



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102232103 A

(43) 申请公布日 2011. 11. 02

(21) 申请号 200980143520. 5

C08J 3/28 (2006. 01)

(22) 申请日 2009. 10. 29

(30) 优先权数据

61/109, 213 2008. 10. 29 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2011. 04. 29

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2009/062563 2009. 10. 29

(87) PCT申请的公布数据

W02010/056541 EN 2010. 05. 20

(71) 申请人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 刘军锐 克莱顿·A·乔治

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 张爽 樊卫民

(51) Int. Cl.

C09J 183/04 (2006. 01)

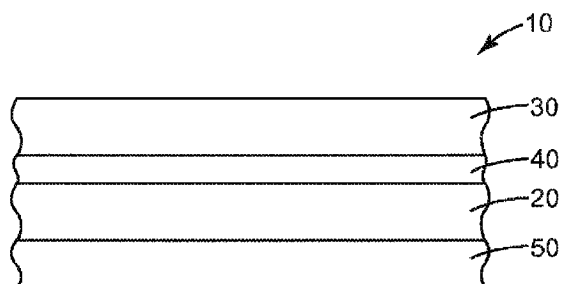
权利要求书 1 页 说明书 21 页 附图 1 页

(54) 发明名称

电子束固化的有机硅材料

(57) 摘要

描述了利用电子束固化来制备有机硅材料的方法。所述材料是在不存在有效量的催化剂和引发剂的情况下进行热熔融处理和固化的。可使用官能化和非官能化的有机硅材料。示例性的固化材料包括有机硅压敏粘合剂、有机硅泡沫和非粘性有机硅膜。



1. 一种制备交联的有机硅基材料的方法,该方法包括热熔融处理包含有机硅材料的组合物和使所述组合物经受电子束照射以形成所述交联的有机硅基材料。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中热熔融处理包括挤出。
3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述有机硅材料为非官能化的有机硅材料。
4. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述有机硅材料包括硅氧烷主链和至少一个官能团。
5. 根据权利要求4所述的方法,其中所有的官能团均为羟基。
6. 根据权利要求1至5中任一项所述的方法,其中所述交联的有机硅基材料为有机硅压敏粘合剂。
7. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述有机硅材料为聚硅氧烷。
8. 根据权利要求7所述的方法,其中所述聚硅氧烷为聚(二甲基硅氧烷)。
9. 根据权利要求7所述的方法,其中所述聚硅氧烷为芳族硅氧烷。
10. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述有机硅材料包括25°C下的动态粘度大于1,000,000mPa·sec的胶质。
11. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述组合物还包含MQ树脂增粘剂。
12. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述组合物还包含玻璃泡和聚合物微球中的至少一种。
13. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述有机硅材料包括25°C下的动态粘度不大于600,000mPa·sec的有机硅流体。
14. 根据前述任一项权利要求所述的方法,其中所述组合物基本上不含催化剂和引发剂。
15. 一种交联的有机硅基材料,其根据前述任一项权利要求制备。
16. 根据权利要求15所述的交联的有机硅基材料,其中所述交联的有机硅基材料为压敏粘合剂。
17. 一种粘合剂制品,其包括具有第一主表面的基底,以及粘附至所述基底的所述第一主表面的至少一部分的根据权利要求16所述的有机硅压敏粘合剂。
18. 根据权利要求17所述的粘合剂制品,其中所述基底包含泡沫。
19. 根据权利要求15或16所述的交联的有机硅基材料,其中所述交联材料为非粘性的。

电子束固化的有机硅材料

技术领域

[0001] 本发明涉及有机硅材料,包括有机硅压敏粘合剂、有机硅泡沫、和非粘性有机硅膜。更具体地讲,本发明描述了通过暴露于电子束照射而固化的有机硅材料。

背景技术

[0002] 压敏粘合剂 (PSA) 为重要类型的材料。一般来讲, PSA 通过轻压 (如指压) 粘附至基底并且通常不需要任何后固化 (如热或辐射) 来实现它们的最大粘合强度。可获得多种 PSA 化学物质,包括例如丙烯酸、橡胶、和有机硅体系。有机硅 PSA 提供下述有用的特性中的一个或多个:对低表面能 (LSE) 表面的粘合、具有短停留时间的快速粘合、宽泛的使用温度 (即,在高温极限和低温极限下的性能)、耐候性 (包括耐紫外线 (UV) 辐射、氧化和湿度)、对应力变化 (如施加应力的方式、频率和角度) 的降低敏感度、以及耐化学物质 (如溶剂和增塑剂) 和生物物质 (如霉菌和真菌)。

[0003] 一般来讲,已通过聚合物或胶质与增粘树脂之间的缩合反应来形成有机硅压敏粘合剂。聚合物或胶质通常为高分子量的硅烷醇封端的聚 (二有机基硅氧烷) 材料,如硅烷醇封端的聚 (二甲基硅氧烷) (“PDMS”) 或聚 (二甲基甲基苯基硅氧烷)。增粘树脂通常为由三甲基硅氧基封端的三维硅酸盐结构。除了聚合物或胶质的末端硅烷醇基团之外,增粘树脂也可包括剩余的硅烷醇官能团。

[0004] 这种体系依赖于高分子量的起始物质;因此,它们必须在溶剂中进行稀释以实现适于在室温下涂布的粘度。典型的可涂布溶液在溶剂 (如诸如甲苯或二甲苯之类的芳族溶剂) 中包含低于 60% 的固体重量。当使用常规的有机硅 PSA 时,可在涂布之前添加额外的溶剂以使得高于 50% 的挥发性有机化合物 (VOC) 含量为普遍的。

[0005] 多种方法已被研究用于有机硅 PSA 的低 VOC 递送。例如已探索了水基乳液体系和基于低粘度、高度官能化的有机硅聚合物 (如包括硅键合的氢、硅键合的乙烯基、硅键合的环氧基和硅键合的丙烯酸酯的聚合物) 的液态无溶剂体系。另外已尝试了依赖于硅键合的可水解官能团 (如烷氧基、乙酰氧基、或胍基团) 的热熔融、水分可固化的有机硅 PSA。

[0006] 尽管存在这些进展,但仍需要用于有机硅 PSA 的低 VOC 递送的更稳固的方法。另外需要这样一种低 VOC 递送方法,所述方法允许所使用的有机硅化学物质的较大差异性,因而能够实现较宽范围的最终使用性能特性。

[0007] 尽管某些有机硅 PSA 制剂在溶剂移除之后提供合格的性能,但一些体系受益于额外的交联。常规的有机硅 PSA 是通过使用特定类型的催化剂的热方法来固化的。例如已将铂催化剂与加成固化体系一起使用,已将过氧化物 (如过氧化苯甲酰) 与夺氢固化体系一起使用,并且已将锡催化剂与水分 / 冷凝固化体系一起使用。

[0008] 一般来讲,这些方法中的一些需要附接至硅氧烷主链的反应性官能团。例如加成固化、铂催化的体系通常依赖于硅键合的乙烯基官能团和硅键合的氢之间的硅氢化反应。通常,可能有利的是具有下述有机硅粘合剂体系,所述有机硅粘合剂体系可在无需使用催化剂的情况下固化,尤其是当热熔融涂布时或者在应避免过早固化的其他情况下。

