



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0005290
 (43) 공개일자 2011년01월17일

- | | |
|--|--|
| <p>(51) Int. Cl.
 <i>C09J 133/04</i> (2006.01) <i>C09J 11/04</i> (2006.01)
 <i>C09J 9/00</i> (2006.01) <i>C09J 5/08</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2010-7026308</p> <p>(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년04월20일
 심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2010년11월24일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2009/041066</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2009/131920
 국제공개일자 2009년10월29일</p> <p>(30) 우선권주장
 JP-P-2008-116163 2008년04월25일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
 쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
 스 33427 쓰리엠 센터</p> <p>(72) 발명자
 요다 마사키
 일본 158-8583 도쿄도 세타가야 다마가와다이 2-
 초메 33,1
 마와타리 리나
 일본 158-8583 도쿄도 세타가야 다마가와다이 2-
 초메 33,1</p> <p>(74) 대리인
 양영준, 김영</p> |
|--|--|

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) (메트)아크릴 감압 접착 폼 및 그 제조 방법

(57) 요약

종래의 폼과 비교하여 발포 보조제의 양이 감소되고 기포 함량이 높은 (메트)아크릴 감압 접착 폼 및 그 제조 방법이 제공된다. 폼은 (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 갖는 부분 중합체와; 열 전도성 충전제와; 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 포함하며, 여기서 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 경화성 조성물에서 형성된다.

특허청구의 범위

청구항 1

(a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하는 부분 중합체와;

열 전도성 충전제와;

입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제(foaming adjuvant)

를 함유하는 경화성 조성물 - 여기서, 상기 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 상기 경화성 조성물에서 형성됨 - 의 발포되고 경화된 생성물인 감압 접착 폼.

청구항 2

제1항에 있어서,

(a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c1) 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합체로서 그 양이 부분 중합체의 중량 기준으로 2 중량% 내지 15 중량%인 공중합체를 포함하는 부분 중합체와;

상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 100 내지 250 중량부의 양의 열 전도성 충전제와;

상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부의 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제

를 포함하는 경화성 조성물 - 여기서, 상기 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 상기 성분 (a)와 상기 성분 (b1)의 가교결합된 공중합체임 - 의 발포되고 경화된 생성물이며,

상기 감압 접착 폼의 기포의 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (상기 경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 상기 발포 보조제의 중량부)/(상기 감압 접착 폼의 기포의 함량)의 값은 0.02 내지 0.05인, 감압 접착 폼.

청구항 3

제1항에 있어서,

(a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기는 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c2) 성분 (a)와 성분 (b2)의 공중합체로서 그 양이 부분 중합체의 중량 기준으로 2 중량% 내지 15 중량%인 공중합체를 포함하는 부분 중합체와;

입자 표면에 염기성기를 가진 금속 수산화물인, 상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 60 내지 300 중량부의 양의 열 전도성 충전제와;

상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부의 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제

를 함유하는 경화성 조성물 - 여기서, 상기 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 상기 성분 (c2)가 상기 성분 (c2) 내의 상기 성분 (b2) 및 상기 열 전도성 충전제를 통해 가교결합되는 가교결합된 구조임 - 의 발포되고 경화된 생성물이며,

상기 감압 접착 폼의 기포의 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (상기 경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 상기 발포 보조제의 중량부)/(상기 감압 접착 폼의 기포의 함량)의 값은 0.02 내지 0.05인, 감압 접착 폼.

청구항 4

제1항에 있어서,

(a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기는 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c3) 성분 (a), 성분 (b1) 및 성분 (b2)의 공중합체로서 그 양이 부분 중합체의 중량 기준으로 2 중량% 내지 15 중량%인 공중합체를 포함하는 부분 중합체와;

입자 표면에 염기성기를 가진 금속 수산화물인, 상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 60 내지 300 중량부의 양의 열 전도성 충전제와;

상기 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부의 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제

를 함유하는 경화성 조성물 - 여기서, 상기 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 상기 성분 (a)가 상기 성분 (b1)과 공중합되어 가교결합을 형성하며 상기 성분 (c3)이 상기 성분 (c3) 내의 상기 성분 (b2)와 상기 열 전도성 충전제를 통해 가교결합되는 가교결합된 구조임 - 의 발포되고 경화된 생성물이며,

상기 감압 접착 품의 기포의 함량이 품의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (상기 경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 상기 발포 보조제의 중량부)/(상기 감압 접착 품의 기포의 함량)의 값은 0.02 내지 0.05인, 감압 접착 품.

청구항 5

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 감압 접착 품의 기포의 함량이 품의 전체 부피를 기준으로 5 부피% 내지 25 부피%인 감압 접착 품.

청구항 6

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열 전도성 충전제는 수산화알루미늄인 감압 접착 품.

청구항 7

제2항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 경화성 조성물은 자외선-경화성인 감압 접착 품.

청구항 8

(a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기는 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하는 부분 중합체를 제조하는 단계와;

상기 부분 중합체를 열 전도성 충전제와 혼합하는 단계와;

입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 상기 부분 중합체에 첨가하여 상기 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 형성되는 경화성 조성물을 얻는 단계와;

상기 경화성 조성물을 기계적으로 발포시키는 단계와;

상기 발포된 경화성 조성물의 성형 물품을 경화시키는 단계

를 포함하는 감압 접착 품의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 (메트)아크릴 감압 접착 품 및 그 제조 방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 열 전도성 (메트)아크릴 감압 접착 품 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 종래의 (메트)아크릴 발포 감압 접착 시트는 (메트)아크릴 경화성 조성물과 불활성 가스(예를 들어, 질소 가스)를 교반 하에서 혼합하여 형성된 폼을 경화시킴으로써 생성된다. 그러한 생성 방법에서는, 불활성 가스가 (메트)아크릴 경화성 조성물 내로 미세하게 그리고 균일하게 분산되어 그와 혼합되는 것이 중요하며; 따라서,

불소화합물계 계면활성제 또는 표면 개질된 나노입자가 발포 보조제(foaming adjuvant)로 사용되며 이들 발포 보조제는 사용될 때 (메트)아크릴 경화성 조성물과 혼합된다. 따라서, 이들 발포 보조제는 경화 후 얻어진 (메트)아크릴 발포 감압 접착 시트 내에 포함된다.

- [0003] 발포 보조제로서 불소화합물계 계면활성제를 사용하는 예가 일본 특허 출원 공개 제2006-22189호에 개시된다.
- [0004] 발포 보조제로서 표면 개질된 나노입자를 사용하는 예는 국제 특허 출원의 일본어 공표 제2004-518793호에 개시된다. 표면 개질된 나노입자는 종종 불소화합물계 계면활성제와 비교할 때 발포 성능에 있어서 열등하며, 요망되는 발포 성능을 얻기 위하여 다량의 표면 개질된 나노입자를 첨가하는 것이 필요할 수 있다.
- [0005] 일본 특허 출원 공개 제2006-213845호는 "100 중량부의 (메트)아크릴산 에스테르 중합체(A1), 20 내지 55 중량부의 (메트)아크릴산 에스테르 단량체 혼합물(A2m), 50 내지 500 중량부의 열 전도성 무기 화합물 (B), 0.1 내지 5 중량부의 유기 과산화물 열 중합 개시제 (C2) 및 0.01 내지 0.8 중량부의 열 분해성 유기 발포제 (D)를 함유하는 열 전도성 감압 접착 조성물 (E)을 시트-성형 및 가열하고 그럼으로써 열 전도성 감압 접착 조성물 (E)의 시트 성형, (메트)아크릴산 에스테르 단량체 혼합물(A2m)의 중합, 및 열 분해성 유기 발포제(D)의 열 분해를 초래함으로써 얻어진, 50 내지 550 μm 의 평균 폼 셀 직경을 가진 열 전도성 감압 접착 시트형 폼-성형된 물품 (F)"을 개시한다.

발명의 내용

- [0006] 본 발명의 목적은 종래 기술과 비교하여 발포 보조제의 양이 감소된, 고품질의 기포를 가진 (메트)아크릴 감압 접착 폼, 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.
- [0007] 본 발명에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체와; 열 전도성 충전제와; 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물인 감압 접착 폼이 제공되며, 여기서 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 경화성 조성물에서 형성된다.
- [0008] 본 발명의 제1 실시 형태에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c1) 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합체 - 성분 (c1)의 양은 부분 중합체 중량 기준으로 2 내지 15 중량% 임 - 를 포함하거나 이들로 본질적으로 이루어진 부분 중합체와; 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 100 내지 250 중량부의 양의 열 전도성 충전제와; 부분 중합체 100 중량부 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물인 감압 접착 폼이 제공되며, 여기서 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 성분 (a)와 성분 (b1)의 가교결합된 공중합체이고, 감압 접착 폼의 기포의 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량)의 값은 0.02 내지 0.05이다.
- [0009] 본 발명의 제2 실시 형태에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c2) 성분 (a)와 성분 (b2)의 공중합체 - 성분 (c2)의 양은 부분 중합체 중량 기준으로 2 내지 15 중량% 임 - 를 포함하거나 이들로 본질적으로 이루어진 부분 중합체와; 입자 표면에 염기성기를 가진 금속 수산화물인, 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 60 내지 300 중량부의 양의 열 전도성 충전제와; 부분 중합체 100 중량부 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물인 감압 접착 폼이 제공되며, 여기서 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 성분 (c2)가 성분 (c2) 내의 성분 (b2)와 열 전도성 충전제를 통해 가교결합된 가교결합 구조이고, 감압 접착 폼의 기포 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량)의 값은 0.02 내지 0.05이다.
- [0010] 본 발명의 제3 실시 형태에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c3) 성분 (a), 성분 (b1) 및 성분 (b2)의 공중합체 - 성분 (c3)의 양은 부분 중합체 중량 기준으로 2 내지 15 중량% 임 - 를 포함하거나 이들로 본질적으로 이루어진 부분 중합체와; 입자 표면에 염기성기를 가진 금속 수산화물인, 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 60 내지 300

중량부의 양의 열 전도성 충전제와; 부분 중합체 100 중량부 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부 양의, 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물인 감압 접착 폼이 제공되며, 여기서 경화성 조성물에서 형성된 가교결합된 구조는 성분 (a)가 성분 (b1)과 공중합되어 가교결합을 형성하며 성분 (c3)이 성분 (c3) 내의 성분 (b2)와 열 전도성 충전제를 통해 가교결합된 가교결합 구조이고, 감압 접착 폼의 기포 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량)의 값은 0.02 내지 0.05이다.

[0011] 또한, 본 발명에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체를 제조하는 단계와; 부분 중합체를 열 전도성 충전제와 혼합하는 단계와; 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 부분 중합체에 첨가하여 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 형성되는 경화성 조성물을 얻는 단계와; 경화성 조성물을 기계적으로 발포시키는 단계와; 발포된 경화성 조성물의 성형 물품을 경화시키는 단계를 포함하는 감압 접착 폼의 제조 방법이 제공된다.

