



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0117775
(43) 공개일자 2013년10월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 31/22 (2006.01) G01N 21/78 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-7009834
(22) 출원일자(국제) 2011년09월15일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2013년04월18일
(86) 국제출원번호 PCT/US2011/051767
(87) 국제공개번호 WO 2012/040032
국제공개일자 2012년03월29일
(30) 우선권주장
61/385,589 2010년09월23일 미국(US)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
토마스 존 크리스토퍼
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
라코우 닐 에이
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
팬슬러 듀엔 디
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(74) 대리인
김영, 양영준

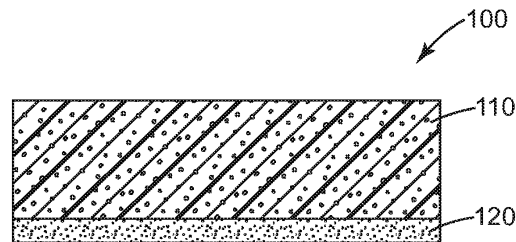
전체 청구항 수 : 총 23 항

(54) 발명의 명칭 가스 매질용 다공성 화학 지시제

(57) 요약

본 발명의 산성 또는 염기성 가스용 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재, 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물, 및 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다. 다공성 기재는 미세다공성 기재일 수 있다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

불활성의 다공성 기재;

불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물; 및

불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함하는, 화학 지시제.

청구항 2

제 1항에 있어서, 불활성의 다공성 기재가, 실질적으로 그의 모든 기공들의 직경이 1,000 마이크로미터 미만인 미세다공성 기재를 포함하는 화학 지시제.

청구항 3

제 1항에 있어서, 불활성의 다공성 기재가 중합체 다공성 기재를 포함하는 화학 지시제.

청구항 4

제 3항에 있어서, 중합체 다공성 기재가 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 다른 탄화수소 중합체 또는 이의 혼합물을 포함하는 화학 지시제.

청구항 5

제 1항에 있어서, 불활성의 다공성 기재가 열 유도된 상분리에 의해 제조된 막을 포함하는 화학 지시제.

청구항 6

제 5항에 있어서, 막이 폴리프로필렌을 포함하는 화학 지시제.

청구항 7

제 1항에 있어서, 지시제 염료가 산 지시제 염료 또는 염기 지시제 염료를 포함하는 화학 지시제.

청구항 8

제 1항에 있어서, 불활성 접착층이 산-함유 단위 및 염기-함유 단위가 실질적으로 없는 접착층을 포함하는 화학 지시제.

청구항 9

제 1항에 있어서, 불활성 접착층이 천연 고무 접착제, 합성 고무 접착제, 폴리-알파-올레핀 접착제, 스티렌 블록 공중합체 접착제, 폴리-(메트)아크릴레이트 접착제, 실리콘 접착제 또는 이의 혼합물을 포함하는 화학 지시제.

청구항 10

제 1항에 있어서, 접착층에 의하여 불활성의 다공성 기재에 부착된 비다공성 층을 더 포함하는 화학 지시제.

청구항 11

케이스; 및

이 케이스 내의 적어도 하나의 화학 지시제(여기에서 화학 지시제는:

불활성의 다공성 기재; 및

불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물; 및

불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다)를 포함하는 장치.

청구항 12

제 11항에 있어서, 접착층이 화학 지시제를 케이스 표면에 부착시키는 장치.

청구항 13

제 11항에 있어서, 불활성의 다공성 기재가, 실질적으로 그의 모든 기공들의 직경이 1,000 마이크로미터 미만인 미세다공성 기재를 포함하는 장치.

청구항 14

제 11항에 있어서, 지시제 염료가 산 지시제 염료 또는 염기 지시제 염료를 포함하는 장치.

청구항 15

제 11항에 있어서, 상기 적어도 하나의 화학 지시제와 동일하거나 상이할 수 있는, 추가적인 화학 지시제를 더 포함하는 장치.

청구항 16

제 11항에 있어서, 케이스가 방독면 카트리지를 포함하는 장치.

청구항 17

제 11항에 있어서, 불활성 접착층에 의해 불활성의 다공성 기재에 부착된 비다공성 층을 더 포함하는 장치.

청구항 18

제 17항에 있어서, 비다공성 층에 부착된 제 2의 접착층을 더 포함하는 장치.

청구항 19

제 17항에 있어서, 비다공성 층이 투명층을 포함하는 장치.

청구항 20

제 11항에 있어서, 불활성 접착층이 투명 접착층을 포함하는 장치.

청구항 21

불활성의 다공성 기재를 제공하는 단계;

지시제 염료 용액을 제공하는 단계;

지시제 염료 혼합물의 적어도 일부가 불활성의 다공성 기재의 기공에 도입되도록 지시제 염료 용액을 불활성의 다공성 기재에 적용하는 단계;

및

불활성 접착제 층을 다공성 기재에 적용하는 단계를 포함하는, 화학 지시제 제조 방법.

청구항 22

제 21항에 있어서, 불활성 접착제 층을 다공성 기재에 적용하는 단계가, 다공성 기재에 불활성 접착층을 적층시키는 것을 포함하는 방법.

청구항 23

제 21항에 있어서, 지시제 염료 용액 적용 단계 후 불활성의 다공성 기재를 건조시키는 단계를 더 포함하는 방법.

명세서

기술 분야

- [0001] 본 발명은 산성 또는 염기성 가스용 화학 지시제(chemical indicator), 이러한 지시제를 포함하는 장치 및 산성 또는 염기성 가스용 화학 지시제의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 액체 중에서 산, 산성 물질, 염기 및 염기성 물질의 존재를 검출하는데에는 다양한 기술들이 사용되고 있다. 예로서, pH 미터와 같은 전자 장치가 사용될 수 있거나, 또는 리트머스 종지와 같은 화학 검출 기술이 사용될 수 있다.
- [0003] 가스 중에서 산 또는 염기의 존재의 검출은 다 어려우며, 점점 더 중요해지고 있다. 다양한 작업 및 기타 환경에서, 산성 또는 염기성 가스가 존재할 수 있으며, 이러한 가스의 존재는 이에 노출되는 사람들에게 유해할 수 있다. 액체 중에서 산 또는 염기의 검출에 적합한 기술은, 전형적으로는 가스 매질 중에서의 산 또는 염기의 검출에 적합하지 않다.

발명의 내용

- [0004] 본 발명의 개시는 산성 또는 염기성 가스에 대한 화학 지시제를 포함한다. 이 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재, 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물, 및 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다. 일부 실시양태에서, 다공성 기재는 미세다공성(microporous) 기재를 포함한다.
- [0005] 본 발명은 산성 또는 염기성 가스용 화학 지시제를 포함하는 장치도 개시한다. 장치는 케이스(case), 및 이 케이스 내의 적어도 하나의 화학 지시제를 포함한다. 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재, 및 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물, 및 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다. 다공성 기재는 미세다공성 기재를 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 케이스는 방독면(respirator) 카트리지를 포함할 수 있다.
- [0006] 나아가, 본 발명은 산성 또는 염기성 가스용 화학 지시제의 제조방법을 개시한다. 화학 지시제의 제조방법은 불활성의 다공성 기재를 제공하고, 지시제 염료 용액을 제공하고, 이 지시제 염료 혼합물을 불활성의 다공성 기재에 적용하여, 지시제 염료 혼합물의 적어도 일부가 불활성의 다공성 기재의 기공들 내로 들어가도록 하는 것을 포함한다. 불활성 접착층을 불활성의 다공성 기재에 적용한다. 일부 실시양태에서, 접착층은 불활성 접착층을 다공성 기재에 적층하여(laminating) 적용된다.