发明内容

[0009] 简而言之,在一个方面,本发明提供了制备交联的有机硅基材料的方法。该方法包括热熔融处理包含有机硅材料的组合物并且使该组合物经受电子束照射以形成交联的有机硅基材料。组合物不含有有效量的催化剂和引发剂。在一些实施例中,热熔融处理包括挤出。

[0010] 在一些实施例中,有机硅材料为非官能化的有机硅材料。在一些实施例中,有机硅材料包括硅氧烷主链和至少一个官能团。在一些实施例中,所有的官能团均为羟基。

[0011] 在一些实施例中,交联的有机硅基材料为有机硅压敏粘合剂。在一些实施例中,交联的有机硅基材料为有机硅泡沫。在一些实施例中,交联的有机硅基材料为非粘性有机硅泡沫。

[0012] 在一些实施例中,有机硅材料为聚硅氧烷,例如聚(二烷基硅氧烷)或聚(二甲基硅氧烷)。在一些实施例中,聚硅氧烷为芳族硅氧烷。

[0013] 在一些实施例中,组合物还包含增粘剂,例如 MQ 树脂增粘剂。

[0014] 在另一方面,本发明提供了根据本发明的方法制备的交联的有机硅基材料。在一些实施例中,有机硅压敏粘合剂包括交联的有机硅弹性体,其中粘合剂基本上不含催化剂和引发剂。在一些实施例中,粘合剂还包含增粘剂,例如 MQ 树脂增粘剂。在一些实施例中,材料为泡沫。在一些实施例中,材料为非粘性膜。

[0015] 本公开的上述发明内容并不旨在描述本发明的每一个实施例。本发明的一个或多个实施例的细节还在以下描述中给出。本发明的其他特征、目标和优点从描述和权利要求中将显而易见。

附图说明

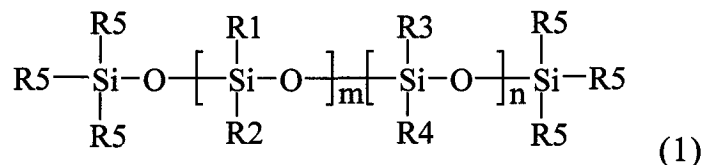
[0016] 图 1 示出了根据本发明的一些实施例的示例性泡沫芯条带。

[0017] 图 2 示出了根据本发明的一些实施例的示例性交联聚硅氧烷泡沫。

具体实施方式

[0018] 一般来讲,本发明的交联硅氧烷网络可由官能化的或非官能化的有机硅材料形成。一般来讲,有机硅材料可以为油、液体、胶质、弹性体、或树脂(如易碎的固体树脂)。在一些实施例中,非官能化的有机硅材料可以为通过示出硅氧烷主链以及脂族和/或芳族取代基的下述化学式所述的直链式材料:

[0019]



[0020] 其中 R1、R2、R3、和 R4 独立地选自烷基和芳基,各个 R5 为烷基并且 n 和 m 为整数,且 m 或 n 中的至少一个不为 0。在一些实施例中,烷基或芳基中的一个或多个可包含卤素取代基,例如氟。例如在一些实施例中,烷基中的一个或多个可以为 $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_4\text{F}_9$ 。

[0021] 在一些实施例中, R5 为甲基,即,非官能化的有机硅材料是由三甲基硅氧基封端

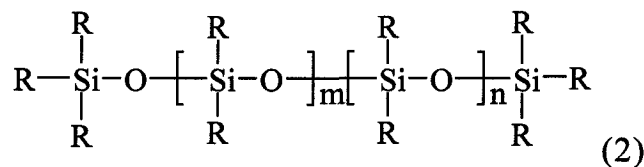
的。在一些实施例中，R1 和 R2 为烷基并且 n 为 0，即，材料为聚（二烷基硅氧烷）。在一些实施例中，烷基为甲基，即，聚（二甲基硅氧烷）（“PDMS”）。在一些实施例中，R1 为烷基，R2 为芳基，并且 n 为 0，即，材料为聚（烷基芳基硅氧烷）。在一些实施例中，R1 为甲基并且 R2 为苯基，即，材料为聚（甲基苯基硅氧烷）。在一些实施例中，R1 和 R2 为烷基并且 R3 和 R4 为芳基，即，材料为聚（二烷基二芳基硅氧烷）。在一些实施例中，R1 和 R2 为甲基，并且 R3 和 R4 为苯基，即，材料为聚（二甲基二苯基硅氧烷）。

[0022] 在一些实施例中，非官能化的有机硅材料可以为支链的。例如 R1、R2、R3、和 / 或 R4 基团中的一个或多个可以为具有烷基或芳基（包括卤代烷基或芳基）取代基和端部 R5 基团的直链或支链硅氧烷。

[0023] 如本文所用，“非官能化基团”为由碳、氢、以及在一些实施例中卤素（氟）原子组成的烷基或芳基。如本文所用，“非官能化的有机硅材料”为其中 R1、R2、R3、R4、和 R5 基团为非官能化基团的材料。

[0024] 一般来讲，官能化的有机硅体系包括附接至原料的硅氧烷主链的特定反应性基团（例如氢、羟基、乙烯基、烯丙基、或丙烯酸基团）。如本文所用，“官能化的有机硅材料”为其中化学式 2 的 R 基团中的至少一个为官能团的材料。

[0025]



[0026] 在一些实施例中，官能化的有机硅材料为其中 R 基团的至少 2 个为官能团的材料。一般来讲，化学式 2 中的 R 基团可进行独立地选择。在一些实施例中，存在的唯一官能团为羟基，例如硅烷醇封端的聚硅氧烷（例如硅烷醇封端的聚二甲基硅氧烷）。

[0027] 除了官能化的 R 基团之外，R 基团可以为非官能化基团，如烷基或芳基，包括卤代的（如氟化的）烷基和芳基。在一些实施例中，官能化的有机硅材料可以为支链的。例如 R 基团中的一个或多个可以为具有官能化和 / 或非官能化取代基的直链或支链硅氧烷。

[0028] 一般来讲，较低分子量、较低粘度的材料称为流体或油，而较高分子量、较高粘度的材料称为胶质；然而，这些术语之间不具有明显的区分。通常，术语“流体”和“油”是指 25°C 下的动态粘度不大于 1,000,000mPa·sec（如小于 600,000mPa·sec）的材料，而 25°C 下的动态粘度大于 1,000,000mPa·sec（如至少 10,000,000mPa·sec）的材料称为“胶质”。

[0029] 本发明的压敏粘合剂的制备方式可以为将有机硅材料（如有机硅胶质或弹性体）与适当的增粘树脂混合、热熔融涂布所得的组合、并且利用电子束（E-beam）照射来固化。一般来讲，也可包含可用于压敏粘合剂制剂中的任何已知的添加剂（如染料、颜料、填料、阻燃剂、流变改性剂、流平剂（flow agents）、表面活性剂、微球（如可膨胀微球）等等）。

[0030] 一般来讲，可使用任何已知的增粘树脂，例如在一些实施例中，可使用硅酸盐增粘树脂。在一些示例性粘合剂组合物中，可使用多种硅酸盐增粘树脂来得到所期望的性能。