[0012] 또한, 본 발명의 다른 실시 형태에 따르면, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, 및 (c1) 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합체 - 성분 (c1)의 양은 부분 중합체 중량 기준으로 2 내지 15 중량%임 - 를 포함하거나 이들로 본질적으로 이루어진 부분 중합체를 제조하는 단계와; 부분 중합체를 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 100 내지 250 중량부의 양의 열 전도성 충전제와 혼합하는 단계와; 20 nm 이하의 입자 직경을 가진 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 0.1 내지 1.5 중량부의 양으로 부분 중합체에 첨가하여, 성분 (a)와 성분 (b1)의 가교결합된 공중합체인 가교결합 구조가 형성되는 경화성 조성물을 얻는 단계와; 경화성 조성물을 기계적으로 발포시키는 단계와; 발포된 경화성 조성물의 성형 물품을 경화시키는 단계를 포함하는 감압 접착 폼의 제조 방법이 제공된다. 감압 접착 폼의 기포 함량이 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 표현될 경우, (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량)의 값은 0.02 내지 0.05이다.

[0013] 본 발명에 따르면, 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제의 양이 종래 기술과 비교하여 감소되더라도, 예를 들어, 그 양이 절반으로 감소되더라도, 충분히 높은 함량의 기포를 가지며 접착 성능과 가요성이 탁월한 감압 접착 폼을 얻는 것이 가능해진다. 발포 보조제가 종래 기술의 경우와 동일한 양으로 사용될 경우, 접착 특징, 접착 특성 및 밀봉 특성이 개선된, 더 낮은 밀도의 감압 접착 폼이 생성될 수 있다. 본 발명의 감압 접착 폼은 열 전도성을 가지며 따라서 전자 소자의 방열 응용에 사용하기에 특히 적합하다.

[0014] 상기 설명이 본 발명의 모든 실시 형태 및 본 발명과 관련된 모든 이점을 개시하는 것으로 간주되어서는 안된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명의 전형적인 실시 형태가 하기에 상세히 개시되지만, 그들은 단지 예시적 목적을 위한 것이며 본 발명은 이들 실시 형태에 한정되지 않는다.

[0016] 본 발명의 감압 접착 폼은, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체 및 (c) 성분 (a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체와; 열 전도성 충전제와; 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진다. 경화성 조성물에서, 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 형성된다. 성분 (b)에서 용어 "가교결합용 단량체"는 공중합체 내로 혼입될 때 가교결합을 위해 단량체로부터 유도된 부분을 통해 가교결합된 구조를 형성하는 것을 가능하게 하는 단량체를 의미한다. 가교결합된 구조에 포함된 가교결합은 예를 들어, 공유 결합, 산-염기 상호작용 또는 그 조합에 의해 형성된다. 이 가교결합된 구조는 경화성 조성물의 발포성을 향상시키며, 발포 보조제의 양이 종래의 조성물과 비교하여 적을 때에도, 요망되는 함량의 기포를 가진 폼은 성형 및 경화 단계 동안 소포를 억제함으로써 형성될 수 있다.

[0017] 상기 감압 접착 폼은 예를 들어, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b) 성분 (a)와 공중합가능한 가교결합용 단량체, 및 (c) 성분

(a)와 성분 (b)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체를 제조하는 단계와; 부분 중합체를 열 전도성 충전제와 혼합하는 단계와; 입자 직경이 20 nm 이하인 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 부분 중합체에 첨가하여 성분 (c)를 포함하는 가교결합된 구조가 형성되는 경화성 조성물을 얻는 단계와; 경화성 조성물을 기계적으로 발포시키는 단계와; 발포된 경화성 조성물의 성형 물품을 경화시키는 단계를 포함하는 방법에 의해 생성될 수 있다.

- [0018] 본 발명의 감압 접착 폼 및 그 제조 방법은 가교결합된 구조의 가교결합 형태의 몇몇 실시 형태를 참고로 하여 하기에 상세히 개시되지만, 본 발명은 이들 실시 형태에 한정되지 않는다.
- [0019] 본 발명의 제1 실시 형태에 따른 감압 접착 폼은, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체 및 (c1) 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체와; 열 전도성 충전제와; 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진다. 성분 (c1)로서의 공중합체는 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합 반응에 의해 생성된 가교결합 (즉, 공유 결합을 통한 가교결합)을 가진 가교결합된 공중합체이며(이하, 제1 실시 형태와 관련하여 성분 (c1)로서의 공중합체는 때때로 가교결합된 공중합체로 불림), 이 가교결합된 공중합체는 경화성 조성물에서 가교결합된 구조로서 존재한다. 그러한 가교결합된 구조는 경화성 조성물의 발포성을 향상시키며, 발포 보조제의 양이 종래의 조성물과 비교하여 적을 때에도, 요망되는 함량의 기포를 가진 폼은 성형 및 경화 단계 동안 소포를 억제함으로써 형성될 수 있다.
- [0020] 본 발명에서 사용되는 용어 "(메트)아크릴" 및 "(메트)아크릴레이트"는 각각 메타크릴 및 아크릴 둘 모두 그리고 메타크릴레이트 및 아크릴레이트 둘 모두를 의미한다.
- [0021] 용어 "반응성 불포화기"는 중합가능한 불포화 탄소-탄소 결합(이중 결합 또는 삼중 결합)을 가진 작용기를 의미하며 그 구체적인 예는 아크릴로일 기, 메타크릴로일 기, 알릴 기, 메탈릴 기 및 비닐 기를 포함한다.
- [0022] 성분 (a)는 하나의 반응성 불포화기를 가진 1작용성 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체이며 상기 알킬기는 12개 이하의 탄소 원자를 갖는다. 성분 (a)는 경화성 조성물의 기본 성분들(base components) 중 하나이며 본 발명에서 극성이 낮은 단량체로 분류된다. (메트)아크릴 단량체의 예는 n-프로필 (메트)아크릴레이트, n-부틸 (메트)아크릴레이트, n-아밀 (메트)아크릴레이트, n-헥실 (메트)아크릴레이트, 2-에틸헥실 (메트)아크릴레이트, n-옥틸 (메트)아크릴레이트, 아이소옥틸 (메트)아크릴레이트, n-노닐 (메트)아크릴레이트, 아이소노닐 (메트)아크릴레이트 및 n-데실 (메트)아크릴레이트를 포함한다.
- [0023] 성분 (b1)은 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체이며 가교결합은 복수의 반응성 불포화기들의 반응에 의해 공중합체에 제공된다. 단량체의 예는 다작용성 (메트)아크릴레이트, 예를 들어, 헥사다이올 다이(메트)아크릴레이트, 폴리에틸렌글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 폴리프로필렌글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 네오펜틸글리콜 다이(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨 다이(메트)아크릴레이트, 펜타에리트리톨 트라이(메트)아크릴레이트, 다이펜타에리트리톨 헥사(메트)아크릴레이트, 트라이메틸올프로판 트라이(메트)아크릴레이트 및 테트라메틸올메탄 트라이(메트)아크릴레이트; 및 알릴-기계의 다작용성 단량체, 예를 들어, 트리아릴릴 아이소시아누레이드를 포함한다. 경화성 조성물의 발포성을 더 향상시킴으로써 성형 및 경화 단계 동안 소포를 효과적으로 감소시키기 위하여, 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체의 양은 반응 전에 성분 (a) 100 중량부를 기준으로 약 0.01 중량부 이상으로 조정된 후 성분 (a)와 성분 (b1)이 공중합되는 것이 바람직하다. 경화성 조성물의 젤화를 효과적으로 방지함으로써 폼의 균질성과 발포 및 성형 단계 동안 취급 특성을 더 개선하기 위하여, 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체의 양은 반응 전에 성분 (a) 100 중량부를 기준으로 약 1.0 중량부 이하로 조정된 후 성분 (a)와 성분 (b1)이 공중합되는 것이 바람직하다.
- [0024] 성분 (c1)은 성분 (a)와 성분 (b1)로부터 유도된 중합체 단위로 구성된 가교결합을 가진 공중합체이다. 일 때 양으로서, 성분 (a) 및 성분 (b1) 뿐만 아니라 성분 (c1)의 가교결합된 공중합체도 포함하는 부분 중합체는, 중합 개시제 (d)를 성분 (a)와 성분 (b1)에 첨가하여 제조된 단량체 혼합물의 부분 중합에 의해 얻어질 수 있다. 단량체 혼합물의 부분 중합은 방사선 중합에 의해 실시될 수 있으며, 여기서 중합은 광중합 개시제의 존재 하에서 자외광 또는 전자빔을 이용한 조사를 통해 개시된다. 광중합 개시제로서, 예를 들어, 벤조인 알킬 에테르, 아세토페논, 벤조페논, 벤질 메틸 케탈, 하이드록시사이클로헥실 페닐 케톤, 1,1-다이클로로아세토페논 및 2-클로로티옥산톤이 사용될 수 있다. 구매가능한 광중합 개시제의 예는 상표명 이르가큐어(Iragacure)로 시바 저팬 카부시카이가사(Ciba Japan K.K.)로부터 구매가능한 것, 상표명 다로큐르(Darocur)로 머크 리미티드 저팬 (Merck Ltd. Japan)으로부터 구매가능한 것 및 상표명 베르시큐어(Versicure)로 베르시큐어 컴퍼니(Versicore

Co.)로부터 구매가능한 것을 포함한다. 중합 개시제는 단독으로 사용될 수 있거나, 또는 그들 중 둘 이상이 조합되어 사용될 수 있다. 더욱이, 감광제가 조합되어 사용될 수 있다. 중합 개시제의 양은 종래에 사용되던 양일 수 있으며 예를 들어, 부분 중합 전에 성분 (a) 100 중량부를 기준으로 약 0.01 중량부 이상 그리고 약 1.0 중량부 이하이다.

[0025] 상기 단량체 혼합물의 부분 중합은 방사선 중합 대신 열중합에 의해 실시될 수 있다. 이 경우에 사용되는 열중합 개시제의 예는 아조-기체의 중합 개시제(예를 들어, 2,2'-아조비스아이스부티로니트릴), 퍼옥사이드-기체의 중합 개시제(예를 들어, 다이벤조일 퍼옥사이드, t-부틸 하이드로퍼옥사이드) 및 레독스-기체의 중합 개시제를 포함한다. 열중합 개시제의 양은 구체적으로 한정되지 않으며 열중합 개시제로서 종래에 사용되는 양일 수 있다.

[0026] 그렇게 얻어진 부분 중합체는 미반응 단량체 상태로 남아 있는 성분 (a)와 성분 (b1) 외에, 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합에 의해 형성된 가교결합을 가진 성분 (c1)을 포함한다. 성분 (c1)은 성분 (a) 또는 성분 (b1)로부터 유도된 미반응 반응성 불포화기를 가질 수 있다. 또한, 부분 중합시 반응하지 않은 중합 개시제가 부분 중합체에 남아 있을 수 있으며, 남은 중합 개시제는 또한 경화성 조성물의 경화 단계에서 나중에 사용될 수 있다.

