



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0091694  
(43) 공개일자 2011년08월12일

(51) Int. Cl.

C08J 3/28 (2006.01) C08J 3/24 (2006.01)

B29C 35/08 (2006.01) C09J 183/04 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-7011862

(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년10월29일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2011년05월25일

(86) 국제출원번호 PCT/US2009/062563

(87) 국제공개번호 WO 2010/056541

국제공개일자 2010년05월20일

(30) 우선권주장

61/109,213 2008년10월29일 미국(US)

(71) 출원인

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자

리우 준강 제이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

조지 클레이튼 에이

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(74) 대리인

양영준, 김영

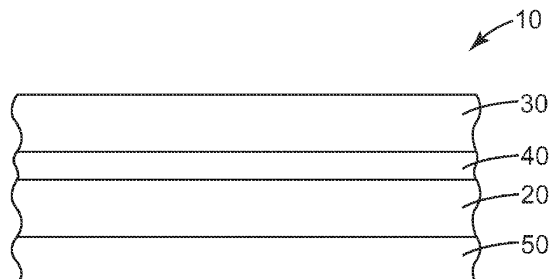
전체 청구항 수 : 총 19 항

(54) 전자빔 경화된 실리콘 물질

(57) 요약

전자빔 경화를 사용하여 실리콘 물질을 제조하는 방법이 개시된다. 이 물질은 고온 용융 가공되고 유효량의 촉매 및 개시제 없이 경화된다. 작용성 및 비작용화된 실리콘 물질 둘 모두가 사용될 수 있다. 예시적인 경화된 물질에는 실리콘 감압 접착제, 실리콘 폼, 및 비점착성 실리콘 필름이 포함된다.

대표도 - 도1



## 특허청구의 범위

### 청구항 1

실리콘 물질을 포함하는 조성물을 고온 용융 가공하는 단계 및 조성물에 전자빔을 조사하여 가교결합된 실리콘계 물질을 형성하는 단계를 포함하는, 가교결합된 실리콘계 물질을 제조하는 방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 고온 용융 가공 단계는 압출을 포함하는 방법.

### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 실리콘 물질은 비작용화된 실리콘 물질인 방법.

### 청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 실리콘 물질은 실록산 골격 및 적어도 하나의 작용기를 포함하는 방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 모든 작용기는 하이드록실 기인 방법.

### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 가교결합된 실리콘계 물질은 실리콘 감압 접착제인 방법.

### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 실리콘 물질은 폴리실록산인 방법.

### 청구항 8

제7항에 있어서, 폴리실록산은 폴리(다이메틸 실록산)인 방법.

### 청구항 9

제7항에 있어서, 폴리실록산은 방향족 실록산인 방법.

### 청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 실리콘 물질은 25℃에서의 역학 점도(dynamic viscosity)가 1,000,000 mPa·sec 초과인 것을 포함하는 방법.

### 청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물은 MQ 수지 점착성 부여제를 추가로 포함하는 방법.

### 청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물은 유리 버블 및 중합체성 미소구체 중 적어도 하나를 추가로 포함하는 방법.

### 청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 실리콘 물질은 25℃에서의 역학 점도가 600,000 mPa·sec 이하인 실리콘 유체를 포함하는 방법.

### 청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 조성물에는 촉매 및 개시제가 사실상 없는 방법.

#### 청구항 15

제1항 내지 제14항 중 어느 한 항에 따라 제조되는 가교결합된 실리콘계 물질.

#### 청구항 16

제15항에 있어서, 감압 접착제인 가교결합된 실리콘계 물질.

#### 청구항 17

제1 주 표면을 갖는 기재와, 기재의 제1 주 표면의 적어도 일부에 점착된 제16항에 따른 실리콘 감압 접착제를 포함하는 접착 용품.

#### 청구항 18

제17항에 있어서, 기재는 폼(foam)을 포함하는 접착 용품.

#### 청구항 19

제15항 또는 제16항에 있어서, 비점착성인 가교결합된 실리콘계 물질.

### 명세서

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은 실리콘 감압 접착제, 실리콘 폼(foam), 및 비점착성(non-tacky) 실리콘 필름을 비롯한 실리콘 물질에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 전자빔 조사에의 노출에 의해 경화된 실리콘 물질을 개시한다.

#### 배경 기술

[0002] 감압 접착제(PSA)는 중요한 부류의 물질이다. 일반적으로, PSA는 가벼운 압력(예를 들어, 손가락 압력)으로 기재(substrate)에 점착되며, 그의 최대 접합 강도를 달성하기 위하여 어떠한 후경화(post-curing)(예를 들어, 열 또는 방사선)도 전형적으로 필요로 하지 않는다. 예를 들어, 아크릴계, 고무계, 및 실리콘계 시스템을 비롯한 매우 다양한 PSA 화학적 특성들이 이용가능하다. 실리콘 PSA는 하기의 유용한 특성들 중 하나 이상을 제공한다: 낮은 표면 에너지(LSE)의 표면에서의 점착, 짧은 체류 시간에 의한 신속한 점착, 넓은 사용 온도(즉, 고온 및 저온 극한에서의 수행), 내후성(자외(UV) 방사선, 산화, 및 습기에 대한 저항성을 포함함), 응력 변동(예를 들어, 인가된 응력의 모드, 빈도 및 각도)에 대한 감소된 민감성, 및 화학 물질(예를 들어, 용매 및 가소제) 및 생물학적 물질(예를 들어, 곰팡이 및 진균류)에 대한 내성.