[0031] 合适的硅酸盐增粘树脂包括由以下结构单元构成的树脂：M（即，单价 R' ₃SiO_{1/2} 单元）、D（即，二价 R' ₂SiO_{2/2} 单元）、T（即，三价 R' ₁SiO_{3/2} 单元）、和 Q（即，四价 SiO_{4/2} 单元）、以及它们的组合。典型的示例硅酸盐树脂包括 MQ 硅酸盐增粘树脂、MQD 硅酸盐增粘树脂、和 MQT 硅酸盐增粘树脂。这些硅酸盐增粘树脂的数均分子量通常在 100 至 50,000gm/

mole 的范围内 (如 500 至 15,000gm/mole), 并且一般来讲 R' 基团为甲基。

[0032] MQ 硅酸盐增粘树脂为共聚树脂, 其中各个 M 单元键合至 Q 单元, 并且各个 Q 单元键合至至少一个其它 Q 单元。Q 单元中的一些仅键合至其他 Q 单元。然而, 一些 Q 单元键合至羟基残基, 得到 $\text{HOSiO}_{3/2}$ 单元 (即, “T^{OH}” 单元), 从而构成硅酸盐增粘树脂中一些与硅键合的羟基的量。

[0033] 可将 MQ 树脂上与硅键合的羟基 (即, 硅烷醇) 的量降低至占所述硅酸盐增粘树脂的重量的不大于 1.5 重量%, 不大于 1.2 重量%, 不大于 1.0 重量%, 或不大于 0.8 重量%。这可通过 (例如) 使六甲基二硅氮烷与硅酸盐增粘树脂反应来实现。该反应可用 (例如) 三氟乙酸来催化。或者, 可以使三甲基氯硅烷或三甲硅基乙酰胺与硅酸盐增粘树脂反应, 在这种情况下无需催化剂。

[0034] MQD 有机硅增粘树脂为具有 M、Q、和 D 单元的三元共聚物。在一些实施例中, D 单元的甲基 R' 基团中的一些可被乙烯基 ($\text{CH}_2 = \text{CH}-$) 基团 (“D^{vi}” 单元) 替代。MQT 硅酸盐增粘树脂为具有 M、Q、和 T 单元的三元共聚物。

[0035] 合适的硅酸盐增粘树脂可从诸如 Dow Corning (如 DC 2-7066)、Momentive Performance Materials (如 SR545 和 SR1000) 之类的来源商购获得。

[0036] 有机硅材料、增粘树脂、和任何任选的添加剂可在热熔融涂布和固化之前通过多种已知方法中的任何一种来进行混合。例如在一些实施例中, 可使用常用的设备 (例如搅拌机、混合机、碾磨机、挤出机等等) 预混合各种组分。在一些实施例中, 热熔融涂布方法为挤出。在这种实施例中, 各种组分可通过挤出机的一个或多个独立端口以各种组合或单独地添加到一起、在挤出机内进行混合 (如熔融混合)、并且挤出以形成热熔融涂布的组合物。无论其形成方式如何, 热熔融涂布的组合物是通过暴露于电子束照射进行固化的。

[0037] 在一些实施例中, 本发明的方法和材料可用于泡沫化有机硅泡沫, 包括有机硅粘合剂泡沫。有机硅泡沫提供独特的特性, 包括: 弹性、宽泛的工作温度稳定性 (如 -50°C 至约 200°C)、惰性、和固有的阻燃性。一般来讲, 有机硅泡沫已在同时发生孔生长或膨胀 (即, 发泡过程) 和孔稳定化 (即, 交联过程) 的过程中制备。对于有机硅泡沫, 最常用的孔膨胀化学物质依赖于化学发泡剂 (如含偶氮化合物) 或者来自交联反应的浓缩气体副产物。

[0038] 相比之下, 通过使用本发明的电子束固化方法, 可独立地优化孔膨胀或发泡过程以及孔稳定化或交联过程。在一些实施例中, 这可导致对于孔结构具有改善的控制, 从而获得均匀分布的泡沫孔尺寸。电子束固化的有机硅泡沫可利用微球制备, 包括刚性的非聚合中空微球 (如玻璃泡) 和聚合物微球 (包括热膨胀性聚合物微球)。

[0039] 玻璃泡为本领域中已知的并且可商购获得和 / 或通过本领域中已知的技术制得。可使用的玻璃泡包括以商品名 “3M SCOTCHILITE GLASS BUBBLES” (如等级 K1、K15、S15、S22、K20、K25、S32、K37、S38HS、K46、A16/500、A20/1000、和 D32/4500) 得自 3M 公司的玻璃泡; 以商品名 “Q-CELL HOLLOW SPHERES” (如等级 30、6014、6019、6028、6036、6042、6048、5019、5023、和 5028) 得自 Potters Industries 的玻璃泡; 以及以商品名 “SIL-CELL” (如等级 SIL 35/34、SIL-32、SIL-42、和 SIL-43) 得自 Silbrico 公司的玻璃泡。这些玻璃泡通常具有 $0.1\text{g}/\text{cm}^3$ 至 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 范围内的平均密度和 5 至 250 微米范围内的平均泡粒度。

[0040] 聚合物微球为具有聚合物壳的中空球体。在一些实施例中, 可使用可膨胀的聚合物微球。这种可膨胀的微球包括聚合物壳和形式为气体、液体、或它们的组合 (如丙烷、

丁烷、戊烷、异丁烯、新戊烷、以及它们的组合)的芯材料。加热时,壳软化并且芯膨胀,导致壳膨胀而不会破裂。冷却时,壳重新硬化,并且可膨胀性微球仍然为膨胀的。示例性的热膨胀性聚合物微球具有含丙烯腈的壳和合适的芯材料。可用的可膨胀性微球包括以商品名“MICROPEARL”(如等级 F30、F80、和 F100)得自 Henkel 的微球和以商品名 EXPANCEL(如“Expancel 551”、“Expancel 461”、和“Expancel 091”)得自 Akzo-nobel 的微球。

[0041] 有机硅材料、微球、和任何任选的添加剂可在进行热熔融涂布和固化之前通过多种已知方法中的任何一种来进行混合。一般来讲,也可包含可用于泡沫中的任何已知的添加剂(如增粘剂、增塑剂、染料、颜料、填料、阻燃剂、流变改性剂、和表面活性剂)。例如在一些实施例中,可使用常用的设备(例如搅拌机、混合机、碾磨机、挤出机等等)预混合各种组分。在一些实施例中,热熔融涂布方法为挤出。在这种实施例中,各种组分可通过挤出机的一个或多个独立端口以各种组合或单独地添加到一起、在挤出机内进行混合(如熔融混合)、并且挤出以形成热熔融涂布的组合物。无论其形成方式如何,热熔融涂布的组合物是通过暴露于电子束照射进行固化的。

[0042] 用于电子束固化的各种工序为已知的。固化依赖于用来传递电子束的具体设备,并且本领域技术人员可以确定所用设备的剂量校正模型。

[0043] 市售的电子束发生设备为易得的。对于本文所述的实例,辐射处理是在型号 CB-300 的电子束发生装置(得自 Energy Sciences 公司(Wilmington, MA))上进行的。一般来讲,支承膜(如聚酯对苯二甲酸酯支承膜)贯穿惰性室。在一些实施例中,可将两侧均具有衬片(如氟硅氧烷隔离衬片)(“封闭面”)的未固化材料的样品附接至支承膜并且以约 6.1 米/分钟(20 英尺/分钟)的固定速度进行传送。在一些实施例中,可将未固化材料的样品施加至一个衬片上,且其相反的表面(“开放面”)不具有衬片。