[0027] 상기에 기재된 바와 같이, 일부 태양에서, 부분 중합체 내의 성분 (c1)은 성분 (a)와 성분 (b1)의 부분 중합에 의해 부분 중합체에서 원위치에서(in-situ) 생성될 수 있다. 대안적으로, 본 발명에서 사용되는 부분 중합체는 부분 중합체에 포함된 성분 (c1)의 양을 적절하게 조정하기 위하여, 소정의 비로 혼합된 성분 (a)와 성분 (b1)의 부분 중합에 의해 얻어진 부분 중합체에 성분 (a) 및/또는 성분 (b1)을 추가로 첨가하여 생성될 수 있다. 본 발명에 사용되는 부분 중합체는 또한 소정의 비로 혼합된 성분 (a)와 성분 (b1)의 부분 중합에 의해 얻어진 제1 부분 중합체를 단지 성분 (a)와, 단지 성분 (b1)과, 또는 성분 (a)와 성분 (b1)의 부분 중합에 의해 얻어진 제2 부분 중합체와 혼합하여 생성될 수 있다. 이후의 발포, 성형 및 경화 단계에서 그러한 부분 중합체를 열전도성 충전제 및 발포 보조제와 혼합함으로써 얻어진 경화성 조성물의 점도를 바람직한 값으로 조정하기 위하여, 성분 (c1)의 양은 바람직하게는 부분 중합체의 중량 기준으로 약 2 중량% 이상 그리고 약 15 중량% 이하로 조정된다. 예를 들어, 부분 중합체의 점도는 약 1,000 mPa·s 이상, 그리고 약 10,000 mPa·s 이하 또는 약 5,000 mPa·s 이하로 조정된다.

[0028] 부분 중합 후, 성분 (b1)로부터 유도된 가교결합과 상이한 가교결합을 가진 중합체는, 보통의 접착제에 사용되는 가교결합성 화합물, 예를 들어, 에폭시 화합물, 아이소시아네이트 화합물 또는 아지리딘 화합물을 이용함으로써 부분 중합체에서 추가로 형성될 수 있다. 이 경우에, 부분 중합은 상기 가교결합성 화합물의 반응성 부위와 반응할 수 있는 작용기를 가진 단량체를 첨가함으로써 실시되어야 한다. 예로서, 성분 (a)와 성분 (b1)에 하이드록시에틸 아크릴레이트와 같은 하이드록실기를 가진 단량체를 첨가하여 부분 중합이 실시될 경우, 상기 단량체로부터 유도된 하이드록실기 부위를 에폭시 화합물 또는 아이소시아네이트 화합물과 반응시킴으로써 상이한 가교결합을 가진 중합체가 부분 중합체에서 생성된다.

[0029] 그러나, 그러한 경우에, 부분 중합 단계 외에 추가의 가교결합 단계가 요구된다. 더욱이, 그러한 가교결합성 화합물을 이용하는 가교결합 반응은 보통 가열에 의해 진행되기 때문에, 경화성 조성물이 소정 기간 동안 중간 원료로서 보관될 경우, 조성물의 물리적 특성이 시간 경과에 따라 변할 수 있으며(예를 들어, 증점화) 따라서 감압 접착 폼을 생성하고 생성된 폼의 물리적 특성을 조절하는 것이 어려워질 수 있다. 상기에 기재된 바와 같이, 성분 (a)와 성분 (b1)을 이용하는 부분 중합을 이용하는 것이 바람직하다.

[0030] 열 전도성 충전제는 본 발명의 감압 접착 폼에 열 전도성을 부여한다. 열 전도성 충전제는 또한 경화 전에 폼 내에 포함된 기포 벽에 강도를 부여하고 성형 및 경화 단계에서 소포 감소에 기여할 수 있다. 열 전도성 충전제로서, 예를 들어, 금속 수산화물, 금속 산화물, 금속 및 세라믹이 사용될 수 있다. 열 전도성 충전제의 구체적인 예는 수산화알루미늄, 수산화마그네슘, 산화알루미늄, 산화규소, 산화마그네슘, 산화아연, 산화티타늄, 산화지르코늄, 산화철, 탄화규소, 질화붕소, 질화알루미늄, 질화티타늄, 질화규소, 붕화티타늄, 카본블랙, 탄소 섬유, 탄소 나노튜브, 다이아몬드, 니켈, 구리, 알루미늄, 티타늄, 금 및 은을 포함한다. 이들 열 전도성 충전제의 결정 형태는 이들 화학종의 임의의 결정 형태, 예를 들어, 육각형 결정 또는 정육면체형 결정일 수 있다. 충전제의 입자 직경은 바람직하게는 약 10 μm 이상 그리고 약 150 μm 이하이다. 충전제의 입자 직경이 약 150 μm 이하로 조정될 경우, 충분한 시트 강도가 보장될 수 있다. 대조적으로, 충전제의 입자 직경이 약 10 μm 이상으로 조정될 경우, 충분한 발포성이 보장될 수 있다. 충전 특성을 개선하기 위하여, 실란 또는 티탄산염으로 처리된 표면을 가진 열 전도성 충전제가 사용될 수 있다. 용어 "입자 직경"은 충전제의 중력 중심을 통해 그

직선을 측정할 때 최장 길이의 크기를 의미한다. 충전제의 형상은 규칙적이거나 불규칙적인 형상일 수 있으며 예를 들어, 다각형, 정육면체형, 타원형, 구형, 침상, 판형, 박편형, 또는 그 조합을 포함한다. 충전제는 복수의 결정 입자의 응집된 입자의 형태일 수 있다. 이들 충전제 중, 수산화알루미늄이 특히 바람직하며 그 이유는 수산화알루미늄이 경화성 조성물내로 충전되는 데 있어서 탁월하며 감압 접착 폼에 난연성을 부여할 수 있으며 또한 원료로서 쉽게 획득가능하기 때문이다(예를 들어, 저렴한 가격). 열 전도성 충전제의 양은 바람직하게는 부분 중합체 100 중량부 기준으로 약 100 중량부 이상 그리고 약 250 중량부 이하이다. 열 전도성 충전제의 양이 부분 중합체 100 중량부 기준으로 약 100 중량부 이상일 경우, 충분한 열 전도성이 감압 접착 폼에 부여될 수 있다. 그 양이 약 250 중량부 이하이면, 충분한 접착력이 보장될 수 있다.

[0031] 발포 보조제는 발포 단계시 경화성 조성물과 혼합된 기포를 더욱 안정하게 유지하는 데 기여한다. 발포 보조제는 상기에 기재된 표면 개질된 나노입자를 포함하며 그 예는 국제 특허 출원의 일본어 공표 (번역본의 일본내 공표) 제2004-518793호에 개시된 것들을 포함한다. 표면 개질된 나노입자의 예는 실리카, 티타니아, 알루미늄, 지르코니아, 바나디아, 세리아, 산화철, 산화안티몬, 산화주석, 알루미늄/실리카 및 그 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 나노입자의 표면을, 실란, 알코올, 유기 산, 유기 염기 또는 유기티탄산염과 같은 시약을 이용하여 개질하여 얻은 것들을 포함한다. 나노입자로서 실리카를 이용하며 클로로실란, 장쇄 알킬 또는 아릴알콕시실란, 비닐알콕시실란, 메르캅토알콕시실란, 폴리에테르알콕시실란 또는 ((메트)아크릴로일옥시)알킬알콕시실란을 이용하여 그 표면을 개질하여 얻은 유기실릴 표면기를 갖는 실리카가 보통 사용된다. 표면 개질된 나노입자의 입자 직경은 바람직하게는 약 20 나노미터(nm) 이하이다. 표면 개질된 나노입자의 입자 직경이 약 20 nm 이하일 경우, 발포 보조제로서의 효과가 충분히 나타나며, 따라서 탁월한 가요성을 가지며 충분한 양의 기포를 포함하는 감압 접착 폼이 얻어진다. 발포 보조제의 양은 바람직하게는 부분 중합체 100 중량부 기준으로 0.1 중량부 이상 그리고 약 1.5 중량부 이하이다. 발포 보조제의 양이 부분 중합체 100 중량부 기준으로 약 0.1 중량부 이상일 경우, 충분한 양의 기포가 경화성 조성물 내로 도입될 수 있다. 그 양이 약 1.5 중량부 이하일 경우, 감압 접착 폼의 목적하는 응용에 요구되는 수준의 열 전도성이 기포의 과다 도입 없이 얻어질 수 있다.

[0032] 필요하다면, 열 전도성 충전제의 함량이 상대적으로 클 경우, 감압 접착 폼의 감압 접착 특성을 개선할 목적으로 극성 기-함유 단량체가 경화성 조성물에 첨가될 수 있다. 극성 기-함유 단량체의 예는 극성 기-함유 (메트)아크릴 단량체, 예를 들어, (메트)아크릴산, 하이드록시알킬 (메트)아크릴레이트, 또는 (메트)아크릴아미드; 및 중합성 작용기를 가진 극성 기-함유 단량체, 예를 들어, 이타콘산 또는 비닐 아세테이트를 포함한다. 그러한 극성 기-함유 단량체는 감압 접착 폼에 감압 접착성을 부여하기에 충분한 양으로 사용되며 그 양은 보통 부분 중합체 100 중량부를 기준으로, 약 30 중량부 이하, 그리고 바람직하게는 10 중량부 이하이다. 필요하다면, 감압 접착 폼의 가교결합도를 변화시켜 폼의 가요성과 같은 물리적 특성을 조절하기 위하여 성분 (b1)과 동일하거나 상이한, 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체, 예를 들어, 헥사다이올 다이아크릴레이트가 추가로 경화성 조성물에 첨가될 수 있다.

[0033] 필요하다면, 유리 비드, 플라스틱 비드, 유리 또는 플라스틱 중공 미소구체, 섬유 또는 필라멘트, 직포, 부직포 및 안료와 같은 기타 충전제 성분이, 발포시 경화성 조성물의 작업성, 또는 경화 후 감압 접착 폼의 강도 및/또는 난연성을 개선하기 위하여 경화성 조성물에 첨가될 수 있다.

[0034] 상기에 기재된 바와 같이, 부분 중합시 반응하지 않은 중합 개시제가 경화성 조성물에 남아 있을 경우, 경화성 조성물은 남은 중합 개시제를 이용하여 경화될 수 있다. 대안적으로, 중합 개시제가 경화를 촉진하기 위하여 추가로 첨가된다. 본 발명에서는, 생산 효율 면에서, 첨가될 중합 개시제로서 광중합 개시제를 이용하여 경화성 조성물이 자외선 경화가능해지도록 하는 것이 바람직하다.

[0035] 더욱이, 감압 접착 폼의 다양한 특징의 향상에 기여하는 기타 성분들, 예를 들어, 접착 부여제, 커플링제 및 내충격성 조절제(impact resistance modifier)가 경화성 조성물의 발포, 성형 및 경화에 악영향을 미치지 않는 양으로 경화성 조성물에 첨가될 수 있다.