[0003] 일반적으로, 실리콘 감압 접착제는 중합체 또는 검(gum)과 점착성 부여 수지(tackifying resin) 사이의 축합 반응에 의해 형성되어 왔다. 중합체 또는 검은 전형적으로 고분자량 실라놀-종결된(silanol-terminated) 폴리(다이오르가노실록산) 물질, 예를 들어 실라놀-종결된 폴리(다이메틸실록산) ("PDMS") 또는 폴리(다이메틸메틸페닐실록산)이다. 점착성 부여 수지는 전형적으로 트라이메틸실록시 기로 말단-캡핑된(end-capped) 3차원 실리콘 네트워크 구조이다. 중합체 또는 검의 말단 실라놀 기에 더하여, 점착성 부여 수지는 또한 잔류 실라놀 작용기를 포함할 수 있다.

[0004] 그러한 시스템들은 고분자량 출발 물질에 의존하며, 따라서, 그들은 실온에서 코팅하기에 적합한 점도를 달성하기 위해서 용매 중에 희석되어야 한다. 전형적인 코팅가능한 용액은 용매(예를 들어, 톨루엔 또는 자일렌과 같은 방향족 용매) 중에 60 중량% 미만의 고형물을 함유한다. 전통적인 실리콘 PSA를 사용할 때 50% 초과 휘발성 유기 화합물(VOC) 함량이 통상적이라도 추가의 용매가 코팅 전에 첨가될 수 있다.

[0005] 실리콘 PSA의 낮은 VOC 전달을 위하여 다수의 접근법이 조사되어 왔다. 예를 들어, 저점도이고 고도로 작용성인 실리콘 중합체, 예를 들어 이들은 규소 결합된 수소, 규소 결합된 비닐, 규소 결합된 에폭시 및 규소 결합된 아크릴레이트를 포함하는 중합체를 기재로 한 액체 무용매 시스템 및 수계 에멀전 시스템이 탐구되어 왔다. 규소 결합된 가수분해성 작용기(예를 들어, 알콕시, 아세톡시, 또는 옥심 기)에 의존하는, 고온 용융되고 수분 경화성인 실리콘 PSA가 또한 시도되어 왔다.

[0006] 이러한 진보에도 불구하고, 실리콘 PSA의 낮은 VOC 전달을 위한 보다 확고한 방법에 대한 필요성이 여전히 있다. 또한, 사용될 실리콘 화학적 특성의 보다 큰 다양성을 허용하여서, 보다 넓은 범위의 최종 사용 성능 특

성을 가능하게 하는 낮은 VOC 전달 방법에 대한 필요성이 있다.

[0007] 몇몇 실리콘 PSA 제형은 용매 제거 후 허용가능한 성능을 제공하지만, 몇몇 시스템은 추가의 가교결합으로부터 이득을 얻는다. 통상의 실리콘 PSA는 특정 유형의 촉매를 이용하는 열 공정에 의해 경화된다. 예를 들어, 백금 촉매가 부가 경화 시스템과 함께 사용되어 왔으며, 과산화물(예를 들어, 벤조일 퍼옥사이드)이 수소-추출 경화 시스템과 함께 사용되어 왔으며, 주식 촉매가 수분/축합 경화 시스템과 함께 사용되어 왔다.

[0008] 일반적으로, 이들 접근법 중 몇몇은 실록산 골격에 부착된 반응성 작용기를 필요로 한다. 예를 들어, 부가-경화 백금-촉매 작용 시스템은 일반적으로 규소 결합된 비닐 작용기와 규소 결합된 수소 사이의 하이드로실릴화 반응에 의존한다. 일반적으로, 특히 고온 용융 코팅할 때 또는 조기 경화를 피해야 하는 다른 상황에서 촉매를 사용하지 않고도 경화될 수 있는 실리콘 접착제 시스템을 갖는 것이 바람직할 수 있다.

### 발명의 내용

[0009] 간단하게 말하면, 일 태양에서, 본 발명은 가교결합된 실리콘계 물질의 제조 방법을 제공한다. 본 방법은 실리콘 물질을 포함하는 조성물을 고온 용융 가공하는 단계, 및 조성물에 전자빔을 조사하여 가교결합된 실리콘계 물질을 형성하는 단계를 포함한다. 이 조성물에는 유효량의 촉매 및 개시제가 없다. 일부 실시 형태에서, 고온 용융 가공 단계는 압출 단계를 포함한다.

[0010] 일부 실시 형태에서, 실리콘 물질은 비작용화된 실리콘 물질이다. 일부 실시 형태에서, 실리콘 물질은 실록산 골격 및 적어도 하나의 작용기를 포함한다. 일부 실시 형태에서, 모든 작용기는 하이드록시 기이다.

[0011] 일부 실시 형태에서, 가교결합된 실리콘계 물질은 실리콘 감압 접착제이다. 일부 실시 형태에서, 가교결합된 실리콘계 물질은 실리콘 폼이다. 일부 실시 형태에서, 가교결합된 실리콘계 물질은 비점착성 실리콘 폼이다.

[0012] 일부 실시 형태에서, 실리콘 물질은 폴리실록산, 예를 들어 폴리(다이알킬 실록산) 또는 폴리(다이메틸 실록산)이다. 일부 실시 형태에서, 폴리실록산은 방향족 실록산이다.

[0013] 일부 실시 형태에서, 조성물은 점착성 부여제(tackifier), 예를 들어 MQ 수지 점착성 부여제를 추가로 포함한다.

[0014] 다른 태양에서, 본 발명은 본 발명의 방법에 따라 제조되는 가교결합된 실리콘계 물질을 제공한다. 일부 실시 형태에서, 실리콘 감압 접착제는 가교결합된 실리콘 탄성중합체를 포함하며, 여기서 이 접착제에는 촉매 및 개시제가 사실상 없다. 일부 실시 형태에서, 접착제는 점착성 부여제, 예를 들어 MQ 수지 점착성 부여제를 추가로 포함한다. 일부 실시 형태에서, 물질은 폼이다. 일부 실시 형태에서, 물질은 비점착성 필름이다.