[0044] 可将未固化材料从一侧通过隔离衬片暴露于电子束照射。对于制备层合粘合剂型条带的单层,单次穿过电子束管可以为足够了。诸如泡沫条带之类的较厚样品经由条带的横截面会显示出固化梯度,因此理想的是将未固化材料从两侧暴露于电子束照射。

[0045] 相比于用于固化有机硅材料的先前方法,本发明的方法不需要使用催化剂或引发剂。因此,本发明的方法可用于固化“基本上不含”任何催化剂或引发剂的组合物。如本文所用,如果组合物不包含“有效量”的催化剂或引发剂,则组合物“基本上不含催化剂和引发剂”。应当理解,催化剂或引发剂的“有效量”取决于多种因素,包括催化剂或引发剂的类型、可固化材料的组成、以及固化方法(如热固化、UV 固化等等)。在一些实施例中,如果相对于在相同固化条件下不含催化剂或引发剂的同一组合物的固化时间而言,特定催化剂或引发剂的量没有将组合物的固化时间减少至少 10%,则这些催化剂或引发剂不是以“有效量”存在的。

[0046] 实例

[0047] 下述实例示出了本发明人的令人吃惊的发现,即多种有机硅化学物质可利用电子束(E-Beam)照射进行固化以获得压敏粘合剂。尽管未使用常规固化所需的催化剂或引发剂,但这些电子束固化的粘合剂的性能可比得上利用常规方法固化的相同粘合剂。

[0048] 为了进行比较,对于有机硅化学物质中的每一个均制备三个样品。其中有有机硅未固化的参考例、其中有有机硅通过使用催化剂的适当常规方法进行固化的比较例、以及其中有有机硅在不存在催化剂和引发剂的情况下利用电子束照射进行固化的本发明的实例。根据

下述测试来测定样品的剥离粘合力 and 静态剪切力。

[0049] 剥离粘合力测试。利用 INSTRON 拉伸试验机 (INSTRON Tensile Tester) 来测定剥离粘合力。将粘合剂样品切成 1.27cm 的宽度和 11.4cm 的长度并且利用粘合剂的主表面中的一个层合至 0.127mm 厚和 1.6cm 宽的铝箔背衬上。然后利用 2kg (4.5 磅) 硬质橡胶辊总共通过四次来将所得条带施加至清洁板。在测试之前,将样品在室温 (22°C) 和 50% 的相对湿度下老化 20 分钟或 3 天。然后将板安装在 INSTRON 拉伸试验机中并且沿 90 度角以 30.5cm/分钟的速度撕开条带。将结果以磅 /0.5 英寸为单位进行测定,并且换算成 N/cm (即, 3.5N/cm = 1 磅 /0.5 英寸)。

[0050] 静态剪切力测试。剪切力测试。将测量为 2.54cm × 1.27cm 的条带样品层合至测量为 2.54cm × 5.08cm 的板上,使得条带的边缘与板的边缘共延。板交叠 1.27cm 盖住带,并且板的自由端在相反的方向上延伸。板的一端悬挂在设定于 70°C 的烘箱中的支架上,500 克重物悬挂于另一板末端的底部,从而使得条带样品处于剪切应力之下。监测底部板从悬挂板上剥离所用的时间,监测长达 10,000 分钟。失效时间以分钟记录。对于持续 10,000 分钟的样品,记录为“10,000+”数值。

[0051] 利用聚丙烯板和涂漆板进行剥离测试和剪切力测试。聚丙烯板得自 Standard Plaque 公司 (Melvindale, MI)。涂漆板标识为得自 ACT (Hilldale, MI) 的 APR46336。普遍接受的是,已利用典型的汽车油漆系统来制备涂漆板。将包括基底电涂层、着色底涂层、以及低表面能氨基甲酸酯交联的未着色的丙烯酸类透明涂层的汽车油漆系统施加至不锈钢板。利用“Accu-Dyne”溶液进行测定,所得测试表面具有 32 达因 / 厘米的表面能。

[0052] 泡沫密度测试工序。测定泡沫片材的厚度 L。利用刀切割器切割泡沫片材以形成具有 2.54cm × 2.54cm (1 英寸 × 1 英寸) 方形横截面的样品。以克为单位测定样品的重量。通过将样品的重量除以样品的体积来计算其密度,其中体积为样品厚度和其横截面积的乘积。

[0053] 在样品的制备中使用的材料概述于表 1 中。

[0054] 表 1 :材料概述

[0055]

材料	说明	来源
DC-7658	PDMS 胶质和树脂的分散体	Dow Corning
DC-2013	PDMS 胶质和树脂的分散体	Dow Corning
DC-7355	PDMS 胶质和树脂的分散体	Dow Corning
Q2-7735	PDMS 胶质和树脂的分散体	Dow Corning
DC-7678	反应性聚硅氧烷交联剂	Dow Corning
Syl-Off-4000	分散于 聚硅氧烷中的有机-铂络合物	Dow Corning
SID-3352-O	PDMS 中的 50% 的二氯过氧化苯甲酰	Gelest
PET-3SAC	涂底漆的聚酯膜	Mitsubishi Polyester Film

[0056] 系列 1 :DC-7658

[0057] 参考例 RE-1。利用间隙为 127 微米 (5 密耳) 的刮涂机将 DC-7658 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将经涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。

[0058] 比较例 CE-1。将 125 克 DC-7658 与 0.5 克 DC-7678 (交联剂) 和 0.5 克 Sy1-Off-4000 (催化剂) 在广口玻璃瓶中混合, 并且在室温下在辊式混合机上放置 4 小时。利用间隙为 127 微米的刮涂机将混合溶液涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将经涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。

[0059] 实例 1A、1B、和 1C。利用间隙为 127 微米的刮涂机将 DC-7658 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。然后使干燥样品穿过氧含量 < 50ppm 的电子束室, 所述电子束室具有 250keV 和各种剂量水平: 1 毫拉德 (EX-1A)、5 毫拉德 (EX-1B)、和 9 毫拉德 (EX-1C)。

[0060] 系列 2 :DC-7355

[0061] 参考例 RE-2。利用间隙为 127 微米的刮涂机将 DC-7355 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。

[0062] 比较例 CE-2。将 100 克 DC-7355 与 4 克催化剂 (SID-3352-0) 在广口玻璃瓶中混合, 随后将该广口玻璃瓶在室温下在辊式混合机上放置 4 小时。利用间隙为 127 微米的刮涂机将混合溶液涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 10 分钟, 并且随后在 150℃ 下固化另一个 15 分钟。

[0063] 实例 2A、2B、和 2C。利用间隙为 127 微米的刮涂机将 DC-7355 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。使干燥样品穿过氧含量 < 50ppm 的电子束室, 所述电子束室具有 250keV 和各种剂量水平: 1 毫拉德 (EX-2A)、5 毫拉德 (EX-2B)、和 9 毫拉德 (EX-2C)。

[0064] 系列 3 :Q2-7735

[0065] 参考例 RE-3。利用间隙为 127 微米的刮涂机将 Q2-7735 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。

[0066] 比较例 CE-3。将 100 克 Q2-7735 与 4 克 SID-3352-0 (催化剂) 在广口玻璃瓶中混合, 随后将该广口玻璃瓶在室温下在辊式混合机上放置 4 小时。利用间隙为 127 微米的刮涂机将混合溶液涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 10 分钟, 并且随后在 150℃ 下固化另一个 15 分钟。

