

|                                                                                                                                     |                                                                |                                                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
|                                                    | (19) 대한민국특허청(KR)<br>(12) 공개특허공보(A)                             | (11) 공개번호 10-2008-0078859<br>(43) 공개일자 2008년08월28일 |
| <hr/>                                                                                                                               |                                                                |                                                    |
| (51) Int. Cl.<br><i>C03C 27/00</i> (2006.01) <i>C03C 27/06</i> (2006.01)<br><i>C03C 27/10</i> (2006.01) <i>C03C 27/12</i> (2006.01) | (71) 출원인<br>다우 글로벌 테크놀로지스 인크.<br>미국 48674 미시건주 미들랜드 다우 센터 2040 |                                                    |
| (21) 출원번호 10-2008-7015648                                                                                                           | (72) 발명자<br>마디, 세드, 지.<br>미국 48307 미시간주 로체스터 힐즈 블리스 드라이브 777   |                                                    |
| (22) 출원일자 2008년06월27일<br>심사청구일자 없음<br>번역문제출일자 2008년06월27일                                                                           | 알람, 도미닉, 조세프<br>미국 48188 미시간주 칸톤 푸트니 카운티 47500                 |                                                    |
| (86) 국제출원번호 PCT/US2006/062498<br>국제출원일자 2006년12월21일                                                                                 | 세비달-마르테, 수잔, 에이.<br>미국 48310 미시간주 스틸링 하이츠 마운틴 키스 코 드라이브38305   |                                                    |
| (87) 국제공개번호 WO 2007/079366<br>국제공개일자 2007년07월12일                                                                                    | (74) 대리인<br>김영, 양영준                                            |                                                    |
| (30) 우선권주장<br>60/755,225 2005년12월30일 미국(US)                                                                                         |                                                                |                                                    |

전체 청구항 수 : 총 20 항

#### (54) 유리 결합 접착력의 개선 방법

#### (57) 요약

본 발명은 반응 사출 성형된 성분에 세정제를 도포하는 것을 포함하는 결합을 위한 기관의 제조 방법에 관한 것이다. 세정액의 일부 또는 전부를 제거기 위해서 기관은 건조된다. 본 발명은 또한 2개의 기관을 서로 결합시키는 방법에 관한 것이다. 한 기관의 표면을 염기성 용액으로 세정한 후, 프라이머가 세정된 표면 또는 제2 기관에 도포될 수 있다. 이어서 접착제가 사용되어 기관을 서로 결합시킨다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

1종 이상의 알코올 중 1종 이상의 수산화물 약 0.5 중량% 내지 약 5.0 중량%로 본질적으로 이루어진 용액인 세정제를 열가소성 제1 기판에 도포하는 단계; 및

세정제의 일부 이상을 제거하여 제1 기판을 건조시키는 단계

를 포함하는, 결합을 위한 기판의 제조 방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 도포 단계가 세정제를 포함하는 도포기로 제1 기판을 와이핑하는 것을 포함하는 방법.

### 청구항 3

제2항에 있어서, 건조 단계가 도포기로 제1 기판을 와이핑하는 것을 포함하는 방법.

### 청구항 4

제3항에 있어서, 열가소성 제1 기판이 몰드 이형제를 갖는 반응 사출 성형된 성분을 포함하는 방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 세정제가 이소프로판올 중 수산화칼륨으로 본질적으로 이루어진 것인 방법.

### 청구항 6

제5항에 있어서, 세정제가 이소프로판올 중 약 1.5 중량% 수산화칼륨의 용액으로 본질적으로 이루어진 것인 방법.

### 청구항 7

제6항에 있어서, 반응 사출 성형된 성분이 1종 이상의 이소시아네이트 예비중합체와 1종 이상의 폴리올 에테르의 반응 생성물인 방법.

### 청구항 8

제7항에 있어서, 세정제의 도포 후 제1 기판에 프라이머를 도포하는 것을 더 포함하는 방법.

### 청구항 9

외부 몰드 이형제를 갖는 반응 사출 성형된 물품을 이소프로판올 중 약 1.5 중량% 수산화물의 용액으로 본질적으로 이루어진 세정제와 접촉시키는 단계를 포함하는, 결합을 위한 기판의 제조 방법.

### 청구항 10

제9항에 있어서, 접촉 단계가 세정제를 포함하는 도포기로 물품을 와이핑하는 것을 포함하는 방법.

### 청구항 11

제10항에 있어서, 성분 표면을 건조시키는 것을 더 포함하는 방법.

### 청구항 12

제11항에 있어서, 건조 단계가 도포기로 물품을 와이핑하는 것을 포함하는 방법.

### 청구항 13

제12항에 있어서, 세정된 표면에 프라이머를 도포하는 것을 더 포함하는 방법.

### 청구항 14

제13항에 있어서, 반응 사출 성형된 성분이 폴리우레탄을 포함하는 것인 방법.