[0015] 본 발명의 상기의 개요는 본 발명의 각각의 실시 형태를 설명하고자 하는 것은 아니다. 본 발명의 하나 이상의 실시 형태에 대한 상세 사항이 또한 하기의 상세한 설명에 기술된다. 본 발명의 다른 특징, 목적 및 이점은 하기의 상세한 설명과 특허청구범위로부터 명백하게 될 것이다.

### 도면의 간단한 설명

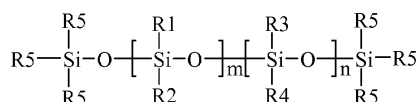
[0016] 도 1은 본 발명의 일부 실시 형태에 따른 예시적인 폼 코어 테이프를 도시하는 도면.

도 2는 본 발명의 일부 실시 형태에 따른 예시적인 가교결합된 폴리실록산 폼을 도시하는 도면.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 일반적으로, 본 발명의 가교결합된 실록산 네트워크는 작용성 또는 비작용성 실리콘 물질로부터 형성될 수 있다. 일반적으로, 실리콘 물질은 오일, 유체, 검, 탄성중합체, 또는 수지, 예를 들어 잘 부서지는 고체 수지일 수 있다. 일부 실시 형태에서, 비작용화된 실리콘 물질은 지방족 및/또는 방향족 치환기를 갖는 실록산 골격을 예시하는 하기의 화학식으로 표현되는 선형 물질일 수 있다:

[0018] [화학식 1]



[0019]

- [0020] 여기서, R1, R2, R3, 및 R4는 알킬 기 및 아릴 기로 이루어진 군으로부터 독립적으로 선택되고, 각각의 R5는 알킬 기이고, n 및 m은 정수이고, m 또는 n 중 적어도 하나는 0이 아니다. 일부 실시 형태에서, 알킬 또는 아릴 기들 중 하나 이상은 할로겐 치환기, 예를 들어 불소를 함유할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시 형태에서, 알킬 기들 중 하나 이상은  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_4\text{F}_9$ 일 수 있다.
- [0021] 일부 실시 형태에서, R5는 메틸 기인데, 즉 비작용화된 실리콘 물질은 트라이메틸실록시 기로 종결된다. 일부 실시 형태에서, R1 및 R2는 알킬 기이고, n은 0인데, 즉 이 물질은 폴리(다이알킬실록산)이다. 일부 실시 형태에서, 알킬 기는 메틸 기, 즉 폴리(다이메틸실록산)("PDMS")이다. 일부 실시 형태에서, R1은 알킬 기이고, R2는 아릴 기이고, n은 0인데, 즉 이 물질은 폴리(알킬아릴실록산)이다. 일부 실시 형태에서, R1은 메틸 기이고, R2는 페닐 기인데, 즉 이 물질은 폴리(메틸페닐실록산)이다. 일부 실시 형태에서, R1 및 R2는 알킬 기이고, R3 및 R4는 아릴 기인데, 즉 이 물질은 폴리(다이알킬다이아릴실록산)이다. 일부 실시 형태에서, R1 및 R2는 메틸 기이고, R3 및 R4는 페닐 기인데, 즉 이 물질은 폴리(다이메틸다이페닐실록산)이다.
- [0022] 일부 실시 형태에서, 비작용화된 실리콘 물질은 분지될 수 있다. 예를 들어, R1, R2, R3, 및/또는 R4 기들 중 하나 이상은 알킬 또는 아릴(할로겐화된 알킬 또는 아릴을 포함함) 치환기 및 말단 R5 기를 갖는 선형 또는 분지형 실록산일 수 있다.
- [0023] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "비작용기"는 탄소, 수소, 및 일부 실시 형태에서는 할로겐(예를 들어, 불소) 원자로 이루어진 알킬 또는 아릴 기이다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "비작용화된 실리콘 물질"은 R1, R2, R3, R4, 및 R5 기가 비작용기인 것이다.
- [0024] 일반적으로, 작용성 실리콘 시스템은 출발 물질의 실록산 골격에 부착된 특정 반응성 기(예를 들어, 수소, 하이드록실, 비닐, 알릴, 또는 아크릴 기)를 포함한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "작용화된 실리콘 물질"은 화학식 2의 R 기들 중 적어도 하나가 작용기인 것이다.
- [0025] [화학식 2]
- $$\text{R}-\underset{\text{R}}{\overset{\text{R}}{\text{Si}}}-\text{O}-\left[\underset{\text{R}}{\overset{\text{R}}{\text{Si}}}-\text{O}\right]_m-\left[\underset{\text{R}}{\overset{\text{R}}{\text{Si}}}-\text{O}\right]_n-\text{R}$$
- [0026]
- [0027] 일부 실시 형태에서, 작용성 실리콘 물질은 R 기들 중 적어도 2개가 작용기인 것이다. 일반적으로, 화학식 2의 R 기들은 독립적으로 선택될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 존재하는 유일한 작용기는 하이드록실 기이며, 예를 들어 실라놀 종결된 폴리 다이메틸 실록산과 같은 실라놀 종결된 폴리실록산이다.
- [0028] 작용성 R 기들 외에도, R 기들은 비작용기, 예를 들어 알킬 또는 아릴 기 - 할로겐화된 (예를 들어, 플루오르화된) 알킬 및 아릴 기를 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 작용화된 실리콘 물질은 분지될 수 있다. 예를 들어, R 기들 중 하나 이상은 작용성 및/또는 비작용성 치환기를 갖는 선형 또는 분지형 실록산일 수 있다.
- [0029] 일반적으로, 보다 저분자량이며 보다 저점도인 물질은 유체 또는 오일로 불리지만, 보다 고분자량이며 보다 고점도인 물질은 겔으로 불리지만, 이들 용어 사이에 엄격한 구별은 없다. 전형적으로, 용어 "유체" 및 "오일"은 25°C에서의 역학 점도(dynamic viscosity)가 1,000,000 mPa·sec 이하(예를 들어, 600,000 mPa·sec 미만)인 물질을 말하는 반면, 25°C에서의 역학 점도가 1,000,000 mPa·sec 초과(예를 들어, 적어도 10,000,000 mPa·sec)인 물질은 "겔"으로 불린다.
- [0030] 본 발명의 감압 접착제는 실리콘 물질(예를 들어, 실리콘 겔 또는 탄성중합체)을 적절한 점착성 부여 수지와 조합하고, 생성된 조합물을 고온 용융 코팅하고, 전자빔(E-빔) 조사를 사용하여 경화시킴으로써 제조될 수 있다. 일반적으로, 감압 접착제의 제형화에 유용한 임의의 공지된 첨가제 (예를 들어, 염료, 안료, 충전제, 난연제, 유동 개질제, 유동제(flow agent), 계면활성제, 미소구체(microsphere; 예를 들어 팽창성 미소구체) 등)가 또한 포함될 수 있다.
- [0031] 일반적으로, 임의의 공지된 점착성 부여 수지가 사용될 수 있으며, 예를 들어 일부 실시 형태에서는 실리케이트 점착성 부여 수지가 사용될 수 있다. 몇몇 예시적인 접착제 조성물에서, 복수의 실리케이트 점착성 부여 수지를 이용하여 원하는 성능을 달성할 수 있다.
- [0032] 적합한 실리케이트 점착성 부여 수지는 하기 구조 단위 M (즉, 1가 R'SiO<sub>1/2</sub> 단위), D (즉, 2가 R'SiO<sub>2/2</sub> 단