[0067] 实例 3A、3B、和 3C。利用间隙为 127 微米的刮涂机将 Q2-7735 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中干燥 15 分钟。使干燥样品穿过氧含量 < 50ppm 的电子束室, 所述电子束室具有 250keV 和各种剂量水平: 1 毫拉德 (EX-3A)、5 毫拉德 (EX-3B)、和 9 毫拉德 (EX-3C)。

[0068] 系列 4 :DC-2013

[0069] 参考例 RE-4。利用间隙为 51 微米 (2 密耳) 的刮涂机将 DC-2013 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。

[0070] 比较例 CE-4。将 50 克 DC-2013、0.3 克 DC-7678 (交联剂) 和 0.3 克 DC-4000 (催化剂) 在广口玻璃瓶中混合, 随后将该广口玻璃瓶在室温下在辊式混合机上放置 4 小时。利用间隙为 51 微米的刮涂机将混合溶液涂布至 PET-3SAC 膜上。随即将涂布的样品在 70℃ 的烘箱中固化 15 分钟。

[0071] 实例 4A、4B、和 4C。利用间隙为 51 微米的刮涂机将 DC-2013 按原样涂布至 PET-3SAC 膜上。使涂布的样品穿过氧含量 < 50ppm 的电子束室,所述电子束室具有 250keV 和各种剂量水平:1 毫拉德 (EX-4A)、5 毫拉德 (EX-4B)、和 9 毫拉德 (EX-4C)。

[0072] 示例性电子束粘合剂与参考例和比较例相比的剥离粘合力 and 静态剪切力特性概述于表 2 中。

[0073] 表 2:粘合剂样品的特性

[0074]

体系	实例	固化	涂漆板			聚丙烯板		
			剥离力 (20 分钟)	剥离力 (72 小时)	70°C 剪切力	剥离力 (20 分钟)	剥离力 (72 小时)	70°C 剪切力
DC-7658	RE-1	无	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-1	热	4.1	4.5	10000	1.2	1.3	10000
	1A	1 毫拉德	1.5	1.9	6	0.6	1.5	7
	1B	5 毫拉德	3.7	4.8	10000	2.2	2.5	145
	1C	9 毫拉德	3.7	3.9	10000	2.3	2.8	267
DC-7355	RE-2	无	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-2	热	3.0	3.6	10000	3.0	3.6	10000
	2A	1 毫拉德	4.1	3.6	447	2.2	2.7	3362
	2b	5 毫拉德	3.3	3.3	10000	1.7	2.0	10000
	2C	9 毫拉德	4.3	3.5	10000	2.1	1.8	10000
Q2-7735	RE-3	无	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-3	热	3.4	3.6	6656	3.4	3.6	2752
	3A	1 毫拉德	4.4	4.2	3422	2.8	3.7	640
	3B	5 毫拉德	4.3	4.1	10000	2.6	3.2	7668
	3C	9 毫拉德	4.4	4.6	10000	2.5	2.9	10000
DC-2013	RE-4	无	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-4	热	3.0	3.6	10000	2.4	3.1	10000
	4A	1 毫拉德	0.6	0.8	0	0.5	0.5	0
	4B	5 毫拉德	0.7	0.8	0	0.6	0.6	0
	4c	9 毫拉德	1.2	1.3	0	1.1	1.1	0

[0075] 在一些实施例中,本发明的有机硅 PSA 可用作泡沫芯条带的皮肤粘合剂层。示例性的泡沫芯条带示于图 1 中。条带 10 包括泡沫芯 20 和有机硅 PSA 层 30。任选的底漆层 40 夹在 PSA 层和泡沫芯之间。在一些实施例中,可将第二粘合剂层 50 粘附至泡沫芯 20 的相对表面。此外,在一些实施例中,底漆层可用于辅助粘合剂层粘合至泡沫芯,或者如图 1

所示, 粘合剂层 50 可直接粘合至泡沫芯 20。

[0076] 示例性的泡沫芯包括丙烯酸酯、有机硅、聚烯烃、聚氨酯、和橡胶（如嵌段共聚物）中的一种或多种。这些材料可通过任何已知的技术进行发泡, 例如添加球体（如玻璃和聚合物微球）、起泡、使用化学发泡剂等等。在一些实施例中, 泡沫芯（如有机硅泡沫芯）可单独地、或者在与有机硅 PSA 相同的步骤中进行电子束固化。

[0077] 除了泡沫芯条带之外, 本发明的有机硅 PSA 中的一些可用作具有或不具有内部支承体的游离膜, 例如稀松布。有机硅 PSA 也可用作其他的单面涂布或双面涂布条带构造的一部分, 即, 直接或间接粘合至支承层, 例如纸张、聚合物膜（例如诸如聚四氟乙烯或氨基甲酸酯聚合物之类的氟化聚合物）、或金属箔。

[0078] 具有有机硅皮肤粘合剂的泡沫芯条带是利用多种市售的商品名标识在表 3 中的有机硅压敏粘合剂材料制备的。

[0079] 表 3: 有机硅粘合剂体系

[0080]

商品名	说明	溶剂	固体
SILGRIP® PSA518	硅烷醇官能化的 苯基聚硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	56%
SILGRIP® PSA529	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	55%
SILGRIP® PSA590	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	60%

[0081]

商品名	说明	溶剂	固体
SILGRIP® PSA595	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55%
SILGRIP® PSA610	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	60%
SILGRIP® PSA6573A	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	60%
SILGRIP® PSA6574	硅烷醇官能化的 苯基聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	55%
SILGRIP® PSA910	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	60%
SILGRIP® PSA915	硅烷醇官能化的 聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	60%
SILGRIP® PSA950	硅烷醇官能化的 苯基聚硅氧烷胶质和树脂	甲苯	55%
SILGRIP® SCA1000	硅烷醇官能化的 苯基聚硅氧烷胶质和树脂	己烷	40%
Dow Corning® 2013	乙烯基和氢化物官能化的 二甲基甲基氢硅氧烷	--	100%
Dow Corning® Q2-7406	乙烯基和氢化物官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55-58%
Dow Corning® Q2-7735	非官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55-58%
Dow Corning® DC-7658	乙烯基和氢化物官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55-58%
Dow Corning® DC-280A	硅烷醇官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55-57%
Dow Corning® DC-282	硅烷醇官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯	55-57%
Dow Corning® DC-7355	非官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯 / 甲苯	55-58%
Dow Corning® DC-7358	非官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯 / 甲苯	55-58%

[0082]

商品名	说明	溶剂	固体
Dow Corning® Q2-7566	非官能化的 聚二甲基硅氧烷胶质和树脂	二甲苯 / 甲苯	55-58%

[0083] 将有机硅材料刮刀涂布到涂底漆的聚酯膜上并且在 70°C 下干燥 15 分钟以实现 50 微米 (2 密耳) 的干燥厚度。将所得条带在 300keV 的加速电压和 6 毫拉德的剂量下进行电子束照射。电子束单元为宽带帘型电子束处理器 (PCT Engineered Systems, LLC, Davenport, IA)。根据剥离力测试 (表 4a) 和剪切力测试 (表 4b) 来测试非交联的样品和电子束交联的样品。

[0084] 表 4a: 非交联的和电子束交联的有机硅粘合剂的剥离粘合力

[0085]