#### 청구항 15

1종 이상의 수산화물 및 1종 이상의 알코올로 본질적으로 이루어진 염기성 용액으로 몰드 이형제를 포함하는 반응 사출 성형된 성분인 제1 기관의 표면을 세정하는 단계;

세정된 표면 또는 투명 유리 판넬을 포함하는 제2 기관에 프라이머를 도포하는 단계;

제1 기관과 제2 기관을 접착제로 결합시키는 단계

를 포함하는, 2개의 기관의 결합 방법.

#### 청구항 16

제15항에 있어서, 세정 단계가 염기성 용액을 포함하는 도포기로 표면을 와이핑하는 것을 포함하고, 도포기로 표면을 와이핑하여 표면을 건조시키는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 17

제16항에 있어서, 염기성 용액이 이소프로판올 중 약 1.5 중량% 수산화칼륨으로 본질적으로 이루어진 것인 방법.

#### 청구항 18

제17항에 있어서, 반응 사출 성형된 성분이 1종 이상의 이소시아네이트 예비중합체와 1종 이상의 폴리올 에테르 또는 아민 에테르의 반응 생성물인 방법.

#### 청구항 19

제18항에 있어서, 반응 사출 성형된 성분이 폴리우레탄 또는 폴리우레아를 포함하는 것인 방법.

#### 청구항 20

제19항에 있어서, 접착제가 폴리우레탄을 포함하는 것인 방법.

### 명세서

#### <1> 우선권 주장

<2> 본 출원은 2005년 12월 30일에 출원된 미국 가특허출원 제60/755,225호 (본원에 참고로 포함됨)의 이익을 주장한다.

### 기술분야

<3> 본 발명은 유리 와 기관 사이의 접착력을 개선시키기 위한 방법을 포함한다.

### 배경기술

<4> 접착제를 사용하여 2개의 성분, 특히 (예를 들어 차량 창문에서) 유리 와 기관 사이의 접착력을 개선시키기 위한 필요성이 당업계에 계속 존재한다. 반응 사출 성형 (RIM) 절차는 유리에 결합할 수 있는 기관을 생성하는데 사용될 수 있다. RIM 절차의 한가지 단점은 몰드로부터 제작품의 적절한 분리를 보장하기 위해서 외부 이형제와 같은 몰드 이형제가 필요하다는 것이다. 몰드 이형제는 기관을 유리에 결합시키는데 사용되는 접착제 및/또는 프라이머의 성능을 방해하는 경향이 있다.

#### <5> 발명의 개요

<6> 본 발명은 세정제를 반응 사출 성형된 성분에 도포하는 것을 포함하는 결합을 위한 기관의 제조 방법에 관한 것이다. 기관은 건조되어 세정액의 일부 또는 모두를 제거한다. 본 발명은 또한 2개의 기관을 서로 결합시키는 방법에 관한 것이다. 1개의 기관의 표면을 염기성 용액으로 세정한 후, 프라이머를 세정된 표면 또는 제2 기관에 도포할 수 있다. 이어서, 접착제를 사용하여 기관을 서로 결합시킨다.

