴리머를 포함하되, 상기 폴리머는 약 2,000 내지 약 200,000 달톤, 바람직하게는 약 10,000 내지 약 100,000 달톤, 더욱 바람직하게는 약 23,000 내

지 약 150,000 달톤의 분자량을 갖는다:



[0027]

(I)

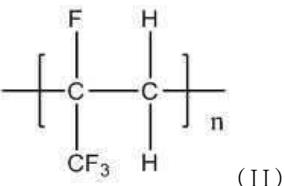
[0028] 상기 식에서,

[0029] n은 약 10 내지 약 2,500이고,

[0030] R₁, R₂ 및 R₃은 독립적으로 H 및 F로부터 선택된다.

[0031] 바람직한 차단 코팅은 당해 분야의 숙련자에 의해 공지된 임의의 방법들에 의해 형성될 수 있다. 바람직한 양태들에서, 형성 방법은 식 CF₃CR₁=CR₂R₃(여기서, R₁, R₂ 및 R₃은 독립적으로 H 또는 F임)의 플루오로카본 화합물을 개시제의 존재 하에서 적합한 반응 조건들에서 중합시키는 것을 포함한다. 폴리머를 형성시킨 후, 상기 폴리머를 침전시키기 위해 산이 첨가될 수 있다. 그 다음, 침전된 폴리머는 여과되고, 건조되고, 다른 용매와 합쳐져서 차단 코팅 용액을 형성시킬 수 있다. 그 다음, 바람직한 실시양태에서, 차단 코팅 용액은 기판 상에 배치된 반사층에 도포되고, 경화되어서 반사성 광학 구조체를 형성한다.

[0032] 상업적으로 임수 가능한 다양한 하이드로플루오로-올레핀("HFO")은 폴리머를 형성하기 위해 모노머(들)로서 사용될 수 있다. 적합한 HFO는 식 CF₃CR₁=CR₂R₃(여기서, R₁, R₂ 및 R₃은 각각 H 및 F로부터 선택됨)을 가질 수 있다. 적합한 HFO의 예로는 테트라플루오로프로펜 화합물 및 펜타플루오로프로펜 화합물이 포함된다. 특히 적합한 테트라플루오로프로펜 화합물로는 2,3,3,3-테트라플루오로프로펜("HFO-1234yf")가 있으며, 이는 하기 식(I)를 갖는 폴리머를 형성한다:



[0033]

(II)

[0034] 상기 식에서,

[0035] n은 10 내지 약 2,500이다.

[0036] 다른 적합한 테트라플루오로프로펜 화합물로는 HFO-1234zf 및 HFO-1234ze가 포함된다. 적합한 펜타플루오로프로펜 화합물로는 HFO-1225가 포함된다. 전술된 화합물들 중 임의 것의 거울상이성체들도 또한 적합할 수 있다.

[0037] 하나의 실시양태에서, 앞서 참조된 화합물들은 추가의 코모노머 화합물들과, 특히 추가의 할로겐화된 코모노머와 공중합될 수 있다. 불소화된 코모노머 화합물로는 플루오로올레핀, 불소화된 비닐 에테르 및 불소화된 디옥솔이 포함되지만 이게 제한되지 않는다. 코모노모로서 적합한 모노모로는 아크릴산 및 이의 에스테르, 메트아크릴산 및 이의 에스테르, 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 플루오로에틸렌(비닐 플루오라이드), 1,1-디플루오로에틸렌(비닐리덴 플루오라이드, 또는 비닐리텐 디플루오라이드), 1,2-디플루오로에틸렌, 트리플루오로에틸렌, 테트라플루오로에틸렌, 클로로트리플루오로에틸렌, 클로로에틸렌, 1,1-디클로로에틸렌, 1,2-디클로로에틸렌, 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌, 헥사플루오로프로필렌, 헥스플루오로이소부틸렌, 퍼플루오로부틸 에틸렌, 퍼플루오로(메틸 비닐 에테르), 퍼플루오로(에틸 비닐 에테르), 퍼플루오로(프로필 비닐 에테르), 퍼플루오로-2,2-디메틸-1,3-디옥솔 및 퍼플루오로-2-메틸렌-4-메틸-1,3-디옥솔란이 포함되지만 이에 제한되지 않는다. 특

정 실시양태에서, 바람직한 코모노머로는 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌, 플루오로에틸렌, 1,1-디플루오로에틸렌, 1,2-디플루오로에틸렌, 트리플루오로에틸렌, 테트라플루오로에틸렌, 클로로트리플루오로에틸렌, 클로로에틸렌, 1,1-디클로로에틸렌, 1,2-디클로로에틸렌, 트리클로로에틸렌 및/또는 테트라클로로에틸렌이 포함된다. 코모노머는 플루오로폴리머의 약 1 내지 약 90%, 바람직하게는 약 5 내지 약 75%, 더욱 바람직하게는 약 10 내지 50%로 포함될 수 있다.