样品	剥离力(N/cm) 非交联的				剥离力(N/cm) 电子束@6 毫拉德			
	涂漆板		聚丙烯板		涂漆板		聚丙烯板	
	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时
PSA518	7.1	7.7	4.8	4.3	4.3	4.0	3.0	不适用
PSA529	6.5	7.0	3.7	4.2	5.3	5.5	3.3	3.2
PSA590	5.9	6.4	3.6	4.9	5.1	4.6	4.0	3.8
PSA595	4.5	4.9	4.3	4.3	5.5	5.3	3.5	3.7
PSA610	8.9	9.8	5.0	8.4	4.5	4.3	3.0	4.0
PSA6573A	0.2	0.6	0.1	0.1	4.7	3.0	0.7	0.2
PSA6574	6.0	6.2	4.4	4.5	4.6	4.4	3.3	2.5
PSA910	4.4	5.1	4.1	4.9	4.4	4.6	2.8	3.2
PSA915	5.6	6.1	4.8	5.9	5.4	5.2	3.3	3.7
PSA950	5.5	6.4	5.1	5.8	4.3	4.3	3.0	3.0
SCA1000	3.3	4.2	2.5	3.0	2.8	3.3	2.2	2.3
DC-2013	1.0	1.3	0.7	1.1	1.1	1.4	1.3	1.3
Q2-7406	4.8	5.3	3.0	4.7	3.6	3.6	2.7	2.8
Q2-7735	4.7	5.0	3.0	4.1	4.0	3.9	2.1	2.4
DC-7658	1.3	2.1	0.5	1.6	4.0	6.4	2.9	4.0
DC-280A	4.4	5.0	3.3	3.9	3.8	3.8	2.6	2.5

[0086]

样品	剥离力(N/cm) 非交联的				剥离力(N/cm) 电子束@6 毫拉德			
	涂漆板		聚丙烯板		涂漆板		聚丙烯板	
	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时
DC-282	5.2	5.3	3.5	4.3	3.4	3.8	2.3	2.5
DC-7355	4.9	5.2	3.3	4.5	3.5	3.7	2.3	3.0
DC-7358	5.3	5.6	3.0	4.3	4.0	4.3	2.8	3.0
Q2-7566	5.9	6.4	3.3	5.0	3.7	3.7	2.0	2.2

[0087] 表 4b :非交联的和电子束交联的有机硅粘合剂的剪切粘合力

样品	70°C下的剪切力(分钟) 非交联的		70°C下的剪切力(分钟) 电子束@6 毫拉德	
	涂漆板	聚丙烯板	涂漆板	聚丙烯板
PSA518	3	4	10,000+	62
PSA529	18	21	7436	1374
PSA590	7	10	10,000+	898
PSA595	8	11	10,000+	899
PSA610	6	9	10,000+	10,000+
PSA6573A	146	111	10,000+	10,000+
PSA6574	5	8	6879	138
PSA910	3	7	10,000+	723
PSA915	5	7	7700	608
PSA950	1	2	211	51
SCA1000	3	8	329	355
DC-2013	1	2	2	5
Q2-7406	25	25	10,000+	7243
Q2-7735	62	74	10,000+	10,000+
DC-7658	14	15	10,000+	198
DC-280A	13	13	10,000+	10,000+
DC-282	41	15	10,000+	10,000+
DC-7355	21	22	10,000+	10,000+
DC-7358	7	7	6876	732
Q2-7566	12	10	10,000+	10,000+

[0088] [0089] 这些相同的材料随后用于形成泡沫芯条带。首先将有机硅材料刮刀涂布到氟代有

机硅衬片上并且在70℃下干燥15分钟以实现50微米(2密耳)的干燥厚度。然后将干燥有机硅PSA利用ADHESION PROMOTER 4298UV(含有环己烷、二甲苯、乙醇、乙基苯、乙酸乙酯、丙烯酸类聚合物、氯化聚烯烃和异丙醇的液态底漆;得自3M公司(St. Paul, MN))涂布并且层合至ACRYLIC FOAM TAPE 5344(具有中间密度的丙烯酸泡沫芯和在泡沫芯的每个侧面上的丙烯酸粘合剂的条带;得自3M)。当通过氟代有机硅衬片支承时,将这些层合物在300keV的加速电压以及6和10毫拉德的剂量下进行电子束照射。电子束单元为宽带帘型电子束处理器(PCT Engineered Systems, LLC, Davenport, IA)。根据剥离力测试和剪切力测试来进一步地测试电子束交联的样品。结果概述于表5a和5b中。未观察到粘合失效。

[0090] 表5a:具有电子束固化的有机硅粘合剂皮肤的泡沫芯条带的剥离力

[0091]

样品	剥离力(N/cm) 电子束@6毫拉德				剥离力(N/cm) 电子束@10毫拉德			
	涂漆板		聚丙烯板		涂漆板		聚丙烯板	
	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时
PSA518	20.7	20.2	14.8	16.7	19.4	12.2	11.1	6.8
PSA529	42.2	33.9	17.9	24.5	39.7	32.8	17.7	12.9
PSA590	23.3	22.1	12.8	14.6	22.8	24.5	11.9	11.4
PSA595	15.8	23.1	14.8	17.6	20.0	27.0	9.8	13.5
PSA610	27.1	22.3	16.8	13.1	32.9	34.2	14.9	23.6
PSA6573A	36.2	37.1	3.7	12.6	36.0	36.6	6.4	21.2
PSA6574	16.8	21.5	16.4	15.5	42.9	27.4	18.5	16.8
PSA910	15.6	17.4	13.5	9.7	19.5	21.4	10.9	15.8
PSA915	19.4	20.8	18.2	16.0	21.6	18.1	17.1	9.8
PSA950	10.4	17.2	11.1	6.4	20.9	15.1	13.0	7.0
SCA1000	11.7	17.9	11.7	13.4	17.0	25.8	12.4	16.1
DC-2013	24.0	17.0	11.1	8.0	23.4	16.0	11.1	6.9

[0092]

样品	剥离力(N/cm) 电子束@6 毫拉德				剥离力(N/cm) 电子束@10 毫拉德			
	涂漆板		聚丙烯板		涂漆板		聚丙烯板	
	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时	20 min	72 小时
Q2-7406	15.6	25.6	11.5	11.1	27.8	23.9	10.0	16.8
Q2-7735	31.1	31.1	15.7	19.0	14.9	27.6	10.7	15.3
DC-7658	39.4	33.8	19.5	16.1	36.4	37.1	16.7	18.1
DC-280A	25.9	12.0	15.5	7.9	21.9	23.5	13.0	9.6
DC-282	27.6	22.6	14.8	8.0	23.5	26.4	13.9	13.2
DC-7355	20.0	22.3	12.5	9.9	21.4	15.6	12.8	10.3
DC-7358	16.5	19.0	9.8	8.6	15.5	16.2	10.5	6.8
Q2-7566	7.5	11.2	10.4	5.9	14.0	11.3	3.6	9.7

[0093] 表 5b :具有电子束固化的有机硅粘合剂皮肤的泡沫芯条带的剪切力

[0094]