도면의 간단한 설명

- [0007] 본 개시내용은 첨부된 도면과 관련된, 하기 각종 실시양태들의 상세한 설명의 개시를 고려하여 더욱 완전하게 이해될 수 있다.

<도 1>

도 1은 본 개시내용의 한 다공성 화학 지시제의 단면도를 나타낸다.

<도 2>

도 2는 본 개시내용의 또다른 다공성 화학 지시제의 단면도를 나타낸다.

예시된 실시양태의 하기 설명에서는, 첨부된 도면을 참조하여, 본 개시내용이 실시될 수 있는 다양한 실시양태들을 예로서 나타내었다. 실시양태가 활용될 수 있고, 본 개시내용의 범주로부터 벗어나지 않으면서 구조적 변화가 이루어질 수 있음이 이해되어야 한다. 도면들이 반드시 축척대로 되어야 하는 것은 아니다. 도면에 사용된 유사한 도면 부호는 유사한 구성요소를 지칭한다. 그러나, 주어진 도면에서 구성요소를 지칭하기 위한 도면 부호의 사용은 동일한 도면 부호로 표시된 다른 도면의 구성요소를 제한하고자 하는 것이 아님을 이해할 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0008] 작업 환경을 포함하는, 다양한 환경은 거기 존재하는 작업자에게 유해할 수 있는 산성 또는 염기성 가스를 포함하고 있을 수 있다. 이러한 산성 또는 염기성 가스에의 노출에 대한 보호를 위해 다양한 방호복 및 장치들이

개발되어 왔다. 특히, 산성 또는 염기성 가스에 의한 손상으로부터 호흡계를 보호하기 위하여 방독면이 개발되어 왔다. 이러한 방독면은 이러한 산성 또는 염기성 가스를 흡수하거나, 그렇지 않으면 중화시키는 물질을 갖는 필터 카트리지를 종종 포함한다. 이러한 방독면이 사용되는 경우, 사용 수명 종료 시점, 즉 해당 방독면이 산성 또는 염기성 가스로부터의 보호를 더이상 제공하지 못하는 시점을 결정짓는 방법을 갖는 것이 일반적으로 바람직하다. 종종, 사용 수명 종료 지시제(End of Service Life Indicators: ESLI)가 사용된다. 이러한 지시제는, 방독면 또는 방독면 내의 필터 카트리가 그 이용 수명의 종료시점에 가까워지고 있어, 교체되어야 한다는 시각적, 전자적 또는 다른 신호를 제공한다.

[0009] 본 개시내용에서는, 다른 용도들 중, 산성 또는 염기성 가스 방독면 장치용 ESLI로서 사용될 수 있는 다공성 화학 지시제를 제공한다. 본 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재, 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물, 및 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다. 일부 실시양태들에서, 다공성 기재는 미세다공성 기재를 포함한다. 미세다공성 기재의 예는 필름 및 막을 포함한다. 미세다공성 필름 및 막은, 유체가 그를 통과하여 흐르는 것을 가능하게 하는 구조를 갖는다. 유효 기공 크기는 유동 분자들의 평균 자유 경로(mean free path)의 적어도 수 배, 즉 수 마이크로미터 내지 약 100옹스트롬(Angstroms)이다. 전형적으로, 미세다공성 기재는, 그 안의 실질적으로 모든 기공이 1,000마이크로미터 미만의 직경을 갖는 것이다. 보다 전형적으로, 미세다공성 기재는 1내지 약 500 마이크로미터, 또는 1 내지 약 100 마이크로미터, 또는 1 내지 약 10 마이크로미터의 기공 직경을 갖는다.

[0010] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "지시제"라는 용어는, 산과 같은 분석물에 대한 노출시 검출가능한 변화가 일어나는 장치, 층 또는 일련의 층을 의미한다. 전형적으로 검출가능한 변화는 시각적인 변화이다. 시각적인 변화가 색상에서의 변화인 경우, 지시제는 "비색성(colorimetric)"으로 언급된다.

[0011] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "산 가스 또는 산성 가스"는 일부 산성 성분을 포함하는 가스를 의미한다. 산성 성분은, 예로서 염화수소 gas와 같이 그 자체가 가스일 수 있지만, 산성 성분 자체가 반드시 가스일 필요는 없고, 단지 가스 또는 가스 혼합물 중에 존재하는 것일 수 있다. 추가적으로, 산성 기체는 그 자체가 산이 아닐 수 있지만, 대기 중에 존재하는 다른 물질과의 조합으로부터 산을 발생시킬 수 있다.

[0012] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "염기 가스 또는 염기성 가스"라는 용어는 일부 염기성 성분을 포함하는 기체를 의미한다. 염기성 성분은, 예로서 암모니아와 같이, 그 자체가 가스일 수 있지만, 염기성 성분 자체가 반드시 가스일 필요는 없고, 단지 가스 또는 가스 혼합물에 존재하는 것일 수 있다. 추가적으로, 염기성 기체는 그 자체가 염기가 아닐 수 있지만, 대기 중에 존재하는 다른 물질과의 조합으로부터 염기를 발생시킬 수 있다.

[0013] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 다공성 기재 또는 접착층을 설명할 때 사용된, "불활성"이라는 용어는, 다공성 기재 또는 접착층이 산성 또는 염기성 gas와 실질적으로 비반응성이고, 산성 또는 염기성 gas에 노출되었을 때 실질적으로 물리적 및 화학적 변화없이 남게됨을 의미한다. 전형적으로, 불활성 층은 그 자체에 산성 또는 염기성 성분이 실질적으로 없는 재료로부터 제조된다.

[0014] 본 명세서에서는, 불활성의 다공성 기재, 상기 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물, 및 상기 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함하는 화학 지시제가 개시된다. 본 개시의 화학 지시제는 가스 매질 내에 존재하는 산성 또는 염기성 가스를 검출하기에 적합하다.

[0015] 본 개시의 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재를 포함한다. 불활성의 다공성 기재는 지시제 염료 또는 염료 혼합물에 대한 용기(container)로서 제공된다. 추가적으로, 불활성의 다공성 기재는 확산층으로서 작용하여, 산성 가스 또는 염기성 가스의 지시제 염료 또는 염료 혼합물로의 수송을 촉진시킨다. 일부 실시양태에서, 불활성의 다공성 기재는 불투명할 수 있다. 많은 다공성 및 미세다공성 기재는, 광학적으로 투명한 재료로부터 제조된 경우라 하더라도, 이 기재의 표면 및 내부 구조가 가시광선을 산란시키기 때문에 불투명하다. 본 개시 내용에서, 이러한 불투명성은 지시제 염료 또는 염료 혼합물에서의 변화, 예로서 색상 변화를 모니터(monitor)하기 위한 배경을 제공할 수 있기 때문에 유리할 수 있다.

[0016] 각종 재료가 불활성의 다공성 기재를 제조하는데 사용될 수 있다. 무기 또는 유기 재료 중 하나가 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 탄화수소계 중합 재료가 사용된다. 폴리올레핀 재료, 예로서 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등 및 그의 블렌드는 불활성의 다공성 기재 제조용으로 특히 유용한 부류의 재료이다.

