



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년07월23일

(11) 등록번호 10-1539046

(24) 등록일자 2015년07월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09J 11/00 (2006.01) C09J 201/00 (2006.01)

C09J 7/04 (2006.01) C09J 9/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7018156

(22) 출원일자(국제) 2009년01월06일

심사청구일자 2013년11월29일

(85) 번역문제출일자 2010년08월16일

(65) 공개번호 10-2010-0116614

(43) 공개일자 2010년11월01일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2009/050072

(87) 국제공개번호 WO 2009/090119

국제공개일자 2009년07월23일

(30) 우선권주장

10 2008 004 388.5 2008년01월14일 독일(DE)

(56) 선행기술조사문헌

JP평성02240182 A

JP2002521544 A

(73) 특허권자

테사 소시에타스 유로파에아

독일 함부르크 크빅보른스트랏세 24 (

우:테-20253)

(72) 발명자

부르마이스터, 악셀

독일 21244 부호홀츠 암 카텐베르케 65 아

크레프트, 크리스티안

독일 20255 함부르크 롬베르그슈트라세 7

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 남앤드남

전체 청구항 수 : 총 33 항

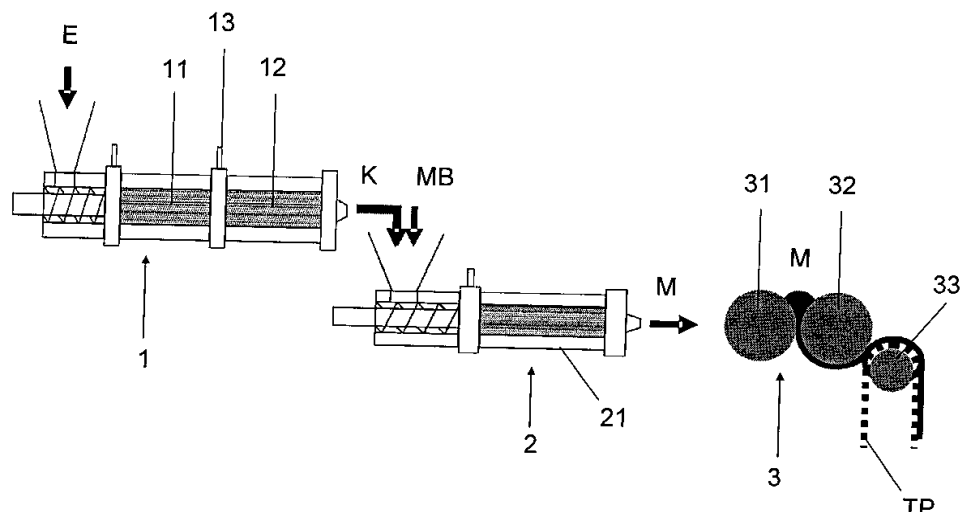
심사관 : 김지우

(54) 발명의 명칭 발포된, 특히 감압성 접착제, 이의 제조 방법 및 용도

(57) 요약

팽창된 마이크로벌룬(microballon)을 포함하는 접착제, 더욱 구체적으로는 감압성 접착제로서, 상기 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량(coat weight) 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 30% 이하, 바람직하게는 20% 이하, 더욱 바람직하게는 10%까지 감소되는 접착제가 기술된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

즈마르슬리, 프란치스카

독일 21075 함부르크 크로텔에르베크 62

토르마이어, 자비네, 독토르

독일 20359 함부르크 안넨슈트라쎄 17

빈츠, 슈테판

독일 25746 오스트로헤 슈판그룬트 55

명세서

청구범위

청구항 1

팽창된 마이크로벌룬(microballon)을 포함하는 감압성(pressure-sensitive) 접착제로서,

팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍(void)의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량(coatweight) 및 배합(formula)을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 30% 이하까지 감소되는 감압성 접착제.

청구항 2

제 1항에 있어서, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 20% 이하까지 감소되는 감압성 접착제.

청구항 3

제 1항에 있어서, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 10% 이하까지 감소되는 감압성 접착제.

청구항 4

팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 감압성 접착제로서,

팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 감소되지 않음을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 5

팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 감압성 접착제로서,

팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여, 10% 내지 30%까지 더 높음을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 6

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 접착제가 10 μ m 이하의 표면 거칠기를 가짐을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 7

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 마이크로벌룬을 발포시키기 전에 접착제 내의 발포되지 않은 마이크로벌룬의 양이, 접착제의 전체 혼합물을 기준으로 0중량% 초과 내지 20중량%임을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 8

제 7항에 있어서, 마이크로벌룬을 발포시키기 전에 접착제 내의 발포되지 않은 마이크로벌룬의 양이, 접착제의 전체 혼합물을 기준으로 1.5중량% 내지 10중량%임을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 9

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가

제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 밀도에 대한 마이크로벌룬에 의해 발포된 접착제의 밀도의 비가 0.8 미만임을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 10

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 접착제가 천연 고무, 아크릴로니트릴-부타디엔 고무, 부틸 고무, 스티렌-부타디엔 고무, 스티렌 블록 공중합체 또는 폴리올레핀, 에틸렌-비닐 아세테이트, 아크릴레이트, 또는 상기 언급된 중합체의 화합물로 구성됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 11

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 접착제가 하나 이상의 첨가제, 하나 이상의 충전제, 또는 하나 이상의 첨가제 및 하나 이상의 충전제와 배합됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 12

제 11항에 있어서, 하나 이상의 첨가제가 에이징(aging) 억제제, 가교제, 광 안정화제, 오존 보호제, 지방산, 수지, 가소제, 가황제, 전자빔 경화 촉진제 및 UV 개시제로 구성된 군으로부터 선택됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 13

제 11항에 있어서, 하나 이상의 충전제가 카본 블랙, 산화 아연, 실리카, 실리케이트, 초크, 솔리드(solid) 및 증공 비드로 구성된 군으로부터 선택됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 14

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 접착제가 전리 방사선에 의해 부분적으로 또는 전체적으로 화학적으로 또는 물리적으로 가교됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 15

제 1항 내지 제 5항 중 어느 한 항에 있어서, 마이크로벌룬이 25℃에서 3 μ m 내지 40 μ m의 직경, 온도 노출 후 20 μ m 내지 200 μ m의 직경, 또는 25℃에서 3 μ m 내지 40 μ m의 직경 및 온도 노출 후 20 μ m 내지 200 μ m의 직경을 지남을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 16

제 15항에 있어서, 마이크로벌룬이 25℃에서 5 μ m 내지 20 μ m의 직경, 온도 노출 후 40 μ m 내지 100 μ m의 직경, 또는 25℃에서 5 μ m 내지 20 μ m의 직경 및 온도 노출 후 40 μ m 내지 100 μ m의 직경을 지남을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 17

중합체, 수지 및 충전제를 제 1 혼합 어셈블리에서 혼합하여 접착제를 형성시키고,

제 1 혼합 어셈블리로부터의 혼합된 접착제를 제 2 혼합 어셈블리로 옮기고, 동시에 여기에 팽창되지 않은 마이크로벌룬을 공급하는 단계,

마이크로벌룬이 제 2 혼합 어셈블리 내에서 또는 제 2 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되는 단계,

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 성형 어셈블리에서 층으로 성형시키는 단계, 및

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 웹 형태의 배킹 물질(backing material)에 도포하는 것을 포함하는, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 18

중합체, 수지 및 충전제를 초대기압 하에 제 1 혼합 어셈블리에서 팽창되지 않은 마이크로벌룬과 혼합하여 접착제를 형성시키고, 마이크로벌룬의 팽창 온도 미만의 온도로 가열시키는 단계,

제 1 혼합 어셈블리로부터의 혼합된 접착제를 제 2 혼합 어셈블리로 옮기고, 초대기압 하에서 팽창 온도로 가열

시키는 단계;

마이크로벌룬이 제 2 혼합 어셈블리 내에서 또는 제 2 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되는 단계,

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 롤 도포기에서 층으로 성형시키는 단계, 및

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 웹 형태의 배킹 물질 또는 릴리즈 물질(release material)에 도포하는 것을 포함하는, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 19

중합체, 수지, 충전제 및 팽창되지 않은 마이크로벌룬을 제 1 혼합 어셈블리에서 혼합하여 접착제를 형성시키고, 초대기압 하에서 팽창 온도로 가열시키는 단계,

마이크로벌룬이 제 1 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되는 단계,

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 롤 도포기에서 층으로 성형시키는 단계, 및

접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 웹 형태의 배킹 물질 또는 릴리즈 물질에 도포하는 것을 포함하는, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 20

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 있어서, 접착제가 롤 도포기에서 성형되고 배킹 물질에 도포됨을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 21

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 있어서, 성형 어셈블리에서 성형된 발포된 접착제의 층 두께가 팽창된 마이크로벌룬의 직경과 동일하거나 또는 그 미만임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 22

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 있어서, 웹 형태의 배킹 물질 상의 접착 테이프 내 접착제의 두께가 20 μm 내지 3000 μm 이거나, 릴리즈 물질 상의 접착 테이프 내 접착제의 두께가 20 μm 내지 2000 μm 임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 23

제 22항에 있어서, 웹 형태의 배킹 물질 상의 접착 테이프 내 접착제의 두께가 40 μm 내지 150 μm 임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 24

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 있어서,

제 1 혼합 어셈블리가 연속 어셈블리이고,

제 2 혼합 어셈블리가 단축 압출기이고,

접착제가 팽창된 마이크로벌룬과 함께 배킹 층으로 성형되는 성형 어셈블리가 캘린더, 롤 도포기, 또는 롤 및 정지형 독터 블레이드(doctor blade)에 의해 형성된 닙(nip)임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 25

제 24항에 있어서, 제 1 혼합 어셈블리가 행성식(planetary) 롤러 압출기, 단축 압출기, 이축 압출기 또는 핀 압출기임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 26

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 있어서,

제 1 혼합 어셈블리가 불연속 어셈블리이고,

제 2 혼합 어셈블리가 단축 압출기이고,

접착제가 팽창된 마이크로벌룬과 함께 배킹 층으로 성형되는 성형 어셈블리가 캘린더, 롤 도포기, 또는 롤 및 정지형 독터 블레이드에 의해 형성된 넘임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 27

제 26항에 있어서, 제 1 혼합 어셈블리가 Z형 반죽기(kneader) 또는 내부 혼합기임을 특징으로 하는, 감압성 접착제의 제조 방법.

청구항 28

제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 따른 방법으로 얻어진 감압성 접착제.

청구항 29

제 28항에 있어서, 감압성 접착제가 자가 접착제임을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 30

단면 또는 양면 접착 테이프에 사용하기 위한, 제 17항 내지 제 19항 중 어느 한 항에 따른 방법으로 얻어진 감압성 접착제.

청구항 31

제 30항에 있어서, 감압성 접착제가 자가 접착제임을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 32

제 30항에 있어서, 필름, 직물 또는 종이 배킹 물질로 사용됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

청구항 33

제 32항에 있어서, 접착제가 릴리즈 필름 또는 릴리즈 페이퍼에 도포됨을 특징으로 하는 감압성 접착제.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 접착제, 더욱 구체적으로는 마이크로벌룬(microballoon)으로 공지된 팽창된 고분자 중공 마이크로비드로 발포된 감압성 접착제, 이의 제조 방법, 및 더욱 구체적으로는 접착 테이프에서 이의 용도를 기술하고 있다.

배경 기술

[0002]

마이크로벌룬-발포된 (자가-)접착제는 오래 전에 기재되고 알려졌다. 이들은 균일하게 분포된 발포 단위체 크기(foam cell size)를 갖는 규정된 단위 구조로 구별된다. 이들은 공동없이 폐쇄된 단위 마이크로발포체(microfoam)이기 때문에, 그로 인해 개방된 단위체에 비해 민감한 제품을 먼지 및 액체 매체에 대해 더욱 효과적으로 밀봉시킬 수 있다.

[0003]

이들의 가요성이며 열가소성인 중합체 외피(shell) 때문에, 상기 발포체는 팽창불가능한 비고분자성 중공 마이크로비드(중공 유리 비드)로 채워진 발포체보다 더 큰 순응성(conformity)을 갖는다. 이들은 예를 들어 사출 성형을 이용하는 방법의 제조 공차를 보상하기에 더욱 적합하며, 이들의 발포 특성 때문에 열 스트레스를 더욱 잘 보상할 수 있다.

[0004]

또한, 발포체의 기계적 특성은 중합체 외피의 열가소성 수지의 선택에 의해 추가로 영향받을 수 있다. 따라서, 예를 들어 심지어 발포체의 밀도가 매트릭스의 밀도보다 낮은 경우에도 중합체 매트릭스를 단독으로 사용한 경우보다 더 높은 응집 강도(cohesive strength)를 갖는 발포체를 생성할 수 있다. 이러한 방식으로, 전형적인 발포체 특성, 예컨대 거친 기관에 대한 순응성이 PSA 발포체에 대한 높은 응집 강도와 결합될 수 있다.

[0005]

대조적으로 통상적으로 화학적이거나 물리적으로 발포된 물질은 압력 및 온도 하에서 비가역적으로 붕괴 되기에

더욱 쉽다. 그러한 경우에 응집 강도 또한 낮다.

[0006] DE 21 05 877C는 하나 이상의 면이 미세다공성 감압성 접착제 코팅되어 있고 접착제 층이 핵형성제를 포함하고, 접착제 층의 단위체가 폐쇄되고 접착제 층 내에 전체적으로 분배되는 배킹(backing)으로 구성된 접착 테이프를 기재하고 있다. 이 접착 테이프는 이 접착 테이프가 도포되는 불규칙한 표면에 순응하는 능력을 지니며 이에 따라 비교적 내구성있는 접착제 결합을 형성할 수 있지만, 한편으로 원래 두께의 절반으로 압축되는 경우에는 단지 최소한의 회복율을 나타낸다. 접착제 내 구멍(void)은 용매 및 물이 측면으로부터 접합라인 내로 도입되는 시작 지점을 제공하므로, 이는 매우 바람직하지 못하다. 또한, 전체 접착 테이프를 통해 용매 또는 물이 완전히 침투하지 않게 하는 것은 불가능하다.

[0007] EP 0 257 984 A1호는 하나 이상의 면이 발포된 접착제 코팅을 갖는 접착 테이프를 개시하고 있다. 이 접착제 코팅 내에는 차례로 탄화수소로 구성된 액체를 함유하며 고온에서 팽창되는 작은 중합체 비드가 함유되어 있다. 자가 접착제의 주쇄 중합체는 고무 또는 폴리아크릴레이트로 구성될 수 있다. 중공 마이크로비드가 중합 전 또는 후에 여기에 첨가된다. 마이크로별론을 포함하는 자가 접착제가 용매로부터 가공되고 접착 테이프를 형성하도록 성형된다. 따라서 이러한 경우에서 발포 단계는 코팅 후에 일어난다. 이와 관련하여 초미세하게 거친 표면이 얻어진다. 이에 의해 더욱 구체적으로 비파괴적인 재제거력(redetachability) 및 재배치력(repositionability)과 같은 특성이 얻어진다. 마이크로별론으로 발포된 자가 접착제의 초미세 표면의 결과로서 개선된 재배치력에 대한 효과가 추가 명세서, 예컨대 DE 35 37 433 A1호 또는 WO 95/31225 A1호에 기재되어 있다. 초미세 표면은 거품 없는 접착제 결합을 생성시키는데 사용된다. 이러한 사용은 EP 0 693 097 A1호 및 WO 98/18878 A1호에 개시되어 있다.