위), T (즉, 3가 R'SiO<sub>3</sub>/2 단위), 및 Q (즉, 4차 SiO<sub>4</sub>/2 단위), 및 그 조합으로 구성된 수지를 포함한다. 전형적이고 예시적인 실리케이트 수지는 MQ 실리케이트 점착성 부여 수지, MQD 실리케이트 점착성 부여 수지, 및 MQT 실리케이트 점착성 부여 수지를 포함한다. 이들 실리케이트 점착성 부여 수지는 대체로 수평균 분자량이 100 내지 50,000 g/몰, 예를 들어 500 내지 15,000 g/몰의 범위이며, 일반적으로 R' 기는 메틸 기이다.

[0033] MQ 실리케이트 점착성 부여 수지는 각각의 M 단위가 Q 단위에 결합되고, 각각의 Q 단위가 적어도 하나의 다른 Q 단위에 결합된 공중합체성 수지이다. Q 단위 중 몇몇은 단지 다른 Q 단위에만 결합된다. 그러나, 몇몇 Q 단위는 하이드록실 라디칼에 결합되어 HOSiO<sub>3</sub>/2 단위 (즉, "TOH" 단위)를 생성함으로써, 실리케이트 점착성 부여 수지의 약간의 규소 결합된 하이드록실 함량을 차지한다.

[0034] MQ 수지 상의 규소 결합된 하이드록실기(즉, 실라놀)의 수준은 실리케이트 점착성 부여 수지의 중량을 기준으로 1.5 중량% 이하, 1.2 중량% 이하, 1.0 중량% 이하, 또는 0.8 중량% 이하로 감소될 수 있다. 이는, 예를 들어 헥사메틸다이실라잔을 실리케이트 점착성 부여 수지와 반응시킴으로써 성취될 수 있다. 그러한 반응은, 예를 들어 트라이플루오로아세트산으로 촉매 작용될 수 있다. 대안적으로, 트라이메틸클로로실란 또는 트라이메틸실릴아세트아미드를 실리케이트 점착성 부여 수지와 반응시킬 수 있으며, 이 경우 촉매는 필요하지 않다.

[0035] MQD 실리콘 점착성 부여 수지는 M, Q 및 D 단위를 갖는 삼원공중합체이다. 일부 실시 형태에서, D 단위의 메틸 R' 기 중 몇몇은 비닐(CH<sub>2</sub>=CH-) 기 ("DVi" 단위)로 치환될 수 있다. MQT 실리케이트 점착성 부여 수지는 M, Q 및 T 단위를 갖는 삼원공중합체이다.

[0036] 적합한 실리케이트 점착성 부여 수지는 다우 코닝(Dow Corning; 예를 들어, DC 2-7066), 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼즈(Momentive Performance Materials; 예를 들어, SR545 및 SR1000)와 같은 공급원으로부터 구매가능하다.

[0037] 실리콘 물질, 점착성 부여 수지, 및 임의의 선택적인 첨가제가, 고온 용융 코팅되고 경화되기 전에 임의의 매우 다양한 공지된 수단에 의해 조합될 수 있다. 예를 들어, 일부 실시 형태에서, 믹서, 블렌더, 밀(mill), 압출기 등과 같은 통상의 장비를 사용하여 다양한 성분들이 사전 블렌딩될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 고온 용융 코팅 공정은 압출이다. 그러한 실시 형태에서, 다양한 성분들이 다양한 조합물로 또는 개별적으로, 압출기의 하나 이상의 개별 포트를 통하여 함께 첨가되고, 압출기 내에서 블렌딩되고(예를 들어, 용융 혼합되고), 압출되어 고온 용융 코팅된 조성물을 형성할 수 있다. 그것이 어떻게 형성되는 지에 관계없이, 고온 용융 코팅된 조성물은 E-빔 조사에의 노출을 통하여 경화된다.