[0017] 일부 실시양태에서, 불활성의 다공성 기재는 미세다공성 막을 포함한다. 불활성의 다공성 기재로서의 용도에 적합한 미세다공성 막은 상 전환(phase inversion)법으로부터 유래한 것들을 포함하며, 상기 상 역전법에서는 먼저 균질한 중합체 용액을 주조하여 냉각기 인터페이스(interface)(예로서, 수조 또는 냉각된 주조 휠(casting

wheel))에 노출시키고, 온도를 저하시킴에 의해 용액 필름 중에서 상 분리가 유도된다(열 유도 상분리 또는 "TIPS"). 적합한 TIPS 필름 또는 막은 넓은 범위의 물리적 필름 성질 및 미소 기공 크기를 가질 수 있다. 이들은 다양한 중합체 중 임의의 것으로부터 제조된 상대적으로 경성 또는 비-경성인 기재일 수 있다. 미국특허 제 4,539,256호 및 제 5,120,594호의 내용에 따라 제조된 TIPS 막은 본 개시내용에서의 이용에 적합하며, 예로서 고밀도 폴리에틸렌 (HDPE), 폴리프로필렌, 폴리프로필렌, 폴리비닐리덴플루오라이드 (PVDF), 폴리에틸렌-비닐 알코올 공중합체 (예로서, 텍사스주 휴스턴 소재의 미국 EVAL 사(EVAL Company of America: EVALCA)로부터 상표명 EVAL F101A 하에 구매가능)를 포함할 수 있다. 상기 막은 TIPS HDPE 또는 친수성 중합체로 코팅된 폴리프로필렌 막과 같은 재료의 조합물을 포함할 수 있다 (예로서, 폴리에틸렌-비닐 알코올 공중합체 또는 EVAL).

[0018] 불활성의 다공성 기재로서의 사용에 적합한 다른 유용한 재료는 하기를 포함한다: 비-경성 중합체 및 양하전된 나일론 6,6 재료(예로서, 플로리다 펜사콜라 소재의 폴(Pall) 코퍼레이션로부터 상표명 바이오다인 비(Biodyne B)으로 구매가능한 것과 미네소타 미네톤카 소재의 지이 오스모닉스 랩스토어(GE Osmonics Labstore)로부터 상표명 마그나프로브(Magnaprobe)으로 구매가능한 것)과 같은 나일론 재료를 포함하는 기타 재료; 폴 코퍼레이션으로부터 상표명 GHP-450으로 구매가능한, 0.45 마이크로미터의 기공 크기를 갖는 친수성 처리된 폴리프로필렌 막; (친수성 처리된) 폴리올레핀; 폴리에스테르, 니트로셀룰로오스; 셀룰로오스 아세테이트; 친수성 폴리테트라플루오로에틸렌 (PTFE); 폴리카르보네이트; 등. 추가적인 유용한 재료는, 예로서 폴리올레핀, 나일론, 폴리비닐리덴 플루오라이드(PVDF) 등을 재료로, 유효 섬유직경이 작게 제조된, 부직포, 멜트 블로운(melt blown), 또는 스펠본드(spunbond) 웹(webs)을 포함한다. 미국특허 제 6,533,119호에 기재된 것과 같이 기재 두께 및 기공 크기를 감소시키기 위하여 가압 압착된 멜트 블로운 웹 및 스펠본드 웹도 적합하다. 추가적인 기재 재료는, 미국특허 제 6,264,864호, 제 6,348,258호, 제 4,777,073호에 기재된 입자-충전된 미세다공성 기재 및 미국특허 공보 2006/094320호에 기재된 것과 같은 나노크기의 전기방사(electrospun) 섬유로 제조된 다공성 기재를 포함한다. 여러 재료의 조합물이 불활성의 다공성 기재에 사용될 수 있으며, 전술된 내용은 앞서 언급된 재료의 단독 및 다른 재료들과 조합사용을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0019] 본 개시의 화학 지시제는 지시제 염료 또는 염료 혼합물도 포함한다. 지시제 염료 또는 염료 혼합물은 목적 분석물에 노출시, 검출가능한 변화, 전형적으로는 색상 변화를 생성한다. 일부 실시양태에서, 상기 목적 분석물은 산성 가스이고, 다른 실시양태에서 목적 분석물은 염기성 가스이다.

[0020] 본 개시의 화학 지시제에는 매우 다양한 재료가 이 지시제 염료 또는 염료 혼합물로서 사용될 수 있다. 분석물에 노출시, 지시제 염료 또는 염료 혼합물은 검출가능한 변화를 일으킨다. 전형적으로 상기 검출가능한 변화는 비색성 변화로, 육안으로 검출가능하다. 이러한 검출가능한 변화는, 예로서 착색 상태에서 무색 또는 덜 착색된 상태로, 무색 상태에서 착색 상태로, 또는 한 색상에서 다른 색상으로의 변화와 같은 다양한 방식일 수 있다.

[0021] 많은 지시제 염료들이 산성 또는 염기성 가스 중 하나를 검출하는데 사용될 수 있다. 일반적으로, 지시제 염료 또는 염료 혼합물은, 원하는 분석물에 대한 노출시 검출가능한 변화가 일어나도록 하는 형태이다. 예로서, 지시제 염료가 산성 가스의 존재를 검출하는 것이 요구되는 경우, 그 지시제 염료는 전형적으로는 염기성 형태이다. 유사하게, 지시제 염료가 염기성 가스의 존재를 검출하는 것이 요구되는 경우, 그 지시제 염료는 전형적으로는 산성 형태이다.

[0022] 화학 지시제가 산성 가스를 검출하도록 설계된 경우, 지시제 염료 또는 염료 혼합물은 산성 화학종에 노출시 예로서 색상 변화와 같은 검출가능한 변화가 일어나는 것이 선택된다. 광범위한 종류의 이러한 지시제 염료가 이용가능하다. 다양한 형태의 지시제 염료 또는 염료 혼합물이 사용될 수 있으며, 이는 예로서 산성 또는 염기성 형태, 및 개선된 용해성 또는 반응성 특징을 제공하는 각종 염을 포함한다. 예로서, 문헌 ["The Sigma-Aldrich Handbook of Stains, Dyes, and Indicators", Floyd J. Green, 1990, The Sigma-Aldrich Chemical Company, Inc]에서 적합한 염료를 찾을 수 있다. 산성 가스 검출에 적합한 염료의 예는, 예로서, 사용시 이들의 염기성 형태인, 브로모티몰 블루 (Bromothymol Blue), 메틸 레드 (Methyl Red) 및 페놀 레드 (Phenol Red), 브로모크레졸 퍼플 (Bromocresol Purple), 브로모크레졸 그린 (Bromocresol Green), 페노프탈레인(Phenolphthalein), 및 콩고 레드 (Congo Red)를 포함한다. 이들 중, 브로모티몰 블루, 메틸 레드 및 페놀 레드가 특히 적합하다.

[0023] 화학 지시제가 염기성 가스를 검출하도록 설계된 경우, 지시제 염료 또는 염료 혼합물은 염기성 화학종에 노출시 예로서 색상변화와 같은 검출가능한 변화가 일어나는 것이 선택된다. 이러한 지시제 염료의 광범위한 종류가 이용가능하다. 염기성 기체를 검출하기에 적합한 예들은, 예로서 상기 설명된 동일한 지시제를 포함하며, 여기에서 상기 염료는 그의 산성 형태로 존재한다.