[0008] 그러나 초미세 표면의 유리한 특성은 항상 접합 강도 및/또는 박리 강도에서의 현저한 감소에 의해 방해받는다. 따라서 DE 197 30 854 A1호에는 마이크로별론으로 발포되지만 접합 강도의 손실을 방지하기 위해 발포된 코어(core) 위 및 아래에서 발포되지 않은 감압성 자가 접착제의 사용을 제안하는 배킹 층이 제시되어 있다.

[0009] 배킹 혼합물은 바람직하게는 엘라스토머 배합에 대해 일반적인 내부 혼합기에서 제조된다. 이 혼합물은 더욱 구체적으로는 10 내지 80 범위 내의 무니 값(Mooney value) ML_{1+3} (100°C)을 갖도록 조절된다. 제 2의 냉각 작업에서, 가능한 가교제, 가속화제 및 요망되는 마이크로별론이 혼합물에 첨가된다. 이러한 제 2 작업은 바람직하게는 반죽기, 내부 혼합기, 혼합용 롤 밀 또는 이축 압출기 내 70°C 미만의 온도에서 실시된다. 이 혼합물은 후속하여 기계 상에서 목적하는 두께로 압출되고/되거나 캘린더링된다. 다음으로 배킹의 양면 상에는 감압성 자가 접착제가 제공된다. 다음으로 열 발포 단계가 수행되고 필요에 따라 가교가 수행된다. 마이크로별론은, 배킹을 형성하도록 중합체 매트릭스를 성형시킨 후까지는 아니고 이들이 중합체 매트릭스 내로 혼입되기 전에 팽창될 수 있다. 팽창된 형태에서, 마이크로별론의 케이싱(casing)은 단지 0.02 μ m의 두께를 지닌다. 따라서, 배킹 물질이 중합체 매트릭스 내로 혼입되기 전에 마이크로별론의 제안된 팽창은 바람직하지 못한데, 그 이유는 그 경우에 혼입 동안의 강한 힘 때문에 다수의 별론이 파괴될 것이고 그에 따라 발포도가 감소될 것이기 때문이다. 또한, 부분적으로 파괴된 마이크로별론이 두께에서의 변동을 야기한다. 견고한 생산 작업이 좀처럼 이루어질 수 없다. 따라서, 열 터널에서 웹 형태로 성형시킨 후에 발포를 실시하는 것이 바람직하다. 그러나 이 경우에도 역시 발포 전의 전반적인 작업에서 정밀하게 일정한 조건이 유지되기 어렵고 또한 발포 동안 열 터널에서 정밀하게 일정한 조건이 유지되기 어렵기 때문에 평균 캐리어 두께가 요망되는 두께로부터 실질적으로 벗어나기 쉽다. 두께에 대한 구체적인 교정이 더 이상 가능하지 않다. 마찬가지로 두께에서도 상당한 통계학적 편차가 수락되어야 하는데, 그 이유는 마이크로별론 및 다른 배킹 구성성분의 농도에서의 국소적인 편차가 두께 변동에서 직접 드러나기 때문이다. 유사한 경로가 WO 95/32851 A1호에 기재되어 있다. 여기에는 발포된 배킹과 자가 접착제 사이에 부가적인 열가소성 층이 제공됨이 제안되어 있다. 둘 모두의 방법은 높은 박리 강도의 요건에 부합할 뿐 아니라 자동적으로 비교적 높은 감수성을 갖는 제품이 얻어지게 하는데, 이는 개별 층에 하중이 가해지면 고정력(anchoring)이 파괴되기 때문이다. 또한, 상기 제품의 요망된 순응성은, 어느 한 구성의 발포된 성분이 자동적으로 감소되기 때문에 상당히 제한된다.

[0010] EP 1 102 809 A1호는 마이크로별론이 코팅 다이로부터 배출되기 전에 부분적으로 팽창되고, 필요에 따라 후속 단계에 의해 완전히 팽창되게 되는 방법을 제안하고 있다.

[0011] 이 방법으로 훨씬 더 낮은 표면 거칠기 및 그와 함께 더욱 작은 박리 강도 감소를 나타내는 제품이 얻어진다. 그러나 물질의 점도에 대한 이의 기능 면에서는 상당히 제한된다. 고도로 점성인 물질 시스템은 불가피하게 노즐 닙(nozzle nip)에서 높은 닙 압력을 야기하는데, 상기 노즐 닙은 팽창된 마이크로별론을 압축시키거나 변형시킨다. 다이로부터 배출된 후에, 마이크로별론은 다시 이들의 고유 형태를 회복하며 접착제의 표면에 구멍을

형성시킨다. 이 효과는 물질의 점도를 증가시키고, 층 두께를 감소시키고, 밀도를 감소시키거나 마이크로벌룬 분율을 증가시킴으로써 강화된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 과제는 마이크로벌룬으로 발포된 접착제의 현존하는 제조 방법의 단점, 즉 거친 표면, 및 심지어 낮은 밀도 및/또는 높은 발포율에서 생성되는 낮은 접합 강도의 단점, 또는 발포된 배킹의 경우에 추가적인 코팅 후 물질(aftercoat material)에 대한 필요를 제거하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 과제는 주 청구항에 기재된 바와 같은 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 바람직하게는 감압성 접착제의 제조 방법에 의해 성취된다. 종속항들은 본 발명에 따른 유리한 구체예, 및 단면 또는 양면 접착 테이프에서 본 발명에 따라 제조된 접착제의 사용을 제시한다.

[0014] 따라서, 본 발명은 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제, 더욱 구체적으로는 감압성 접착제로서, 상기 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도가, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량(coatweight) 및 배합(formula)을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 30% 이하, 바람직하게는 20% 이하, 더욱 바람직하게는 10%까지 감소되는 접착제를 제공한다.

[0015] 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따르면, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도는, 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 감소되지 않는다.

[0016] 추가로 바람직하게는, 팽창된 마이크로벌룬을 포함하는 접착제의 접합 강도는 팽창된 마이크로벌룬에 의해 생성된 구멍의 파괴에 의해 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 접합 강도와 비교하여 더 높은, 바람직하게는 10% 내지 30% 더 높다.

[0017] 다른 유리한 구체예에 따르면, 접착제는 10 μ m 이하의 표면 거칠기를 갖는다.

[0018] 또한, 본 발명은 팽창된 마이크로벌룬(도 3 참조)을 포함하는 접착제, 또한 바람직하게는 감압성 접착제의 제조 방법으로서,

[0019] · 중합체, 수지 또는 충전제와 같은 접착제를 형성시키기 위한 구성성분을 제 1 혼합 어셈블리에서 팽창되지 않은 마이크로벌룬과 혼합하고, 초대기압 하에서 팽창 온도로 가열하고,

[0020] · 마이크로벌룬이 제 1 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되고,

[0021] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 롤 도포기로 층으로 성형시키고,

[0022] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 적합한 경우 웹 형태의 배킹 물질 또는 릴리즈 물질(release material)에 도포하는 것을 포함하는, 접착제의 제조 방법을 포함한다.

[0023] 본 발명은 또한 팽창된 마이크로벌룬(도 2 참조)을 포함하는 접착제, 또한 바람직하게는 감압성 접착제의 제조 방법으로서,

[0024] · 중합체, 수지 또는 충전제와 같은 접착제를 형성시키기 위한 구성성분을 초대기압하에서 제 1 혼합 어셈블리에서 팽창되지 않은 마이크로벌룬과 혼합하고, 마이크로벌룬의 팽창 온도 미만의 온도로 가열하고,

[0025] · 상기 제 1 혼합 어셈블리로부터 혼합된, 더욱 구체적으로는 균일한 접착제를 제 2 어셈블리로 옮기고, 초대기압 하에서 팽창 온도로 가열하고,

[0026] · 마이크로벌룬이 제 2 혼합 어셈블리 내에서 또는 이 제 2 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되며,

[0027] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 롤 도포기로 층으로 성형시키고,

[0028] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 적합한 경우 웹 형태의 배킹 물질 또는 릴리즈 물질에 도포하는 것을 포함하는, 접착제의 제조 방법을 포함한다.

[0029] 본 발명은 또한 팽창된 마이크로벌룬(도 1 참조)을 포함하는 접착제, 또한 바람직하게는 감압성 접착제의 제조

방법으로서,

- [0030] · 중합체, 수지 또는 충전제와 같은 접착제를 형성시키기 위한 구성성분을 제 1 혼합 어셈블리에서 혼합하고,
- [0031] · 상기 제 1 혼합 어셈블리로부터 혼합된, 더욱 구체적으로는 균일한 접착제를 제 2 혼합 어셈블리로 옮기고, 동시에 여기에 팽창되지 않은 마이크로벌룬을 공급하고,
- [0032] · 마이크로벌룬이 제 2 혼합 어셈블리 내에서 또는 이 제 2 혼합 어셈블리로부터의 배출 시에 팽창되며,
- [0033] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 롤 도포기로 층으로 성형시키고,
- [0034] · 접착제 혼합물을 팽창된 마이크로벌룬과 함께 적합한 경우 웹 형태의 배킹 물질 또는 릴리즈 물질에 도포하는 것을 포함하는, 접착제의 제조 방법을 포함한다.
- [0035] 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따르면, 접착제가 롤 도포기에서 성형되고 배킹 물질에 도포된다.
- [0036] 마이크로벌룬에 의해 발포된 조성물은, 일반적으로 균일하고 점착력있는 코팅 패턴이 얻어지도록 코팅 전에 탈기시킬 필요가 없다. 팽창되는 마이크로벌룬은 배합 동안 접착제 내에 포함되는 공기를 제거한다. 그럼에도 불구하고 높은 처리량의 경우에, 롤 nip에서 조성물이 균일하게 분배되게 하기 위해서 코팅 전에 조성물을 탈기시키는 것이 권장된다. 탈기는 이상적으로는 주위 압력에 대하여 적어도 200mbar 차이나는 압력 하에서 그리고 혼합 온도에서 롤 도포기의 바로 상류에서 실시된다.
- [0037] 또한,
- [0038] · 제 1 혼합 어셈블리가 연속 어셈블리, 더욱 구체적으로는 행성식(planetary) 롤러 압출기, 이축 압출기 또는 핀 압출기인 것이,
- [0039] · 제 1 혼합 어셈블리가 불연속 어셈블리, 더욱 구체적으로는 Z형 반죽기 또는 내부 혼합기인 것이,
- [0040] · 제 2 혼합 어셈블리가 행성식 롤러 압출기, 단축 또는 이축 압출기 또는 핀 압출기인 것이, 및/또는
- [0041] · 접착제가 팽창된 마이크로벌룬과 함께 배킹 층으로 성형되는 성형 어셈블리가 캘린더, 롤 도포기 또는 롤에 의해 형성된 nip, 및 정지형 독터 블레이드(doctor blade)인 것이 유리하다.

발명의 효과

- [0042] 본 발명의 방법을 이용하면, 접착제, 더욱 구체적으로는 자가 접착제의 모든 현존하며 문헌에 기재된 성분들을 용매없이 가공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0043] 도 1은 마이크로벌룬이 단지 제 2 혼합 어셈블리에만 첨가되는 2개의 혼합 어셈블리를 이용하는 방법을 도시하는 도면이다.
- 도 2는 마이크로벌룬이 제 1 혼합 어셈블리에 첨가되는 2개의 혼합 어셈블리를 이용하는 방법을 도시하는 도면이다.
- 도 3은 마이크로벌룬이 제 2 혼합 어셈블리에 직접 첨가되는 하나의 혼합 어셈블리를 이용하는 방법을 도시하는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0044] 이하에서, 상술되고 본 발명의 구상 내에 위치한 방법을 특히 바람직한 다양한 구체예로 설명할 것이지만, 이는 설명된 도면의 선택으로부터의 결과를 조금도 불필요하게 제한하려는 것이 아니다.
- [0045] 도 3은 발포된 감압성 자가 접착 테이프를 제조하기 위한 하나의 특히 유리하게 구체화된 방법을 도시한다.
- [0046] (자가) 접착제는 예를 들어 행성식 롤러 압출기(PWE)와 같은 연속 혼합 어셈블리에서 제조된다. 이를 위해, 접착제를 형성하도록 의도된 출발 물질 E가 행성식 롤 압출기 PWE(1)로 공급된다. 동시에, 팽창되지 않은 마이크로벌룬 MB가 배합 작업 동안 균일하게 그리고 초대기압 하에서 자가 접착제 내로 혼입된다.
- [0047] 자가 접착제의 균일한 생산에 필요한 온도 및 마이크로벌룬의 팽창에 필요한 온도는, 압력 감소의 결과로 PWE(1)의 다이로부터의 배출 시에 마이크로벌룬이 자가 접착제 M 내에서 위로 발포되고 그렇게 되는 경우 조성

물의 표면을 뚫게 하는 방식으로 서로 조화된다. 성형 어셈블리로서 롤 도포기(3)를 사용하면, 이러한 발포체 형태의 접착제 M은 캘린더링되고 예를 들어 릴리즈 페이퍼 TP와 같은 웹 형태의 배킹 물질 상으로 코팅된다; 몇몇의 경우에 롤 넘에서 후속하는 발포가 일어날 수 있다. 롤 도포기(3)는 독터 블레이드 롤(31) 및 코팅 롤(32)로 구성된다. 릴리즈 페이퍼 TP는 픽업 롤(33)을 통해 코팅 롤로 안내되어, 릴리즈 페이퍼 TP가 코팅 롤(32)로부터 접착제 K를 취한다. 동시에 팽창된 마이크로벌룬 MB는 다시 접착제 K의 중합체 매트릭스 내로 압축되고, 이에 의해 150kg/m³ 이하의 매우 낮은 밀도와 함께 평탄하고 영구적으로 (비가역적으로) 접착제 표면이 생성된다.

[0048] 도 2는 발포된 감압성 자가 접착 테이프를 제조하기 위한 추가의 특히 유리하게 구체화된 방법을 도시한다.

[0049] 행성식 롤러 압출기 PWE(1)는 직렬로 배치되고 중심 스핀들이 회전되는 2개의 혼합 구역(11, 12)을 지닌다. 또한, 가열 구역 당 6개의 행성식 스핀들이 존재한다. 예를 들어 가소제 또는 액체 수지와 같은 추가의 출발 물질이 주입 링(injection ring: 13)에서 첨가된다. 하나의 적합한 장치로 예를 들어, 보콥에 소재한 엔텍스(Entex) 제품인 행성식 롤러 압출기가 있다.