[0036] 그렇게 얻어진 경화성 조성물은 경화성 조성물 중 안정한 기포의 형성에 적합한 점도를 갖는다. 바람직하게는 경화성 조성물의 점도는 기포 형성을 촉진하고/하거나 기포의 연합 및 연합된 기포의 부유를 방지하기 위하여 발포 단계시 경화성 조성물의 온도, 예를 들어, 교반/혼합 장치에서의 작업 온도(예를 들어, 25℃)에서 약 5,000 mPa·s 이상으로 조정된다. 경화성 조성물의 점도는 미반응 단량체와 가교결합 공중합체의 분리를 효과적으로 방지하고 교반 하에서 경화성 조성물의 균일한 혼합을 가능하게 함으로써 감압 접착 폼의 생성이 더욱 안정해질 수 있도록 하기 위하여 바람직하게는 약 60,000 mPa·s 이하로 조정된다.

[0037] 본 발명의 제1 실시 형태에 따르면, 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물을 포함하는 감압 접착 폼이 제공

된다. 본 발명의 감압 접착 폼은 전구체로서 사용되는 경화성 조성물의 부분 중합체에 포함된 성분 (a)와 성분 (b1)의 가교결합된 공중합체인 성분 (c1)의 가교결합 덕분에, 종래의 경화성 조성물과 비교할 때 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제의 양이 극적으로 감소될 때에도 더욱 탁월한 접착 성능과 가요성을 나타낸다. 발포 보조제가 종래 기술의 경우와 동일한 양으로 사용될 경우, 접착성, 접착성 및 밀봉성이 탁월한, 더 낮은 밀도의 감압 접착 폼을 생성하는 것이 가능해진다.

[0038] 발포 보조제의 양은, 감압 접착 폼의 요구되는 크기(예를 들어, 두께), 접착 특징 및 응용을 고려하여, 성분 (a)와 성분 (b1)의 종류, 가교결합된 공중합체의 함량 및 열 전도성 충전제의 함량 외에, 경화성 조성물의 발포, 성형 및 경화와 관련된 장비 및 조건을 적절하게 선택하거나 디자인함으로써 결정된다. 본 발명에서, 발포 보조제의 양과 관련하여 경화성 조성물의 발포 효율의 척도로서, (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량) (= $n_{\text{형태}}$)의 값이 사용된다. 그 값이 작을수록, 기포 함량이 더 큰 감압 접착 폼이 더 적은 양의 발포 보조제를 이용하여 얻어질 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "경화성 조성물의 수지 성분"이라는 표현은 경화성 조성물을 발포시켜 생성된 접착 폼의 수지 성분을 구성하는 모든 물질, 예를 들어, 상기 부분 중합체에 포함된 성분 (a), 성분 (b1) 및 성분 (c1), 및 극성 기-함유 단량체, 예를 들어, 아크릴산 및 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 추가의 단량체를 비롯한 선택적인 추가 성분을 의미한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제 중량부"라는 표현은 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한, 발포시 사용되는 발포 보조제의 중량부를 의미한다. 감압 접착 폼의 기포 함량은 폼의 전체 부피를 기준으로 부피 백분율로 나타내어지며, 상세 사항은 하기 실시예에서 설명될 것이다. 상기 경화성 조성물의 발포 및 경화에 의해 얻어진 본 발명의 감압 접착 폼의 $n_{\text{형태}}$ 는 약 0.02 이상 그리고 약 0.05 이하이다. 상기 범위 내에서 $n_{\text{형태}}$ 를 조정함으로써, 감압 접착 폼의 가요성을 유지하면서 충분한 열 전도성이 감압 접착 폼에 부여될 수 있다.

[0039] 감압 접착 폼에 포함된 기포의 평균 직경은 보통 약 300 μm 이하이다. 감압 접착 폼의 기포의 함량은 목적에 따라 발포 단계에 의해 적절하게 조정될 수 있다. 기포의 함량이 증가함에 따라, 시트는 더 큰 가요성을 갖게 된다. 기포의 함량은 바람직하게는 시트에 충분한 가요성을 부여하기 위하여 폼의 전체 부피를 기준으로 5 부피% 이상으로 조정된다. 기포의 함량은 바람직하게는 충분한 시트 강도를 보장하기 위하여 폼의 전체 부피를 기준으로 25 부피% 이하로 조정된다. 본 발명에 따르면, 그러한 시트는 발포 보조제의 양이 종래 기술에 비하여 감소되는 조건 하에서 생성될 수 있다.

[0040] 상기 경화성 조성물의 발포 및 경화에 의해 본 발명의 감압 접착 폼이 생성될 수 있다. 발포 단계에서는, 공지의 기포 혼합법이 사용될 수 있으며 기계적 발포 기작을 이용한 기포 혼합법이 바람직하다. 기계적 발포 기작의 예는 경화성 조성물의 진탕, 진동, 교반 및 고속 교반 및 그 조합; 경화성 조성물 내로의 기포의 형성을 위한 가스의 혼합, 노즐 주입 및 버블링; 및 그 조합을 포함한다.

[0041] 기계적 발포 기작을 이용하는 방법에서는, 일본 특허 출원 공개 제2002-80802호에 사용된 진동(진동식) 교반/혼합 장치가 사용될 수 있다. 진동 교반/혼합 장치에는 보통 그 내부에 유체가 유통하는 통로를 포함하는 케이싱, 및 케이싱 안에 배치된, 케이싱의 축 방향으로 진동할 수 있는 교반 블레이드가 구비되어 있다. 그러한 장치가 사용될 경우, 경화성 조성물에 적용되는 전단력이 기포의 효율적인 분산에 기여하므로, 조성물의 온도 증가 없이 미세하고 균일한 기포가 분산될 수 있다.

[0042] 경화성 조성물과 혼합될 때 경화성 조성물의 성형과 경화를 방해하지 않는 가스가 보통 기포 형성을 위한 가스로 사용될 수 있다. 아르곤 또는 질소와 같은 불활성 가스를 기포 형성 가스로 사용할 수 있으며, 바람직하게는 질소가 비용면에서 사용된다.

[0043] 상기에 기재된 바와 같이, 감압 접착 폼은 발포된 경화성 조성물을 경화시킴으로써 형성된다. 예를 들어, 감압 접착 폼이 발포된 감압 접착 시트로서 사용될 경우, 발포된 경화성 조성물은 테이프 또는 시트를 형성하도록 기재상에 적용될 수 있다. 상기 부분 중합과 유사하게, 경화 단계는 광중합 개시제가 사용될 경우 발포된 경화성 조성물에 자외광 또는 전자빔과 같은 방사선을 조사함으로써 실시될 수 있다. 열중합 개시제가 사용될 경우, 경화 단계는 발포된 경화성 조성물을 가열함으로써 실시될 수 있다. 경화는 비교적 짧은 시간 내에 저온에서 실시되므로, 발포된 경화성 조성물은 바람직하게는 자외광을 조사함으로써 경화된다. 이 경우에, 공기 중의 산소가 자외선 중합을 억제하는 경향이 있으므로, 경화 단계는 바람직하게는 질소, 아르곤 또는 이산화탄소와 같은 불활성 가스에서 실시된다. 예를 들어, 발포된 경화성 조성물을 두 기재 사이에 개재시킨 후, 공기 중에 포함된 산소가 경화성 조성물과 접촉하지 않도록 경화를 실시할 수 있다. 성형의 경우에 기재로서, 플라스틱 필름, 예를 들어, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 필름이 사용될 수 있다. 기재는 기재의 측면에서 자외광으로

조사하는 것이 가능하므로 자외광에 대하여 투과성을 가진 투명 필름이 유리하다.

- [0044] 본 발명의 제2 실시 형태에 따른 감압 접착 폼은, (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체 및 (c2) 성분 (a)와 성분 (b2)의 공중합체를 포함하거나 본질적으로 이들로 이루어진 부분 중합체와; 입자 표면에 염기성 기를 가진 금속 수산화물인 열 전도성 충전제와; 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제를 함유하는 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진다. 성분 (c2)가 성분 (c2) 내의 성분 (b2) 및 열 전도성 충전제를 통해 가교결합되는 가교결합 구조가 경화성 조성물에서 형성된다. 이 실시 형태에서, 복수의 공중합체 분자는, 성분 (c2)에 포함된 성분 (b2)로부터 유도된 카르복실기와 열 전도성 충전제의 입자 표면에 존재하는 염기성 기 사이에서 야기된 산-염기 상호작용을 통해 열 전도성 충전제로 유인되며, 그 결과, 복수의 공중합체 분자 사이에 가교결합이 형성된다. 이 가교결합된 구조는 경화성 조성물의 발포성을 향상시키며, 발포 보조제의 양이 종래의 조성물과 비교하여 적을 때에도, 요망되는 함량의 기포를 가진 폼은 성형 및 경화 단계 동안 소포를 억제함으로써 형성될 수 있다.
- [0045] 성분 (a)와 관련하여, 제1 실시 형태에 대하여 개시된 단량체와 동일한 것이 사용될 수 있다.
- [0046] 성분 (b2)는 카르복실기를 가진 단량체이며, 성분 (b2)가 성분 (a)와 반응한 결과, 열 전도성 충전제의 입자 표면에 존재하는 염기성 기와 산-염기 상호작용을 할 수 있는 카르복실기가 공중합체 내로 도입된다. 단량체의 예는 (메트)아크릴산, 이타콘산 및 말레산을 포함하며, 아크릴산이 유리하게 사용될 수 있다.
- [0047] 성분 (c2)는 성분 (a)와 성분 (b2)로부터 유도된 중합 단위로 구성된 공중합체이며 공중합체 분자 내에 카르복실기를 갖는다. 일 실시 형태에서, (d) 중합 개시제를 성분 (a) 및 성분 (b2)에 첨가하여 제조된 단량체 혼합물이 부분 중합되며, 그에 의해 성분 (a)와 성분 (b2)에 더해진 성분 (c2)의 공중합체를 포함하는 부분 중합체가 얻어진다. 단량체 혼합물의 부분 중합은 제1 실시 형태에서 개시된 바와 같이 방사선 중합 또는 열중합에 의해 실시될 수 있다. 방사선 중합에서 사용되는 광중합 개시제, 원한다면, 사용되는 감광제(sensitizer), 및 열 중합에 사용되는 열 중합 개시제와 관련하여, 제1 실시 형태에 대하여 개시된 것들이 사용될 수 있다.
- [0048] 단량체 혼합물은 단량체 혼합물의 중량 기준으로, 약 80 중량% 내지 약 98.99 중량%의 성분 (a), 약 1중량% 내지 약 19.99 중량%의 성분 (b2), 및 약 0.01 중량% 내지 약 1.5 중량%의 성분 (d)를 포함하는 조성을 갖는다.
- [0049] 그렇게 얻어진 부분 중합체는 상기에 기재된 바와 같이, 미반응 단량체 상태로 남아 있는 성분 (a)와 성분 (b2) 외에, 성분 (a)와 성분 (b2)의 공중합체인 성분 (c2)를 포함한다. 부분 중합에서 반응하지 않은 중합 개시제가 부분 중합체에 남아 있을 수 있으며 이러한 남은 중합 개시제는 경화성 조성물의 경화 단계에서 나중에 사용될 수 있다.
- [0050] 열 전도성 충전제와 발포 보조제를 부분 중합체와 혼합함으로써 얻어진 경화성 조성물이 후속 발포, 성형 및 경화 단계에 적합한 점도를 갖도록 하기 위하여, 성분 (c2)의 양은 바람직하게는 부분 중합체의 중량 기준으로 약 2 중량% 내지 약 15 중량%로 조정된다. 예를 들어, 부분 중합체의 25°C에서의 점도는 약 200 mPa·s 이상 또는 약 500 mPa·s 이상 그리고 약 5,000 mPa·s 이하 또는 약 2,000 mPa·s 이하로 조절된다.
- [0051] 열 전도성 충전제는 입자 표면에 염기성 기를 가진 금속 수산화물 입자이며 본 발명의 감압 접착 폼에 열 전도성을 부여할 뿐만 아니라 성분 (c2)로서 공중합체와의 가교결합 형성에 참여하기도 한다. 또한, 열 전도성 충전제는 경화 전에 폼 내에 포함된 기포의 벽에 강도를 부여하고 성형 및 경화 단계에서 소포 감소에 기여할 수 있다. 열 전도성 충전제의 예는 수산화알루미늄과 수산화마그네슘을 포함하며, 수산화알루미늄이 유리하게 사용될 수 있는데, 그 이유는 이것이 경화성 조성물에서 우수한 충전 특성을 가지며, 감압 접착 폼에 난연성을 부여할 수 있으며 원료로서 쉽게 획득가능 (예를 들어, 저렴함)하기 때문이다. 열 전도성 충전제의 평균 입자 직경은 약 30 μm 이상 또는 약 40 μm 이상 그리고 약 100 μm 이하 또는 약 80 μm 이하이다. 열 전도성 충전제의 평균 입자 직경이 약 30 μm 이상일 경우, 충분한 발포성이 보장될 수 있으며, 열 전도성 충전제의 평균 입자 직경이 약 100 μm 이하일 경우, 충분한 시트 강도가 보장될 수 있다. 용어 "입자 직경"의 정의와 열 전도성 충전제의 형상은 제1 실시 형태에서 개시된 바와 같다. 사용되는 열 전도성 충전제의 양은 부분 중합체 100 중량부 당, 약 60 중량부 이상 또는 약 100 중량부 이상 그리고 약 300 중량부 이하 또는 약 250 중량부 이하이다. 사용되는 열 전도성 충전제의 양이 부분 중합체 100 중량부 당 약 60 중량부 이상일 경우, 감압 접착 폼에 충분한 열 전도성이 부여되며 이와 동시에 공중합체 분자들 사이에 가교결합이 형성되며, 사용되는 양이 약 300 중량부 이하일 경우, 충분한 접착력이 보장될 수 있으며 과도한 가교결합으로 인한 경화성 조성물의 점도의 바람직하지 못한 증가가 방지될 수 있다.