- [0024] 본 개시내용의 화학 지시제는 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성의 접착층을 포함한다. 접착층은 기재 또는 필름을 다공성 기재에 부착시키는 역할을 하거나 또는 장착면으로서의 역할을 하여, 화학 지시제가 다양한 표면에 직접 장착될 수 있도록 한다. 불활성 접착층은 지시제 염료 또는 지시제 염료 혼합물과 실질적으로 상호작용하지 않도록 선택된다. 전형적으로, 접착층은 지시제 염료 또는 염료들과 상호작용하거나 심지어는 반응할 수 있는 산성 또는 염기성 부분(moieties)이 실질적으로 없다. 또한, 접착층은 지시제 염료 또는 염료 혼합물을 용해시키지 않는 것이 바람직하다.
- [0025] 매우 다양한 접착제들이 본 개시 내용의 화학 지시제의 불활성 접착층에 이용가능하다. 전형적으로, 접착제는 감압 접착제이다. 감압 접착제 조성물은 하기를 포함하는 성질을 갖는 것으로 본 기술 분야의 당업자에게 공지이다: (1) 강력하면서 영구적인 점착성, (2) 지압 이하로 점착됨, (3) 피착물 상에 유지되기에 충분한 능력, 및 (4) 피착물로부터 깨끗하게 제거되기에 충분한 응집 강도. 감압 접착제로서 충분히 기능하는 것으로 밝혀진 재료는 점착성, 박리 점착력 및 전단 보유력 간의 바람직한 밸런스를 가져오는 필요한 점탄성을 나타내도록 설계되어 제제화된 중합체이다. 특성들의 적절한 균형을 얻는 것은 간단한 공정이 아니다.
- [0026] 유용한 감압 접착제는 천연 고무, 합성 고무, 스티렌 블록 공중합체, 아크릴, 폴리- α -올레핀, 또는 실리콘에 기초한 것들을 포함한다.
- [0027] 유용한 천연 고무 감압 접착제는 일반적으로 곤죽으로 된(masticated) 천연 고무와, 천연 고무 100부에 대해 25부 내지 300부의 하나 이상의 점착성 부여 수지(tackifying resin)와, 전형적으로 0.5 내지 2.0부의 하나 이상의 산화방지제를 포함한다. 천연 고무는 밝은 페일 크레이프 등급(light pale crepe grade)으로부터 보다 어두운 리브드 스모크드 시트(darker ribbed smoked sheet)까지의 등급 범위를 가질 수 있으며, 조절된 점도 고무 등급인 CV-60 및 리브드 스모크드 시트 고무 등급인 SMR-5와 같은 예를 포함한다.
- [0028] 다른 유용한 부류의 감압 접착제는 합성 고무를 포함하는 것이다. 그러한 접착제는 일반적으로 고무질 탄성중합체로, 자가-점착성이거나 또는 비점착성이고 점착성부여제를 필요로 한다. 자가-점착성 합성 고무 감압 접착제에는, 예를 들어 부틸 고무, 아이소부틸렌과 3% 미만의 아이소프렌의 공중합체, 폴리아이소부틸렌, 아이소프렌의 단일중합체, 폴리부타디엔, 예를 들어 "탁텐(TAKTENE) 220 바이엘(BAYER)" 또는 스티렌/부타디엔 고무가 포함된다. 부틸 고무 감압 접착제는 흔히 아연 다이부틸 다이티오카르바메이트와 같은 산화방지제를 포함한다. 폴리아이소부틸렌 감압 접착제는 일반적으로 산화방지제를 포함하지 않는다. 일반적으로 점착성 부여제를 필요로 하는 합성 고무 감압 접착제도 일반적으로 용융 공정에 더욱 용이하다. 이들은 폴리부타디엔 또는 스티렌/부타디엔 고무, 고무 100부 당 10부 내지 200부의 점착성 부여제, 및 일반적으로 0.5부 내지 2.0부의 항산화제를 포함한다. 합성 고무의 예로, 비에프 굿리치(BF Goodrich)사로부터 구매가능한 스티렌/부타디엔 고무인, "AMERIPOL 1011A"이 있다.
- [0029] 스티렌 블록 공중합체 감압 접착제는 일반적으로 A-B 또는 A-B-A [여기서, A는 열가소성 폴리스티렌 블록을 나타내고, B는 폴리아이소프렌, 폴리부타디엔, 또는 폴리(에틸렌/부틸렌)의 고무질 블록을 나타낸다] 유형의 탄성중합체 및 수지를 포함한다. 블록 공중합체 감압 접착제에 유용한 다양한 블록 공중합체의 예는, 선형, 방사형, 별 모양 및 테이퍼드(tapered) 스티렌-아이소프렌 블록 공중합체, 예컨대 "KRATON D1107P"(셸 케미컬사(Shell Chemical Co.)로부터 구매가능), 및 "EUROPRENE SOL TE 9110"(에니켄 엘라스토머스 아메리카스, 아이엔씨(EniChem Elastomers Americas, Inc.)로부터 구매가능); 선형 스티렌-(에틸렌-부틸렌) 블록 공중합체, 예컨대 "KRATON G1657"(셸 케미컬사로부터 구매가능); 선형 스티렌-(에틸렌-프로필렌) 블록 공중합체, 예컨대 "KRATON G1750X"(셸 케미컬사로부터 구매가능); 및 선형, 방사형 및 별 모양 스티렌-부타디엔 블록 공중합체, 예컨대 "KRATON D1118X"(셸 케미컬사로부터 구매가능), 및 "EUROPRENE SOL TE 6205"(에니켄 엘라스토머스 아메리카스, 아이엔씨로부터 구매가능)을 포함한다. 폴리스티렌 블록은 회전타원체, 원통형 또는 판형의 형태로 영역을 형성하는 경향이 있으며, 이는 그 블록 공중합체 감압 접착제가 2개의 상 구조를 갖도록 한다. 고무 상과 회합하는 수지는 일반적으로 감압 접착제의 점착성을 발달시킨다. 열가소성 상과 회합하는 수지는 감압 접착제를 굳어지게 하는 경향이 있다.
- [0030] 아크릴 감압 접착제는 일반적으로 약 -20°C 이하의 유리 전이온도를 가지며, 100 내지 80중량%의 C3 -C12 알킬 에스테르 성분, 예로서 아이소옥틸 아크릴레이트, 2-에틸-헥실 아크릴레이트, 라우릴 아크릴레이트, 및 n-부틸 아크릴레이트, 그리고 0 내지 20중량%의 보강 성분, 예로서 에틸렌 비닐 아세테이트, 또는 스티렌 마크로머를 포함할 수 있다. 아크릴 감압 접착제는 자가-점착성이거나 점착 부여될 수 있다.
- [0031] 폴리(1-알켄) 감압접착체로도 명명되는 폴리- α -올레핀 감압 접착제는, 실질적으로 비가교된 중합체 또는 비가교된 중합체 중 하나를 일반적으로 포함하며, 이는 예로서 미국특허 제 5,209,971호 (바부(Babu) 등)에 설명된

것과 같이, 그 중합체 상에 그래프트된(grafted) 방사 활성화가능한 관능기를 가질 수 있다. 폴리- α -올레핀 중합체는 자가-접착성일 수 있고/있거나 하나 이상의 점착 부여 재료를 포함할 수 있다. 유용한 폴리- α -올레핀 중합체는, 예로서, C_3 - C_{18} 폴리(1-알켄) 중합체, 바람직하게는 C_5 - C_{12} α -올레핀 및 이들과 C_3 의 공중합체 및 보다 바람직하게는 C_6 - C_8 및 이들과 C_3 의 공중합체를 포함한다.