[0038] 일부 실시 형태에서 본 발명의 방법 및 물질이 실리콘 접착 폼을 비롯한 실리콘 폼을 형성하는 데 사용될 수 있다. 실리콘 폼은 탄성, 넓은 사용 온도 안정성(예를 들어, -50℃ 내지 약 200℃), 불활성, 및 고유의 난연성을 비롯한 독특한 특성을 제공한다. 일반적으로, 실리콘 폼은 셀 성장 또는 팽창(즉, 발포 공정)과 셀 안정화(즉, 가교결합 공정)가 동시에 일어나는 공정으로 제조되어 왔다. 실리콘 폼의 가장 일반적인 셀 팽창 화학적 특성은 화학 발포제, 예를 들어가교결합 반응으로부터의 응축된 가스 부산물 또는 아조 함유 화합물에 의존한다.

[0039] 대조적으로, 본 발명의 e-빔 경화 공정의 사용을 통하여, 셀 팽창 또는 발포 공정과 셀 안정화 또는 가교결합 공정은 독립적으로 최적화될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 이는 폼 셀 크기의 균일한 분포에 의한 셀 구조에 걸친 개선된 제어로 이어질 수 있다. E-빔 경화된 실리콘 폼은 강성 비중합체성 중공 미소구체, 예를 들어 유리 버블과 열팽창성 중합체성 미소구체를 포함하는 중합체성 미소구체 둘 모두를 비롯한 미소구체를 사용하여 제조될 수 있다.

[0040] 유리 버블은 당업계에 알려져 있으며, 상업적으로 입수될 수 있고/있거나 당업계에 알려진 기술에 의해 제조될 수 있다. 유용한 유리 버블에는 쓰리엠 컴퍼니(3M company)로부터 상표명 "쓰리엠 스카치라이트 글라스 버블스(3M SCOTCHLITE GLASS BUBBLES)" (예를 들어, 등급 K1, K15, S15, S22, K20, K25, S32, K37, S38HS, K46, A16/500, A20/1000 및 D32/4500)로 입수가능한 유리 버블; 포터스 인더스트리즈(Potters Industries)로부터 상표명 "큐-셀 할로우 스피어스(Q-CELL HOLLOW SPHERES)" (예를 들어, 등급 30, 6014, 6019, 6028, 6036, 6042, 6048, 5019, 5023 및 5028)로 입수가능한 유리 버블; 및 실브리코 코포레이션(Silbrico Corp.)으로부터 상표명 "실-셀(SIL-CELL)" (예를 들어, 등급 SIL 35/34, SIL-32, SIL-42 및 SIL-43)로 입수가능한 유리 버블이 포함된다. 이러한 유리 버블은 일반적으로 평균 밀도가 0.1 g/cm<sup>3</sup> 내지 0.5 g/cm<sup>3</sup>의 범위이고, 평균 기포 크기는 5 내지 250 마이크로미터의 범위이다.

[0041] 중합체성 미소구체는 중합체성 셸(shell)을 갖는 중공 구체이다. 일부 실시 형태에서, 팽창성 중합체성 미소구체가 사용될 수 있을 것이다. 그러한 팽창성 미소구체는 중합체 셸, 및 기체, 액체 또는 조합 형태의 코어 물



질(예를 들어, 프로판, 부탄, 펜탄, 아이소부텐, 네오펜탄 및 그 조합)을 포함한다. 가열시, 셀은 연화되고 코어는 팽창되어, 셀이 파단 없이 팽창되게 한다. 냉각시, 셀은 재경화되고, 팽창성 미소구체는 팽창된 상태로 유지된다. 예시적인 열팽창성 중합체성 미소구체는 아크릴로니트릴-함유 셀 및 적합한 코어 물질을 갖는다. 유용한 팽창성 미소구체에는 헨켈(Henkel)로부터 상표명 "마이크로펄(MICROPEARL)" (예를 들어, 등급 F30, F80 및 F100)로 입수가 가능한 미소구체 및 악조-노벨(Akzo-nobel)에 의해 상표명 엑스판셀(EXPANCEL) (예를 들어, "엑스판셀 551", "엑스판셀 461" 및 "엑스판셀 091")로 시판되는 미소구체가 포함된다.

[0042] 실리콘 물질, 미소구체, 및 임의의 선택적인 첨가제가, 고온 용융 코팅되고 경화되기 전에 임의의 매우 다양한 공지된 수단에 의해 조합될 수 있다. 일반적으로, 폼에 유용한 임의의 공지된 첨가제(예를 들어, 점착성 부여제, 가소제, 염료, 안료, 충전제, 난연제, 유동 개질제, 및 계면활성제)가 또한 포함될 수 있다. 예를 들어, 일부 실시 형태에서, 믹서, 블렌더, 밀(mill), 압출기 등과 같은 통상의 장비를 사용하여 다양한 성분들이 사전 블렌딩될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 고온 용융 코팅 공정은 압출이다. 그러한 실시 형태에서, 다양한 성분들이 다양한 조합물로 또는 개별적으로, 압출기의 하나 이상의 개별 포트를 통하여 함께 첨가되고, 압출기 내에서 블렌딩되고(예를 들어, 용융 혼합되고), 압출되어 고온 용융 코팅된 조성물을 형성할 수 있다. 그것이 어떻게 형성되는 지에 관계없이, 고온 용융 코팅된 조성물은 E-빔 조사에 노출을 통하여 경화된다.

[0043] E-빔 경화를 위한 다양한 절차가 잘 알려져 있다. 경화는 전자빔을 전달하기 위해 사용되는 특정 장비에 좌우되며, 당업자는 사용되는 장비를 위한 선량 보정 모델을 정의할 수 있다.