- [0052] 발포 보조제와 관련하여, 제1 실시 형태에 대하여 설명된 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제가 사용될 수 있다. 표면 개질된 나노입자의 입자 직경은 바람직하게는 약 20 nm 이하이다. 표면 개질된 나노입자의 입자 직경이 약 20 nm 이하일 경우, 발포 보조제로서의 효과가 충분히 발휘되며, 그럼으로써 탁월한 가요성을 가지며 충분한 양의 기포를 포함하는 감압 접착 폼이 얻어진다. 사용되는 발포 보조제의 양은 바람직하게는 부분 중합체 100 중량부 당 약 0.1 중량부 내지 약 1.5 중량부이다. 사용되는 발포 보조제의 양이 부분 중합체 100 중량부 당 약 0.1 중량부 이상일 경우, 충분한 양의 기포가 경화성 조성물 내로 도입될 수 있으며, 사용되는 양이 약 1.5 중량부 이하일 경우, 감압 접착 폼의 목적하는 응용에 요구되는 수준의 열 전도성이 기포의 과다한 도입 없이 얻어질 수 있다.
- [0053] 원한다면, 제1 실시 형태의 성분 (b1)에 대하여 설명된 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체(예를 들어, 헥사다이올 다이아크릴레이트)를 경화성 조성물에 추가로 첨가되는 가교결합제로서 사용할 수 있다.
- [0054] 게다가, 제1 실시 형태에 대해 개시된 바와 같이, 충전제 성분, 추가의 중합 개시제, 점착 부여제, 커플링제, 내충격성 조절제 등이 경화성 조성물에 첨가될 수 있다. 본 발명에서는, 생산 효율 등의 면에서, 경화성 조성물은 바람직하게는 경화성 조성물에 존재하는 중합 개시제로서 광중합 개시제를 이용함으로써 자외선 경화가능해지도록 만들어진다.
- [0055] 발포 및 경화 전에 그렇게 얻어진 경화성 조성물에서, 성분 (c2)로서의 공중합체는 공중합체에 포함된 카르복실기와 열 전도성 충전제의 입자 표면에 존재하는 염기성 기 사이에 야기된 산-염기 상호작용을 통해 가교결합된다. 경화성 조성물의 점도는 제1 실시 형태와 유사하게, 바람직하게는 예를 들어, 약 5,000 mPa·s 내지 약 60,000 mPa·s 이도록 조절된다.
- [0056] 본 발명의 제2 실시 형태에 따르면, 상기에 기재된 경화성 조성물의 발포되고 경화된 생성물을 포함하는 감압 접착 폼이 제공된다. 성분 (a)와 성분 (b2)의 공중합체로서의 성분 (c2)의 카르복실기의, 열 전도성 충전제의 입자 표면에 존재하는 염기성 기와의 산-염기 상호작용을 통한 가교결합에 의해, 본 발명의 감압 접착 폼은, 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제의 양이 종래의 경화성 조성물과 비교하여 극적으로 감소될 때에도 비견되거나 더 높은 감압 접착 성능 및 가요성을 발휘한다. 또한, 종래의 조성물에서와 동일한 양의 발포 보조제를 사용하는 경우에는, 탁월한 감압 접착 특성, 부착 특성 및 밀봉 특성과 보다 낮은 밀도를 가진 감압 접착 폼이 생성될 수 있다.
- [0057] 제1 실시 형태에서 개시된 바와 같이, 상기에 기재된 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진 본 발명의 감압 접착 폼의 값 $n_{\text{포}}$ (= (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포 함량))은 약 0.02 내지 약 0.05이다. 상기 값을 이 범위로 조정함으로써, 감압 접착 폼의 가요성을 유지하면서 감압 접착 폼에 충분한 열 전도성이 부여될 수 있다.
- [0058] 감압 접착 폼에 함유된 기포의 평균 직경은 보통 약 300 μm 이하이다. 제1 실시 형태에 대해 개시된 바와 같이, 감압 접착 폼의 기포 함량은 적절하게 조정될 수 있으며 바람직하게는 폼의 전체 부피를 기준으로 5 내지 25 부피%가 되도록 조정된다.
- [0059] 경화성 조성물의 발포 및 경화는 제1 실시 형태에 개시된 바와 같이 실시될 수 있다.
- [0060] 본 발명의 제3 실시 형태에 따른 감압 접착 폼은 제1 실시 형태의 가교결합과 제2 실시 형태의 가교결합 둘 모두를 가진 가교결합된 구조를 포함하는 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진다. 상기 감압 접착 폼의 일 실시 형태는 하기를 함유하는 경화성 조성물을 발포 및 경화시켜 얻어진 폼이다: (a) 하나의 반응성 불포화기를 가지며 알킬기가 12개 이하의 탄소 원자를 갖는 하나 이상의 알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 갖는 하나 이상의 단량체, (b2) 카르복실기를 갖는 하나 이상의 단량체 및 (c3) 성분 (a), 성분 (b1) 및 성분 (b2)의 공중합체를 포함하는 부분 중합체와; 입자 표면에 염기성 기를 가진 금속 수산화물인 열 전도성 충전제와; 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제. 성분 (a)가 성분 (b1)과 공중합되어 가교결합을 형성하며 성분 (c3)이 성분 (c3) 내의 성분 (b2) 및 열 전도성 충전제를 통해 가교결합되는 가교결합된 구조가 경화성 조성물에서 형성된다. 이 실시 형태에서, 성분 (c3)으로서의 공중합체는 성분 (a)와 성분 (b1)의 공중합 반응에 의해 생성된 가교결합(공유 결합을 통한 가교결합)을 가진 가교결합된 공중합체이다. 게다가, 복수의 가교결합된 공중합체 분자는, 가교결합된 공중합체에 포함된 성분 (b2)로부터 유도된 카르복실기와 열 전도성 충전제의 입자 표면에 존재하는 염기성 기 사이에 야기된 산-염기 상호작용을 통해 열 전도성 충전제에 유인되며, 그 결과, 복수의 가교결합된 공중합체 분자 사이에 가교결합이 추가로 형성된다. 둘 모두의 유형의 가교결합을 가진 가교결합된 구조는 경화성 조성물의 발포성을 향상시키며 발포 보조제의 양이 종래

의 조성물과 비교하여 적을 때에도, 요망되는 함량의 기포를 가진 폼이 성형 및 경화 단계 동안 소포를 억제함으로써 형성될 수 있다.