[0038] 중합화는 하나 이상의 자유 라디칼 개시제의 존재 하에서 실시된다. 적합한 개시제로는 아조비스시아노아클릴레이트, 지방족 퍼에스테르, 예컨대 t-부틸 퍼코토에이트(t-butyl percoatoate) 및 t-아밀 퍼옥토에이트, 지방족 퍼옥사이드, 예컨대 t-부틸 퍼옥사이드, 지방족 하이드로퍼옥사이드, 예컨대, t-부틸 하이드로퍼옥사이드, 퍼설페이트, 예컨대 소듐 퍼설페이트, 포타슘 퍼설페이트, 암모늄 퍼설페이트 및 아이언 퍼설페이트, 및 전술된 것들의 조합이 포함된다. 퍼설페이트 개시제는 반응 용액 중에서 모노머의 총 중량에 기초하여 20중량% 미만, 더욱 특하는 12중량% 미만, 더욱더 특하는 1.0중량% 미만의 농도로 포함될 수 있다.

[0039] 폴리머와 개시제의 반응은 물, 완충액 및/또는 계면활성제를 포함하는 용액 중에서 실시될 수 있다. 적합한 완충액으로는 Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , FeSO_4 및 이들의 조합이 포함된다. 특히 적합한 완충액으로는, 소듐 포스페이트 이가(dibasic) 헵타하이드레이트, 소듐 포스페이트 일가(monobasic), 페러스(ferrous) 셀페이트 헵타하이드레이트 및 이들의 조합물이 포함된다. 적합한 계면활성제로는 플루오로계면활성제(fluorosurfactant), 더욱 특하는 파불소화된 카복실산 계면활성제, 예컨대 $\text{C}_8\text{HF}_{15}\text{O}_2$ 및 $\text{C}_7\text{F}_{15}\text{CO}_2(\text{NH})_4$ 가 포함된다. 환원제, 예컨대 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, 및 추가의 용매/희석제가 또한 첨가될 수 있다.

[0040] 반응은, 예컨대 오토클레이브 또는 자켓-처리된 교반 탱크 반응기(jacketed stirred tank reactor) ("STR") 내에서 약 20 내지 약 85°C, 바람직하게는 약 40 내지 약 60°C의 온도에서 배치식 또는 반배치식으로 실시될 수 있다. 반응 시간은 약 30분 내지 약 48시간, 바람직하게는 약 10 내지 약 24시간일 수 있다. 생성된 폴리머는 약 2,000 내지 200,000 달톤, 바람직하게는 약 10,000 내지 약 100,000 달톤의 분자량을 가질 수 있다.

[0041] 하나의 실시양태에서, 중합화 반응이 실질적으로 종결된 후에, 마무리 단계로서 미량의 퍼옥사이드가 첨가될 수 있다. 이러한 마무리 단계는 미반응된 모노머와 보조제를 제거할 목적을 갖는다. 중합화를 완료한 후, 폴리머는 산을 첨가함으로써 에멀젼으로부터 침전된다. 이어서, 상기 폴리머 침전물을 여과 및 건조된다.

[0042] 그 다음, 적합한 유기용매 중에 폴리머를 용해 또는 분산시킴으로써 차단 코팅 용액이 형성된다. 적합한 유기용매로는 일반적으로 예컨대 아세톤, 메틸 아세테이트, 에틸 아세테이트 및 다양한 케톤이 포함된다. 코팅 조성물을 형성하는 데 사용되는 용매의 양은, 도포 방법 및/또는 성능 요건에 따라, 고체 농도가 약 1 내지 약 25중량%, 바람직하게는 약 1 내지 약 10중량%, 더욱 바람직하게는 약 1 내지 약 5중량%가 되도록 변할 수 있다. 일부 실시양태에서, 코팅 농축물을 형성한 후, 목적하는 코팅 농도로 희석시키는 데 있어 제조상 장점들이 존재할 수 있다. 대안적 실시양태에서, 초기 혼합 단계 전 또는 그 도중에 희석시킬 수 있다.