## 발명의 상세한 설명

- <7> 본 발명은 제2 성분과 결합하기 위한 제1 성분의 제조 방법을 포함한다. 상기 방법은 비교적 염기성 조성물인 (예를 들어 pH가 7 이상인) 세정제를 제1 성분에도포하는 것을 포함한다.
- <8> 세정제는 염기 및 염기에 대한 용매를 포함한다. 적합한 염기에는 알칼리금속 수산화물, 수산화암모늄, 다른 염기 및 이의 조합이 포함되며, 수산화칼륨 및 수산화나트륨이 바람직하다. 염기를 용해시키는 임의의 용매 (예를 들어 극성 용매)가 적합하다. 낮은 증기압을 갖는 용매가 용매의 제거를 용이하게 하므로 바람직하다. 탄화수소 및 알콜, 예컨대 메탄올, 프로판올 또는 부탄올이 바람직한 부류의 용매이다. 하나의 특히 바람직한 용매는 이소프로판올 (IPA)이다. 물론, 물질의 조합, 예컨대 메탄올과 이소프로판올이 용매로서 사용될 수 있다.
- <9> 바람직한 세정제 조성물은 이소프로판올 중 수산화칼륨을 포함한다. 용매 중 염기의 양은 용매 중 염기의 용해도 한계 이하일 수 있으며, 용매 중 약 10.0 중량% 미만의 염기 양이 바람직하다. 용매 중 약 0.5 중량% 내지 약 5.0 중량% 범위 (예를 들어 약 1.5 중량%)의 염기가 가장 바람직하다.
- <10> 또한, 세정제는 자외선 또는 다른 광원 하에서 세정제가 도포된 위치 및 세정제가 충분히 제거되었는지 여부의 확인을 돕는데 사용될 수 있는 착색제 또는 형광제를 포함할 수 있다.
- <11> 세정제의 도포는 적합한 코팅 기술, 예컨대 스와빙(swabbing), 브러싱(brushing), 딥핑(dipping), 닥터 블레이딩(doctor blading), 커튼 코팅(curtain coating) 또는 롤링(rolling) 등을 사용하여 수행될 수 있다. 한 실시양태에서, 세정제는 제1 성분에도분될 수 있다. 다른 특정 접근법은 제1 성분을 세정제로 적셔진 도포기 (예를 들어 천, 패드, 타월렛, 와이프 또는 스폰지 등과 같은 다공질 부재)로 와이핑(wiping)하는 단계를 포함한다.
- <12> 본 방법은 또한 기관의 건조를 포함할 수 있다. 기관의 건조는 세정제의 일부 또는 모두, 세정제 중의 용매 또는 둘 다를, 예컨대 천, 패드, 타월렛, 스킨지, 와이프 또는 스폰지 등과 같은 도포기를 이용하는 접촉 단계 (예를 들어 제2 와이핑 단계)를 사용하여 제거함으로써 수행될 수 있다. 한 실시양태에서, 도포기의 제1 부분은 세정제를 도포하는데 사용되고, 도포기의 제2 부분은 기관을 건조시키는데 사용된다. 별법으로, 비접촉 단계, 예컨대 대류 가열, 복사 가열 또는 둘 다에 의한 증발이 사용될 수 있다. 추가로, 또는 별법으로, 감압이 용매의 제거를 용이하게 하는데 사용되어 기관을 건조시킬 수 있다.
- <13> 세정제 도포와 건조 사이의 시간은 1초 미만 내지 수분 (예를 들어 30분 이상)의 범위일 수 있다. 예를 들어, 단계들 사이에 상당한 시간 없이 한 단계 후 다른 단계가 즉시 수행될 수 있다. 별법으로, 상당한 시간이 한 단계 완료와 다른 단계 시작 사이에 존재할 수 있다. 한 실시양태에서, 건조 단계는 도포 단계 완료의 1분 내에 시작된다.
- <14> 바람직한 실시양태에서, 본 방법은 도포기를 이용하여 세정제 상에서 와이핑하고, 도포기를 이용하여 세정제를 와이핑 제거하는 단계를 포함한다 (도포기가 두 와이핑 단계에서 동일 또는 상이한지 여부는 관계없음).
- <15> 제1 성분은 금속 (예를 들어 강철), 세라믹, 플라스틱, 복합재 (예를 들어 섬유 또는 입자 강화 물질, 라미네이트 또는 기타) 또는 이의 조합 등을 비롯한 임의의 적합한 물질로 구성될 수 있다. 적합한 플라스틱에는 열가소성 물질, 열경화성 물질, 천연 고무, 탄성중합체 열가소성 물질 (예를 들어 폴리비닐클로라이드 또는 열가소성 폴리우레탄) 또는 이의 조합이 포함된다. 강화, 비강화, 충전 및 비충전 플라스틱이 또한 성분에 사용될 수 있다. 제1 성분은 목적하는 응용에 사용하기에 적합한 임의의 형태, 예컨대 시트, 필름, 판넬, 블록, 성형품 또는 형상품 등을 취할 수 있다. 제1 성분의 물질은 목적하는 색을 얻기 위해 안료를 포함할 수 있으며, 별법으로 제1 성분은 페인트와 같은 착색 코팅을 포함할 수 있다.
- <16> 바람직하게, 제1 성분은 반응 사출 성형 (RIM) 기술을 사용하여 제조된다. 더 바람직하게, 제1 성분의 물질은 RIM 기술로부터 생성된 탄성중합체 물질을 포함한다. 예를 들어, 폴리우레탄 또는 폴리우레아를 생성하는데 이소시아네이트 예비중합체와 폴리올 또는 아민 에테르의 조합이 유용할 수 있을 뿐만 아니라 다른 성분도 유용할 수 있다. 바이엘 머티리얼 사이언스(Bayer Material Science)에서 시판하는 물질에는 상표명 베이두르(Baydur, 등록상표), 프리즘(Prism, 등록상표), 베이플렉스(Bayflex, 등록상표), 베이피트(Bayfit, 등록상표) 및 베이테크(Baytec, 등록상표)로 시판되는 것이 포함된다. 또한, 렉티셀(Recticel)에서 제공하는 물질도 적합하다. 1종 이상의 몰드 이형제가 물질에 혼입되어 몰드로부터 성분의 분리를 촉진시킬 수 있다. 별법으로, 외부 몰드 이형제 (예를 들어 RIM 기술의 수행전 몰드에도포된 것)가 사용될 수 있다. 임의의 적합한 몰드 이형제, 예컨

대 미국 미시간주 호웰 소재 켐-트렌드(Chem-Trend)에서 제공하는 것들을 비롯한 실리콘 기재 작용제 또는 아연 스테아레이트 함유 작용제 등이 사용될 수 있다.