- [0061] 제3 실시 형태에 따른 감압 접착 폼은, 부분 중합체를 생성함에 있어서 부분 중합이 (b1) 2개 이상의 반응성 불포화기를 가진 단량체 및 (b2) 카르복실기를 가진 단량체를 이용하여 실시되는 것을 제외하고는, 상기 제1 및 제2 실시 형태에 대하여 개시한 것과 동일한 방식으로 얻어질 수 있다. 각 성분의 사용된 양 및 종류, 감압 접착 폼, 경화성 조성물 및 부분 중합체의 생성법 등은 제1 및 제2 실시 형태에서 상기에 기재된 바와 같다.
- [0062] 제3 실시 형태에 따른 감압 접착 폼은 예를 들어, 하기 조건 중 임의의 하나 또는 그 조합을 충족할 수 있다:
- [0063] 단량체 혼합물은 단량체 혼합물의 중량 기준으로, 약 80 중량% 내지 약 98.98 중량%의 성분 (a), 약 0.01 중량% 내지 약 1.0 중량%의 성분 (b1), 약 1 중량% 내지 약 19.98 중량%의 성분 (b2), 및 약 0.01 중량% 내지 약 1.5 중량%의 성분 (d)를 포함하는 조성을 가짐;
- [0064] 성분 (c3)의 양은 부분 중합체의 중량 기준으로 약 2 중량% 내지 약 15중량%임;
- [0065] 25℃에서 부분 중합체의 점도는 약 200 mPa·s 이상, 약 500 mPa·s 이상 또는 약 1,000 mPa·s 이상, 그리고 약 10,000 mPa·s 이하, 약 5,000 mPa·s 이하 또는 약 2,000 mPa·s 이하임;
- [0066] 열 전도성 충전제의 평균 입자 직경은 약 10 μm 이상, 약 30 μm 이상 또는 약 40 μm 이상, 그리고 약 150 μm 이하, 약 100 μm 이하 또는 약 80 μm 이하임;
- [0067] 열 전도성 충전제의 양은 부분 중합체 100 중량부 당, 약 60 중량부 이상 또는 약 100 중량부 이상 그리고 약 300 중량부 이하 또는 약 250 중량부 이하임;
- [0068] 표면 개질된 나노입자의 입자 직경은 약 20 nm 이하이며 그러한 표면 개질된 나노입자를 포함하는 발포 보조제의 양은 부분 중합체 100 중량부 당 약 0.1 중량부 내지 약 1.5 중량부임;
- [0069] 경화성 조성물의 점도는 약 5,000 mPa·s 내지 약 60,000 mPa·s임;
- [0070] $n_{\text{포}}$ (= (경화성 조성물의 수지 성분 100 중량부를 기준으로 한 발포 보조제의 중량부)/(감압 접착 폼의 기포의 함량))은 약 0.02 내지 약 0.05임; 그리고
- [0071] 기포의 함량은 폼의 전체 부피 기준으로 5 내지 25 부피%임.
- [0072] 본 발명의 감압 접착 폼이 열 전도성 충전제를 포함하므로, 열 전도성이 높으며, 예를 들어, 약 $0.4 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ 이상이다. 따라서, 본 발명의 감압 접착 폼은 발열 전자 장치 및 개인용 컴퓨터와 같은 다양한 전자 장치에 탑재된 가열 요소로부터의 열을 히트 싱크(heat sink) 및 금속 방열판과 같은 방열기(radiator)로 전달하기 위한 열 전도성 물질로서 사용될 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 감압 접착 폼은 테이프 또는 시트로 성형된 후 사용된다. 그러한 폼 테이프 또는 폼 시트는 기포를 포함하므로, 취급이 쉬우며 가열 요소 및 라디에이터에의 접착성이 탁월하고, 또한 우수한 열 전도성을 나타낸다.
- [0073] [실시예]
- [0074] 전형적인 실시예를 하기에서 상세히 설명하지만, 당업자에게 명백할 본 발명의 변경과 변화는 본 출원의 특허청구범위의 범주 내에서 커버된다.
- [0075] 감압 접착 폼을 하기 절차에 의해 평가하였다.
- [0076] (스테인리스강 판에 대한) 90도 박리 접착력
- [0077] 생성된 시트를 25 mm × 200 mm인 크기로 자르고 양극산화된(anodized) 알루미늄 포일(130 μm)로 라이닝하였다. 라이닝된 샘플을 스테인리스강 판(SUS304) 상에 놓은 후 7 kg 롤러를 이용하여 1회 왕복하는 동안 눌러줌으로써 접촉 접합시켰다. 접촉 접합 후, 생성된 샘플을 72시간 동안 실온에서 정치시키고 텐실론(TENSILON)을 이용하여 300 mm/min의 시험 속도로 90도 방향에서 박리한 후, 시험 동안의 박리 접착력을 측정하였다. 두 샘플을 이용하여 측정을 실시하였으며 그 평균을 90도 박리 접착력으로 취하였다.
- [0078] 내열 전단 유지력
- [0079] 생성된 시트를 25 mm × 25 mm인 크기로 자르고 SUS 판을 시트의 양면 상에 놓았다. 시트와 SUS 판을 수평으로 놓인 샘플 상에 2 kg 추를 놓아두고 20분 동안 정치시켜 접촉 접합시켰다. 접촉 접합 후, 샘플을 수직으로 유

지하기 위하여 하나의 SUS 판을 90℃의 분위기 하에 고정시키고, 1 kg 추를 다른 하나의 SUS 판 상에 가한 후, 샘플이 떨어질 때까지의 시간을 측정하였다. 측정 결과, 5,000분 이상 동안 떨어지지 않는 샘플에 대하여, 기호 "5,000+"를 표에 기재하였다. 두 샘플을 이용하여 측정을 실시하였으며 그 평균을 내열 전단 유지력으로 취하였다.

[0080] 압착 응력

[0081] 그렇게 얻은 10개의 시트를 라미네이팅시키고 15 mm × 15 mm인 크기로 잘라 측정 샘플을 얻었다. 측정 샘플이 두께 방향에서 단위 면적 당 초기 두께의 75%로 압착되는 데 필요한 하중(25% 압착 하중)을 측정하였다. 측정에서, 샘플을 텐실론을 이용하여 0.5 mm/min의 속도로 압착시키고 두께가 25%로 압착되었을 때의 최대값을 측정하였다. 두 샘플을 이용하여 측정을 실시하였으며 그 평균을 압착 응력으로 취하였다. 압착 하중값이 더욱 작아짐에 따라, 낮은 접촉 압력 하에서 피착물에 만족스럽게 부착시키는 것이 가능해진다.

[0082] 기포 함량

[0083] 생성된 시트 내의 기포 함량 K를 하기 식에 의해 결정하였다.

[0084] K (부피%) = $100 - (\text{발포된 시트의 밀도} / \text{비-발포 시트의 밀도}) \times 100$ (여기서 비-발포 시트의 밀도는 발포된 시트에서와 동일한 경화성 조성물을 이용하여 기포 도입 없이 경화하여 얻어진 시트의 밀도임)

[0085] 열전도도

[0086] 측정할 열 전도성 시트의 0.01 m × 0.01 m (측정 면적: $1.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2$) 크기의 작은 조각(두께는 L (m)임)을 시편으로서 제조하고 시편을 가열 판과 냉각 판 사이에 개재시켰다. 그 후, 5분 동안 4.8 W의 전력에서 $7.6 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ 의 일정한 하중 하에서 유지될 때 가열 판과 냉각 판 사이의 온도 차이를 측정하였으며, 열 전도도 R_L 을 하기 식으로부터 결정하였다.

[0087] $R_L = (K \cdot \text{m}^2/\text{W}) = \text{온도 차이 (K)} \times \text{측정 면적 (m}^2\text{)}/\text{전력 (W)}$

[0088] 더욱이, 상기에 기재한 두 개의 작은 조각을 라미네이팅시켜 샘플을 제조하고 두께 2L (m)인 샘플의 열 전도도 R_{2L} ($K \cdot \text{m}^2/\text{W}$)을 상기에 설명한 바와 같이 측정하였다. 측정에 의해 얻어진 R_L 및 R_{2L} 을 이용하여, 열 전도도 λ ($\text{W/m} \cdot \text{K}$)를 하기 식에 의해 계산하였다.

[0089] $\lambda (\text{W/m} \cdot \text{K}) = L(\text{m}) / ((R_{2L}(K \cdot \text{m}^2/\text{W}) - R_L(K \cdot \text{m}^2/\text{W}))$

[0090] 점도의 측정

[0091] 부분 중합체의 점도를 도쿄 케이키 컴퍼니 리미티드(Tokyo Keiki Co., Ltd.)에 의해 제조된 B-타입 점도계(모델: BH)를 이용하여 측정하였다. 측정은 #5 또는 #6 로터 (회전수: 20 rpm)를 이용하여 25℃에서 실시하였으며, 측정을 시작할지 1분 후의 값을 측정된 값으로서 사용하였다.

[0092] 파단 시간의 측정

[0093] 부분 중합체의 방적성을, 서모 하케(Thermo HAAKE)에 의해 제조된 연신 점도계(elongation viscometer), 카버(CaBER) 1을 이용하여 평가하였다. 연신 점도계는 한 쌍의 동심원적으로 그리고 수직으로 배치된 원형 판 사이에서 샘플이 밀봉되는 장치이며, 상부 판은 상방으로 들어올려져서 그대로 유지되어, 샘플의 필라멘트를 형성하며, 필라멘트 부분의 직경(필라멘트 직경)의 시간에 따른 변화가 레이저 마이크로미터(laser micrometer)를 이용하여 측정된다. 샘플의 필라멘트 직경은 시간 경과에 따라 감소하며, 필라멘트는 마침내 파단된다. 필라멘트 직경은 급속하게가 아니라 점진적으로 변화할 가능성이 더 크며 파단 시간이 보다 길어지면, 부분 중합체는 보다 높은 방적성을 갖는다.

[0094] 시험 조건은 하기와 같았다. 부분 중합체를 6 mm 직경의 동심원적으로 그리고 수직으로 배치된 한 쌍의 원형 판 사이에 밀봉시키고 (갭: 1.0 mm), 상부 원형 판과 하부 원형 판 사이의 거리가 7.0 mm가 될 때까지 50.0 m/min의 속도로 상부 판을 25℃에서 수직으로 들어올리고, 그대로 유지하였으며, 판을 들어올린 직후로부터 부분 중합체 필라멘트의 파단까지의 시간 (t_{max})을 측정하였다. 동일한 샘플에서 측정을 2회 반복하였으며, 그 평균값을 측정값으로 사용하였다.

[0095] 가교결합을 가진 부분 중합체와 가교결합을 갖지 않은 부분 중합체를 비교해 보면, 상기 점도 측정에 의해 얻은

점도가 동일한 수준일 경우 가교결합을 가진 부분 중합체의 과단 시간이 더 긴 경향이 있다. 상기 점도의 측정에 의한 점도가 동일할 경우, 더 긴 과단 시간을 갖는 부분 중합체는 더 높은 소포 억제 효과를 나타내는 것으로 간주된다. 예를 들어, 본 발명의 제1 또는 제3 실시 형태에서 사용되는 부분 중합체와 관련하여, 하기의 관련 표현에서 A는 바람직하게는 1.7 이상 또는 2.0 이상이다.

[0096] 과단 시간 t_{max} (sec) $\geq A \times$ 점도 (mPa · s, 25℃)-10 (점도 범위: 1000 내지 20000 mPa · s)

[0097] 표면 개질된 나노입자의 제조

[0098] 이 실시예에서, 아이소옥틸트라이메톡시실란으로 실리카 나노입자의 표면을 개질하여 얻어진 아이소옥틸실란 표면 개질 실리카 나노입자를 사용하였다. 제조 방법은 하기와 같다. 61.42 g의 아이소옥틸트라이메톡시실란(물품 번호: BS1316, 미국 미시간주 아드리안 소재의 와커 실리콘 코포레이션(Wacker Silicone Corp)), 1,940 g의 1-메톡시-2-프로판올 및 1,000 g의 콜로이드 실리카(물품 번호: 날코(NALCO)2326, 날코 케미칼 컴퍼니(Nalco Chemical Co.))를 1 갤런 유리병에서 혼합하였다. 혼합물을 진탕에 의해 충분히 분산시킨 후 하룻밤 80℃에서 오븐 내에서 정치시켰다. 혼합물을 150℃의 통기 오븐에서 건조시켜 백색 고흡 미세입자를 얻었다. 그렇게 얻은 표면 개질된 나노입자의 입자 직경은 약 5 nm였다.