[0044] 구매가능한 전자빔 생성 장비는 용이하게 입수가 가능하다. 본 명세서에 기술된 실시예의 경우, 방사선 프로세싱은 모델 CB-300 전자빔 생성 장치(에너지 사이언시스, 인크.(Energy Sciences, Inc.; 미국 매사추세츠주 윌밍톤 소재)로부터 입수가 가능함)에서 수행되었다. 일반적으로, 지지 필름(예를 들어, 폴리에스테르 테레프탈레이트 지지 필름)이 불활성 챔버를 통과한다. 일부 실시 형태에서, 라이너(예를 들어, 플루오로실리콘 이형 라이너(release liner))가 있는 양면("폐쇄된 면")을 갖는 비경화된 물질의 샘플이 지지 필름에 부착되고 약 6.1 m/min (20 ft/min)의 일정한 속도로 이송될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 비경화된 물질의 샘플이 하나의 라이너에 적용될 수 있으며, 라이너가 없는 반대 표면("개방된 면")을 갖는다.

[0045] 비경화된 물질은 이형 라이너를 통하여 하나의 면으로부터 E-빔 조사에 노출될 수 있다. 단층 적층 접착제 유형의 테이프를 제조하는 경우, 전자빔을 통하여 1회 패스(pass)가 충분할 수 있다. 폼 테이프와 같은 더 두꺼운 샘플은 테이프의 단면에 걸친 경화 구배를 나타낼 수 있어, 비경화된 물질을 양면으로부터 전자빔 방사선에 노출시키는 것이 바람직하도록 할 수 있다.

[0046] 실리콘 물질을 경화시키는 이전의 방법과 대조적으로, 본 발명의 방법은 촉매 또는 개시제의 사용을 필요로 하지 않는다. 따라서, 본 발명의 방법은 임의의 촉매 또는 개시제가 "실질적으로 없는" 조성물을 경화시키는 데 사용될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 조성물이 "유효량"의 촉매 또는 개시제를 포함하지 않는다면, 조성물에는 "촉매 및 개시제가 실질적으로 없다". 잘 이해되는 바와 같이, "유효량"의 촉매 또는 개시제는 촉매 또는 개시제의 유형, 경화성 물질의 조성, 및 경화 방법(예를 들어, 열 경화, UV-경화 등)을 비롯한 다양한 인자에 좌우된다. 일부 실시 형태에서, 특정 촉매 또는 개시제는 촉매 또는 개시제의 양이 조성물의 경화 시간을, 그 촉매 또는 개시제가 없는 동일한 경화 조건에서의 동일한 조성물에 대한 경화 시간에 대하여 적어도 10%만큼 감소시키지 않는다면, "유효량"으로 존재하지 않는다.

[0047] [실시예]

[0048] 하기의 실시예는 매우 다양한 실리콘 화학적 특성이 전자빔(E-빔) 조사에 의해 경화되어 감압 접착제를 얻을 수 있다는 본 발명자들의 놀라운 발견을 예시한다. 이들 E-빔 경화된 접착제의 성능은, 전통적인 경화에 필요한 촉매 또는 개시제 어느 것도 사용되지 않았더라도 전통적인 방법을 사용하여 경화된 동일한 접착제에 필적할 만하다.

[0049] 비교를 목적으로, 각각의 실리콘 화학적 특성을 이용하여 3개의 샘플, 즉 실리콘이 경화되지 않은 참조예, 촉매를 이용하여 적절한 전통적인 방법에 의해 실리콘을 경화시킨 비교예, 및 촉매 및 개시제 없이 E-빔 조사를 사용하여 실리콘을 경화시킨 본 발명의 실시예를 제조하였다. 하기의 시험에 따라 박리 점착력 및 정적 전단에 대하여 샘플을 시험하였다.

[0050] 박리 점착력 시험. 인스트론(INSTRON) 인장 시험기를 사용하여 박리 점착력을 측정하였다. 접착제 샘플을 1.27 cm의 폭 및 11.4 cm의 길이로 길게 자르고, 접착제의 주 표면들 중 하나를 이용하여 0.127 mm 두께 및 1.6 cm 폭의 알루미늄 포일 배킹(foil backing)에 적층하였다. 이어서, 생성된 테이프를 2 kg (4.5 lb)의 경질 고

무 물러의 총 4회 패스를 사용하여 깨끗한 패널에 적용하였다. 시험 전에, 실온(22℃) 및 50%의 상대 습도에서 20분 또는 3일 동안 샘플을 에이징하였다. 이어서, 패널을 인스트론 인장 시험기에 장착하고, 테이프를 30.5 cm/min의 속도로 90도 각도로 당겨 떼어내었다. 결과를 lbf/0.5 in 단위로 측정하였으며, N/cm (즉, 3.5 N/cm = 1 lbf/0.5 in)로 환산하였다.

[0051] 정적 전단 시험. 전단 시험. 2.54 cm x 1.27 cm 크기의 테이프 샘플을 2.54 cm x 5.08 cm 크기의 패널에 적층시켜 테이프 에지가 패널의 에지와 함께 동일 평면에 있도록 하였다. 패널은 테이프와 1.27 cm 중복되어 덮였으며 패널의 자유 단부는 반대 방향으로 연장하였다. 패널의 일 단부는 500 그램의 추(weight)가 다른 패널의 단부의 바닥에 걸린 채 70℃로 설정된 오븐 내의 랙(rack)에 걸어, 테이프 샘플이 전단 응력 하에 있도록 하였다. 걸린 패널로부터 바닥 패널이 해제되는 시간을 최대 10,000분까지 모니터링하였다. 파괴까지의 시간을 분 단위로 기록하였다. 10,000분 동안 견뎌낸 샘플에 대해서는, "10,000+" 값을 기록하였다.