[0043] 차단 코팅 용액은 스판-온(spin-on), 슬롯 다이, 분사, 딥, 롤러 및 다른 코팅 기술들을 포함하는 일반적으로 공지된 다양한 코팅 방법들에 의해 반사성 광학 구조체 상에 도포될 수 있다. 딥-코팅에 있어서, 약 10 내지 약 20중량%의 고체 농도가 적합할 수 있다. 다른 코팅 방법, 예컨대 스핀, 슬롯 다이 및 분사에 있어서, 약 1 내지 약 5중량%의 더욱 낮은 고체 농도가 적합할 수 있다. 본 발명의 실시양태는, 플루오로폴리머의 상대적으로 작은 폴리머 입자 크기로 인해 분사 도포에 특히 적합할 수 있다. 생성된 코팅 용액의 점도는 0.5 내지 500cP 초과, 바람직하게는 약 0.5 내지 약 10cP, 더욱 바람직하게는 약 0.75 내지 약 2.0cP로 변할 수 있다.

[0044] 차단 코팅 용액은 반사층의 표면의 적어도 일부에 도포된다. 그 다음, 차단 코팅 용액은 경화되어 반사층 상에

차단 코팅을 형성한다. 차단 코팅 용액은 약 60 내지 약 350°C, 바람직하게는 약 150 내지 약 325°C, 더욱 바람직하게는 약 200 내지 약 250°C인 저온 가열 경화 단계에 가해질 수 있다. 경화는 1분 내지 약 1시간, 바람직하게는 약 1분 내지 약 15분 동안 실시될 수 있다. 생성된 코팅은 특정 실시양태에 따르면 비단공성일 수 있다. 특정 실시양태에서, 차단 코팅 용액은 앞서 코팅된 반사층 상에 도포된다.

[0045] 반사성 광학 구조체 내의 차단 코팅의 두께는 약 1마이크론 내지 약 3mm, 바람직하게는 약 5 내지 약 1,000마이크론, 더욱 바람직하게는 약 10 내지 약 500마이크론, 더욱더 바람직하게는 약 50 내지 약 100마이크론이다. 적절한 두께를 달성하기 위해, 동일하거나 상이한 차단 코팅의 2개 이상의 층을 그 사이에 접착층을 사용하거나 또는 사용하지 않고서 백-백(back to back)으로 도포될 수 있다.

[0046] 차단 코팅은 또한 접착제를 포함할 수 있다. 반사성 광학 구조체 내의 부식을 방지하기 위해, 접착제, 특히 하나 이상의 금속을 함유하는 반사층과 직접 접촉하게 되는 접착제는 이를 금속에 대해 부식성이지 않아야 한다. 예를 들면, 접착제는 구리 및 은 모두를 부식시키는 할라이드 이온, 특히 클로라이드가 적어야 한다.

[0047] 특정 실시양태에서, 전술된 바와 같이 폴리머를 포함하는 예비성형된 시트 또는 필름은 접착제를 사용하여 반사성 코팅의 백에 아교-결합된다. 본 발명의 다른 실시양태에서는, 당해 분야의 숙련자에 의해 공지되어 있는 바와 같이, 표면에 플루오로폴리머를 도포하는 임의의 적합한 방법을 이용할 수 있다. 이 발명에 따른 차단 코팅은 다른 용도들에 사용될 수 있다. 또한, 본 발명의 범위 내에서는, 상기 차단 코팅은 다른 층들이 그 사이에 제공되는 경우에도 유기 기판 상에 배치될 수 있도록 거울 조립체 내에 다른 층들이 제공될 수 있다.