[0050] 후속하여 마이크로벌룬은 예를 들어 단축 압출기와 같은 제 2 혼합 어셈블리에서 초 대기압 하에 자가 접착제 내로 균일하게 혼입되며, 팽창 온도 초과로 가열되어 배출시 발포된다.

[0051] 이러한 목적을 위해 출발물질 E로부터 형성된 접착제 K가 여기서 단축 압출기 ESE (2) 내로 공급됨과 동시에 마이크로벌룬 MB가 도입된다. 단축 압출기 ESE는 이의 진행 경로(21) 위에 총 4개의 가열 구역을 갖는다. 하나의 적합한 장치로 예를 들어, 키에너(Kiener) 제품인 단축 압출기가 있다.

[0052] ESE(2)의 다이로부터의 배출 시에 압력 강하에 의해 발생된 팽창 동안, 마이크로벌룬 MB는 조성물의 표면을 뚫는다. 롤 도포기(3)를 사용하면, 이러한 발포체 형태의 접착제 M이 캘린더링되고 예를 들어 릴리즈 페이퍼 TP와 같은 웹 형태의 배킹 물질 상으로 코팅된다; 몇몇의 경우에 롤 넘에서 후속하는 발포가 있을 수 있다. 롤 도포기(3)는 독터 블레이드 롤(31) 및 코팅 롤(32)로 구성된다. 릴리즈 페이퍼 TP는 픽업 롤(33)을 통해서 코팅 롤로 안내되어, 릴리즈 페이퍼 TP가 코팅 롤(32)로부터 접착제 K를 취한다. 동시에 팽창된 마이크로벌룬 MB는 다시 접착제 K의 중합체 매트릭스 내로 압축되고, 이에 의해 150kg/m³ 이하의 매우 낮은 밀도와 함께 평탄하고 영구적으로 (비가역적으로) 접착제 표면이 생성된다.

[0053] 도 1은 발포된 감압성 자가 접착 테이프를 제조하기 위한 추가의 특히 유리하게 구체화된 방법을 도시한다.

[0054] 예를 들어 행성식 롤러 압출기(PWE)와 같은 연속 혼합 어셈블리에서 (자가-) 접착제가 제조된다. 여기서 접착제를 형성하도록 의도되는 출발 물질 E가 행성식 롤러 압출기 PWE(1)로 공급된다. 행성식 롤러 압출기 PWE(1)는 직렬로 배치되고 중심 스핀들이 회전되는 2개의 혼합 구역(11, 12)을 지닌다. 또한, 가열 구역 당 6개의 행성식 스핀들이 존재한다. 예를 들어 가소제 또는 액체 수지와 같은 추가의 출발 물질이 주입 링(13)에서 첨가된다. 하나의 적합한 장치로 예를 들어, 보콥에 소재한 엔텍스 제품인 행성식 롤러 압출기가 있다.

[0055] 후속하여 마이크로벌룬은 예를 들어 단축 압출기와 같은 제 2 혼합 어셈블리에서 초 대기압 하에 자가 접착제 내로 균일하게 혼입되며, 팽창 온도 초과로 가열되어 배출시에 발포된다.

[0056] 이러한 목적을 위해 출발물질 E로부터 형성된 접착제 K가 여기서 단축 압출기 ESE (2) 내로 공급됨과 동시에 마이크로벌룬 MB가 도입된다. 단축 압출기 ESE는 이의 진행 경로(21) 위에 총 4개의 가열 구역을 갖는다. 하나의 적합한 장치로 예를 들어, 키에너 제품인 단축 압출기가 있다.

[0057] ESE(2)의 다이로부터의 배출 시에 압력 강하에 의해 발생된 팽창 동안에, 마이크로벌룬 MB는 조성물의 표면을 뚫는다. 롤 도포기(3)를 사용하면, 이러한 발포체 형태의 접착제 M이 캘린더링되고 예를 들어 릴리즈 페이퍼 TP와 같은 웹 형태의 배킹 물질 상으로 코팅된다; 몇몇의 경우에 롤 넘에서 후속하는 발포가 있을 수 있다. 롤 도포기(3)는 독터 블레이드 롤(31) 및 코팅 롤(32)로 구성된다. 릴리즈 페이퍼 TP는 픽업 롤(33)을 통해서 코팅 롤로 안내되어, 릴리즈 페이퍼 TP가 코팅 롤(32)로부터 접착제 K를 취한다. 동시에 팽창된 마이크로벌룬 MB는 다시 접착제 K의 중합체 매트릭스 내로 압축되고, 이에 의해 150kg/m³ 이하의 매우 낮은 밀도와 함께 평탄하고 영구적으로 (비가역적으로) 접착제 표면이 생성된다.

[0058] 롤 넘에서 넘 압력이 감소함에 따라 코팅되고 발포된 자가 접착제의 접합 면적도 감소되는데, 이는 그러한 경우에 도 4에서 확인할 수 있듯이 마이크로벌룬이 덜 강하게 다시 압축되기 때문이다. 도 4는 코팅 공정 및 코팅 파라미터의 함수로서의 접합 면적을 도시한다. 필요한 넘 압력은 사용된 조성물 시스템에 크게 의존한다: 요망된 층 두께 및 선택된 코팅 속도에 따라 좌우되긴 하지만, 점성이 커질수록 넘 압력이 커져야 한다. 실제로,

4N/mm 초과와 50m/min 초과와 특히 높은 코팅 속도가 적절한 것으로 확인되었다; 조성물이 적은 수준에서(70g/m²의 피복 중량) 도포되고 조성물이 고도로 점성(0.1 rad 및 110℃에서 50,000Pa*s)인 경우에, 50N/mm 초과와 50m/min 초과와 특히 높은 코팅 속도가 적절한 것으로 확인되었다; 조성물이 적은 수준에서(70g/m²의 피복 중량) 도포되고 조성물이 고도로 점성(0.1 rad 및 110℃에서 50,000Pa*s)인 경우에, 50N/mm 초과와 50m/min 초과와 특히 높은 코팅 속도가 적절한 것으로 확인되었다.

[0059] 롤의 온도를 마이크로벨론의 팽창 온도로 맞추는 것이 적절한 것으로 확인되었다. 마이크로벨론을 파괴시키지 않고 후발포(afterfoaming)시킬 수 있기 위해서는 이상적으로는 제 1 롤의 롤 온도는 마이크로벨론의 팽창 온도를 상회한다. 마지막 롤은 팽창 온도 이하의 온도를 지님으로써, 마이크로벨론 캐이싱이 고화될 수 있고 그래서 본 발명에 따른 평탄한 표면이 형성된다.

[0060] 용매 비함유 중합체 시스템의 연속 제조 및 가공을 위해서는 다수의 어셈블리가 공지되어 있다. 가장 일반적으로 사용되는 것은, 광범위한 배럴 길이 및 광범위한 내부를 갖는 단축 및 이축 압출기와 같은 스크류 머신(screw machine)이 있다. 그러나, 예를 들어 반죽기와 스크류 머신의 조합 또는 이러한 기능에 대해 행성식 롤러 압출기를 포함하는 광범위한 구성의 연속 반죽기가 사용된다.

[0061] 행성식 롤러 압출기는 상당히 오래전에 공지되었고, 예를 들어 PVC와 같은 열가소성 물질의 가공에 최초로 사용되었는데, 여기서 상기 압출기는 주로 예를 들어 캘린더 또는 롤 밀과 같은 하류 장치를 공급하는데 사용되었다. 마찰 에너지를 신속하게 그리고 효과적으로 제거할 수 있는, 물질 교환 및 열 교환을 위해 상당한 표면적을 재생시키는 상기 행성식 롤러 압출기의 이점으로 말미암아 그리고 낮은 체류 시간 및 좁은 체류 시간 스펙트럼 때문에, 최근에 이들 압출기의 사용은 다른 작업 중에서도 특히 온도 조절된 계획을 요하는 배합 작업에까지 확장되었다. 제조업자에 따라 다르나, 행성식 롤러 압출기는 다양한 설계 및 사이즈로 이용가능하다. 롤러 실린더의 직경은 요망되는 처리량에 따라 다르지만, 전형적으로 70mm 내지 400mm이다.

[0062] 행성식 롤러 압출기는 일반적으로 충전 구역 및 배합 구역을 갖는다. 충전 구역은 모든 고형물 성분이 연속적으로 공급되는 운반 스크류(conveying screw)로 구성된다. 그 후 운반 스크류는 상기 물질을 배합 구역으로 이동시킨다. 운반 스크류와 함께 충전 구역은 물질이 운반 스크류 상에서 베이킹되는 것을 방지하기 위해 바람직하게는 냉각된다. 대안적으로, 물질이 중심 스펀들과 행성식 스펀들 사이로 직접 공급되는, 스크류 구역이 없는 구체에도 있다. 그러나, 이 점은 본 발명의 방법의 효과에 대해서는 중요하게 작용하지 않는다.

[0063] 배합 구역은 구동된 중심 스펀들, 및 내부의 나선형 기어링(gearing)을 갖는 하나 이상의 롤러 실린더 내에서 중심 스펀들을 중심으로 회전하는 복수개의 행성식 스펀들로 구성된다. 중심 스펀들의 회전 속도 및 이에 따라 행성식 스펀들의 회전 속도는 가변될 수 있고, 따라서 이는 배합 작업의 조절에 대한 중요한 파라미터이다. 물질은 중심 스펀들과 행성식 스펀들 사이에서, 또는 행성식 스펀들과 롤러 구역의 나선형 기어링 사이에서 순환하여, 전단 에너지 및 외부 가열의 영향을 받는 가운데 물질이 분산되어 균일한 화합물을 형성한다.

[0064] 각각의 롤러 실린더 내에서 회전하는 행성식 스펀들의 수는 가변될 수 있고, 따라서 이는 작업 요건에 대해 맞춰진다. 스펀들의 수는 행성식 롤러 압출기 내 자유 부피, 및 공정에서 물질의 체류 시간에 영향을 미치며, 이는 또한 열 교환 및 물질 교환에 대한 표면 크기를 결정한다. 도입된 전단 에너지에 의해, 행성식 스펀들의 수는 배합 결과에 영향을 미친다. 롤러 실린더의 직경이 일정하다고 가정하면, 더 많은 수의 스펀들에 의해 균일화 및 분산, 또는 더욱 많은 제품의 처리량이 가능해진다.

[0065] 중심 스펀들과 롤러 실린더 사이에 설치가능한 행성식 스펀들의 최대 수는 사용된 롤러 실린더의 직경 및 행성식 스펀들의 직경에 따라 좌우된다. 생산 규모의 처리량 속도를 얻는데 필요한 종류의 비교적 큰 롤러 직경, 및/또는 행성식 스펀들에 대한 비교적 작은 직경을 이용하는 경우에, 롤러 실린더에는 비교적 많은 수의 행성식 스펀들이 설치될 수 있다. 전형적으로 D = 70mm의 롤러 직경의 경우에는 최대 7개까지의 행성식 스펀들이 사용되는 반면, D = 200mm의 롤러 직경의 경우에는 예를 들어 10개의 행성식 스펀들이 사용될 수 있고, D = 400mm의 롤러 직경의 경우에는 예를 들어 24개의 행성식 스펀들이 사용될 수 있다.

[0066] 본 발명에 따르면, 발포된 접착제의 코팅이 다중 롤 도포기를 사용하여 용매없이 실시됨이 제안된다. 상기 다중 롤 도포기는 하나 이상의 롤 넘을 갖는 둘 이상의 롤, 3개의 롤 넘을 갖는 최대 5개의 롤로 이루어진 도포기일 수 있다. 캘린더(I, F 및 L 캘린더)와 같은 코팅 장치가 또한 적합하여, 결과적으로 발포된 접착제가 이것이 하나 이상의 롤 넘을 통과함에 따라 요망되는 두께로 성형된다. 이러한 맥락에서 적합한 경우에, 조절되지 않은 발포를 방지하기 위해 수송 기능을 갖는 롤은 선택된 마이크로벨론 유형의 발포 온도 이상의 온도를 지니는 반면, 수용 기능을 갖는 롤은 발포 온도 이하의 온도를 갖게끔 조절된 후발포가 일어날 수 있게 하는 방식으로 개별 롤에 대한 온도 계획을 선택하는 것이 특히 유리한 것으로 입증되었고, 모든 롤은 30 내지 220℃의 온도로 개별적으로 조절가능하다. 하나의 롤로부터 다른 롤로 조성물의 성형된 층의 전달 특성을 개선시키기 위

해서는, 접착 방지 처리된 롤 또는 패턴화된 롤이 사용될 수 있다. 충분히 정밀하게 성형된 접착제 막을 얻을 수 있기 위해서는, 롤의 주변 속도(peripheral speed)에서 차이가 존재해야 한다. 바람직한 4롤 도포기는 계량 롤, 배킹 물질 상의 층 두께를 측정하고 계량 롤에 대해 평행하게 배열된 독터 블레이드 롤, 및 계량 롤 바로 아래에 위치한 전달 롤에 의해 형성된다. 전달 롤과 함께 제 2 롤 넘을 형성하는 지지 롤(lay-on roll) 상에, 조성물 및 웹 형태의 물질이 함께 도입된다. 코팅을 위한 웹 형태 캐리어 물질의 특성에 따라 다르지만, 코팅은 동일방향 회전 또는 반대 방향 회전 공정으로 실시될 수 있다. 성형 어셈블리는 또한 롤과 고정된 독터 사이에 형성된 갭에 의해 형성될 수 있다. 고정된 독터는 나이프 유형의 독터 또는 정지형(반-) 롤일 수 있다.

[0067]

본 발명에 따라 기술된 방법을 사용하면, 한편으로는 마이크로벌룬 발포된 자가 접착제 조성물의 이점들을 조합하여 나타내지만 다른 한편으로는 발포되지 않은 생성물에 대하여 접합 강도에서의 전형적인 감소를 나타내지 않는 자가 접착제 생성물을 제조할 수 있다. 당업자에게 매우 놀랍게 그리고 예기치 않게, 이 방법을 사용하면 발포된 자가 접착제의 층 두께가 팽창된 마이크로벌룬의 직경 범위 내에 위치하는 자가 접착제 생성물을 제조할 수 있다. 마이크로벌룬의 직경에 의해 결정된, 이론적으로 가장 밀집된 구형 패키징을 능가하는 그러한 낮은 밀도를 갖는 생성물을 제조할 수 있다는 것이 또한 놀랍다.

[0068]

이론적으로 가장 밀집된 구형 패키징에서, 각각의 구체는 12개의 인접한 이웃을 갖는다: 이의 고유 층 내에 6개, 및 그 위 및 아래에 각각 3개씩. 큐브(cube) 패키징의 경우에 이들은 큐브 정육면체(octahedron)를 형성하고; 육각형 패키징의 경우에 이들은 안티-큐브 정육면체를 형성한다.

$$\frac{\pi}{3\sqrt{2}} \approx 0.74048 \approx 74\%$$

[0069]

이론적으로 가장 밀집된 구형 패키징의 공간 충전도는 이다.