样品	70℃下的剪切力(分钟) 电子束@6 毫拉德		70℃下的剪切力(分钟) 电子束@10 毫拉德	
	涂漆板	聚丙烯板	涂漆板	聚丙烯板
PSA518	1972	73	1581	35
PSA529	652	524	725	748
PSA590	358	200	183	107
PSA595	4352	365	3563	391
PSA610	1276	232	274	52
PSA6573A	10000+	2998	10000+	3914
PSA6574	433	144	558	60
PSA910	2240	98	1441	103
PSA915	308	85	771	173
PSA950	357	47	534	78
SCA1000	1360	576	10000+	12
DC-2013	10000+	740	10000+	161
Q2-7406	2849	328	10000+	107
Q2-7735	336	153	390	182
DC-7658	596	166	10000+	642
DC-280A	1288	490	1156	362

[0095]

样品	70℃下的剪切力(分钟) 电子束@6 毫拉德		70℃下的剪切力(分钟) 电子束@10 毫拉德	
	涂漆板	聚丙烯板	涂漆板	聚丙烯板
DC-282	368	953	398	168
DC-7355	3089	219	1309	189
DC-7358	455	28	1251	192
Q2-7566	599	49	7183	21

[0096] 热熔融涂布的样品

[0097] 实例 HM-1。将一千克 PSA590 (按得自 Momentive Performance Materials 的原样使用) 在 66℃ (150 °F) 的铝托盘中干燥一周。将干燥后的粘合剂进料到双螺杆挤出机 (得自 Berstorff) 中并且利用旋转棒式模具涂布机以 50 微米 (2 密耳) 的干燥厚度涂布到经氟代有机硅涂布的 PET 衬片 (得自 Loparex 的 2 CL PET 5100/5100) 上。将涂布的样品在 300keV 和 6 毫拉德下进行进一步地电子束照射。

[0098] 实例 HM-1F。通过将实例 HM-1 中的固化粘合剂层合至已利用 ADHESION PROMOTER

4298UV(得自 3M 公司)涂底漆的 5666 泡沫条带(得自 3M 公司)的表面来制备泡沫芯条带。

[0099] 通过将 EL POLYMER NA(得自 Wacker)和 TMS-803(得自 Wacker)在 120°C (250 °F)下在 Brabender 中混合 60 分钟来制备实例 HM-2 至 HM-7。将混合物在涂底漆的 PET 膜和经氟代有机硅涂布的 PET 衬片(得自 Loparex 的 2CL PET 5100/5100)之间热压成 50 微米(2 密耳)厚的未固化粘合剂层。随后利用电子束(300keV 和 6 毫拉德)照射粘合剂层。

[0100] 通过将实例 HM-2 至 HM-7 中的未固化粘合剂层层合至已利用 ADHESION PROMOTER 4298UV(得自 3M 公司)涂底漆的 5666 泡沫条带(得自 3M 公司)的表面来制备实例 HM-2F 至 HM-7F。然后将所得结构暴露于电子束照射(300keV 和 6 毫拉德)。

[0101] 表 6 :HM-2 至 HM-7 的组成

实例	EL Polymer NA (g)	TMS-803 (g)
HM-2	19	31
HM-3	20	30
HM-4	21	29
HM-5	23	27
HM-6	24	26
HM-7	25	25

[0103] 测定热熔融涂布样品的剥离力和剪切力。结果概述于表 7 中。

[0104] 表 7 :实例 HM-1 至 HM-7 以及 HM-1F 至 HM-7F 的剥离力和剪切力特性

[0105]

实例	电子束	剥离力(N/cm)		剪切力(分钟)	
	(毫拉德)	在 MAC 上	在 TPO 上	在 MAC 上	在 TPO 上
HM-1	6	7.1	4.4	4585	431
HM-1F	6	20.1	11.3	643	76
HM-2	6	11.3	8.3	6490	393
	9	9.4	9.1	10000	316
	12	8.6	8.3	10000	385
	15	8.4	8.1	10000	1549
HM-2F	6	34.4	26.2	1851	810
	9	34.0	26.6	1398	500
	12	28.7	23.5	10000	938
	15	31.2	23.2	8049	1342
HM-3	6	8.4	8.1	2135	812
	9	8.2	7.8	10000	424
	12	7.4	7.4	10000	956
	15	7.2	7.0	10000	294
HM-3F	6	29.9	28.4	551	431
	9	31.6	25.8	7459	848
	12	28.1	24.8	10000	561

[0106]

实例	电子束	剥离力(N/cm)		剪切力(分钟)	
	(毫拉德)	在 MAC 上	在 TPO 上	在 MAC 上	在 TPO 上
	15	31.5	24.1	7666	435
HM-4	6	7.0	6.9	10000	278
	9	6.8	7.1	10000	575
	12	6.7	6.4	10000	1278
	15	6.3	6.1	10000	879
HM-4F	6	25.1	21.0	1181	292
	9	32.8	23.6	2925	1261
	12	22.9	20.3	10000	284
	15	26.6	23.2	10000	175
HM-5	6	4.7	4.5	10000	416
	9	4.3	4.4	10000	2891
	12	4.1	3.7	10000	5966
	15	3.7	3.4	10000	10000
HM-5F	6	14.9	10.1	577	97
	9	14.0	11.5	939	42
	12	15.1	10.5	874	57
	15	16.5	11.1	1398	26
HM-6	6	5.5	5.0	10000	386
	9	4.8	4.6	10000	977
	12	4.5	4.2	10000	10000
	15	4.2	3.7	10000	3913
HM-6F	6	14.9	11.3	661	148
	9	18.3	13.4	1050	141
	12	16.9	11.8	34	2
	15	16.8	11.7	38	26
HM-7	6	4.6	4.3	10000	475
	9	4.0	3.9	10000	906
	12	3.4	3.3	10000	4349
	15	3.1	3.0	10000	5593
HM-7F	6	12.6	11.0	435	195
	9	15.4	11.1	343	63
	12	13.7	9.9	580	12
	15	11.9	10.0	1518	10

[0107] 实例 HM-8。将 3800 克 EL Polymer NA(得自 Wacker) 和 6200 克 TMS-803(得自 Wacker) 进料到 260℃ (500 ℉) 下的双螺杆挤出机 (得自 Berstorff) 中, 并且利用旋转棒式模具涂布机以 50 微米 (2 密耳) 的干燥厚度涂布到 EX4011 泡沫条带 (得自 3M 公司)。

将泡沫条带中经粘合剂涂布的一侧覆盖经氟代有机硅涂布的 PET 衬片（得自 Loparex 的 2 CL PET 5100/5100），并且在 300keV 和 6 或 12 毫拉德下进行电子束照射。

[0108] 实例 HM-9。根据实例 HM-8 的工序来制备实例 HM-9，不同的是使用 3400 克 EL Polymer NA 和 6600 克 TMS-803。

[0109] 测定实例 HM-8 和 HM-9 在两种基底上的剥离粘合力。在停留 20 分钟后以及停留 48 小时后测定剥离力。

[0110] 表 8：实例 HM-8 和 HM-9 的剥离力结果

实例	电子束 (毫拉德)	在 MAC 上的剥离力		在 TPO 上的剥离力	
		20 分钟	48 小时	20 分钟	48 小时
HM-8	6	39.6	48.6	21.4	37.0
	12	26.7	39.0	19.8	25.4
HM-9	6	42.2	44.8	13.9	19.9
	12	29.4	44.2	9.1	24.7

[0112] 泡沫实例

[0113] 用于制备电子束固化的有机硅泡沫的材料概述于表 9 中。

[0114] 表 9：用于制备实例 F-1 至实例 F-19 的材料

[0115]