[0052] 폴리프로필렌 패널 및 페인팅된 패널 둘 모두를 사용하여 박리 시험 및 전단 시험을 수행하였다. 폴리프로필렌 패널을 스탠다드 플래크 인크.(Standard Plaque Inc.; 미국 미시간주 델빈데일 소재)로부터 입수하였다. 페인팅된 패널은 에이씨티(ACT; 미국 미시간주 힐데일 소재)로부터의 APR46336으로서 식별되었다. 입수된 때, 이 페인팅된 패널은 전형적인 자동차 페인트 시스템을 사용하여 제조되어 있었다. 베이스 일렉트로코트(base electrocoat), 착색된 베이스 코트, 및 낮은 표면 에너지 카르바메이트 가교결합된 비착색된 아크릴계 투명 코트를 포함한 자동차 페인트 시스템을 스테인레스강 패널에 적용하였다. 생성된 시험 표면은 "아큐-다인(Accu-Dyne)" 용액을 사용하여 측정될 때 표면 에너지가 32 dyne/cm였다.

[0053] 폼 밀도 시험 절차. 폼 시트의 두께 L을 측정하였다. 나이프 커터(knife cutte)를 사용하여 폼 시트를 잘라 단면적이 2.54 cm x 2.54 cm (1 in x 1 in)인 정사각형 샘플을 형성하였다. 샘플의 중량을 g (그램) 단위로 측정하였다. 샘플의 중량을 그 부피로 나눔으로써 밀도를 계산하였으며, 여기서 부피는 샘플 두께와 그 단면적의 곱이다.

[0054] 샘플 제조에 사용된 물질이 표 1에 요약되어 있다.

[0055] [표 1]

물질의 요약.

물질	설명	공급원
DC-7658	PDMS 겹 및 수지의 분산물	다우 코닝
DC-2013	PDMS 겹 및 수지의 분산물	다우 코닝
DC-7355	PDMS 겹 및 수지의 분산물	다우 코닝
Q2-7735	PDMS 겹 및 수지의 분산물	다우 코닝
DC-7678	반응성 폴리실록산 가교결합제	다우 코닝
실-오프-4000 (Syl-Off-4000)	폴리실록산 중에 분산된 유기-백금 착물	다우 코닝
SID-3352-O	PDMS 중 50% 다이클로로벤조일 퍼옥사이드	겔레스트(Gelst)
PET-3SAC	프라이밍된(primed) 폴리에스테르 필름	미츠비시 폴리에스테르 필름(Mitsubishi Polyester Film)

[0056]

시리즈 1: DC-7658

[0057]

참조예 RE-1. DC-7658을 입수한 그대로 겹이 127 마이크로미터(5 밀(mi))인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다.

[0058]

비교예 CE-1. 125 g의 DC-7658을 유리병 안에서 0.5 g의 DC-7678 (가교결합제) 및 0.5 g의 실-오프-4000 (촉매)과 혼합하였고, 실온에서 4시간 동안 롤러 믹서 상에 올려놓았다. 혼합된 용액을 겹이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다.

[0059]

실시에 1A, 실시에 1B 및 실시에 1C. DC-7658을 입수한 그대로 겹이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다. 이어서, 건조된 샘플을 4.005 J (250 keV) 및 다양한 선량 수준: 1 Mrad (EX-1A), 5 Mrad (EX-1B) 및 9 Mrad (EX-1C)를 사용하여 50 ppm 미만의 산소 수준 하에서 E-빔 챔버를 통과시켰다.

[0060]

시리즈 2: DC-7355

[0061]

참조예 RE-2. DC-7355를 획득한 그대로 겹이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에

[0062]



코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다.

- [0063] 비교예 CE-2. 100 g의 DC-7355 및 4 g의 촉매 (SID-3352-0)를 유리병 안에서 혼합하였고, 그 후 이를 실온에서 4시간 동안 롤러 믹서 상에 올려놓았다. 혼합된 용액을 갱이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 10분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시키고, 이어서 추가 15분 동안 150℃에서 경화시켰다.
- [0064] 실시예 2A, 실시예 2B 및 실시예 2C. DC-7355를 획득한 그대로 갱이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다. 건조된 샘플을 4.005 J (250 keV) 및 다양한 선량 수준: 1 Mrad (EX-2A), 5 Mrad (EX-2B) 및 9 Mrad (EX-2C)를 사용하여 50 ppm 미만의 산소 수준 하에서 E-빔 챔버를 통과시켰다.
- [0065] 시리즈 3: Q2-7735
- [0066] 참조예 RE-3. Q2-7735를 획득한 그대로 갱이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다.
- [0067] 비교예 CE-3. 100 g의 Q2-7735 및 4 g의 SID-3352-0 (촉매)를 유리병 안에서 혼합하였고, 그 후 이를 실온에서 4시간 동안 롤러 믹서 상에 올려놓았다. 혼합된 용액을 갱이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 10분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시키고, 이어서 추가 15분 동안 150℃에서 경화시켰다.
- [0068] 실시예 3A, 실시예 3B 및 실시예 3C. Q2-7735를 획득한 그대로 갱이 127 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 건조시켰다. 건조된 샘플을 4.005 J (250 keV) 및 다양한 선량 수준: 1 Mrad (EX-3A), 5 Mrad (EX-3B), 및 9 Mrad (EX-3C)를 사용하여 50 ppm 미만의 산소 수준 하에서 E-빔 챔버를 통과시켰다.
- [0069] 시리즈 4: DC-2013
- [0070] 참조예 RE-4. DC-2013을 입수한 그대로 갱이 51 마이크로미터 (2 밀)인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다.
- [0071] 비교예 CE-4. 50 g의 DC-2013, 0.3 g의 DC-7678 (가교결합제) 및 0.3 g의 DC-4000 (촉매)을 유리병 안에서 혼합하고, 이를 실온에서 4시간 동안 롤러 믹서 상에 올려놓았다. 혼합된 용액을 갱이 51 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 15분 동안 70℃에서 오븐 내에서 즉시 경화시켰다.
- [0072] 실시예 4A, 실시예 4B 및 실시예 4C. DC-2013을 입수한 그대로 갱이 51 마이크로미터인 나이프 코터를 사용하여 PET-3SAC 필름 상에 코팅하였다. 코팅된 샘플을 4.005 J (250 keV) 및 다양한 선량 수준: 1 Mrad (EX-4A), 5 Mrad (EX-4B) 및 9 Mrad (EX-4C)를 사용하여 50 ppm 미만의 산소 수준 하에서 E-빔 챔버를 통과시켰다.
- [0073] 참조예 및 비교예와 비교한 예시적인 E-빔 접착제의 박리 점착력 및 정적 전단 성능이 표 2에 요약되어 있다.