[0070]

충전도가 더 높으면 접착제 내 마이크로벌룬은 구체 형태로 존재하지 않고 그 대신 비가역적으로 변형되어 3차원의 다각체가 형성되기 때문에, 접착제 내 팽창된 마이크로벌룬의 공간 충전도는 74%를 초과할 수 있다.

[0071]

이것이 도 7 및 도 8에 매우 잘 도시되어 있다. 도 7은 8중량%의 마이크로벌룬 함량을 갖는 접착제를 도시하는데, 상기 함량은 338kg/m³의 접착제 밀도를 야기한다. 도 8은 22중량%의 마이크로벌룬 함량 및 137kg/m³의 밀도를 갖는 접착제를 도시한다. 명확하게 도시되어 있듯이, 팽창된 마이크로벌룬으로부터 용이하게 확인할 수 있는 변형을 토대로, 충전도는 이론적으로 가장 밀집된 가능한 구형 패키징을 웃돈다. 마이크로벌룬은 다각체형을 지니며 더 이상 구형이 아니다.

[0072]

본 발명의 방법 및 그에 따라 접착제의 신규함은, 층으로 성형하는 동안, 더욱 구체적으로는 코팅 작업 직전에, 팽창된 마이크로벌룬이 접착제의 중합체 매트릭스로 압축되고 그에 따라 조성물의 평탄하고 영구적인 접착제 표면이 성형 어셈블리, 더욱 구체적으로는 롤 도포기에 의해 성형된다는 사실에 있다. 높은 마이크로벌룬 함량 및 그에 따라 높은 발포율 또는 낮은 밀도를 갖는, 20 내지 3000 μ m의 층 두께 범위에서의 발포된 강력한 접착성의 자가 접착 테이프를 제조할 수 있다.

[0073]

한편 상기 발포된 접착제는 비용 감소의 측면에서 유용하다. 동일한 층 두께에 대해서 피복 중량이 몇배로 감소될 수 있기 때문에 원료가 절감될 수 있다. 또한, 동일한 처리량 또는 접착제 양의 생성시키기 위해서, 코팅 속도가 증가될 수 있다.

[0074]

또한, 접착제의 발포로 개선된 기술적 특성 및 성능 특성이 얻어진다.

[0075]

이러한 접합 강도에서의 강하는, 코팅 작업 동안 팽창된 마이크로벌룬이 중합체 매트릭스 내로 압축되어 들어감에 의해 발생하는 높은 표면 품질에 의해 감소된다. 뿐만 아니라, 발포된 자가 접착제는 동일한 중합체 기재(base)를 사용하는 발포되지 않은 조성물과 비교하여 추가적인 성능 특성을 나타내며, 상기한 특성에는 예를 들어 저온에서 개선된 내충격성, 거친 표면에 대한 증가된 접합 강도, 균일하지 않은 기관에 대한 발포된 접착제의 더욱 커진 댐핑(damping) 및/또는 실링(sealing) 특성 또는 순응성, 더욱 바람직한 압축/경도 특성, 및 개선된 압축 능력이 포함된다. 본 발명의 자가 접착제의 특징적인 특성 및 추가적인 기능에 대한 몇몇의 추가 설명이 실시예에 주어지고 있다.

[0076]

바람직한 핫멜트(hotmelt) 접착제로부터 발포된 접착제는 평활한 접착제 표면을 지니는데, 이는 코팅 중에 롤 넘에서 팽창된 마이크로벌룬이 후속하여 중합체 매트릭스 내로 다시 압축되고 결과적으로 이것이 10 μ m 미만의 바람직한 표면 거칠기 R_a를 갖게 되기 때문이다. 표면 거칠기의 측정은 단지 매우 평활한 패키징에 기초한 접착

테이프에 대해서만 적합하며, 이들 접착 테이프는 단지 $1\mu\text{m}$ 미만의 표면 거칠기 R_a 를 갖는다. 따라서 더 큰 표면 거칠기를 갖는 실시예 관련된 배킹, 예컨대 주름 종이(creped paper) 또는 부직포 및 직물의 경우에, 생성물의 표면 거칠기의 측정은 본 발명의 이점을 설명하는 데는 적합하지 않다.

- [0077] 본 발명의 하나의 바람직한 구체예에 따르면, 마이크로별론을 발포시키기 전에 접착제 내 마이크로별론의 양은, 각각의 경우에 접착제의 전체 혼합물을 기준으로 0중량% 내지 30중량%, 바람직하게는 0중량% 초과 내지 20중량%, 더욱 바람직하게는 0.5중량% 초과, 더욱 바람직하게는 1.5중량% 내지 10중량%이다.
- [0078] 추가로 바람직하게는 마이크로별론은 $3\mu\text{m}$ 내지 $40\mu\text{m}$, 더욱 구체적으로는 $5\mu\text{m}$ 내지 $20\mu\text{m}$ 의 25°C 에서의 직경을 갖고/갖거나, $20\mu\text{m}$ 내지 $200\mu\text{m}$, 더욱 구체적으로는 $40\mu\text{m}$ 내지 $100\mu\text{m}$ 의 온도 노출 후 직경을 갖는다.
- [0079] 마이크로별론-발포된 접착제 시스템의 제조에 대해 지금까지 알려진 모든 방법에서, 생성되는 접착제의 표면은 점착력이 거의 없거나 전혀 없으면서도 거칠다. 0.5중량% 정도로 낮은 마이크로별론 함량으로부터 출발하여, 용매로부터 코팅된 자가 접착제의 경우에 40% 초과와 접합 강도(박리 강도) 손실을 얻을 수 있다. 마이크로별론 함량이 증가함에 따라, 접합 강도는 추가로 감소하고 응집력은 증가한다. 단지 1중량%의 마이크로별론의 분율에서는 접착제의 접합력이 이미 매우 낮다. 이는 하기 표 4에 기재된 비교예 1.1 및 1.2에 의해 뒷받침된다.
- [0080] 팽창된 마이크로별론에 의해 생성된 구멍의 파괴로 발포가 제거된 동일한 피복 중량 및 배합을 갖는 접착제의 밀도에 대한 마이크로별론에 의해 발포된 접착제의 밀도의 비는 바람직하게는 0.8 미만이다.
- [0081] 이러한 특성은 또한, 용매 비함유 노즐 코팅, 압출기/노즐로부터 배출된 후에 압력 보상에 대한 마이크로별론의 발포, 및 접착제 매트릭스 관통의 경우에도 나타난다.
- [0082] 본 발명의 방법에 의해 얻어진 접착제, 더욱 구체적으로는 자가 접착제도 또한 본 발명의 구상 내에 있다.
- [0083] 접착제를 웹 형태 물질의 적어도 한 측에 도포함으로써 접착제를 사용하여 생성된 자가 접착 테이프가 본 발명의 구상에 추가로 포함된다. 양면 접착 테이프에서, 두 면의 접착제 코팅이 특징적일 수 있다. 대안적으로 2개의 코팅 중 단 하나만이 특징적일 수 있는 반면, 두번째 코팅은 임의로 선택될 수 있다(접착 테이프가 나타내야 하는 기능에 대해 맞춰짐). 배킹 물질로서 필름, 직물 또는 종이 바람직한데 이들의 한 면에 (자가-) 접착제가 도포된다. 또한, 바람직하게는 (자가-) 접착제가 릴리즈 페이퍼 또는 릴리즈 필름에 도포되는데, 이에 따라 간단히 픽서(fixer)로 칭해지는 배킹되지 않은 접착 테이프가 얻어진다.
- [0084] 웹 형태의 배킹 물질 상에 접착 테이프 내 접착제의 두께는 $20\mu\text{m}$ 내지 $3000\mu\text{m}$, 바람직하게는 $40\mu\text{m}$ 내지 $150\mu\text{m}$ 일 수 있다.
- [0085] 더욱이, 더욱 구체적으로는 가교 후의 접착제 층을 배킹되지 않은 양면 자가 접착 테이프로 사용하고자 하는 경우, 접착제는 $20\mu\text{m}$ 내지 $2000\mu\text{m}$ 의 두께로 릴리즈 물질에 도포될 수 있다.
- [0086] 마이크로별론은 열가소성 중합체 케이싱을 갖는 탄성의 중공 구체이다. 이러한 구체들은 저 비등성 액체 또는 액화된 가스로 충전된다. 케이싱 물질로는 더욱 구체적으로는 폴리아크릴로니트릴, PVDC, PVC 또는 폴리아크릴레이트가 사용된다. 적합한 저 비등성 액체는 더욱 구체적으로는 탄화수소, 예컨대 저급 알칸, 이소부탄 또는 이소펜탄이며, 이들은 압력 하에서 액화된 가스 형태로 중합체 케이싱 내에 포함된다. 마이크로별론의 노출, 더욱 구체적으로는 마이크로별론의 열로의 노출은 한편으로는 외부 중합체 케이싱을 연화시키는 효과를 갖는다. 동시에, 케이싱 내 액체 추진 가스가 가스 상태로 전환된다. 이 경우에 마이크로별론은 비가역적으로 신장되고 3차원으로 팽창된다. 내부 압력 및 외부 압력이 서로를 보상하는 경우에 팽창이 종료된다. 고분자 케이싱이 유지되기 때문에 폐쇄된-단위체 발포(closed-cell foam)가 일어난다.
- [0087] 예를 들어 아크조 노벨(Akzo Novel)로부터의 익스판셀(Expancel) DU 제품 (건조상태의 미팽창된)과 같은 다수 유형의 마이크로별론이 상업적으로 입수될 수 있으며, 상기 제품은 크기(미팽창된 상태에서 직경을 기준으로 6 내지 $45\mu\text{m}$) 및 팽창에 필요한 초기 온도(75°C 내지 220°C)에서 본질적으로 상이하다. 마이크로별론의 유형 또는 발포 온도가 조성물의 배합에 필요한 온도 프로파일 및 기계 파라미터와 조화된 경우에, 조성물의 배합 및 발포는 한 단계에서 일어날 수 있다. 또한, 팽창되지 않은 마이크로별론 생성물은 대략 40 내지 45중량%의 고형물 함량 또는 마이크로별론 함량을 갖는 수성 분산액 형태로, 및 또한 예를 들어 대략 65중량%의 마이크로별론 농도를 갖는 에틸렌-비닐 아세테이트 중에서의 중합체 결합된 마이크로별론(마스터배치)로서 입수가능하다. 본 발명의 방법에 따라 접착제를 발포시키기 위해서는 상기 DU 제품과 같은 마스터배치 뿐만 아니라 마이크로별론 분산액이 적합하다.

- [0088] 본 발명의 방법을 실시하기에 적합한 접착제 기재의 선택은 중요하지 않다. 상기 기재는 블록 공중합체 및 이의 배합물을 포함하는 천연 고무 및 합성 고무를 포함하는 열가소성 엘라스토머의 그룹, 및 폴리아크릴레이트 접착제로 칭해지는 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0089] 고무 기재 접착제에 대한 기재는 유리하게는 천연 고무 또는 합성 고무의 그룹으로부터 선택된 비-열가소성 엘라스토머이거나, 천연 고무 및/또는 합성 고무의 임의의 요망되는 배합물로 구성되는데, 상기 천연 고무 또는 천연 고무들은 요망되는 순도 및 점도에 따라 달라지나 주로 모든 입수가 가능한 등급, 예컨대 크레페, RSS, ADS, TSR 또는 CV 제품으로부터 선택될 수 있고, 합성 고무 또는 합성 고무들은 랜덤하게 공중합된 스티렌-부타디엔 고무(SBR), 부타디엔 고무(BR), 합성 폴리이소프렌(IR), 부틸 고무(IIR), 할로겐화된 부틸 고무(XIIR), 아크릴레이트 고무(ACM), 에틸렌-비닐 아세테이트 공중합체(EVA) 및 폴리우레탄, 및/또는 이들의 배합물의 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0090] 또한 그리고 바람직하게는, 접착제에 대한 기재로 열가소성 엘라스토머를 선택할 수 있다. 대표적으로 이와 같은 경우에는 스티렌 블록 공중합체, 및 특히 스티렌-이소프렌-스티렌(SIS) 및 스티렌-부타디엔-스티렌(SBS) 생성물이 언급될 수 있다.
- [0091] 또한 그리고 바람직하게는, 접착제는 또한 폴리아크릴레이트의 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0092] 점착성 수치로, 예외없이 문헌에 기재된 모든 공지된 점착성 수치를 사용할 수 있다. 언급될 수 있는 대표예에는 로진, 이들의 불균형화되고, 수소첨가되고, 중합되고, 에스테르화된 유도체 및 염, 지방족 및 방향족 탄화수소 수치, 테르펜 수치 및 테르펜-페놀 수치가 포함된다. 상기 수치 및 기타 수치의 임의의 목적하는 조합물이 요망되는 바에 따라 생성되는 접착제의 특성을 조절하기 위해 사용될 수 있다. 이러한 기술 상태에 대한 설명에 관해서는 특히 문헌(*Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology* by Donatas Satas (van Nostrand, 1989))을 참고할 수 있다.
- [0093] 사용될 수 있는 가소제는 접착 테이프 기술 분야에 공지된 모든 가소화되는 물질이다. 여기에는 특히 파라핀 및 나프탈렌계 오일, (작용화된) 올리고머, 예컨대 올리고부타디엔 및 올리고이소프렌, 액체 니트릴 고무, 액체 테르펜 수치, 동물 및 식물성 오일 및 지질, 프탈레이트 및 작용화된 아크릴레이트가 포함된다. 또한, 본 발명에 따른 접착제는 에이징(aging) 억제제, 가교제, 광 안정화제, 오존 보호제, 지방산, 수치, 가소제 및 가황제, 전자빔 경화 촉진제 또는 UV 개시제와 같은 하나 이상의 첨가제, 및/또는 카본 블랙, 산화 아연, 실리카, 실리콘 케이트, 초크, 솔리드(solid) 또는 중공 비드와 같은 하나 이상의 충전제와 배합될 수 있다.
- [0094] 열에 의해 유도된 화학적 가교를 위해서는, 본 발명의 방법에 모든 현존하는 열 활성화가능한 화학적 가교제, 예컨대 황 공여 시스템의 가속화된 황 시스템, 이소시아네이트 시스템, 반응성 멜라민 수치, 포름알데히드 수치 및 (선택적으로 할로겐화된) 페놀-포름알데히드 수치 및/또는 반응성 페놀 수치 또는 상응하는 활성화제를 갖는 디이소시아네이트 가교 시스템, 또는 에폭시화된 폴리에스테르 수치 및 아크릴레이트 수치, 및 또한 이들의 조합물을 사용할 수 있다. 가교제는 바람직하게는 50℃ 초과 온도, 더욱 구체적으로는 100℃ 내지 160℃의 온도, 매우 특히 바람직하게는 110℃ 내지 140℃의 온도에서 활성화된다. 가교제의 열에 의한 자극은 또한 IR선 또는 고 에너지 교류장에 의해 실시될 수 있다.
- [0095] 단면 또는 양면 접착 테이프에 대한 배킹 물질로 공지된 모든 직물 배킹, 예컨대 루프 생성물(loop product) 또는 벨로아, 레이, 직물 또는 편물, 더욱 구체적으로는 PET 필라멘트 직물 또는 폴리아미드 직물 또는 부직포 웹을 사용할 수 있다; 용어 "웹"은 EN 29092 (1988)에 따른 적어도 직물 및 또한 스티치결합된 부직포 및 유사 시스템을 포함한다. 마찬가지로 라미네이션과 함께 직물 및 편물을 포함하는 스펀더 직물을 사용할 수 있다. 스펀더 직물은 섬유 및 필라멘트 플리스(fleece)로 구성된 커버 층, 기저층, 및 이들 층 사이에서 상기 섬유 다발로 구성된 개개의 보유되는 섬유를 갖는 매트(mat) 형상의 층 구조이며, 상기 섬유는 층 구조의 면적에 걸쳐 분산되어 있고 입자 층을 뚫고 나오며(needled) 커버 층 및 기저 층을 서로에 결합시킨다. 입자 층을 뚫고 나오는 보유되는 섬유는, 커버 층 및 기저층을 서로로부터 일정 거리에 유지시키며 커버 층과 기저층에 결합된다. 적합한 부직포에는 특히 강화된 스테이플 섬유 웹, 및 필라멘트 웹, 멜트블로운(meltblown) 웹 및 스핀본디드(spunbonded) 웹이 포함되며, 이들은 일반적으로 추가적인 강화가 필요하다. 웹에 대한 공지된 가능한 강화 방법은 기계적, 열적 및 화학적 강화이다. 기계적 강화를 이용하는 경우에 섬유는 함께 일반적으로 개별 섬유의 엉킴에 의해 섬유 다발의 삽입에 의해 또는 추가 실을 내부로 스티칭(stitching-in) 함으로써 완전히 기계적으로 유지되지만, 열 및 화학적 기술에 의해서는 점착성(결합제를 사용한) 또는 응집성(결합제를 사용하지 않는) 섬유-섬유 결합을 얻을 수 있다. 적합한 포물레이션 및 적합한 공정 계획을 고려하면, 이러한 결합은 오히려 또는 적어도 우세하게 섬유 노드 점에만 제한될 수 있는데, 그 결과 안정한 3차원 망상구조가 형성되는 반