材料	说明	来源
EL-P-A	EL POLYMER NA	Wacker Chemie,AG
TMS-803	MQ 增粘剂	Wacker Chemie,AG
OHX-4040	硅烷醇封端的 PDMS (XIAMETER OHX-4040)	Dow Corning
K-15	玻璃泡	3M 公司
K-37	玻璃泡	3M 公司
F100	可膨胀性微球 (MICROPEARL F100)	Henkel
R972V	二氧化硅粒子 (AEROSIL R972V)	Cabot

[0116]

[0117] 通过在 93°C (200 °F) 和 16RPM 下的 Brabender 中混合 20 克 EL POLYMER NA、3 克 TMS803 和 2 克 F100 可膨胀性微球来制备实例 F-1。随后利用 204°C (400 °F) 下的热压机 (Carver Laboratory Press) 来铺展混合物。所得的 1.65mm (65 密耳) 厚的泡沫片材为乳白色的或自粘性的。然后将该泡沫片材在 300keV 和 6 毫拉德下从两侧进行电子束照射。由此制备的固化的、自粘性有机硅泡沫具有 9.75 克 / 立方英寸的密度。

[0118] 根据表 10A 和 10B 中提供的制剂来制备泡沫实例 F-2 至 F-19。利用快速混合机 (DAC 600FVZ) 将组分在 2350RPM 下混合 5 分钟。随后利用 204°C (400 °F) 下的热压机 (Carver Laboratory Press) 来挤压混合物。所得的 1.5mm (60 密耳) 厚的泡沫片材为乳白色的。然后将这些泡沫片材在 300keV 和 15 毫拉德下从两侧进行电子束照射。对于使用玻璃泡的样品而言, 所得泡沫的密度概述于表 10A 中。

[0119] 表 10A: 实例 F-2 至 F-14 的泡沫的组成和密度

[0120] (通过添加玻璃泡制备的泡沫)

[0121]

实例	组成(g)					密度 (g/cc)
	EL-P-NA	OHX-4040	K-15	K-37	R972V	
F-2	--	60	--	18	--	0.67
F-3	--	40	--	24	--	0.56
F-4	--	40	6	--	--	0.61
F-5	--	40	12	--	--	0.64
F-6	--	40	6	--	1.67	0.63
F-7	--	40	6	--	3.33	0.66
F-8	--	40	6	--	6.67	0.79

[0122]

实例	组成(g)					密度 (g/cc)
	EL-P-NA	OHX-4040	K-15	K-37	R972V	
F-9	40	--	3	--	--	0.83
F-10	40	--	6	--	--	0.82
F-11	40	--	12	--	--	0.86
F-12	40	--	6	--	1.67	0.87
F-13	40	--	6	--	3.33	0.89
F-14	40	--	6	--	6.67	0.91

[0123] 对于使用可膨胀性聚合物微球的样品而言, 所得泡沫的密度概述于表 9B 中。

[0124] 表 10B: 实例 F-15 至 F-19 的泡沫的组成和密度

[0125] (利用可膨胀性聚合物微球制备的泡沫)

实例	组成(g)			密度 (g/cc)
	EL-P-NA	F-100	R972V	
F-15	40	6	--	0.40
F-16	30	9	--	0.18
F-17	30	9	1.25	0.18
F-18	30	9	2.50	0.17
F-19	30	9	5.00	0.21

[0127] 示例性的交联聚硅氧烷泡沫 200 示于图 2 中。泡沫 200 包括其中遍布分散有聚合物微球 220 的交联聚硅氧烷材料 210。尽管未示出,但可包括玻璃泡以结合或替代聚合物微球。

[0128] 在一些实施例中,本发明的材料和方法可用于由非官能化的有机硅材料来制备非压敏材料。这样的具有电子束交联的聚硅氧烷网络的材料包括膜和涂层(包括非粘性有机硅膜)。

[0129] 非粘性膜实例

[0130] 通过将 40 克 EL POLYMER NA 和 4 克 CAB-O-SIL TS-720 热解法二氧化硅(得自 Cabot)在 200°C 和 60RPM 的 Brabender 中混合约 20 分钟来制备实例 NTF-1。然后将该混合物在两个氟代有机硅衬片(以 2CL PET 5100/5100 得自 Loparex)之间通过热压机(Carver Laboratory Press)进行挤压。将聚硅氧烷组合物在 300keV 和 10 毫拉德下进行电子束照射。所得的 0.165mm(6.5 密耳)厚的有机硅膜为透明的、无粘性的、和弹性的。

[0131] 通过将 40 克 DMS-53(得自 Gelest)和 10 克 CAB-O-SIL TS-720 热解法二氧化硅 TS-720 在 100°C 和 60RPM 的 Brabender 中混合约 30 分钟来制备实例 NTF-2。然后将该混合物在两个氟代有机硅衬片(以 2CL PET 5100/5100 得自 Loparex)之间通过热压机(Carver Laboratory Press)进行挤压。将聚硅氧烷组合物在 300keV 和 10 毫拉德下进行电子束照射。所得的 0.05mm(2 密耳)厚的有机硅膜为透明的、无粘性的、和弹性的。

[0132] 在不脱离本发明范围和精神的前提下,对本发明进行的各种修改和更改对本领域内的技术人员来说将是显而易见的。

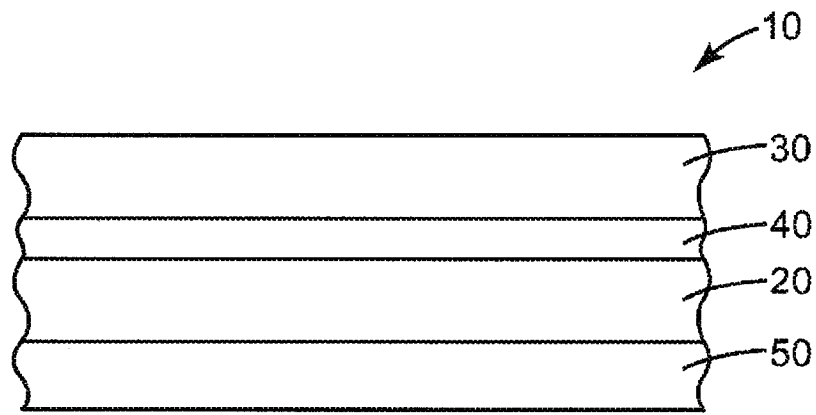


图 1

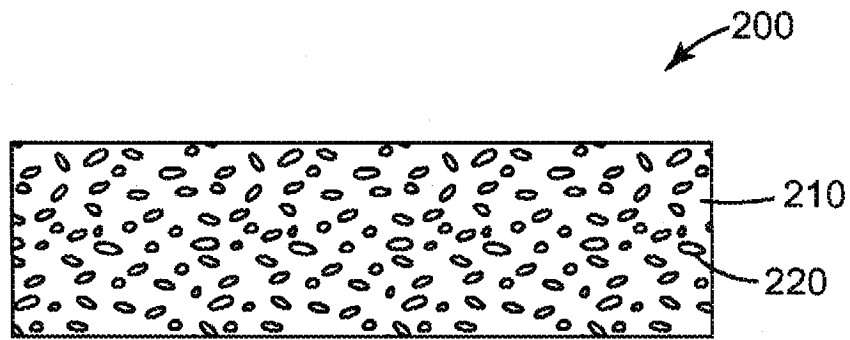


图 2