[0032] 적합한 실리콘 감압 접착제는, 비닐기 및 하이드로실란기가 존재하는 화합물의 혼합물로 형성된다. 비닐기는 말단 탄소-탄소 이중결합을 포함하고, 하이드로실란기는 적어도 하나의 말단 Si-H 결합을 포함한다. 전형적으로, 탄성중합체는 하기 나타낸 하이드로실릴화 반응을 통하여 형성된다:

[0033] $A-CH=CH_2 + B-Si-H$ 에서 $A-CH_2-CH_2-Si-B$

[0034] 하이드로실릴화 반응

[0035] 전형적으로, 촉매, 예컨대 백금, 팔라듐, 로듐 또는 이리듐 촉매와 같은 귀금속 촉매가 하이드로실릴화 반응을 촉매하는데 사용된다. 상기 비닐기를 포함하는 화합물은 실리콘일 수 있고, 상기 하이드로실란을 포함하는 화합물은 실리콘일 수 있고, 또는 두 화합물 모두 실리콘일 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "실리콘" 및 "실록산"이라는 용어는 서로교환가능하게 사용되며, 다이알킬 또는 다이아릴 실록산 ($-SiR_2O-$) 반복 단위를 갖는 단위를 말한다. 하이드로실릴화에 의해 제조된 실리콘 감압 접착제의 예는, 예로서 미국특허 제 5,169,727호 (보드맨(Boardman))에 설명되어 있다.

[0036] 일부 실시양태에서, 접착층은 광학적으로 투명하거나 또는 광학적으로 깨끗한 것이 바람직할 수 있다. 달리 표시되지 않는다면, "광학적으로 투명"함은, 적어도 가시광선 스펙트럼(약 400내지 약 700 nm)의 적어도 일부에 걸쳐서 높은 광투과율을 갖는 용품, 필름 또는 접착제를 의미한다. 달리 표시되지 않는다면, "광학적으로 깨끗(clear)"함은, 적어도 가시광선 스펙트럼(약 400내지 약 700 nm)의 적어도 일부에 걸쳐서 높은 광투과율을 갖고, 탁도가 낮은 용품, 필름 또는 접착제를 의미한다. 광학 투명도는 화학 지시제가 접착면 뿐만 아니라 불활성의 다공성 기재면으로부터 모니터링될 수 있도록 한다.

[0037] 일부 실시양태에서, 접착층은 전사(transfer) 테이프일 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 바와 같은 "전사 테이프"라는 용어는, 노출된 양쪽 표면 모두에 접착제를 갖는 양면 접착 테이프를 의미한다. 일부 전사 테이프에서, 노출된 표면은 단순히 단일 접착층의 2개의 표면이다. 다른 전사 테이프는 동일하거나 상이할 수 있는 적어도 2개의 접착 층을 갖는 다층 전사 테이프, 및 어떤 경우에는 접착층이거나 또는 접착층이 아닐 수 있는 개재(intervening)층이다. 예로서, 다층 전사 테이프는, 접착층층, 필름층 및 또다른 접착층을 갖는 3층 구조일 수 있다. 상기 필름층은 취급 및/또는 인열 강도 또는 다른 바람직한 성질을 제공할 수 있다. 전형적으로, 전사 테이프는, 전사 테이프의 취급 및 전달을 보조하기 위한 이형 라이너와 같은 이형 기재 상에서 제공된다.

[0038] 다양한 임의의 추가층이 본 개시내용의 화학 지시제에 존재할 수 있다. 일부 실시양태에서, 예로서, 화학 지시제의 접착층에 비다공성 기재층을 포함시키는 것이 바람직할 수 있다. 이러한 비다공성 기재층은 필름 또는 시트일 수 있거나 또는 유리 또는 세라믹과 같은 보다 경성의 기재일 수 있다. 일부 실시양태에서, 비다공성 기재는 이형 라이너와 같이 제거가능할 수 있다. 다른 실시양태에서, 필름 또는 시트는 지시제 염료에 대한 색상 대비를 제공하는 것을 돕기 위하여 연한착색(tinted) 또는 착색될 수 있다. 예로서, 일부 실시양태에서, 백색에서 적색 또는 분홍으로의 변화와 같이 지시제 염료에서의 색상 변화가 보다 눈에 띄도록, 접착층에 백색 필름을 부착시키는 것이 바람직할 수 있다. 이러한 방식으로, 화학 지시제를 모니터링할 때 관찰자는 불활성의 다공성 기재를 통하여 필름층으로 덮인 접착층까지 볼 수 있어서, 지시제 염료의 비색성 변화를 더 잘 볼 수 있을 것이다. 추가적으로, 필름 또는 시트는 투명하여, 관찰자가 필름 및 접착층을 통하여 주시함으로써 화학 지시제를 모니터링하는 것을 가능하게 할 수 있다. 상기 필름 또는 시트는 임의의 적합한 재료, 예로서 금속 호일 또는 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 다른 폴리올레핀 중합체들, 폴리에스테르 등과 같은 중합재료로부터 제조될 수 있다. 일부 실시양태에서, 필름 또는 시트는 테이프 배면(backing)이고, 접착층 및 필름은 불활성의 다공성 기재에 적층되어 화학 지시제를 형성할 수 있는 테이프를 함께 형성한다.

[0039] 필름을 화학 지시제 구조에 포함시킨 일부 실시양태에서, 필름을 화학 지시제 내에 통합시키기 전 또는 후에, 필름 상에 인쇄된 표지(indicia)가 있는 것이 바람직할 수 있다. 예로서, 정사각형, 직사각형 또는 다른 형태의 모양들을 필름상에 인쇄하여, 관찰자가 주시하고 지시제의 색상 변화를 관찰해야하는 영역을 표시할 수 있다. 다른 실시양태에서, 지시제의 초기 또는 활성화된 상태와 유사한 참고 색상 스트립(strip) 또는 층을 필름 상에 인쇄할 수 있다. 예로서, 지시제가 활성화시 적색으로 변화한다면, 예로서 "지시제가 이 색상인 경우,

산성 가스가 존재합니다"라는 문구와 함께 적색 스트립을 필름 층 상에 인쇄할 수 있다. 이러한 표지는, 예로서 "창고 문을 열기 전에 본 지시제 스트립을 확인하십시오"와 같이, 관찰자를 위한 정보 또는 지시사항을 담은 문구 메시지일 수도 있다.

[0040] 일부 실시양태에서, 제 2의 접착층을 갖는 것이 바람직할 수 있다. 이러한 제 2의 접착층은 비다공성 기재의 외표면 상의 적어도 일부에 존재한다. 외표면은 화학 지시제의 불활성 접착층에 부착된 면에 대한 반대쪽 표면이다. 이러한 접착층은, 예로서 화학 지시제를 일정 표면에 부착하기 위하여 사용될 수 있다. 이 제 2의 접착층은 불활성 접착층과 동일한 접착 재료를 포함하거나, 또는 상이한 접착 재료를 포함할 수 있다. 이 접착층은 연속적 또는 비연속적일 수 있으며, 미세구조화된(microstructured) 표면을 포함할 수 있다. 제 2의 접착층은, 표면의 접착 전에 접착 표면을 보호하기 위한 이형 라이너로 덮여있을 수 있다. 이러한 이형 라이너는, 그 이형 라이너가 제거될 때, 제 2의 접착층의 표면 상에 미세구조화된 높낮이(topography)를 생성할 수 있는 미세구조화된 표면을 포함할 수 있다. 접착제들의 그러한 표면 구조화는, 접착층을 표면에 적용하여 접착제 결합을 형성할 때 공기 배출에 유리할 수 있다.

[0041] 도면 참조시, 도 1은 본 개시의 다공성 화학 지시제의 단면도를 나타낸다. 다공성 화학 지시제(100)는 지시제 염료 또는 염료들(미도시)을 포함하는 불활성의 다공성 기재(110) 및 불활성 접착층(120)을 포함한다.