면 웹 내에는 느슨하면서 개방된 구조가 유지된다.

[0096] 특히 유리한 것으로 입증된 웹은, 더욱 구체적으로는 별도의 실을 사용하여 오버스티치하거나 인터루핑(interlooping)함으로써 강화된 것들이다.

[0097] 이러한 종류의 강화된 웹은, 예를 들어 이전에 말리모(Malimo)였던 카를 메이어(Karl Mayer) 제품인 "말리플리스(Malifleece)" 유형의 스티치결합 기계 상에서 제조될 수 있고, 이는 나우 파세르테크니크 및 테크텍스 게엠베하(Naue Fasertechnik and Tecktex GmbH)를 포함하는 회사로부터 입수될 수 있다. 말리플리스는 교차 놓여진 웹이 웹의 섬유로부터 루프를 형성함으로써 강화된다는 점에 특징이 있다. 사용된 배킹은 또한 쿠니트(Kunit) 또는 멀티니트(multiknit) 유형의 웹일 수 있다. 쿠니트 웹은 이것이 길이방향으로 배향된 섬유 웹의 가공으로부터 비롯되어 일 측 상에 루프를 가지며 타측 상에는 루프 공급물 또는 파일 섬유 폴드를 갖는 직물을 생성시키지만, 실(thread)도 사전 제작된 직물도 갖지 않는다는 점에 특징이 있다. 이러한 종류의 웹은 또한 비교적 오래 전부터 예를 들어 카를 메이어 제품인 "쿠니트블라이즈(Kunitvlies)" 유형의 스티치결합 기계 상에서 생성되어 왔다. 이러한 웹의 추가의 특징적인 특성은 길이방향 섬유 웹으로서 길이 방향으로 높은 인장력을 수용(accommodate)할 수 있다는 것이다. 쿠니트 웹에 대한 멀티니트 웹의 특징적인 특성은 웹이 양면 관통에 의해 최상부 및 바닥면 상에서 강화된다는 것이다. 중국적으로, 스티치결합된 웹은 또한 본 발명의 접착 테이프를 형성시키기 위한 중간체로 적합하다. 스티치결합된 웹은 서로에 대해 평행하게 연장되는 다수개 스티치를 갖는 부직포 물질로부터 형성된다. 이러한 스티치들은, 연속하는 직물 실을 스티치하거나 니팅(knitting)으로써 혼입을 통해 얻어진다. 이러한 유형의 웹에 대해, 말리와트(Maliwatt)® 유형의 스티치결합 기계는, 이전에는 말리모였던 카를메이어 사로부터 얻을 수 있다. 그리고 또한 칼리웹(Caliweb)®은 매우 적합하다. 칼리웹®은 2개의 외부 메시 층, 및 이 메시 층에 대해 수직으로 배치되는 내부 파일 층을 갖는 열 고정된 멀티니트 스페이서 웹으로 구성된다. 제 1 단계에서 기계적으로 사전 강화되거나 수력학적으로 짜여진 습식 웹(wet-lay web)인 스테이플 섬유 웹이 특히 유리하고, 이 때 웹 섬유의 2% 내지 50%, 더욱 구체적으로는 5% 내지 40%는 용융 섬유이다. 이러한 종류의 웹은 섬유가 습식으로 짜여지거나, 또는 예를 들어 스테이플 섬유 웹이 웹의 섬유로부터 루프 형성에 의해 또는 니들링, 스티칭 또는 공기-젯 및/또는 워터-젯 처리에 의해 사전 강화된다는 점에 특징이 있다. 제 2 단계에서, 열고정이 일어나며, 웹의 강도가 용융가능한 섬유의 부분 용융 또는 용융에 의해 다시 증가한다. 웹 배킹은 또한 예를 들어 구조화된 폴러를 이용한 고온 엠보싱에 의해 결합제 없이 강화될 수 있는데, 상기 폴러에서 압력, 온도, 거주 시간(dwell time) 및 엠보싱 기하구조가 강도, 두께, 밀도, 가요성 등과 같은 특성을 조절하는데 이용될 수 있다.

[0098] 직물 배킹에 대해 예상되는 출발 물질에는 더욱 구체적으로 폴리에스테르 섬유, 폴리프로필렌 섬유, 비스코스 섬유 또는 면 섬유가 포함된다. 그러나 본 발명은 상기 언급된 물질에 제한되는 것은 아니며; 웹을 생산하기 위해 다수의 또 다른 섬유가 사용될 수 있고, 이는 당업자에게 자명하다. 더욱 구체적으로 폴리에스테르, 폴리에틸렌 또는 폴리아미드, 또는 유리 섬유 또는 탄소 섬유와 같은 내수성 중합체가 사용된다.

[0099] 종이(주름지고/지거나 주름지지 않은), 라미네이트, 필름(예를 들어 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 또는 일축 또는 이축으로 배향된 폴리프로필렌 필름, 폴리에스테르, PA, PVC 및 다른 필름) 또는 웹 형태(예를 들어, 폴리에틸렌 및 폴리우레탄으로 제조된)의 발포 물질로 제조된 배킹이 또한 배킹 물질로 적합하다.

[0100] 코팅 면 상에서, 배킹 표면을 화학적으로 또는 물리적으로 전처리할 수 있고, 또한 이의 반대면에는 접착을 방지하기 위해 물리적 처리 또는 코팅이 실시될 수 있다.

[0101] 중국적으로, 웹 형태의 배킹 물질은 양면이 접착 방지를 위해 코팅된 물질, 예컨대 라이너로도 불려지는 릴리즈 페이퍼 또는 릴리즈 필름일 수 있다.

[0102] 실시예에서 설명된 측정값을 측정하기 위해 하기 시험 방법을 사용한다.

[0103] **시험 방법**

[0104] **표면 거칠기의 측정**

[0105] PRIMOS 시스템은 조명 장치와 기록 장치로 구성된다. 조명 장치는 디지털 마이크로미터 프로젝터의 도움으로 표면 상으로 선을 투사한다. 이러한 투사된 평행하는 선은 표면 구조에 의해 전환되거나 변조된다. 변조된 선을, 삼각측량법 각(triangulation angle)으로도 칭해지는 규정된 각에서 배열된 CCD 카메라를 이용하여 기록한다.

[0106] 측정 구간의 크기: $14.5 \times 23.4\text{mm}^2$

- [0107] 프로파일 길이: 20.0mm
- [0108] 표면 거칠기: 가장자리로부터 1.0mm ($X_m = 21.4\text{mm}$; $Y_m = 12.5\text{mm}$)
- [0109] 여과: 3차 다항식 필터
- [0110] 이러한 종류의 측정 장치는 텔토우에 소재한 지에프메스테크니크 게엠베하(GFMesstechnik GmbH)를 포함하는 구매처로부터 구입할 수 있다.
- [0111] **박리 강도(접합 강도)**
- [0112] 박리 강도(접합 강도)를 PSTC-1에 기초한 방법으로 시험하였다.
- [0113] 조사할 (자가-)접착 테이프 스트립을, 5kg 강철 롤러를 사용하여 시험 기관 위로 10회 롤링시킴으로써 지면의 강철 판 또는 다른 목적하는 접합/시험 기관, 예컨대 폴리에틸렌 또는 폴리카보네이트 등에 규정된 폭(표준: 20mm)으로 접합시켰다. 양면 접착 테이프의 반대면을 가소되지 않은 PVC 필름으로 $36\mu\text{m}$ 두께로 보강하였다. 이렇게 제조된 플레이트를 시험 장치로 클램핑시키고, 접착제 스트립을 180° 의 박리 각 및 300mm/min의 속도에서 인장 시험기 상에서 이의 자유 말단으로부터 박리시키고, 이것을 실시하는데 필요한 힘을 측정하였다. 결과를 N/cm으로 기록하고, 3회 측정치를 평균내었다. 모든 측정은 23°C 및 50% 상대 습도의 조절된 기후의 룸에서 실시하였다.
- [0114] **전단 강도의 정량적 측정: 정적 전단 시험 HP**
- [0115] 접착 테이프를 규정된 단단한 접합 기관(이 경우에 강철)에 도포하고, 여기에 일정한 전단 하중을 가하였다. 분 단위의 유지 시간을 측정하였다. 적절한 플레이트 매달림 장치(각 $179 \pm 1^\circ$)는, 접착 테이프가 플레이트의 바닥 가장자리로부터 박리되지 않게 하였다. 이 시험은 주로 조성물의 응집력에 대한 정보를 얻기 위한 것이다. 그러나, 이는 단지 중량 및 온도 파라미터에 의해, 응집력 파괴가 사실상 시험 동안에 일어나게끔 선택되는 경우에만 그러하다. 그렇지 않으면, 이 시험은 기관에 대한 접착력, 또는 조성물의 접착력과 응집력의 조합에 대한 정보를 제공한다.
- [0116] 시험 중인 13mm 폭의 접착 테이프 스트립을, 2kg 롤러를 사용하여 시험 기관 위로 10회 롤링하여 5cm 길이의 연마된 강철 플라크(시험 기관)에 접합시켰다. 양면 접착 테이프의 반대면을 $50\mu\text{m}$ 의 알루미늄 호일로 라이닝시키고 보강하였다. 후속하여, 벨트 루프를 접착 테이프의 반대 면 상에 놓았다. 그 후 $179 \pm 1^\circ$ 의 특화된 각을 보강하도록 너트 및 볼트를 사용하여 전단 시험 플레이트의 마주보는 면에 어댑터 플라크를 고정시켰다. 롤러 도포와 하중 부하 사이의 강도 진행 시간은 10분 내지 15분이여야 한다. 후속하여 중량을 벨트 루프를 이용하여 흔들림없이 매달았다. 그 후 자동 클락 카운터(clock counter)가 시험 건본이 전단되는 시점을 측정하였다.
- [0117] **전단 변형력의 정량적 측정: 마이크로전단 이동(micoshear travel) MST**
- [0118] 1cm 폭의 접착 테이프 스트립을, 2kg 롤러를 사용하여 시험 테이프 위로 10회 롤링시킴으로써 5cm 길이 위의 연마된 강철 플라크(시험 기관)에 접합시켰다. 양면 접착 테이프의 반대면을 $50\mu\text{m}$ 의 알루미늄 호일로 라이닝하였다. 시험 스트립을 $190\mu\text{m}$ 의 PET 필름으로 보강하고 고정 장치를 이용하여 직선을 가장자리를 갖도록 절단시켰다. 보강된 시험 스트립의 가장자리는 강철 플라크의 가장 자리 위로 1mm 돌출되어 있다. 플라크를 측정 장치에서 15분 동안 하중을 부하하지 않고 시험 조건(23°C , 50% 상대 습도) 하에서 평형을 맞추었다. 후속하여 목적하는 시험 중량(이 경우에 50g)을 매달아, 접합 영역에 대해 평행한 전단 스트레스가 생성되게 하였다. μm 범위에서의 해상력을 갖는 변위 변압기를 그래프 형태로, 시간의 함수로 전단 이동을 플로팅하는데 사용하였다. 규정된 시간(이 경우에 10분) 동안 중량을 적재한 후 전단 이동(전단 경로)을 미세전단 이동 μS1 로 기록하였다.
- [0119] **양면 PSA 테이프의 냉 충격 내성**
- [0120] 냉 충격 내성 시험은 갑작스러운 동적 충격 스트레스에 대한 양면(d/s) PSA (감압성 접착제) 테이프의 감도를 시험하기 위한 것이다. PC 플레이트 및 ABS 프레임에 포함하는 시험 요소를 생성하기 위해 시험을 위한 접착 테이프를 사용하였다. 시험 중인 양면 접착 테이프를 상기한 2개의 지지체 사이에서 접합시킨 다음 5초 동안 6kg 중량을 적재하였다. 이러한 방식으로 생성된 시험 요소를 적어도 5시간 동안 시험 온도에서 저장하였다. 후속하여 냉각된 시험 요소를 1.5m 높이의 한 단부에서 규정된 기관(알루미늄 기관) 상으로 낙하하였다. 이러한 과정을 3회 반복하였다. 접합된 모든 시험 건본을 박리 등이 없이 시험/충격을 통과할 때까지 다양한 온도에서 저장함으로써 정량적 평가를 실시하였다.

[0121]

밀도

[0122]

코팅된 자가 접착제의 밀도를 각각의 피복 두께에 대한 피복 중량의 비를 통해 측정하였다:

$$\delta = \frac{m}{V} = \frac{MA}{d} \quad [\delta] = \frac{[kg]}{[m^3]} = \left[\frac{kg}{m^3} \right]$$

[0123]

MA = [kg/m²] 단위의, 질량 적용/피복 중량(배킹의 중량을 제외함)

[0124]

d = [m] 단위의, 피복 두께(배킹의 두께를 제외함)

[0125]

본 발명의 실시예 및 비교예를 이용하여 본 발명을 이하에서 더욱 상세하게 설명할 것이지만, 이에 의해 본 발명의 내용이 제한되는 것은 아니다.