- <17> 제2 성분은 제1 성분과 동일한 물질일 수 있다. 그렇지 않으면, 제2 성분은 유리 및 투명 또는 반투명 플라스틱, 예컨대 (메트)아크릴레이트 또는 폴리카르보네이트를 비롯한 임의의 적합한 물질로 구성될 수 있다. 바람직하게, 제2 성분은 유리이며, 특히 템퍼링된 유리이다. 또한, 물질은 1종 이상의 첨가제, 예컨대 염색제, 착색제, 긁힘 방지제, UV 및 열 흡수제, 접착 촉진제 또는 이의 임의의 조합물을 함유할 수 있다. 제2 성분은 하나 이상의 코팅, 예를 들어 염색제, 경질-코팅, 편광 코팅, 내긁힘성 코팅, 내화학성 코팅, 반사 코팅, 복사선 흡수 코팅 (예를 들어 UV 코팅) 또는 이의 임의의 조합 등으로 코팅될 수 있다.
- <18> 한 실시양태에서, 각 성분의 표면은 세정제, 접착제 또는 프라이머의 도포 전 임의로 예비처리될 수 있다. 이러한 임의적 처리는 제2 성분을 위한 세정 및 그리스 제거, 플라즈마 코팅, 다른 표면 처리를 사용한 코팅 (예를 들어 프라이머 또는 페인트) 및 이의 조합을 포함할 수 있다.
- <19> 성분을 서로 결합시키는데 사용되는 접착제는 의도하는 응용에 적합한 임의의 접착제일 수 있다. 접착제는 수성 접착제, 유성 접착제 또는 그 밖의 접착제일 수 있다. 접착제는 단일 성분 접착제 또는 다중 성분 접착제 (예를 들어 2 성분 접착제)일 수 있다. 다중 성분 접착제는 동시에 (예를 들어 에폭시) 또는 순차적으로 성분을 사용한다. 상기 접착제는 공기 경화, 수분 경화, 열 경화, 복사선 경화 (예를 들어 IR 또는 UV), 고주파 경화, 용매 손실 경화, 또는 그 밖의 방식으로 경화될 수 있다. 상기 접착제는 용융 유동성이거나, 액체, 필름, 분말, 페이스트, 테이프, 발포체, 젤 또는 그 밖의 형태일 수 있다. 상기 접착제는 감압 접착제, RTV 접착제 또는 핫-멜트 접착제일 수 있다. 특정 응용에서 접착제는 구조 접착제일 수 있다. 본원에서 사용되는 접착제란 용어는 프라이머 또는 다른 결합제를 본 발명의 범주로부터 배제시킬 의도는 없다는 것을 이해해야 한다.
- <20> 다른 실시양태에서, 접착제는 별도의 접착제 경화 개시 작업을 요하는, 필요시 경화 접착제 (cure-on-demand adhesive)일 수 있다. 예를 들어, 한 실시양태에서 이는 조립 동안 파괴되는 캡슐화 경화제를 사용하여 달성된다. 다른 실시양태에서, 이는 보호 코팅을 제거하여 접착제를 주위 조건에 노출시켜 달성된다. 경화는 접착제를 열, 적외선 또는 자외선 광원에, 또는 전단력 등에 노출시켜 개시될 수 있다. 물론, 필요시 경화성을 갖지 않은 접착제를 사용하는 것도 항상 가능하다.
- <21> 임의의 적합한 접착제 군으로부터 선택된 접착제, 예컨대 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리에테르, 폴리올레핀, 에폭시, 에틸렌 비닐 아세테이트, 우레탄, (메트)아크릴 (비제한적으로 시아노아크릴레이트를 포함함), 실란, 실리콘, 티오에테르, 플루오로실리콘, 플루오로카본 또는 이의 조합 등을 사용할 수 있다. 접착제는 고온 에폭시 수지, 고온 아크릴 수지, 폴리아미드, 혼성 폴리아미드/에폭시 수지 접착제, 에폭시 노블락/니트릴 고무 접착제 또는 폴리티오에테르 에폭시 등일 수 있다. 별법으로, 유기보란/아민 복합물 및 올레핀 불포화기를 갖는 1종 이상의 단량체, 올리고머 또는 중합체를 포함하는 접착제가 사용될 수 있으며, 여기서 복합물은 복합물을 해리시키는 특정 화합물 및 온도로 해리된다. 예시적인 조성물은 발명의 명칭 "아민 유기보란 복합물 중합 개시제 및 중합성 조성물 {Amine Organoborane Complex Polymerization Initiators and Polymerizable Compositions}"의 미국 특허 제6,706,831호 및 본원에 참고로 포함된 관련 특허 및 출원에 개시되어 있다.
- <22> 본 발명의 한 방법에서, 고온 접착제, 특히 주성분이 경화시 분해 또는 성분으로부터 탈출없이 승온에의 노출을 견딜 수 있는 수지인 접착제가 사용된다. 이러한 수지의 예는 (메트)아크릴 수지를 포함한다. 바람직한 접착제는 폴리우레탄으로부터 선택되며, 바람직한 폴리우레탄 접착제는 폴리우레탄 또는 폴리우레탄-실리콘 잔기와 혼합된 실리콘 (예를 들어 실록산)을 포함할 수 있다. 더 바람직한 폴리우레탄 접착제는 실릴-말단 폴리우레탄을 포함하며, 가장 바람직한 접착제는 폴리우레탄 골격에 그래프팅된 실록산을 포함한다. 바람직한 폴리우레탄 접착제는 다우 케미칼(Dow Chemical)에 의해 시판되는 베타시일(BETASEAL, 상표명), 특히 베타시일(상표명) 15625를 포함한다.
- <23> 본 발명에 사용하기에 적합한 프라이머는 접착제와 조화되는 것이다. 예를 들어, 베타시일(상표명)로 시판되는 프라이머는 베타시일(상표명) 접착제와 함께 사용하는 것이 바람직하다. 물론, 다중 프라이머가 이용될 수 있다.
- <24> 이론에 얽매일 의도는 없지만, 염기성 세정제의 도포는 제1 성분 표면의 극성을 증가시켜, 특히 성분이 플라스틱 (예를 들어 RIM 플라스틱)을 포함하는 경우, 제1 성분에 대한 접착제 또는 프라이머의 결합능을 증가시킨다고 판단된다. 또한, 세정제는 제1 성분 (특히 플라스틱 성분)의 표면 습윤 특성을 개선시켜, 그 성분