[0042] 도 2는 본 개시의 다공성 화학 지시제의 다른 실시양태의 단면도를 나타낸다. 다공성 화학 지시제(200)는 지시제 염료 또는 염료들(미도시), 불활성 접착층(220)을 포함하는 불활성의 다공성 기재(210), 필름층(230), 및 임의의 접착층(240) 및 임의의 이형 라이너(250)를 포함한다. 상기 기재된 것과 같이, 접착층(220) 및 접착층(240)은 동일하거나 상이할 수 있다. 일부 실시양태에서, 접착층(220) 및 접착층(240)은 모두 광학적으로 깨끗한 접착층이다. 필름층(230)은 광학적으로 투명할 수 있다. 접착층(220) 및 필름층(230)은 함께 다공성 기재(210)에 적층된 테이프 물품을 포함할 수 있다.

[0043] 본 개시의 화학 지시제는 각종 상이한 장치 및 물품을 형성하는데 사용될 수 있다. 추가적으로, 지시제는 기존 장치 및 물품에 포함되어 그러한 장치 및 물품에 지시 기능을 제공할 수 있다.

[0044] 본 개시의 지시제를 사용하여 제조될 수 있는 유용한 장치들 중에는 ESLI, 또는 사용 수명 종료 지시제로 불리는 것이 있다. 상기 언급된 것과 같이, ESLI는 공기 정화 방독면(air purifying respirators)과 같은 장치에서, 방독면의 유효 사용 수명 종료의 지시를 제공하는데 유용하다. 어떤 경우에서, 정부 규정과 같은 규정은, 방독면이 사용되는 경우에 있어서, 교환 일정(change out schedule)이 사용되지 않는 경우 ESLI 장치가 이용되어야 함을 요구하고 있다. ESLIs를 언급하고 있는 특허 참고문헌으로는 특허 미국특허 제1,537,519호 (야블릭(Yablick)), 제 3,966,440호 (로버츠(Roberts)), 제 4,146,887호 (마그넌트(Magnante)), 제 4,154,586호 (존스(Jones) 등), 제 4,155,358호 (맥칼리스터(McAllister) 등), 제 4,326,514호 (이언(Eian)), 제 4,421,719호 (벌레이(Burleigh)), 제 4,530,706호 (존스), 제 4,597,942호 (미트렐(Meathrel)), 제 4,684,380호 (리히니츠(Leichnitz)), 제 4,847,594호 (스테터(Stetter)), 제 5,297,544호 (메이(May) 등), 제 5,323,774호 (펠라우어(Fehlauer)), 제 5,376,554호 (보-딘(Vo-Dinh)), 제 5,512,882호 (스테터 등), 제 5,666,949호 (데브(Debe) 등 '949), 제 5,659,296호 (데브 등 '296), 제 6,375,725 B1호 (버나드(Bernard) 등), 제 6,497,756 B1호 (쿠라도(Curado) 등) 및 제 6,701,864 B2호 (왓슨 주니어(Watson, Jr.) 등); 미국 특허 출원 공보 US 2004/0135684 A1호 (스테인탈(Steinthal) 등), US 2004/0189982 A1호 (갈라르노(Galarneau) 등), US 2004/0223876 A1호 (키롤로스(Kirollos) 등) 및 US 2005/0188749 A1호 (쿠스터(Custer) 등); 및 PCT 특허 출원 공개 WO 2004/057314 A2호를 포함한다.

[0045] 부가적으로, 본 개시의 화학 지시제는 산성 가스 또는 염기성 가스 방출의 경고를 제공하는 수동적 모니터로서 사용될 수 있다. 예로서, 본 화학 지시제는 저장 설비, 가공 설비 등의 외부 벽에 장착되어 산성 또는 염기성 가스에의 노출시 검출가능한 변화로써 경고를 제공할 수 있다. 예로서, 본 화학 지시제는 산성 또는 염기성 가스가 저장되어 있는 저장 설비의 입구 문의 창에 부착될 수 있다. 작업자는 산성 또는 염기성 가스의 우발적인 방출이 있는지를 판단하기 위하여, 문을 열기 전에 화학 지시제를 확인할 수 있을 것이다.

[0046] 다양한 방법을 사용하여 본 개시의 화학 지시제를 제조할 수 있다. 예로서, 불활성의 다공성 기체가 제공될 수 있다. 이러한 불활성의 다공성 기체는 상기 설명된 방법에 의하여 구매 또는 제조될 수 있다. 일부 실시양태에서, 불활성의 다공성 기체는 상기 설명된 것과 같은 폴리프로필렌 TIPS 막이다. 불활성의 다공성 기체는, 용매에 용해된, 지시제 염료 또는 염료 혼합물의 용액으로 코팅될 수 있다. 임의의 적합한 용매가 사용될 수 있으며, 특히 적합한 용매는 다음을 포함한다: 메탄올, 에탄올, 아이소프로판올 등과 같은 알코올; 아세톤 및 메틸 에틸 케톤과 같은 케톤; 에틸 아세테이트와 같은 에스테르; 에틸 에테르 및 테트라하이드로퓨란과 같은 에테

르; 및 디클로로메탄과 같은 할로젠화탄소. 산 가스 지시제 제조에 적합한 염료는, 예로서 브로모티몰 블루, 메틸 레드, 및 페놀 레드를 포함한다. 일부 실시양태에서, 지시제 염료는 에탄올 중에 용해된다. 형성된 지시제 용액을 염기성으로 만들기 위하여 수산화 나트륨 또는 수산화 칼륨과 같은 수용성 염기를 첨가할 수 있다.

[0047] 염료 용액은, 지시제 염료 또는 염료 혼합물의 기능을 간섭하지 않는 한, 다양한 부가적인 물성 변경제를 포함할 수 있다. 사용될 수 있는 물성 변경제의 예는, 예로서 습윤제, UV 안정화제, 대전방지제, 겔형성제, 착색제, 활택제(slip modifiers), 요변성제(thixotropic agents), 점착성 증진제, 점착성 감소제, 발포제, 소포제, 유동 또는 기타 유변학적 조절제, 왁스, 오일, 가소화제, 결합제, 산화방지제, 살진균제, 살균제, 유기 및/또는 무기 충전 입자, 평활제(leveling agents), 불투명화제, 분산제 등을 포함한다.

[0048] 염료 용액은 다양한 상이한 유형의 장비를 이용하여, 다양한 방법으로 코팅될 수 있다. 예로서, 실험실에서와 같이 소규모로 실시되는 경우, 코팅은 마이크로피펫을 이용하여 실시될 수 있다. 보다 큰 규모의 코팅에서는, 분무 코팅기, 그라비아 코팅기, 커튼 코팅기, 유체 함유 다이 코팅기와 같은 코팅기 또는 예로서 잉크젯 프린터와 같은 프린터가 사용될 수 있다. 코팅 후, 코팅된 불활성의 다공성 기재를 건조하여 용매를 제거할 수 있다. 이러한 건조는, 실온에서 또는 예로서 강제식 에어 오븐(forced air oven)과 같은 오븐을 이용함으로써 승온된 온도에서 수행할 수 있다.

[0049] 지시제 염료가 그 위에 코팅되어 있는 불활성의 다공성 기재에, 불활성 접착제 층이 적층된다. 상기 기재된 것과 같이, 이 접착층은 배면을 갖는 전사 테이프 또는 테이프의 형태일 수 있다. 전사 테이프가 사용된 경우, 노출된 접착 표면에 추가층이 적층될 수 있거나, 또는 노출된 접착 표면은 화학 지시제를 표면에 부착시키기 위해 제거될 수 있는 이형 라이너로 덮여 있을 수 있다. 이들 추가층들은 한번에 한 층씩 적층되는 것이 바람직할 수 있거나, 또는 다층 접착 구조물을 제조하고, 이 구조물을, 지시제 염료가 그 위에 코팅되어 있는 불활성의 다공성 기재에 적층하는 것이 바람직할 수 있다. 이러한 다층 접착 구조물은, 불활성의 다공성 기재에 적층될 수 있는 불활성 접착층이 존재하는 한, 다수의 접착층 및/또는 필름층을 포함할 수 있다.