[0126]

하기 비교예 1.1 및 1.2는 용매로부터의 발포와 비교하여 본 발명의 핫멜트 방법에 의해 자가 접착제의 발포시 이점을 제시한다.

[0127]

본 발명의 방법으로부터 얻어지는 이점들은 추가의 비교예 2에서 나타나 있듯이, 완성된 발포된 자가 접착 테이프에 대해서 매우 간단히 증명될 수 있다. 간편함을 위해, 실시예에서의 용어 "핫멜트"는 본 발명의 하나의 공정인 용어 "핫멜트 공정"과 등가이다.

[0128]

사용된 원료 물질:

[0129]

실시예에서는 하기 원료 물질이 사용된다:

[0130]

사용된 원료 물질

[0131]

표 1

[0132]

상표명	원료 물질/IUPAC	제조업체/공급업체
카우츠크(Kautschuk) SVR 3L	천연 고무(NR)	카우츠크게젤샤프트 엠베하(Kautschukgesellschaft mbH)
크라톤(Kraton) D-1118	스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체(SBS)	크라톤 폴리머스(Kraton Polymers)
크라톤 D-1102 CS	스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체	크라톤 폴리머스
유로프렌(Europrene) SOL T 9113	스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체(SIS)	에니켄 도이치랜드 게엠베하(eniChem Deutschland GmbH)
벡터(Vector) 4113	스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체	엑손 모빌 케미컬 센트럴 유럽 게엠베하(Exxon Mobil Chemical Central Europe GmbH)
크라톤 D-1165	스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체	크라톤 폴리머스
타이폴(Taipol) SBS 3202	스티렌-부타디엔-스티렌 블록 공중합체	타이완 신텍 러버 코퍼레이션(Taiwan Synthectic Rubber Corp.) 이스트맨 케미컬(Eastman Chemical)
레갈라이트(Regalite) R 1125	탄화수소 수지	DRT(윌러스 & 엔젤)
더콜라이트(Dercolyte) A 115	폴리-α-피넨 수지	

표 2

[0133]

피코탁(Piccotac) 1100-E	지방족 탄화수소 수지	이스트맨 케미컬 미들버그 비.브이.(Eastman Chemical Middleburg. B.V.)
펜탈린(Pentalyn) H-E	로진의 펜타에리스리톨 에스테르 테르펜-페놀 수지	이스트맨 케미컬 미들버그 비.브이. DRT(월러스 & 앵겔)
더토펜(Dertophene) T 110	미네랄 오일	도이체 쉘 아게(Deutsche Shell AG)
온디나(Ondina) G41		
미크로솔(Mikrosoehl) 40	탄산칼슘	베레이나이트 크라이드베르크 담만(Vereinigte Kreidewerke Dammann)
	산화아연	베르너 & 후바흐(Werner & Heubach)
산화아연		시바 게이지(Ciba Geigy)
이르가녹스(Irganox) 1726	2,4-비스(도데실티오메틸)-6-메틸페놀	시바 게이지
이르가녹스 1076	옥타데실 3-(3,5-디-3차-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트	
n-부틸 아크릴레이트	n-부틸 아크릴레이트	롬 앤드 하스(Rohm & Haas)
아크릴산, 퓨어	아크릴산	바스프
N-3차-부틸아크릴아미드	N-(1,1-디메틸에틸)-2-프로펜아미드	린즈 케미(Linz Chemie)
2-에틸헥실 아크릴레이트	2-에틸헥실 아크릴레이트	브렌태그(Brenntag)
비소머(Bisomer) HEMA	2-히드록시에틸 메타크릴레이트	IMCD 도이치랜드(Duetschland)
메틸 아크릴레이트	메틸 아크릴레이트	바스프
말레산 무수물	2,5-디히드로-2,5-푸란디온, MSA	콘디아-헌츠맨(Condea-Huntsman)
엑스판셀 051 DU 40	마이크로벌룬(MB)	엑스판셀 노벨 인더스트리즈(Expancel Novel Industries)

[0134]

비교예 1.1

[0135]

천연 고무 기재 용매 조성물을 일 예로 사용하면, 접착제의 접합이 심지어 단지 1중량%의 마이크로벌룬의 분율에서도 매우 급격하게 감소됨이 확인된다.

[0136]

천연 고무 기재의 용매 조성물은 하기 배합을 갖는다:

[0137]

용매로부터 천연 고무의 배합

표 3

	배합 예 A	B	C	D	E	용매
고무 SVR	50.0	49.75	49.5	49.25	49.0	
더토펴 T110	50.0	49.75	49.5	49.25	49.0	
엑스판셀 051 DU 40	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	

벤진 중에 조성물의 고형물 함량은 40중량%이다.

마이크로벌론 함량에서 차이나는 상기 5개의 용매 조성물을 상기 배합에 따라 Z형 반죽기에서 제조하였다.

50g/m² 고형물의 일정한 피복 중량에서, 이러한 접착제를 독터 블레이드를 사용하여 23μm PET 필름에 도포하였다.

사용된 용매의 대부분을 증발시키기 위해 코팅된 견본 샘플을 먼저 환풍 장치(fume cupboard)에서 15분 동안 저장하고, 그 후 견본을 70℃에서 15분 동안 일정 중량으로 건조시켰다. 자가 접착제 조성물의 발포를 개시하기 위하여 팽창가능한 마이크로벌론을 첨가한 견본을 또한 5분 동안 130℃의 건조 오븐에서 온도 도입부에 노출시켰다.

하기 표 4는 마이크로벌론의 분율이 증가함에 따라 접착제의 기술적 특성이 어떠한 영향을 받는지를 보여준다.

용액으로부터 천연 고무 조성물의 접착제 특성

표 4

		마이크로벌론 함량 [%]	밀도 [kg/m ³]	강철로의 접합 강도 [N/cm]	접합 강도 손실 [%]	마이크로전단 이동 50g 하중에서 10분 [μm]
	배합 예 A	0	990	4.9	0	1100
	B	0.5	670	2.9	40.8	400
용매	C	1.0	540	2.4	51.0	200
	D	1.5	470	1.1	77.6	----
	E	2.0	400	0.3	93.9	----

접합력과는 다르게, 자가 접착제의 응집력은 이의 발포에 의해 실질적으로 개선된다. 동일한 온도 조건 및 동일한 하중 하에서 발포된 견본은 10분 후에 비교적 작은 또는 0의 전단 이동을 나타낸다("전단 변형력의 정량적 측정" 부분 참고).

심지어 0.5중량%의 낮은 마이크로벌론 분율의 경우에서도 41%의 발포되지 않은 자가 접착제의 접합 강도에서의 감소가 확인되었고, 2중량%의 마이크로벌론을 사용하여 발포시켰더니 강철로의 접합 강도가 0N/cm으로 감소되었다.

비교예 1.2

천연 고무 기재의 핫멜트 배합:

핫멜트로부터의 천연 고무 배합

표 5

	배합 예 F	G	H	I	핫멜트
고무 SVR 3L	50.0	49.25	48.5	45.0	
더토펴 T110	50.0	49.25	48.5	45.0	
엑스판셀 051 DU 40	0.0	1.5	3.0	10.0	

[0151]

[0152] 상이한 마이크로벌룬 함량(0중량%; 1.5중량%; 3중량%; 10중량%)을 갖는 4개의 핫멜트 접착제를 본 발명의 방법으로 상기 배합로 제조하였다.

[0153] PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역 및 중심 스펀들) = 60℃

[0154] 온도(다이) = 130℃

[0155] 속도(스크류) = 100rpm

[0156] ESE 파라미터: 온도(4개의 가열 구역) = 140℃

[0157] 온도(다이) = 140℃

[0158] 속도(스크류) = 68rpm

[0159] 물 도포기

[0160] 파라미터: 온도(독터 롤) = 140℃

[0161] 온도(코팅 롤) = 120℃

[0162] 도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 방법으로 제조를 실시하였다. 천연 고무 및 더토펴 110 점착성 수지를 과립 형태로 행성식 롤러 압출기에 공급하고 배합하였다. 다이로부터 배출시킨 후에 이와 같이 균일화된 조성물 가닥(strand)을 단축 압출기의 공급 구역 내로 이동시키면서 그와 동시에 그 내부의 마이크로벌룬을 계량하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로벌룬의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 단축 압출기에서 연화시키고, 노즐로부터의 배출시 및/또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로벌룬이 팽창되었다.

[0163] 이 조성물을 후속하여 물 도포기에서 50g/m²로 23μm PET 필름 상으로 코팅시키고 코팅된 필름을 릴리즈 필름 또는 릴리즈 페이퍼로 라이닝시킨 후에 베일(bale)에 감았다.

[0164] 동일한 기계 배합(상기 표 3 및 4 참조) 및 23μm PET 필름 상에 23g/m²의 일정 피복 중량을 갖는 발포된 용매 조성물과 비교하여, 이러한 방식으로 제조된 발포된 자가-접착제는 하기 기술적 특성(하기 표 6의 배합 F 내지 I 참조)을 나타낸다:

[0165] 기술적 특성, 공정 비교

표 6

		마이크로벌룬 함량 [%]	밀도 [kg/m ³]	강철로의 접합 강도 [N/cm]	접합 강도 손실 [%]	공간 충전도 MB [%]
용매	배합 예 A	0	990	4.9	0	0.0
	B	0.5	670	2.9	40.8	33.1
	C	1.0	540	2.4	51.0	46.5
	D	1.5	470	1.1	77.6	53.7
	E	2.0	400	0.3	93.9	64.0
핫멜트	F	0	990	5.3	0	0.0
	G	1.5	480	5.2	1.9	52.7
	H	3.0	360	5.1	3.8	65.1
	I	10.0	200	4.0	24.5	81.6

건본 D(1.5중량% 및 470kg/m³의 용매로부터의)와 건본 G(1.5중량% 및 480kg/m³의 핫멜트)를 서로 직접 비교해 보면, 발포된 용매 조성물의 접합 강도 손실은 여기서 이미 78%였고, 발포된 핫멜트 접착제의 경우는 단지 2%였 임이 명확해진다. 동일한 조성물 기재의 핫멜트 자가 접착 테이프에서 심지어 10중량%의 높은 마이크로벌룬 함량 및 200kg/m³의 생성되는 밀도로 발포시킨 후에, 접합 강도에서의 감소는 25% 정도로 낮았다.

마이크로벌룬 함량이 증가하고 밀도가 감소함에 따라, 중합체 매트릭스에서 마이크로벌룬의 공간 충전도는 증가 하였다. 74%의 공간 충전도에서는 이론적으로 가장 밀집된 구형 패키징이 얻어지는데, 이 예는 274kg/m³의 밀도에 해당하는 것이다. 본 발명의 방법을 사용하면, 적은 접합 강도 손실을 지닌 발포체가 심지어 274kg/m³ 미만의 밀도에서도 얻어질 수 있다.

비교예

실시예 1.2로부터의 천연 고무 자가-접착제의 용도

자가 접착제에서 발포된 마이크로벌룬을 파괴시키기 위해, 조사 중인 건본을 진공 하에서 압축시켰다:

압축 파라미터:

▶ 온도: 150℃

▶ 가해진 압축력: 10kN

▶ 진공: -0.9bar

▶ 압축 시간: 90초

방법 상의 이점 증명

표 7

	배합 예	MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 [μm]	밀도 [kg/m ³]	두께 [μm] 발포 제거한	밀도 [kg/m ³] 발포 제거한	강철로의 접합강도 [N/cm]	강철로의 접합강도 [N/cm] 발포 제거한	접합강도 증가 [%]
용매로 부터의	A	0	50	51	999.0	50	1000.0	4.9	4.9	0.0
	B	0.5	50	75	670.0			2.9		
	C	1	50	93	540.0	51	980.4	2.4	4.8	50.0
	D	1.5	50	106	470.0			1.1		
	E	2.0	50	125	400	51	980.4	0.3	4.9	93.9
핫멜트	F	0	50	51	990	51	980.4	5.3	5.3	0.0
	G	1.5	50	104	480.0	48	1041.7	5.2	5.1	-2.0
	H	3	50	139	360.0	50	1000.0	5.1	5.2	1.9
	I	10	50	250	200	49	1020.4	4.0	5.2	23.1

용매로부터의 발포와 비교하여, 본 발명의 방법에 의한 마이크로벌룬에 의한 자가 접착제의 발포는 접합 강도에 대해 훨씬 더 작은 효과를 나타낸다. 압력 및 온도 하에서 발포제거한 후에 얻어진 접합 강도에서의 증가는 조사된 경우에서 발포의 결과로 얻어진 접합 강도에서의 손실에 상응하였다. 발포제거에 대한 파라미터는, 생성되는 접착제가 비발포 상태의 접착제 밀도에 상응하는 밀도를 갖도록 선택되어야 한다.

비교예 2.1

SIS 기재의 용매 조성물:

용매로부터의 SIS 배합

표 8

	배합 예 A	B	C	D	용매
유로프렌 솔 T 9113	50	49	47.5	46	
레갈라이트 R 1125	44	43	41.5	40	
온디나 G 41	5.5	5.5	5.5	5.5	
이르가녹스 1726	0.5	0.5	0.5	0.5	
엑스판셀 051 DU 40	0	2	5	8	

고형물 함량: 40중량%

용매 혼합물: 67.5중량% 벤진/22.5중량%의 아세톤/10중량%의 톨루엔

가공:

상기 언급한 원료 물질 전부를 벤진, 아세톤 및 톨루엔의 용매 혼합물에 첨가하고 후속하여 실온에서 롤러 베드 상에서 약 10시간 동안 완전히 혼합하였다. 이렇게 얻어진 조성물을 그 후 두터 블레이드를 이용하여 웹 형태의 배킹에 도포하였는데, 이 실시예에서의 배킹은 23μm 두께의 PET 필름이었고 도포는 대략 50g/m²의 일정한 피복 중량에서 실시되었다. 마이크로벌룬의 첨가 및 혼합은 각 조성물의 안전한 코팅 직전에 실시되었다. 조성물을 실온에서 도포한 후에, 제조된 견본을 용매 혼합물의 대부분을 증발시키기 위해 15분 동안 실온에서 저장

한 다음, 70℃의 강제 순환식 건조 오븐 내에서 15분 동안 일정 중량이 되도록 건조시켰다. 자가 접착제 조성물의 발포를 개시하기 위해, 팽창가능한 마이크로벌룬이 첨가된 견본을 추가로 130℃의 건조 오븐 내의 온도 도입부에 5분 동안 노출시켰다.

온도 도입 및 생성된 마이크로벌룬의 팽창은 거친 표면을 생성하였다. 따라서, 낮은 접합 면적이 예를 들어 강철과 같은 기관 상에서 얻어졌고, 대략 0N/cm의 단지 낮은 접합 강도가 용매로부터 발포된 자가 접착제에 대해 얻어졌다.