접착제 또는 프라이머의 결합능을 증가시킨다고 판단된다. 또한, 세정제는 몰드 이형제의 사용으로 도입될 수 있는 것과 같은, 표면 성분 표면 상에 존재하는 임의의 산을 중화시킨다고 판단된다. 또한, 최상의 이점은 폴리우레탄 접착제와 조합으로 RIM 기술에 따라 제조된 플라스틱에 세정제를 사용할 경우 발견될 것이라고 판단된다.

<25> 본 발명은 또한 두 성분을 서로 결합시키는 방법을 포함한다. 이 방법은 세정제를 제1 성분에 도포하고 이어서 제1 성분을 제2 성분에 결합시키는 것을 포함한다. 한 실시양태에서, 세정제를 제1 성분에 도포한 후, 프라이머 (사용할 경우)를 제1 성분에 도포한다. 이어서, 접착제를 제1 성분에 도포한 후, 제2 성분과 접촉시킨다. 별법으로, 세정제를 제1 성분에 도포한 후, 프라이머 (사용할 경우) 및 접착제를 제2 성분에 도포하고, 이어서 제1 성분과 접촉시킨다. 또한, 세정제를 두 성분에 도포한 후 프라이머 (사용할 경우) 및 접착제를 제1 성분 및 제2 성분 중 하나 또는 둘 다에 도포하는 것과 같은 단계의 다양한 다른 조합이 제1 성분을 제2 성분과 결합하기에 적합하다. 접착제의 경화 시간은 이용된 접착제에 의해 결정될 것이며, 바람직하게는 결합된 조인트를 손상시키지 않으면서 물품을 취급할 수 있도록 접착제를 충분히 경화시킨다. 예를 들어, 접착제는 약 1분 이상, 약 1시간 이상, 약 1일 이상 및/또는 약 1주일 이상 경화된다. 두 성분을 서로 결합시키는 것을 포함하는 단계는 물품의 제조시 (예를 들어 자동차의 OEM에서 또는 부품 공급원에서) 또는 물품의 판매후 교체 또는 수선 (예를 들어 창문 교체)의 일부로서 수행될 수 있다.

<26> 본 발명은 또한 2개 이상의 성분을 서로 결합시키는 방법으로 제조된 물품에 관한 것이다. 한 실시양태에서, 이러한 물품은 RIM 성분을 포함하는 창문 프레임에 결합된 코팅된 투명 또는 반투명 차량 창문을 포함한다. 기타 물품은 접착제로 프레임에 결합된 렌즈, 프레임에 결합된 거울, 접착제로 프레임에 결합된 구조 패널, 프레임에 결합된 차폐물 또는 이의 조합 등을 포함한다. 프레임은 임의의 창문, 렌즈 또는 거울 등의 외주를 완전히 또는 단지 부분적으로 에워쌀 수 있다. 성분은 서로 결합된 후, 창문, 차폐물, 렌즈 또는 구조물 상에, 그 내에 또는 그의 일부로서 사용하기 위한 조립체를 형성할 수 있고, 특히 자동차와 같은 수송 차량에서 사용하기 위한 조립체를 형성한다. 차량 내에서, 조립체는 앞유리, 선루프, 문루프, 측면 창문 또는 후방 창문 등을 포함할 수 있다. 추가로, 결합된 성분은 물리적, 화학적 및 생물학적 위험으로부터 사용자를 보호하는데 사용되는 투명 또는 반투명 보호 장벽을 형성할 수 있다. 특히, 결합된 성분은 보호 헬멧 또는 슈트 상의 차폐물, 산업용 기계 상의 차폐물, 반응 용기 상의 차폐물 또는 반응 용기내 창문을 형성할 수 있다.