[0050] 본 개시내용은 하기 실시양태를 포함한다.

[0051] 실시양태 중에는, 화학 지시제가 있다. 제 1 실시양태는: 불활성의 다공성 기재; 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물; 및 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함하는 화학 지시제를 포함한다.

[0052] 제 2 실시양태는, 실시양태 1에 있어서, 불활성의 다공성 기재가, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1,000 마이크로미터 미만인 미세다공성 기재를 포함하는 화학 지시제이다.

[0053] 제 3 실시양태는, 실시양태 2에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~500 마이크로미터인 화학 지시제이다.

[0054] 제 4 실시양태는, 실시양태 2에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~100 마이크로미터인 화학 지시제이다.

[0055] 제 5 실시양태는, 실시양태 2에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~10 마이크로미터인 화학 지시제이다.

[0056] 제 6 실시양태는, 실시양태 1 내지 5중 어느 하나에 있어서, 다공성 기재가 중합체 다공성 기재를 포함하는 화학 지시제이다.

[0057] 제 7 실시양태는, 실시양태 6에 있어서, 중합체 다공성 기재가 폴리에틸렌, 폴리프로필렌 또는 기타 탄화수소 중합체 또는 그의 혼합물을 포함하는 화학 지시제이다.

[0058] 제 8 실시양태는, 실시양태 1 내지 7중 어느 하나에 있어서, 불활성의 다공성 기재가 열 유도된 상 분리에 의해 제조된 막을 포함하는 화학 지시제이다.

[0059] 제 9 실시양태는, 실시양태 8에 있어서, 막은 폴리프로필렌을 포함하는 화학 지시제이다.

[0060] 제 10 실시양태는, 실시양태 1 내지 9 중 어느 하나에 있어서, 지시제 염료가 산 지시제 염료, 또는 염기 지시제 염료를 포함하는 화학 지시제이다.

[0061] 제 11 실시양태는, 실시양태 1 내지 10 중 어느 하나에 있어서, 불활성 접착층이, 산-함유 단위 및 염기-함유 단위가 실질적으로 없는 접착층을 포함하는 화학 지시제이다.

- [0062] 제 12 실시양태는, 실시양태 1 내지 11 중 어느 하나에 있어서, 불활성 접착층이 천연 고무 접착제, 합성 고무 접착제, 폴리-알파-올레핀 접착제, 스티렌 블록 공중합체 접착제, 폴리-(메트)아크릴레이트 접착제, 실리콘 접착제 또는 이의 혼합물을 포함하는 화학 지시제이다.
- [0063] 제 13 실시양태는, 실시양태 1 내지 12 중 어느 하나에 있어서, 접착층에 의하여 불활성의 다공성 기재에 부착된 비다공성 층을 더 포함하는 화학 지시제이다.
- [0064] 제 14 실시양태는, 실시양태 13에 있어서, 비다공성 층이 필름 또는 테이프 배면을 포함하는 화학 지시제이다.
- [0065] 제 15 실시양태는, 실시양태 13 또는 14에 있어서, 비다공성 층에 인접한 제 2의 접착층을 더 포함하는 화학 지시제이다.
- [0066] 제 16 실시양태는, 실시양태 15에 있어서, 제 2 접착층이 불활성 접착층과 동일한 접착제를 포함하는 화학 지시제이다.
- [0067] 제 17 실시양태는, 실시양태 15에 있어서, 제 2 접착층이 불활성 접착층과 상이한 접착제를 포함하는 화학 지시제이다.
- [0068] 제 18 실시양태는, 실시양태 15 내지 17 중 어느 하나에 있어서, 제 2 접착층이 광학적으로 깨끗한 접착층을 포함하는 화학 지시제이다.
- [0069] 제 19 실시양태는, 실시양태 15 내지 18 중 어느 하나에 있어서, 제 2 접착층에 부착된 이형 라이너를 더 포함하는 화학 지시제이다.
- [0070] 본 개시내용의 실시양태 중에는 장치가 있다. 제 20 실시양태는: 케이스; 및 상기 케이스 내의 적어도 하나의 화학 지시제를 포함하는 장치를 포함하며, 여기에서 화학 지시제는: 불활성의 다공성 기재; 불활성의 다공성 기재의 기공들 중 적어도 일부 내에 포함된 지시제 염료 또는 염료 혼합물; 및 불활성의 다공성 기재에 부착된 불활성 접착층을 포함한다.
- [0071] 제 21 실시양태는, 실시양태 20에 있어서, 접착층이 화학 지시제를 케이스 표면에 부착시키는 장치이다.
- [0072] 제 22 실시양태는, 실시양태 20 또는 21에 있어서, 상기 불활성의 다공성 기재가, 실질적으로 그의 모든 기공들의 직경이 1,000 마이크로미터 미만인 미세다공성 기재를 포함하는 장치이다.
- [0073] 제 23 실시양태는, 실시양태 22에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~500 마이크로미터인 장치이다.
- [0074] 제 24 실시양태는, 실시양태 22에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~100 마이크로미터인 장치이다.
- [0075] 제 25 실시양태는, 실시양태 22에 있어서, 실질적으로 모든 기공들의 직경이 1~10 마이크로미터인 장치이다.
- [0076] 제 26 실시양태는, 실시양태 20 내지 25 중 어느 하나에 있어서, 지시제 염료가 산 지시제 염료 또는 염기 지시제 염료를 포함하는 장치이다.
- [0077] 제 27 실시양태는, 실시양태 20 내지 26 중 어느 하나에 있어서, 추가적인 화학 지시제를 더 포함하고, 이 추가적인 화학 지시제는 상기 적어도 하나의 화학 지시제와 동일하거나 상이할 수 있는 것인 장치이다.
- [0078] 제 28 실시양태는, 실시양태 20 내지 27 중 어느 하나에 있어서, 케이스가 방독면 카트리지를 포함하는 장치이다.
- [0079] 제 29 실시양태는, 실시양태 20 내지 28 중 어느 하나에 있어서, 불활성 접착층이 투명 접착층을 포함하는 장치이다.
- [0080] 제 30 실시양태는, 실시양태 20 내지 29 중 어느 하나에 있어서, 불활성 접착층에 의해 불활성의 다공성 기재에 부착된 비다공성 층을 더 포함하는 장치이다.
- [0081] 제 31 실시양태는, 실시양태 30에 있어서, 비다공성 층에 부착된 제 2의 접착층을 더 포함하는 장치이다.
- [0082] 제 32 실시양태는, 실시양태 30 또는 31에 있어서, 비다공성 층은 필름 또는 테이프 배면을 포함하는 장치이다.
- [0083] 제 33 실시양태는, 실시양태 30 내지 32 중 어느 하나에 있어서, 비다공성 층이 투명층을 포함하는 장치이다.
- [0084] 제 34 실시양태는, 실시양태 31에 있어서, 제 2 접착층이 불활성 접착층과 동일한 접착제를 포함하는 장치이다.
- [0085] 제 35 실시양태는, 실시양태 31에 있어서, 제 2 접착층이 불활성 접착층과 상이한 접착제를 포함하는 장치이다.