SIS 기재의 발포된 용매 조성물의 접착제 특성

표 9

	MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 [μm]	밀도 [kg/m ³]	강철 접합강도 [N/cm]	접합강도 손실 [%]
	0	51.3	51	1005.9	9.1	0
용매: 로부터의	2	50.6	87	581.6	0	100
	5	52.4	136	385.3	0	100
	8	49.5	160	309.4	0	100

여기서 다시 합성 고무 기재의 용매 조성물의 예(스티렌-이소프렌-스티렌 블록 공중합체)를 사용하였더니, 단지 2중량%의 마이크로벌룬 분율에서는 더 이상의 접합 강도가 나타나지 않았음이 확인된다.

비교예 2.2

SIS 기재의 핫멜트 조성물:

핫멜트로부터의 SIS 배합:

표 10

	배합 예 A	B	C	D	핫멜트
유로프렌 솔 T 9113	50	49	47.5	46	
레갈라이트 R 1125	44	43	41.5	40	
온디나 G 41	5.5	5.5	5.5	5.5	
이르가녹스 1726	0.5	0.5	0.5	0.5	
엑스판셀 051 DU 40	0	2	5	8	

도 1에 관련된 설명 부분에 기술된 방법으로 제조를 실시하였다.

동일한 조성물 배합을 갖지만 상이한 제조 방법(본 발명의 방법에 의한 용매로부터 그리고 핫멜트로부터)에 대한 기술적 특성 비교:

기술적 특성, 방법 비교

표 11

	MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 [μm]	밀도 [kg/m ³]	강철의 접합강도 [N/cm]	접합강도 손실 [%]
용매로부터의	0	51.3	51	1005.9	9.1	0
	2	50.6	87	581.6	0	100
	5	52.4	136	385.3	0	100
	8	49.5	160	309.4	0	100
핫멜트	0	48.2	48	1004.2	9.2	0
	2	45.0	76	592.1	12.4	-34.8
	5	49.8	110	452.7	10.1	-9.8
	8	45.3	139	325.9	9.8	-6.5

[0199]

[0200]

핫멜트로부터 마이크로벌룬없이 발포되지 않은 견본과 비교하여, 본 발명의 방법에 의한 발포는 일정한 피복 중량에 대해 접합 강도에서의 증가를 나타내었다.

[0201]

비교예 3

[0202]

SBS 기재의 조성물 배합(각 경우에 중량%):

[0203]

SBS 기재의 조성물 배합:

표 12

		배합 예 A	B	C
크라톤 D-1118	[%]	25	22.75	23.5
크라톤 D-1102	[%]	25	22.75	23.5
더폴라이트 A115	[%]	49	45.5	47
엑스판셀 051 DU 40	[%]	0	8	5
이르가녹스 1076	[%]	1	1	1

[0204]

[0205]

도 1과 관련된 설명에 기재된 방법으로 제조를 실시하였다.

[0206]

합성 고무 조성물의 기술적 특성 및 성능 특성:

표 13

배합 예	발포되지 않은		발포된	
	A	A	B	C
피복 중량 [g/m ²]	113	330	119	310
두께 [μm]	95	278	350	590
밀도 [kg/m ³]	1189	1187	340	525
BSS 90° [N/cm]	10.7	22.1	14.2	19.2
냉 충격 내성 [°C]	+ 10	+ 10	-10	-10

[0207]

[0208] 자가 접착제 조성물을 발포시켰더니 접합 강도에서의 실질적인 손실이 없었다. 저온 충격 내성은 발포의 결과로 실질적으로 개선되었다.

[0209]

비교예 4

[0210]

비교예 2.1(용매로부터의) 및 2.2(핫멜트로부터의)로부터의 SIS 자가 접착제의 용도

[0211]

자가 접착제 내에서 발포된 마이크로볼론을 파괴시키기 위해서, 조사 중인 견본을 진공하에서 압축하였다:

[0212]

압축 파라미터:

[0213]

▶ 온도: 150°C

[0214]

▶ 가해진 압축력: 10kN

[0215]

▶ 진공: -0.9bar

[0216]

▶ 압축 시간: 90초

[0217]

방법 상의 이점 입증

표 14

	MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 μm	밀도 [kg/m ³]	두께 [μm] 압축 후	밀도 [kg/m ³] 압축 후	강철의 접합강도 [N/cm]	강철의 접합강도 [N/cm] 압축 후	접합강도 손실 [%]
용매로부터의	0	51.3	51	1005.9	52	986.5	9.1	8.9	-2.2
	2	50.6	87	581.6	52	973.1	0	8.1	100.0
	5	52.4	136	385.3	-----	-----	0	-----	-----
	8	49.5	160	309.4	-----	-----	0	-----	-----
핫멜트	0	48.2	48	1004.2	51	945.1	9.2	9.1	-1.1
	2	47.3	78	606.4	48	985.4	12.4	9.0	-37.6
	5	49.8	110	452.7	52	957.7	10.1	9.4	-7.4
	8	47.8	140	341.43	49	975.5	9.8	9.1	-7.7

[0218]

[0219] 따라서 마이크로볼론에 의한 자가 접착제 조성물의 발포는 접합 강도에 대해 어떠한 유해한 효과도 나타내지 않았다. 각각의 발포되지 않은 조성물과 비교하여, 이 조성물 시스템을 사용한 경우 참으로 접합 강도가 실제로 증가하였다. 이는 각각의 발포되지 않은 견본과 비교하여 발포된 견본의 더욱 큰 두께 및 기관에 대한 발

포체의 양호한 습윤 특성의 결과로서 설명될 수 있다.

실시예 5

천연 고무 기재의 조성물 배합:

고무 SVR 3L: 47.5중량%

피코텍 1100-E: 47.5중량%

엑스판셀 051 DU 40: 5.0중량%

PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역) = 50℃

온도(중심 스펀들) = 10℃

온도(다이) = 160℃

속도(스크류) = 25rpm

ESE 파라미터: 온도(가열 구역 1) = 20℃

온도(가열 구역 2) = 60℃

온도(가열 구역 3) = 100℃

온도(가열 구역 4) = 140℃

온도(다이) = 140℃

속도(스크류) = 62rpm

롤 도포기

파라미터: 온도(독터 롤) = 130℃

온도(코팅 롤) = 130℃

도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 방법으로 제조를 실시하였다. 천연 고무 및 피코텍 1100-E 수지를 과립 형태로 행성식 롤러 압출기에 공급하고 배합하였다. 다이로부터 배출시킨 후에 이와 같이 균일화시킨 조성물 가닥을 단축 압출기의 공급 구역 내로 이동시키면서 그와 동시에 그 내부의 마이크로별론을 계량하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로비드의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 단축 압출기에서 연화시키고, 노즐로부터의 배출시 및/또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로별론이 팽창되었다.

이 조성물을 후속하여 롤 도포기로 직물 배킹 상으로 코팅하고, 베일에 감았다.

이렇게 발포된 자가 접착제 조성물은 하기 기술적 특성을 나타낸다:

단면 천연 고무 접착 테이프의 기술적 특성

표 15

발포된 단면 천연고무 접착 테이프		
피복중량	[g/m ²]	106
총 두께	[μm]	415
밀도	[kg/m ³]	320
강철로의 접합강도 180°	[N/cm]	2.6
PE로의 접합강도 180°	[N/cm]	1.7

실시예 6

천연 고무 기재의 조성물 배합:

	A (발포되지 않은)	B (발포된)
고무 SVR 3L	49.5중량%	48.35중량%
피코텍 1100-E	49.5중량%	48.35중량%
엑스판셀 051 DU 40		2.3중량%
이르가녹스 1076	1.0중량%	1.0중량%

PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역) =	50℃
온도(중심 스펀들) =	10℃
온도(다이) =	160℃
속도(스크류) =	50rpm
ESE 파라미터: 온도(가열 구역 1) =	20℃
온도(가열 구역 2) =	60℃
온도(가열 구역 3) =	100℃
온도(가열 구역 4) =	140℃
온도(다이) =	140℃
속도(스크류) =	68rpm

롤 도포기

파라미터: 온도(독터 롤) =	130℃
온도(코팅 롤) =	130℃

도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 방법으로 제조를 실시하였다. 천연 고무 및 피코텍 1100-E 수지를 과립 형

태로 행성식 롤러 압출기에 공급하고 배합하였다. 다이로부터 배출시킨 후에 이와 같이 균일화시킨 조성물 가닥을 단축 압출기의 공급 구역 내로 이동시키면서 그와 동시에 배합 B에서 그 내부의 마이크로별론을 계량하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로비드의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 단축 압출기에서 연화시키고, 다이로부터의 배출시 및/또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로별론이 팽창되었다.

[0264] 발포된 천연 고무 조성물 및 발포되지 않은 고무 조성물을 반대면에 이형지가 구비된 주름 종이 배킹 상으로 코팅시킨 다음, 이러한 시스템 간에서의 기술적 특성 비교를 실시하였다. 동시에 발포되지 않은 천연 고무 조성물과 유사한 기술적 수준을 지니면서 대략 동일한 피복 두께에 대해서 25g/m²의 조성물이 절감될 수 있음은 주목할 만한 것이었다.

[0265] **기술적 특성**

표 16

		A	B
피복중량	[g/m ²]	50	25
총 두께	[μm]	144	138
밀도	[kg/m ³]	950	590
강철에 대한 접합강도 180°	[N/cm]	2.7	2.3
표면 거칠기 Ra	μm	8.6	7.7

[0266]

[0267] 이 실시예는, 본 발명의 방법을 사용하면 조성물의 피복 두께가 팽창된 마이크로별론의 직경에 상응하다는 사실에도 불구하고 낮은 접합 강도 손실을 갖는 자가 접착제 생성물이 제조될 수 있음을 보여준다.

[0268] **실시예 7**

[0269] SIS 기재의 조성물 배합:

[0270] 벡터 4113 47.5중량%

[0271] 펜탈린 H-E 47.5중량%

[0272] 엑스판셀 051 DU 40 5.0중량%

[0273] PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역 및 중심 스펀들) = 80℃

[0274] 온도(다이) = 130℃

[0275] 속도(스크류) = 50rpm

[0276] 롤 도포기

[0277] 파라미터: 온도(독터 롤) = 140℃

[0278] 온도(코팅 롤) = 130℃

[0279] 도 3에 관련된 설명 부분에 기재된 종류의 특히 유리한 방법으로 제조를 실시하였다. 스티렌 블록 공중합체 벡터 4113, 수지 펜탈린 H-E, 및 엑스판셀 051 DU 40 마이크로별론을 행성식 롤러 압출기에 공급하였다. 중합체

매트릭스를 배합시키고 상기 매트릭스 내에 마이크로벌룬을 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로벌룬의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 압출기에서 연화시키고, 다이로부터의 배출시 또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로벌룬이 팽창되었다. 이 조성물을 후속하여 롤 도포기에서 식물 배킹 상으로 코팅하고, 베일에 감았다.

이렇게 발포된 자가 접착제 조성물은 하기 기술적 특성을 나타내었다:

단면 SIS 자가 접착 테이프의 기술적 특성

표 17

		A	B
피복중량	[g/m ²]	135	40
총 두께	[μm]	430	175
밀도	[kg/m ³]	420	420
강철로의 접합강도 180°	[N/cm]	13.6	8.9
PE로의 접합강도 180°	[N/cm]	2.8	2.3
HP RT 10N	[min]	> 10 000	> 10 000

도 5는 마이크로벌룬 53으로 발포되고 식물 배킹 51 상에 마이크로벌룬 53을 함유하는 접착제 52로 구성되는 자가 접착 테이프의 구성을 도시한다.

마이크로벌룬의 높은 수준 및 낮은 밀도에도 불구하고, 본 발명을 사용하면, 발포된 자가 접착제 조성물의 기술적 특성이 발포되지 않은 접착제의 기술적 특성과 동일한 수준에 놓이게 된다.

실시예 6 및 7은 배킹의 구조 또는 거칠기를 보상하기 위한 본 발명의 발포된 접착제의 우수한 적합성을 보여준다.

실시예 8

SIS 기재의 조성물 배합:

벡터 4113 47.5중량%

펜탈린 H-E 47.5중량%

엑스판셀 051 DU 40 5.0중량%

PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역 및 중심 스펀들) = 60℃

온도(다이) = 130℃

속도(스크류) = 100rpm

ESE 파라미터: 온도(4개의 가열 구역) = 140℃

온도(다이) = 140℃

속도(스크류) = 68rpm

롤 도포기

[0298] 파라미터: 온도(독터 롤) = 140℃
 [0299] 온도(코팅 롤) = 140℃

[0300] 도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 방법으로 제조를 실시하였다. 벡터 4113 스티렌 블록 공중합체 및 펜탈린 H-E 수지를 과립 형태로 행성식 롤러 압출기에 공급하고 배합하였다. 다이로부터 배출시킨 후에 이와 같이 균일화시킨 조성물 가닥을 단축 압출기의 공급 구역 내로 이동시키면서 그와 동시에 그 내부의 마이크로별론을 계량하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로비드의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 단축 압출기에서 연화시키고, 다이로부터의 배출시 및/또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로별론이 팽창되었다.

[0301] 후속하여 이 조성물을 롤 도포기로 80μm 릴리즈 페이퍼(양면이 실리콘처리된, 다양한 분리력: 코팅면 = 95cN/cm 및 분리면 = 13 cN/cm) 상으로 코팅시킨 다음, 코팅된 릴리즈 시스템을 감았다.

[0302] 이러한 양면 자가 접착제 발포 픽서는 하기 기술적 특성을 나타내었다:

[0303] SIS 발포 픽서의 기술적 특성

표 18

양면 접착제 SIS 발포 픽서		
피복중량	[g/m ²]	160
두께	[μm]	340
밀도	[kg/m ³]	470
강철로의 접합강도 90°	[N/cm]	21.8
개방면 PE로의 접합강도 90°	[N/cm]	12.5

[0304]

개방면 HP RT 10 N 개방면	[min]	12 600
--------------------------	-------	--------

[0305]

[0306] 실시예 9

[0307] SBS/SIS 기재의 조성물 배합

[0308] 크라톤 D-1165 23.0중량%
 [0309] 타이폴 SBS 3202 23.0중량%
 [0310] 더콜라이트 A115 46.0중량%
 [0311] 엑스판셀 051 DU 40 8.0중량%

[0312] PWE 파라미터: 온도(2개의 가열 구역 및 중심 스펀들) = 130℃

- [0313] 온도(다이) = 160℃
- [0314] 속도(스크류) = 100rpm
- [0315] ESE 파라미터: 온도(4개의 가열 구역) = 50℃
- [0316] 온도(다이) = 50℃
- [0317] 속도(스크류) = 68rpm
- [0318] 롤 도포기
- [0319] 파라미터: 온도(독터 롤) = 140℃
- [0320] 온도(코팅 롤) = 140℃

- [0321] 도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 종류의 방법으로 제조를 실시하였다. 크라톤 D-1165, 타이폴 SBS 3202 및 더콜라이트 A115를 상응하는 양으로 과립 형태로 행성식 롤러 압출기에 공급하고 배합하였다. 다이로부터 배출시킨 후에 이와 같이 균일화시킨 조성물 가닥을 단축 압출기의 공급 구역 내로 이동시키면서 그와 동시에 그 내부의 마이크로별론을 계량하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로비드의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃의 단축 압출기에서 연화시키고(PWE로부터 조성물 내 잔류 열로 인하여), 다이로부터의 배출시 및/또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로별론이 팽창되었다.
- [0322] 후속하여 이 조성물을 롤 도포기로 80 μ m 릴리즈 페이퍼(양면이 실리콘처리된, 다양한 분리력: 코팅면 = 95cN/cm 및 분리면 = 13 cN/cm) 상으로 코팅시킨 다음, 코팅된 릴리즈 시스템을 감았다.
- [0323] 이러한 양면의 자가 접착제 발포 픽서는 하기 기술적 특성을 나타낸다:
- [0324] SBS/SIS 발포 픽서의 기술적 특성

표 19

양면 접착제 SBS 발포 픽서		
피복중량	[g/m ²]	300
두께	[μ m]	850
밀도	[kg/m ³]	350
강철로의 접합강도 90° 개방면	[N/cm]	17.0
PE로의 접합강도 90° 개방면	[N/cm]	13.0
SSZ RT 10N 개방면	[min]	>10 000

[0325]

[0326] 도 6은 라이너 61에 도포된, 마이크로벌룬 63으로 발포된 접착제 62의 구성을 나타낸다.