## 실시예

<27> 아래 실시예는 본 발명을 더 완전히 예시하기 위해 제공되며, 본 발명의 범위를 한정할 의도는 아니다. 달리 기재하지 않는 한, 모든 부 및 %는 중량 기준이다.

<28> 세정제는 세정제가 사용되지 않는 상황 및 단지 용매만이 사용되는 상황을 비교하였다. SAE J1529 시험법에 따라 랩 전단 접착 시험을 수행하고, SAE J1720 시험법에 따라 킥 나이프 접착 시험을 수행하였다.

<29> 랩 전단 시험의 경우, RIM 성분 (예를 들어 RIM 기술에 따라 제조된 플라스틱 기관)을 세정제 또는 순수 이소프로판올을 포함한 패드로 와이핑하고, 이어서 (예를 들어 세정제를 제거하는 와이프의 사용을 통해) 즉시 건조시켰다. 이후, 하나 이상의 프라이머를 RIM 성분에 도포하였다. 접착제 비드 약 6.3 mm(폭) × 8 mm(높이)를 RIM 성분의 폭을 따라 말단으로부터 약 6 mm 내지 12 mm에 도포하였다. 유리창을 접착제 상에 배치하고, 23℃ 및 50% 상대습도 조건에서 7일 동안 샘플을 경화시켰다. 초기 경화 후, 샘플을 랩 전단 시험하거나 풍화 조건으로 더욱 처리하였다.

<30> 한가지 풍화 유형은 습도 노화이다. 이는 샘플을 초기 경화시킨 후 38℃ 및 100% 상대습도에서 7일 동안 풍화시키는 것을 포함한다. 다른 풍화 유형은 열 노화이다. 이는 샘플을 초기 경화시킨 후 80℃ 및 50% 상대습도에서 7일 동안 풍화시키는 것을 포함한다. 또다른 풍화 유형은 장기간 노출로서, 샘플을 초기 경화시킨 후 SAE J1885 조건을 활용하여 웨더-O-미터(Weather-O-Meter (WOM)) 챔버에서 2000 시간 노출시키는 것을 포함한다. 풍화 후, 샘플은 랩 전단 시험된다.

<31> 4가지 상이한 세정제/프라이머 시스템: 1) 이소프로판올 (IPA)/베타시일 43532 프라이머; 2) 베타시일 43518/베타시일 43520A 프라이머; 3) 세정제/베타시일 43538 프라이머; 및 4) 세정제/베타시일 43520A 프라이머 (세정제는 이소프로판올 중 1.5 중량% KOH이며, 아래 결과에서 베이스 와이프라 칭함)을 비교하였다. 각 세정제/프라이머 시스템을 5가지 상이한 RIM 성분: 1) 3836 몰드 이형제를 갖는 RECTICEL LM 161; 2) 3771 몰드 이형제를 갖는 RECTICEL LM 161; 3) RIM 8 몰드 이형제를 갖는 RECTICEL LM 161; 4) 3836 몰드 이형제를 갖는 RECTICEL LM 30; 및 5) RIM 8 몰드 이형제를 갖는 RECTICEL LM 30에 대해 시험하였다. 캠-트렌드사의 몰드 이형제를 사

용하였다. 모든 랩 전단 시험을 위한 접착제로서 베타시일 15625 형태의 폴리우레탄 접착제를 사용하였다.

<32>

랩 전단 시험은 인스트론 시험기를 사용하여 1 인치/분 (2.5 cm/분)의 당김 속도로 수행하였다. 달리 언급하지 않는 한, 각 세정제/프라이머의 4개의 샘플을 각 조건 집합: 1) 초기 경화; 2) 열 노화; 3) 습도 노화; 및 4) 2000 시간 WOM에서 시험하였다. 각 접착제 시스템의 4개의 샘플에 대한 랩 전단 시험의 결과를 평균내어 하기 표 1 내지 표 4에 기록하였다.

표 1

초기 경화

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538 프라이머         | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머 |
|--------------|-------------------|----------------------|---------------------------------|--------------------------|
| LM 161 3836  | 470 psi/14CF      | 567 psi/90CF         | 784 psi/100CF,                  | 471 psi/40CF             |
| LM 161 3771  | 165 psi/0CF       | 샘플 없음                | 692 psi/100CF                   | 494 psi/20CF             |
| LM 161 RIM 8 | 234 psi/4CF       | 233 psi/18 CF        | 837 psi/2@<br>100CF, 기타<br>95CF | 606 psi/20CF             |
| LM 30 3836   | 205 psi/0CF       | 333 psi/0CF          | 무 샘플                            | 무 샘플                     |
| LM 30 RIM 8  | 342 psi/49CF      | 140 psi/0CF          | 634 psi/100CF                   | 무 샘플                     |