[0099] 실시예 1 내지 실시예 7

[0100] 표 1의 A 항목에서 기재된 제형에 따라 제조된 단량체와 중합 개시제의 혼합물을 3분 동안 3 mW/cm²의 조사 강도에서 질소 분위기 하에서 자외광으로 조사하여 부분 중합시켜 부분 중합체를 얻었다. 실시예 1 내지 실시예 4에서는, 2-에틸헥실 아크릴레이트 (2-EHA)를 성분 (a)로 사용하였으며 성분 (b1) (1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트 (HDDA))의 양은 변화시켰고, 이어서 부분 중합을 실시하였다. 실시예 5 내지 실시예 7에서는, 아이소옥틸 아크릴레이트를 성분 (a)로서 사용하였으며 세 종류의 성분 (b1) (HDDA, 블레머(BLEMMER) ADE-400 및 블레머 ADE-600)을 사용하였다. 블레머 ADE-400 및 블레머 ADE-600은 엔오에프 코포레이션(NOF Corp.)에 의해 제조된 폴리에틸렌글리콜 다이아크릴레이트이다. 표 2는 A 항목만이 100 중량부의 2-EHA 또는 아이소옥틸 아크릴레이트를 기반으로 하여 재구성된 조성 표이다. 표 2에서는, 부분 중합체의 점도와 부분 중합체 내의 공중합체의 함량이 부분 중합체의 중량 기준으로 중량 백분율로 표현된다.

[0101] 부분 중합체 내의 공중합체의 함량을 하기 방식으로 결정하였다. 1.0 그램의 생성된 부분 중합체를 스테인리스강 판(바닥의 직경 : 4.0 cm)에서 칭량한 후 2 시간 동안 130℃에서 질소 분위기 하에서 건조시켜 고흡물(공중합체)을 얻었다. 상기 고흡물을 칭량하고 공중합체의 함량(중량%)을 충전된 부분 중합체의 중량 (1.0 g) 기준으로 계산하였다.

표 1

조성 표 (전체)		조성 (중량부)									
		실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	비교예 1	비교예 2	
A ¹⁾	2-에틸헥실 아크릴레이트 (2-EHA)	97	97	97	97	-	-	-	97	97	
	아이소옥틸 아크릴레이트	-	-	-	-	97	97	97	-	-	
	1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트 (HDDA)	0.10	0.10	0.05	0.02	-	-	0.10	-	-	
	블레머 ADE-400 ⁵⁾	-	-	-	-	0.30	-	-	-	-	
	블레머 ADE-600 ⁶⁾	-	-	-	-	-	0.60	-	-	-	
	이르가큐어 651 ⁷⁾	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.10	0.04	0.04	
B ²⁾	아크릴산	3	3	3	3	3	3	3	3	3	
	1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트	-	-	0.05	0.08	-	-	-	0.10	0.10	
	이르가큐어 819 ⁸⁾	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.15	0.30	0.30	
C ³⁾	수산화알루미늄 ⁹⁾	150	150	150	150	150	150	150	150	150	
D ⁴⁾	표면-개질된 나노입자 ¹⁰⁾	0.43	0.85	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.43	0.85	

- 1) (메트)아크릴 부분 중합체의 출발 물질
- 2) (메트)아크릴 부분 중합체에 첨가된 성분
- 3) 열 전도성 충전제
- 4) 발포 보조제
- 5) 상표명 (공급자: 엔오에프 코포레이션)
- 6) 상표명 (공급자: 엔오에프 코포레이션)
- 7) 상표명 (공급자: 시바 저팬 카부시키카이사(Ciba Japan K.K.))
- 8) 상표명 (공급자: 시바 저팬 카부시키카이사)
- 9) 평균 입자 크기: 50 μm
- 10) 아이소옥틸실란 표면 개질 실리카 나노입자

[0102]

표 2

부분 중합체 (표 1로부터 재구성함)의 조성 및 특성

성분	조성 (중량부)									
	실시에 1	실시에 2	실시에 3	실시에 4	실시에 5	실시에 6	실시에 7	비교예 1	비교예 2	
A	2-에틸헥실 아크릴레이트 (2-HEA)	100	100	100	100	-	-	-	100	100
	아이소옥틸 아크릴레이트	-	-	-	-	100	100	100	-	-
	1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트 (HDDA)	0.10	0.10	0.05	0.02	-	-	0.10	-	-
	블레머 ADE-400	-	-	-	-	0.31	-	-	-	-
	블레머 ADE-600	-	-	-	-	-	0.62	-	-	-
이르가큐어 651	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.10	0.04	0.04	
부분 중합된 생성물의 점도 (mPa·s)		2500	3300	4000	9800	2600	1500	1800	3800	3800
부분 중합된 생성물에 포함된 공중합체의 함량 (중량%)		4.0	4.2	5.5	8.0	4.8	3.9	5.0	-	-

[0103]

[0104]

부분 중합체에, 추가 성분으로서 아크릴산(극성 기-함유 단량체), HDDA 및 이르가큐어 819 (중합 개시제)를 표 1의 B 항목에 기재된 제형에 따라 첨가하였다. 더욱이, C 항목에 기재된 수산화알루미늄(열 전도성 충전제)을 첨가한 후, 충분히 교반하고 진공 탈기기를 이용하여 탈기시켰다. 이어서, D 항목에 기재된 표면 개질된 나노입자(발포 보조제)를 첨가하여 경화성 조성물을 얻었다. 실시예 2에서는, 실시예 1에서 사용한 표면 개질된 나노입자의 함량을 배가시켰다. 실시예 3과 실시예 4에서는, HDDA (실시예 1과 비교하여 그 양을 부분 중합시 감소시킴)를 나중에 첨가하였으며 경화성 조성물의 제조를 위해 사용된 HDDA의 양은 실시예 1 내지 실시예 4와 관련하여 동일한 양으로 조정하였다. 표 3은 B, C 및 D 항목이 부분 중합체 100 중량부를 기반으로 하여 재구성된 조성 표이다.

표 3

경화성 조성물 (표 1로부터 재구성함)

성분	조성 (중량부)									
	실시에 1	실시에 2	실시에 3	실시에 4	실시에 5	실시에 6	실시에 7	비교예 1	비교예 2	
부분 중합체	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
B	아크릴산	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	
	1,6-헥산다이올 다이아크릴레이트	-	-	0.05	0.08	-	-	-	0.10	
	이르가큐어(Irgacure) 819	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.15	0.31	
C	수산화알루미늄	154	154	154	155	154	154	154	155	
D	표면-개질된 나노입자	0.44	0.88	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.88	

[0105]

[0106]

진동 교반/혼합 장치를 이용하여 질소 가스를 이 경화성 조성물 내에 분산시켜 발포된 경화성 조성물을 얻었다. 발포된 경화성 조성물을 실리콘 이형제로 처리된 표면을 가진 두 개의 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 라이너 사이에 개재시킨 후 캘린더 성형(calender molding)에 의해 시트를 형성하였다. 경화성 조성물을 두 개의 PET 라이너 내로 개재시킨 한편, 조성물을 시트의 양면을 3분 동안 0.3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하고 이어서 3분 동안 6.0 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사함으로써 경화시켜 아크릴 감압 접착 폼 시트를 얻었다.

[0107]

실시예 1 내지 실시예 7의 감압 접착 폼의 기포 함량을 계산하기 위하여 사용한 비-발포 시트를 얻기 위하여 발포 보조제(D 항목)를 첨가하지 않은 것을 제외하고는, 실시예 1에서와 동일한 방식으로, 발포 보조제를 함유하지 않는 경화성 조성물을 얻었다. 이 경화성 조성물을 실리콘 이형제로 처리된 표면을 가진 두 개의 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 라이너 사이에 개재시킨 후 캘린더 성형에 의해 시트를 형성하였다. 경화성 조성물을 두 개의 PET 라이너 사이에 개재시킨 한편, 조성물을 시트의 양면을 3분 동안 0.3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하고 이어서 3분 동안 6.0 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사함으로써 경화시켜 아크릴 감압 접착 비-발포 시트를 얻었다. 생성된 시트의 밀도는 1.51 g/cm³이었다.

[0108]

비교예 1

[0109]

2-에틸헥실 아크릴레이트만 부분 중합시킨 후 HDDA를 첨가한 것을 제외하고는 실시예 1에서와 동일한 방식으로, 0.30 mm 두께의 아크릴 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 생성된 시트는 밀도가 1.39 g/cm³이었으며 기포가 시트를 관통할만큼 비교적 큰 크기를 가진 기포가 국소적으로 관찰되었다.

[0110] 비교예 2

[0111] 표면 개질된 나노입자의 양을 증가시킨(0.85 중량부) 것을 제외하고는 비교예 1에서와 동일한 방식으로, 0.30 mm 두께의 아크릴 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 생성된 시트의 밀도는 1.31 g/cm³이었다.

[0112] 비교예 1과 비교예 2의 감압 접착 폼의 기포 함량을 계산하기 위하여 사용한 비-발포 시트를 얻기 위하여 발포 보조제(D 항목)를 첨가하지 않은 것을 제외하고는, 비교예 1에서와 동일한 방식으로, 발포 보조제를 함유하지 않는 경화성 조성물을 얻었다. 이 경화성 조성물을 실리콘 이형제로 처리된 표면을 가진 두 개의 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 라이너 사이에 개재시킨 후 캘린더 성형에 의해 시트를 형성하였다. 경화성 조성물을 두 개의 PET 라이너 사이에 개재시킨 한편, 조성물을 시트의 양면을 3분 동안 0.3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하고 이어서 3분 동안 6.0 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사함으로써 경화시켜 0.3 mm 두께의 아크릴 접착 비-발포 시트를 얻었다. 생성된 시트의 밀도는 1.51 g/cm³이었다.

[0113] 그렇게 얻어진 이들 감압 접착 발포 시트와 관련하여, 90도 박리 접착력, 내열 전단 유지력, 압착 응력, 기포 함량, 열 전도도 및 $n_{\text{표}}$ 를 상기 절차에 의해 평가하였다. 그 결과를 표 4에 나타내었다.

표 4

평가 결과

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	비교예 1	비교예 2
시트 두께 (mm)	0.3	1	0.3	1	0.3	1	0.3	0.3	0.3
90도 박리 접착 강도 (Ncm ⁻¹)	2.8	3.6	2.8	3.3	3.1	3.5	3	2.9	2.8
내열 전단 접착 강도 (min)	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+
25% 압착 하중 (Ncm ⁻²)	13	9.4	14.2	14.4	11	10.8	13.1	16.8	14.6
기포 함량 (부피%)	13.9	21.6	11.8	11.1	13.5	15	13.2	7.9	13.2
열 전도도 (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	0.7	0.5	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	0.7
$n_{\text{표}}$	0.031	0.039	0.036	0.039	0.032	0.029	0.033	0.054	0.064

[0114]

[0115] 실시예 1과 비교예 1의 시트의 두께의 변화시 시트의 두께와 시트의 밀도 사이의 관계가 표 5에 나타내어져 있다. 발포된 경화성 조성물의 비중은 1.20 내지 1.22 g/cm³ 범위 내에서 조정되었다.