[0327] **실시예 10**

[0328] 아크릴레이트 공중합체 기재의 조성물 배합

[0329] 아크릴레이트 조성물 A:

[0330]	n-부틸 아크릴레이트	44.2중량%
[0331]	2-에틸헥실 아크릴레이트	44.7중량%
[0332]	메틸 아크릴레이트	8.6중량%
[0333]	아크릴산, 퓨어	1.5중량%
[0334]	비소머 HEMA	1.0중량%

[0335] 아크릴레이트 조성물 B:

[0336]	n-부틸 아크릴레이트	44.9중량%
[0337]	2-에틸헥실 아크릴레이트	44.9중량%
[0338]	N-3차-부틸아크릴아미드	6.2중량%
[0339]	아크릴산, 퓨어	3.0중량%
[0340]	말레산 무수물	1.0중량%

[0341] 둘 모두의 아크릴레이트 조성물 A 및 B를 각각의 경우에 5% 마이크로벌룬 및 8% 마이크로벌룬과 배합하였다:

[0342] 상기 단량체 혼합물(중량%의 양)을 용액 중에서 공중합시켰다. 중합 배치(batch)는 60중량%의 단량체 혼합물 및 40중량%의 용매(예컨대 벤진 60/95, 및 아세톤)로 구성되었다. 질소를 플러싱시킴으로써 용액으로부터 먼저 산소를 제거한 다음, 유리 또는 강철 재질의 일반적인 반응 용기(환류 응축기, 교반기, 온도 측정 장치 및 가스 유입 튜브가 구비됨) 중에서 비등하도록 가열하였다. 자유 라디칼 중합을 위한 일반적인 0.2중량% 내지 0.4중량%의 개시제, 예컨대 디벤조일 퍼옥사이드, 디라우로일 퍼옥사이드 또는 아조비스이소부티로니트릴을 첨가함으로써 중합을 개시하였다. 대략 20시간의 중합 시간 후에, 적합한 경우 점도에 따라 달라지나 추가 용매를 사용하여 희석을 수회 실시하여, 완성된 중합체 용액의 고형물 함량이 35중량% 내지 55중량%가 되게 하였다.

[0343] 압력을 감소시키고/시키거나 온도를 증가시켜 농축을 실시하였다.

[0344] 도 1에 관련된 설명 부분에 기재된 방법으로 마이크로벌룬과 배합된 자가 접착제 조성물의 제조를 실시하였다. 상기 아크릴레이트 조성물을 가닥 형태로 연속 혼합 어셈블리, 이 경우에 이축 압출기로 공급하면서 그와 동시에 마이크로벌룬을 첨가하였다. 중합체 매트릭스에 균일하게 분포시키는 것 이외에, 마이크로벌룬의 열가소성 중합체 케이싱을 140℃에서 가열된 이축 압출기에서 연화시키고, 노즐로부터의 배출시 또는 압력 보상 시에, 캡슐화된 이소부탄이 팽창되고 결과적으로 마이크로벌룬이 팽창되었다.

[0345] 후속하여 이 조성물을 80 μ m 릴리즈 페이퍼(양면이 실리콘처리된, 다양한 분리력: 95cN/cm 및 13 cN/cm) 상으로 코팅시킨 다음, 코팅된 릴리즈 시스템을 감았다.

[0346] 상기 아크릴레이트 조성물 A 및 B에 대해서 하기 기술적 특성이 얻어졌다:

[0347] **아크릴레이트 조성물 A의 기술적 특성**

표 20

아크릴레이트 조성물 A				
MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 [μm]	밀도 [kg/m ³]	강철에 대한 접합강도 [N/cm]
0	520	510	1020	20.1
5	260	491	530	15.8
8	170	459	370	12.3

[0348]

[0349]

아크릴레이트 조성물 B에 대한 기술적 특성

표 21

아크릴레이트 조성물 B				
MB 함량 [%]	피복중량 [g/m ²]	두께 [μm]	밀도 [kg/m ³]	강철에 대한 접합강도 [N/cm]
0	530	505	1050	12.5
5	250	424	590	9.2
8	200	500	400	8.1

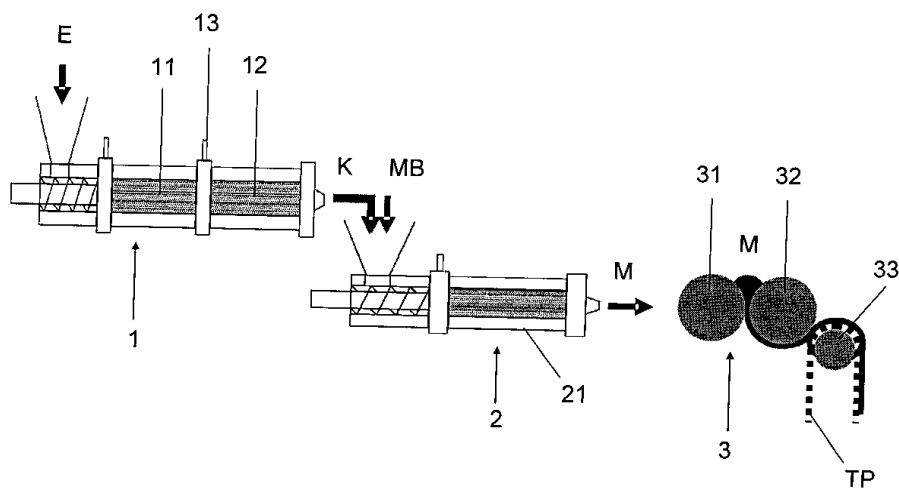
[0350]

[0351]

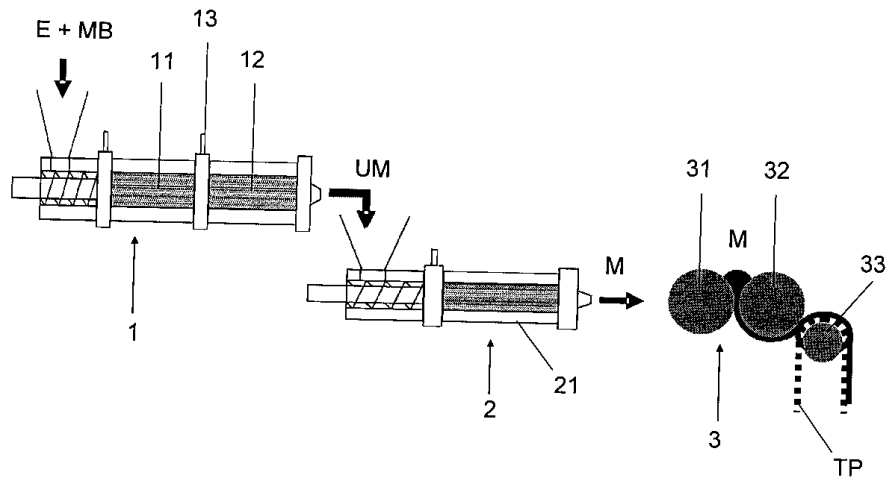
상기 아크릴레이트 조성물의 발포 결과, 심지어 더 낮은 피복 중량 및 유사한 피복 두께에서도 접합 강도에서의 손실이 실제로 확인되지 않았다. 열 전단 강도를 증가시키기 위해서, 이러한 조성물 시스템은 전리 방사선에 의해 또는 문헌에 공지된 가교 시스템, 예컨대 이소시아네이트, 에폭사이드 또는 페놀 수지에 의해 상당히 가교될 수 있다.

도면

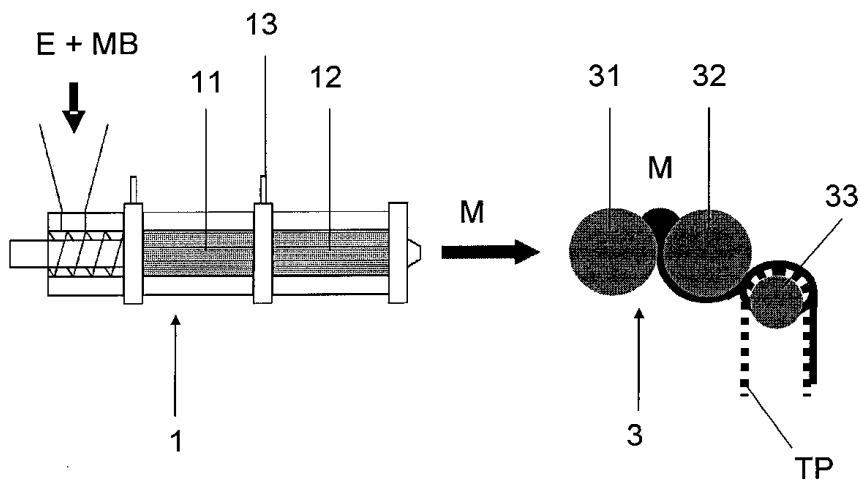
도면1



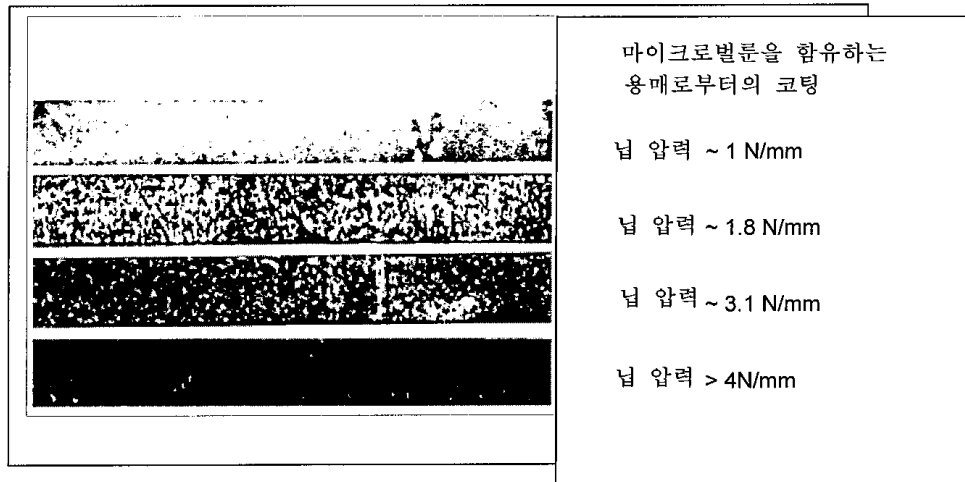
도면2



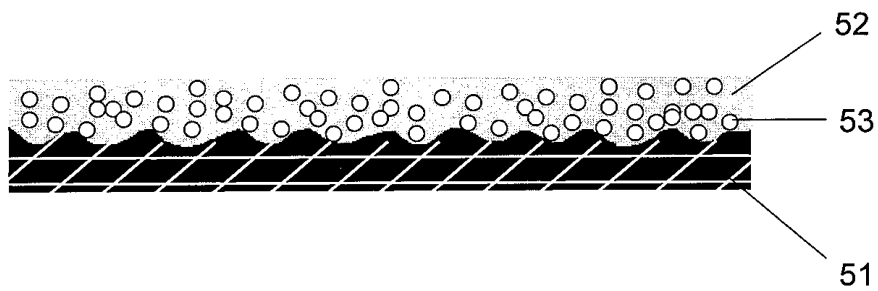
도면3



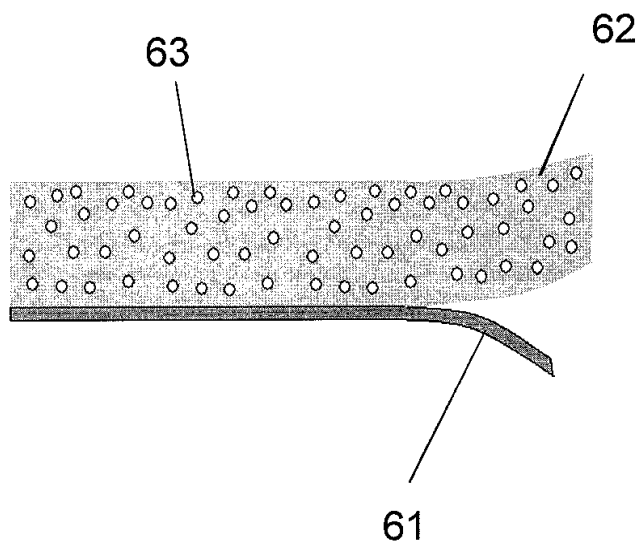
도면4



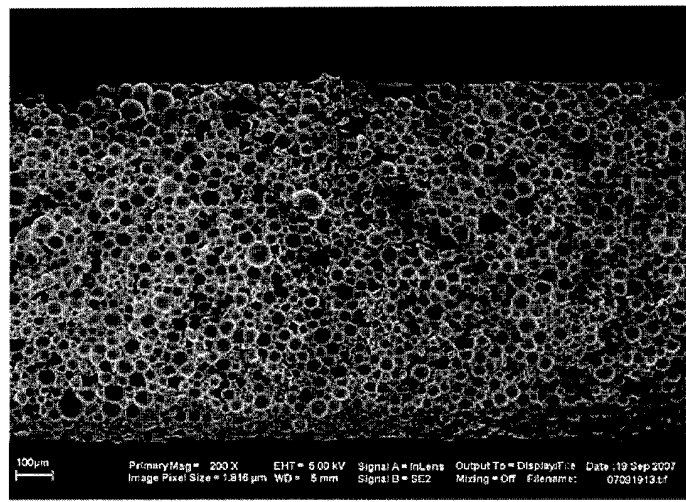
도면5



도면6



도면7



도면8