<33>

표 2

열 노화 (초기 경화 + 7d 80C)

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538 프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머     |
|--------------|-------------------|----------------------|-------------------------|------------------------------|
| LM 161 3836  | 644 psi/67CF      | 558 psi/48CF         | 634 psi/90CF            | 649 psi/10, 20,<br>30, 100CF |
| LM 161 3771  | 199 psi/0CF       | 무 샘플                 | 356 psi/10, 30CF        | 540 psi/40, 60CF             |
| LM 161 RIM 8 | 379 psi/42CF      | 554 psi/34CF         | 640 psi/95CF            | 630 psi/3@<br>100CF, 1@ 40CF |
| LM 30 3836   | 428 psi/9CF       | 265 psi/0CF          | 453 psi/100CF           | 372 psi/100CF                |
| LM 30 RIM 8  | 489 psi/53CF      | 321 psi/1CF          | 무 샘플                    | 무 샘플                         |

<34>

표 3

습도 노화 (초기 경화 + 7d 38/100)

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538프라이머   | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머      |
|--------------|-------------------|----------------------|--------------------------|-------------------------------|
| LM 161 3836  | 490 psi/56CF      | 564 psi/74CF         | 720 psi/40, 50,<br>100CF | 514 psi/40, 50CF,<br>2@ 100CF |
| LM 161 3771  | 152 psi/5CF       | 무 샘플                 | 525 psi/20CF,<br>100CF   | 420 psi/20, 30,<br>40, 50CF   |
| LM 161 RIM 8 | 426 psi/58CF      | 486 psi/4CF          | 727 psi/100CF            | 421 psi/100CF                 |
| LM 30 3836   | 318 psi/6CF       | 376 psi/0CF          | 479 psi/90CF             | 297 psi/100CF                 |
| LM 30 RIM 8  | 421 psi/27CF      | 342 psi/3CF          | 무 샘플                     | 무 샘플                          |

<35>

표 4

초기 경화 + 2000 시간 WOM

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538 프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머                 |
|--------------|-------------------|----------------------|-------------------------|------------------------------------------|
| LM 161 3836  | 618 psi/60CF      | 301 psi/19CF*        | 625 psi/100CF           | 792 psi/100CF                            |
| LM 161 3771  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 650 psi/100CF           | 656<br>psi/1@100CF,<br>2@20CF,<br>1@60CF |
| LM 161 RIM 8 | 509 psi/55CF      | 388 psi/10CF*        | 724 psi/100CF           | 565 psi/100CF                            |
| LM 30 3836   | 263 psi/0CF**     | 0 psi/0CF**          | 556 psi/100CF           | 643 psi/20, 30CF                         |
| LM 30 RIM 8  | 379 psi/10CF      | 0 psi/0CF**          | 무 샘플                    | 무 샘플                                     |

\* 2개의 샘플이 시험전 분리됨

\*\* 모든 샘플이 시험전 분리됨

<36>

<37>

표는 각 비교 실시예 및 세정제/프라이머 조합에 대한 조인트의 강도를 psi 단위로 나타낸다. 표는 또한 응집 파괴 (CF) %로서 접착 정도를 나타낸다. CF에서, 당긴 결과로서 접착제 내에서 분리가 일어났다. 세정제의 사용은 비세정 기관의 랩 전단 강도보다 우수하지는 않을지라도 필적하는 랩 전단 강도를 나타내었다. 또한, 세정제의 사용은 더 높은 응집 파괴 (접착 파괴에 상반됨) %의 형태로 파괴 모드를 개선시켰다. 특히, 세정제/프라이머 조합은 적어도 약간의 응집 파괴도, 바람직하게는 약 50% CF 초과, 더 바람직하게는 약 75% CF 초과, 가장 바람직하게는 100% CF를 보이면서도 약 350 psi 초과, 약 500 psi 초과, 약 750 psi 초과의 랩 전단 강도를 나타내었다.

<38>

퀵 나이프 접착 시험의 경우, 세정제를 사용하여 세정되고 프라이머 도포된 RIM 성분 상에 6.3 mm(폭) × 6.3 mm(높이) × 100 mm(길이)의 접착제 비드를 도포하였다. 접착제를 23℃ 및 50% 상대습도 조건에서 7일 동안 경화시켰다. 이후 경화된 비드는 비드의 말단을 180° 각도로 뒤로 당기면서 45° 각도로 기관까지 면도날로 절단하였다. 기관 상에 3 mm 마다 노치를 새겼다. 접착 정도를 응집 파괴 (CF) %로서 평가하였다. CF에서, 절단하고 당긴 결과 접착제 내에서 분리가 일어났다. 랩 전단 시험에 사용된 동일한 세정제/프라이머/접착제/RIM 성분 조합을 퀵 나이프 접착 시험에 사용하고, 풍화 조건도 동일하였다. 각 접착제 및 풍화 조건의 한 샘플을 퀵 나이프 접착 시험하였다. 결과를 하기 표 5 내지 표 8에 요약하였다.