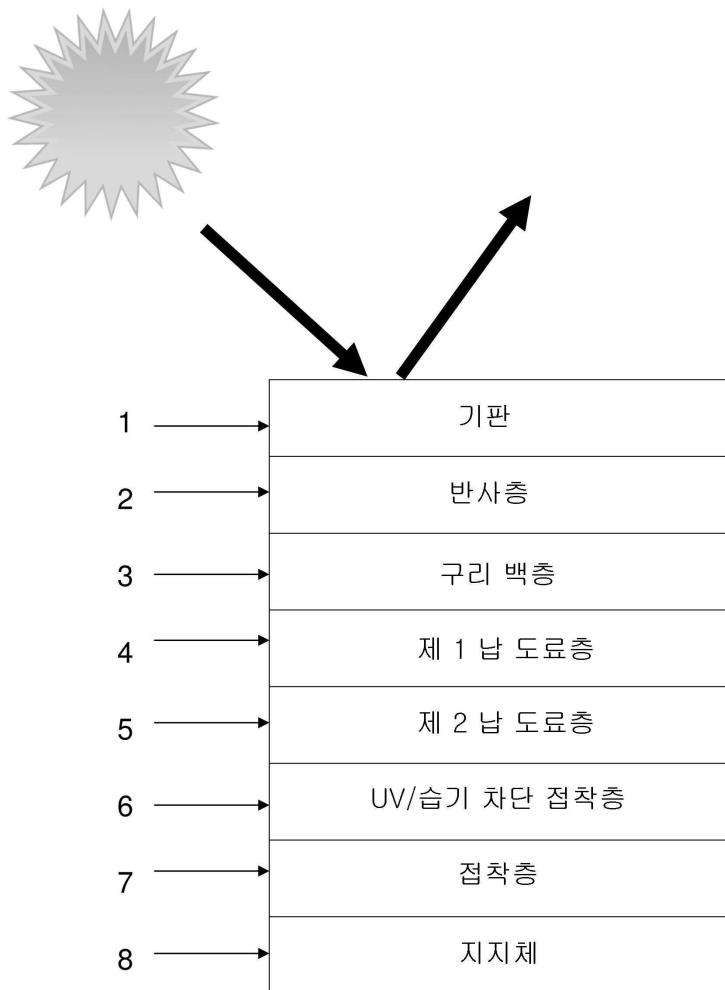
실시예

[0049] 하기 실시예는 본 발명을 예시하고자 하는 목적으로 제공되며, 그의 범위를 제한하는 것은 아니다.

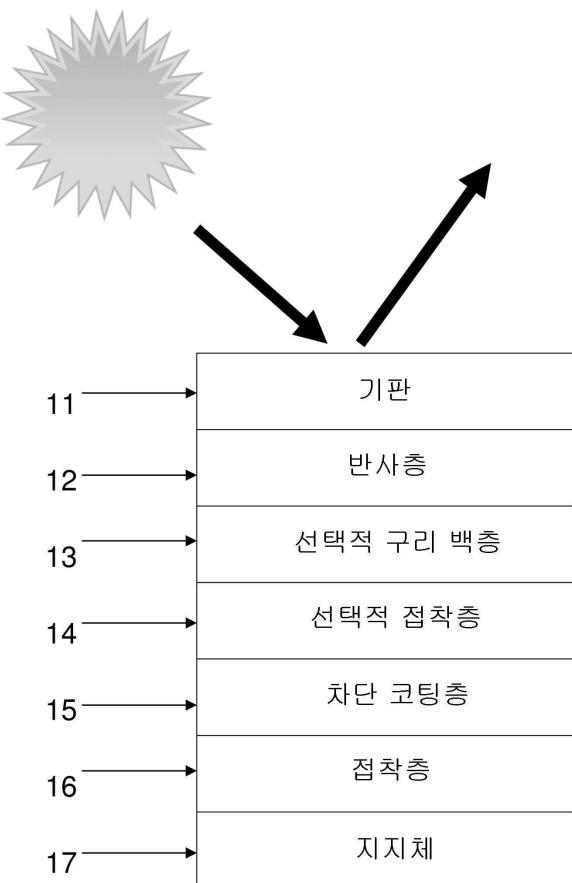
[0050] 2,3,3,3-테트라플루오로프로펜의 호모폴리머를 추가 접착제를 사용하거나 또는 사용하지 않고서 에틸 아세테이트 중에 용해시켜서, 약 1 내지 약 20중량%의 폴리머 농도를 갖는 다양한 코팅 조성물을 형성한다. 생성된 차단 코팅 용액은, 은 반사층 및 구리 백층 모두를 함유하거나 또는 은 반사층을 함유하는 유리 거울 조립체들의 금속층에 분사 코팅함으로써 도포되며, 생성된 거울 조립체들은 가열하여 경화시켰다. 이렇게 제조된 차단 코팅은 110 내지 130°의 물 접촉각을 나타내는 것으로 소수성이며, 이는 고도의 내습성을 나타낸다. 예시된 반사성 광학 구조체는 실질적으로 불변 수준의 광학 성능을 유지하는 것으로 밝혀지고, 3가지 상이한 시험 조건들에서 타월한 내구성을 입증한다: (1) 1,000시간 동안 85°C에서의 85% 상대습도("RH"); (2) 표준 QUV 가속화 내후성 시험 조건(예컨대, ASTM G154 및/또는 AATCC TM186); 및 (3) 1,000시간 동안 45°C에서의 100% RH.

도면

도면1



도면2



도면3