- [0086] 제 36 실시양태는, 실시양태 31 또는 34 내지 35 중 어느 하나에 있어서, 제 2 접착층이 광학적으로 깨끗한 접착층을 포함하는 장치이다.
- [0087] 제 37 실시양태는, 실시양태 31 또는 34 내지 36 중 어느 하나에 있어서, 제 2 접착층에 부착된 이형 라이너를 더 포함하는 장치이다.
- [0088] 본 개시의 실시양태 중에는 화학 지시제의 제조방법이 있다.
- [0089] 제 38 실시양태는, 불활성의 다공성 기재를 제공하는 단계; 지시제 염료 용액을 제공하는 단계; 지시제 염료 혼합물의 적어도 일부가 불활성의 다공성 기재의 기공에 도입되도록 지시제 염료 용액을 불활성의 다공성 기재에 적용하는 단계; 및 불활성 접착제 층을 다공성 기재에 적용하는 단계를 포함하는, 화학 지시제 제조방법을 포함한다.
- [0090] 제 39 실시양태는, 실시양태 38에 있어서, 불활성 접착제 층을 다공성 기재에 적용하는 단계가, 다공성 기재에 불활성 접착제를 적층시키는 것을 포함하는 방법이다.
- [0091] 제 40 실시양태는, 실시양태 38 또는 39에 있어서, 지시제 염료 용액 적용 단계 후 불활성의 다공성 기재를 건조시키는 단계를 더 포함하는 방법이다.
- [0092] 실시예
- [0093] 이들 실시예는 단지 예시의 목적만이며 첨부된 특허청구범위의 범주를 제한하고자 하는 것은 아니다. 실시예 및 명세서의 나머지에서 모든 부, 백분율, 비 등은 달리 나타내지 않는 한 중량 기준이다. 사용한 용매 및 기타 시약은 달리 지시되지 않는 한, 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 시그마-알드리치 케미칼 컴퍼니(Sigma-Aldrich Chemical Company)로부터 입수하였다.

[0094] 약어표

약어 또는 상표명	설명
TIPS	미국특허 제 5,120,594 및 제 5,238,623 호의 내용에 따라 제조된 다공성 폴리프로필렌 막.
염료-1	메틸 레드, (CAS# 76-59-5).
접착제-1	미국특허 제 5,859,088 호, 실시예 1 에 기재된 바에 따라 제조된 전사 테이프
접착제-2	MN, 세인트폴(St. Paul) 소재의 3M 컴퍼니로부터 상업적으로 구입가능한, 전사 테이프 3M OPTICALLY CLEAR ADHESIVE 8172.
테이프-1	MN, 세인트폴 소재의 3M 컴퍼니로부터 상업적으로 구입가능한, 테이프 3M SCOTCH MAGIC TAPE 810.
방독면 카트리지	MN, 세인트폴 소재의 3M 컴퍼니로부터 상업적으로 구입가능한, 46.0g 의 GG 탄소로 충전된, 3M 유기 증기 카트리지 6001(3M Organic Vapor Cartridge 6001).
GG 탄소	일본, 오사카(Osaka) 소재의 쿠라레 화학 회사(Kuraray Chemical Company)로부터 상업적으로 구입가능함

[0095]

[0096] 합성예

[0097] 합성예 S1: 염료 용액의 제조

[0098] 표 S1에 열거된 시약을 이용하여 염료-1의 용액을 에탄올 용액 중에서 제조하였다. 고체 염료를 유리 바이알에 넣고, 에탄올을 첨가하여 염료를 용해시키고, 1.0 N NaOH (수성(aq))를 첨가하여 용액을 염기성화하였다.

[0099] [표 S1]

염료	염료 양(mg)	EtOH 양(μL)	1.0 N NaOH (수성) 양 (μL)
염료-1	3.4	945	57

[0100]

[0101] 실시예 1

[0102] TIPS 막 샘플을 합성에 S1에서 제조된 염료-1 용액으로 코팅하였다. 마이크로피펫을 이용하여 염료 용액을 상기 막 위에 놓아, 2.0 마이크로리터의 염료 용액을 막 위에 위치시켰다. 그 후 이 샘플을 암실에서 수시간 동안 공기 중에서 건조시켰다. 코팅된 TIPS 막을 하기 표 1에 기재된 것과 같은 접착제 또는 테이프에 적층시켜 센서 장치를 제조하였다. 접착제가 적층된 센서 장치를 샘플 방독면 카트리지에 부착시켰다. 센서 장치가 부착된 방독면 카트리지를, 상대습도(RH) 43%에서 분당 32리터(Lpm)의 SO₂ 흐름에 노출시키고, 투과(breakthrough)에 대해 출구측에서 SO₂ 농도 9.2 ppm의 SO₂ 가스를 모니터링하였다. 센서 장치는, 구경 3.2, 셔터 속도 1/8, 근접 초점(close focus) 및 지연 플래쉬(delayed flash)의 Olympus C-5060 CAMEDIA 카메라를 이용하여 모니터링하였다. 카메라 및 출구 모니터 결과를 하기 표 2에 요약하였다.

[0103] [표 1]

예	접착제 층
1A	접착제-1
1B	접착제-2
1C	테이프-1

[0104]

[0105] [표 2]

경과 시간 (시: 분)	실시예 1A	실시예 1B	실시예 1C	출구 모니터 (ppm SO ₂)
0:00	황색	황색	황색	0.0
2:15	황색	황색	황색	0.0
4:00	황색	황색	황색	0.0
6:20	황색	황색	황색	0.0
21:45	적색	적색	적색	0.1

[0106]

[0107] 실시예 2

[0108] TIPS 막 샘플을 합성에 S1에서 제조된 염료-1 용액으로 코팅하였다. 마이크로피펫을 이용하여 염료 용액을 상기 막 위에 놓아 2.0 마이크로리터의 염료 용액을 막 위에 위치시켰다. 그 후 이 샘플을 암실에서 수시간 동안 공기 중에서 건조시켰다. 코팅된 TIPS 막을 하기 표 3에 기재된 것과 같은 접착제 또는 테이프에 적층시켜 센서 장치를 제조하였다. 접착제가 적층된 센서 장치를 샘플 방독면 카트리지에 부착시켰다. 센서 장치가 부착된 방독면 카트리지를, 상대습도(RH) 43%에서 분당 32리터(Lpm)의 SO₂ 흐름에 노출시키고, 투과(breakthrough)에 대해 출구측에서 SO₂ 농도 8.3 ppm의 SO₂ 가스를 모니터링하였다. 센서 장치는, 구경 3.2, 셔터 속도 1/8, 근접 초점 및 지연 플래쉬의 Olympus C-5060 CAMEDIA 카메라를 이용하여 모니터링하였다. 카메라 및 출구 모니터 결과를 하기 표 4에 요약하였다.

[0109] [표 3]

예	접착제 층
2A	접착제-1
2B	접착제-2
2C	테이프-1

[0110]

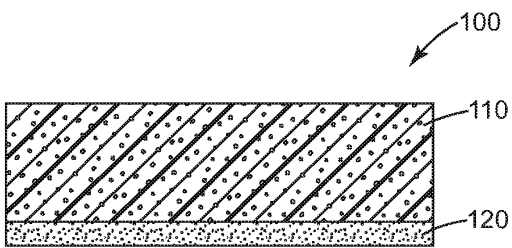
[0111] [표 4]

경과 시간 (시: 분)	실시예 2A	실시예 2B	실시예 2C	출구 모니터 (ppm SO ₂)
0:00	황색	황색	황색	0.0
4:05	황색	황색	황색	0.0
6:00	황색	황색	황색	0.0
8:00	황색	황색	황색	0.0
23:45	적색	적색	적색	0.0
25:40	적색	적색	적색	0.1

[0112]

도면

도면1



도면2