표 5

초기 경화

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538 프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머 |
|--------------|-------------------|----------------------|-------------------------|--------------------------|
| LM 161 3836  | 40CF              | 90CF                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 161 3771  | 0CF               | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 161 RIM 8 | 10CF              | 0CF                  | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 30 3836   | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 30 RIM 8  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |

<39>

표 6

열 노화 ( 초기 경화 + 7d 80C)

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538 프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머 |
|--------------|-------------------|----------------------|-------------------------|--------------------------|
| LM 161 3836  | 70CF              | 40CF                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 161 3771  | 70CF              | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 161 RIM 8 | 25CF              | 40CF                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 30 3836   | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |
| LM 30 RIM 8  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                   | 100CF                    |

<40>

표 7

습도 노화 (초기 경화 + 7d 38/100)

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머 |
|--------------|-------------------|----------------------|------------------------|--------------------------|
| LM 161 3836  | 95CF              | 75CF                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 161 3771  | 0CF               | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 161 RIM 8 | 20CF              | 0CF                  | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 30 3836   | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 30 RIM 8  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |

<41>

표 8

초기 경화 + 2000 시간 WOM

| 프라이머         | IPA/43532<br>프라이머 | 43518/43520A<br>프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43538프라이머 | 베이스 와이프 +<br>43520A 프라이머 |
|--------------|-------------------|----------------------|------------------------|--------------------------|
| LM 161 3836  | 100CF             | 100CF                | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 161 3771  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 161 RIM 8 | 40CF              | 40CF                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 30 3836   | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |
| LM 30 RIM 8  | 무 샘플              | 무 샘플                 | 100CF                  | 100CF                    |

<42>

<43> 표는 킥 나이프 시험 동안 발생하는 파괴의 유형 및 정도를 나타낸다. 예를 들어, 100CF는 100% 응집 파괴를 의미하고, 얼룩 (smear)은 발생된 접착 파괴를 의미한다. 킥 나이프 접착 시험의 결과는 세정제의 사용이 RIM 성분, 몰드 이형제 또는 풍화 조건의 구성과 무관하게 응집 파괴도를 개선시켰음을 나타낸다.

<44> 종합하면, 랩 전단 강도 시험 및 킥 나이프 접착 시험은 세정제가 넓은 범위의 RIM 성분 및 몰드 이형제에 대해서 응집 파괴 %를 개선시키면서도 비세정 기관에 필적하는 랩 전단 강도 또는 우수한 결합을 제공함을 보여준다. 따라서, 세정제는 RIM 성분을 포함하는 것과 같은 탄성중합체 열가소성 물질에 대한 유리의 결합을 개선시키기 위해 널리 적용가능하다.

<45> 또한, 다수의 성분 또는 단계의 기능 또는 구조가 단일 성분 또는 단계로 조합되거나, 또는 한 성분 또는 단계의 기능 또는 구조가 복수의 성분 또는 단계 중에 분할될 수 있음을 이해할 것이다. 본 발명은 이들 모든 조합을 고려한다. 달리 언급하지 않는 한, 본원에 기재된 다양한 구조의 치수 및 모양은 본 발명의 제한을 의도하는 것이 아니며 다른 치수 또는 모양도 가능하다. 단일 집적 구조 또는 단계에 의해 복수의 구조 성분 또는 단계가 제공될 수 있다. 달리, 단일 집적 구조 또는 단계가 분리된 복수의 구조 성분 또는 단계로 나뉠 수 있다. 추가로, 본 발명의 특징이 단지 하나의 예시된 실시양태에 비추어서 기재되었을지라도, 이러한 특징은 임의의 응용에서 다른 실시양태의 하나 이상의 특징과 조합될 수 있다. 또한, 본원의 고유한 구조의 제조 및 이의 작동이 또한 본 발명에 따른 방법을 구성함을 이해할 것이다. 본 발명은 또한 본 발명 실시로 생성되는 중간 및 최종 제품을 포함한다. 포함하는 (comprising, including)의 사용은 인용된 특징으로 본질적으로 이루어진 또는 이루어진 실시양태를 고려한다.

<46> 본원에 제시된 설명 및 예시는 당업자에게 본 발명, 그 원리 및 그 실용분야를 알려주는 것을 의도한다. 당업자는 특정 용도의 요건에 최선으로 부합될 수 있는 다수의 형태로 본 발명을 채용 및 적용할 수 있다. 따라서, 기재된 본 발명의 특정 실시양태는 본 발명의 제한을 의도하는 것이 아니다. 그러므로, 본 발명의 범위는 위 기재로 결정해서는 안되며, 첨부된 특허청구범위를 참고로 이러한 청구범위에 부여되는 모든 범위의 등가물에 따라 결정되어야 한다. 특허출원 및 공개문헌을 비롯한 모든 문헌 및 인용문헌은 참고로 포함되었다.