표 5

시트 두께 및 시트 밀도

시트 두께 (mm)	시트 밀도 (g/cm ³)		차이
	실시예 1	비교예 1	
1.20	1.25	1.31	0.06
0.60	1.25	1.32	0.07
0.30	1.30	1.39	0.09

[0116]

[0117] 실시예 8

[0118] 표 6의 A 항목에 기재된 조성물을 철저히 교반한 후 질소 분위기 하에서 3분 동안 3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하여 부분 중합체를 얻었다. 표 6의 B 항목에 기재된 성분을 상기 부분 중합체에 첨가하고, 생성된 혼합물을 철저히 교반한 후 진공 탈기기를 이용하여 탈기시켰다. 그 후, C 항목의 표면 개질된 나노입자를 발포 보조제로 첨가하여 경화성 조성물을 얻고, 진동 교반/혼합 장치를 이용하여 질소 가스를 이 경화성 조성물 내에 분산시켜 밀도가 1.19 g/cm³인 발포된 경화성 조성물을 얻었다. 발포된 경화성 조성물을 각각 실리콘 이형제로 표면 처리된 두 개의 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 라이너 사이에 개재시킨 후 캘린더 성형에 의해 시트를 형성하였다. 경화성 조성물을 두 개의 PET 라이너 내에서 유지하는 한편, 조성물을 시트의 양면을 3분 동안 0.3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하고 이어서 3분 동안 6.0 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사함으로써 경화시켜 0.3 mm-두께의 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 생성된 시트의 밀도는 1.27 g/cm³이었다.

[0119] 비교예 3

[0120] 아크릴산을 이용하지 않고 부분 중합체를 얻었으나 사용한 아크릴산의 총량은 실시예 8에서와 동일한 것을 제외하고는 실시예 8에서와 동일한 방식으로 0.30 mm-두께의 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 얻어진 시트의 밀도는 1.39 g/cm³이었다. 시트내의 기포의 크기는 상대적으로 컸으며 시트를 침투할만큼 큰 기포가 국소적으로 관찰되

었다.

[0121] 비교예 4

[0122] 첨가한 표면 개질된 나노입자의 양을 0.85 중량부로 변화시킨 것을 제외하고는 비교예 3에서와 동일한 방식으로 0.30 mm 두께의 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 생성된 시트의 밀도는 1.31 g/cm³이었다.

[0123] 비교예 5

[0124] 2,000 mPa·s의 점도를 갖는 부분 중합체를 얻기 위하여 부분 중합을 실시한 것을 제외하고는 비교예 4에서와 동일한 방식으로 0.30 mm-두께의 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 얻어진 시트의 밀도는 1.37 g/cm³이었다.

[0125] 비교예 6

[0126] 표면 개질된 나노입자를 사용하지 않았으며 진동 교반/혼합 장치를 사용하지 않은 것을 제외하고는 비교예 3에서와 동일한 방식으로 0.30 mm-두께 감압 접착 폼 시트를 얻었다. 얻어진 시트의 밀도는 1.50 g/cm³이었다.

[0127] A 항목 내의 성분으로부터 얻은 부분 중합체의 점도와 A 항목 내의 성분과 B 항목 내의 성분으로부터 얻은 부분 중합체의 혼합물의 점도가 표 7에 나타나어져 있다. 또한 표 7에서는, 부분 중합체 내에 포함된 공중합체의 함량이 부분 중합체의 중량 기준으로 중량 백분율로 나타나어져 있다.

[0128] 상기에서 생성된 이들 감압 접착 폼 시트 또는 감압 접착 비-발포 시트를 상기에 설명한 절차에 따라 90° 박리 접착력, 내열 전단 유지력, 기포 함량, 열 전도도 및 η_{sp} 에 대해 평가하였다. 그 결과가 표 7에 나타나 있다.

표 6

조성 표

성분	조성 (중량부)				
	실시예 8	비교예 3	비교예 4	비교예 5	비교예 6
A ¹⁾ 2-에틸헥실 아크릴레이트 (2-HEA)	97	97	97	97	97
이르가큐어 651 ⁴⁾ (광중합 개시제)	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04
아크릴산	2	-	-	-	-
B ²⁾ 1,6-헥사다이올 다이아크릴레이트 (가교결합제)	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
아크릴산	1	3	3	3	3
이르가큐어 819 ⁵⁾ (광중합 개시제)	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
수산화알루미늄 ⁶⁾ (열 전도성 충전제)	150	150	150	150	150
C ³⁾ 표면 개질된 나노입자 ⁷⁾	0.425	0.425	0.85	0.85	-

- 1) (메트)아크릴 부분 중합체의 출발 물질
- 2) (메트)아크릴 부분 중합체에 첨가된 성분(발포 보조제 제외)
- 3) 발포 보조제
- 4) 상표명 (공급자: 시바 저팬 카부시키키카이샤)
- 5) 상표명 (공급자: 시바 저팬 카부시키키카이샤)
- 6) 평균 입자 크기: 50 μ m
- 7) 아이소옥틸실란 표면 개질 실리카 나노입자

[0129]

표 7

평가 결과

	실시예 8	비교예 3	비교예 4	비교예 5	비교예 6
A로부터 얻은 부분 중합체의 점도 (mPa·s)	1000	5000	5000	2000	5000
A로부터 얻은 부분 중합체와 B의 혼합물의 점도 (mPa·s)	7000	15000	15000	7500	15000
부분 중합체에 포함된 공중합체의 함량 (중량%)	2.2	6.3	6.3	3.1	6.3
90° 박리 접착력 (Ncm ⁻¹)	2.8	2.9	2.8	2.8	2.8
내열 전단 유지력 (min)	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+
기포 함량 (부피%)	15.3	7.3	12.6	8.6	0
열전도도 (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	0.7	0.7	0.7	0.7	0.9
η_{sp}	0.028	0.058	0.067	0.098	-

[0130]

[0131] 실시예 9

[0132] 표 8의 A 항목에서 기재된 조성에 따라 제조된 단량체와 중합 개시제의 혼합물을 3분 동안 3 mW/cm²의 조사 강도에서 질소 분위기 하에서 자외광으로 조사하여 부분 중합체를 얻었다. 표 8에서는, 실시예 9의 부분 중합체의 점도와 부분 중합체의 중량 기준으로 중량 백분율로 표현된 부분 중합체 내에 포함된 공중합체의 함량이 실시예 1 내지 실시예 7 및 비교예 1 및 비교예 2와 함께 나타난다. 또한, 실시예 1 내지 실시예 7 및 실시예 9 및 비교예 1과 비교예 2의 부분 중합체에서 측정된 과단 시간이 표 8에 나타내어져 있다.

[0133] 부분 중합체에, 추가 성분으로서 아크릴산(극성 기-함유 단량체), HDDA 및 이르기큐어 819(중합 개시제)를 표 9의 B 항목에 기재된 제형에 따라 첨가하였다. 더욱이, C 항목에 기재된 수산화알루미늄(열 전도성 충전제)을 첨가하고, 생성된 혼합물을 철저히 교반한 후 진공 탈기기를 이용하여 탈기시켰다. 그 후, D 항목에 기재된 표면 개질된 나노입자(발포 보조제)를 첨가하여 경화성 조성물을 얻었다. 표 9는 부분 중합체 100 중량부를 기준으로 B, C 및 D 항목의 블렌딩 양을 보여주는 조성 표이다.

[0134] 후속적으로, 진동 교반/혼합 장치를 이용하여 질소 가스를 이 경화성 조성물 내에 분산시켜 발포된 경화성 조성물을 얻었다. 발포된 경화성 조성물을 각각 실리콘 이형제로 표면 처리된 두 개의 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 라이너 사이에 개재시킨 후 캘린더 성형에 의해 시트를 형성하였다. 경화성 조성물을 두 개의 PET 라이너 내에서 유지하는 한편, 조성물을 시트의 양면을 3분 동안 0.3 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사하고 이어서 3분 동안 6.0 mW/cm²의 조사 강도로 자외광으로 조사함으로써 경화시켜 아크릴 감압 접착 폼 시트를 얻었다.

[0135] 생성된 감압 접착 발포 시트를 상기에 설명한 절차에 따라 90° 박리 접착력, 내열 전단 유지력, 압착 응력, 기포 함량, 열 전도도 및, n_총에 대해 평가하였다. 결과는 실시예 1 내지 실시예 7 및 비교예 1과 비교예 2와 함께 표 10에 나타내어져 있다.

표 8

부분 중합체의 조성 및 특성(실시예 9)

성분	조성 (중량부)										
	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 9	비교예 1	비교예 2	
A	2-에틸헥실 아크릴레이트 (2HEA)	100	100	100	100	-	-	-	98	100	100
	아이소옥틸 아크릴레이트	-	-	-	-	100	100	100	-	-	-
	아크릴산	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-
	1,6-헥사다이올 다이아크릴레이트 (HDDA)	0.10	0.10	0.05	0.02	-	-	0.10	0.03	-	-
	블레머 ADE-400	-	-	-	-	0.31	-	-	-	-	-
	블레머 ADE-600	-	-	-	-	-	0.62	-	-	-	-
	이르기큐어 651	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.10	0.04	0.04	0.04
부분 중합체의 점도 (mPa·s)	2500	3300	4000	9800	2600	1500	1800	3900	3800	3800	
부분 중합체에 포함된 공중합체의 함량 (중량%)	4.0	4.2	5.5	8.0	4.8	3.9	5.0	5.1	4.4	4.4	
과단 시간 (초)	4.8	5.4	5.1	5.9	4.2	3.4	3.9	3.8	2.7	2.7	

[0136]

표 9

경화성 조성물의 제형 (실시예 9)

성분	조성 (중량부)									
	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 9	비교예 1	비교예 2
A	부분 중합체	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	아크릴산	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	3.1	1.0	3.1
B	1,6-헥사다이올 다이아크릴레이트 (HDDA)	-	-	0.05	0.08	-	-	-	0.07	0.10
	이르기큐어 819	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.15	0.30	0.31
C	수산화알루미늄	154	154	154	155	154	154	154	154	155
D	표면 개질된 나노입자	0.44	0.88	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.88

[0137]

표 10

평가 결과 (실시예 9)

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7	실시예 9	비교예 1	비교예 2
시트 두께 (mm)	0.3	1	0.3	1	0.3	1	0.3	0.3	0.3	0.3
90° 박리 접착력 (Ncm ⁻¹)	2.8	3.6	2.8	3.3	3.1	3.5	3	2.8	2.9	2.8
내열 전단 유지력 (min)	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+	5000+
25% 압착 하중 (Ncm ²)	13	9.4	14.2	14.4	11	10.8	13.1	13	16.8	14.6
기포 함량 (부피%)	13.9	21.6	11.8	11.1	13.5	15	13.2	14	7.9	13.2
열 전도도 (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	0.7	0.5	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	0.7
η_{sp}	0.031	0.039	0.036	0.039	0.032	0.029	0.033	0.031	0.054	0.064

[0138]