[0074] [표 2]

접착제 샘플의 특성

시스템	예	경화	페인팅된 패널			폴리프로필렌 패널		
			박리 (20 분)	박리 (72 시 간)	70℃ 전단	박리 (20 분)	박리 (72 시 간)	70℃ 전단
DC-7658	RE-1	없음	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-1	열	4.1	4.5	10000	1.2	1.3	10000
	1A	1 Mrad	1.5	1.9	6	0.6	1.5	7
	1B	5 Mrad	3.7	4.8	10000	2.2	2.5	145
	1C	9 Mrad	3.7	3.9	10000	2.3	2.8	267
DC-7355	RE-2	없음	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-2	열	3.0	3.6	10000	3.0	3.6	10000
	2A	1 Mrad	4.1	3.6	447	2.2	2.7	3362
	2B	5 Mrad	3.3	3.3	10000	1.7	2.0	10000
	2C	9 Mrad	4.3	3.5	10000	2.1	1.8	10000
Q2-7735	RE-3	없음	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-3	열	3.4	3.6	6656	3.4	3.6	2752
	3A	1 Mrad	4.4	4.2	3422	2.8	3.7	640
	3B	5 Mrad	4.3	4.1	10000	2.6	3.2	7668
	3C	9 Mrad	4.4	4.6	10000	2.5	2.9	10000
DC-2013	RE-4	없음	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)	(c/s)	(c/s)	0 (c/s)
	CE-4	열	3.0	3.6	10000	2.4	3.1	10000
	4A	1 Mrad	0.6	0.8	0	0.5	0.5	0
	4B	5 Mrad	0.7	0.8	0	0.6	0.6	0
	4C	9 Mrad	1.2	1.3	0	1.1	1.1	0

[0075]

[0076]

일부 실시 형태에서, 본 발명의 실리콘 PSA는 폼 코어 테이프의 표피 접착제 층으로서 유용할 수 있다. 예시적인 폼 코어 테이프가 도 1에 나타나 있다. 테이프(10)는 폼 코어(20) 및 실리콘 PSA 층(30)을 포함한다. 선택적인 프라이머 층(40)이 PSA 층과 폼 코어 사이에 개재된다. 일부 실시 형태에서, 제2 접착제 층(50)이 폼 코어(20)의 반대 표면에 점착될 수 있다. 역시, 일부 실시 형태에서, 접착제 층을 폼 코어에 접합시키는 데 도움을 주기 위하여 프라이머 층이 사용될 수 있거나, 또는 도 1에 도시된 바와 같이 접착제 층(50)이 폼 코어(20)에 직접 접합될 수 있다.

[0077]

예시적인 폼 코어는 아크릴레이트, 실리콘, 폴리올레핀, 폴리우레탄, 및 고무(예를 들어, 블록 공중합체) 중 하나 이상을 포함한다. 이들 물질은 임의의 공지된 기술, 예를 들어 구체(예를 들어, 팽창성 미소구체를 포함하는, 유리 및 중합체성 미소구체)의 혼입, 거품 형성(frothing), 화학 발포제의 사용 등에 의해 발포될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 폼 코어(예를 들어, 실리콘 폼 코어)는 별도로 또는 실리콘 PSA와 동일한 단계에서 E-빔 경화될 수 있다.

[0078]

폼 코어 테이프 외에도, 본 발명의 실리콘 PSA의 일부는 내부 지지체, 예를 들어 스크림(scrim)을 갖거나 갖지 않는 자유 필름으로서 사용될 수 있다. 실리콘 PSA는 게다가 다른 단면-코팅 및 양면-코팅 테이프 구조물의 일부로서 사용될 수 있는데, 즉 지지 층, 예를 들어 종이, 중합체성 필름(예를 들어, 플루오르화 중합체, 예컨대 폴리테트라플루오로에틸렌 또는 우레탄 중합체), 또는 금속 포일에 직접적으로 또는 간접적으로 접합될 수 있다.

[0079]

표 3의 상표명으로 식별되는 다양한 구매가능한 실리콘 감압 접착제 물질을 사용하여 실리콘 표피 접착제를 갖는 폼 코어 테이프를 제조하였다.

[0080]

[표 3]

실리콘 접착제 시스템

상표명	설명	용매	고형물
실그립(SILGRIP) (등록상표) PSA518	실라놀 작용성 페닐계 폴리실록산 겜 및 수지	자일렌	56%
실그립(등록상표) PSA529	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	55%
실그립(등록상표) PSA590	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	60%
실그립(등록상표) PSA595	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	자일렌	55%
실그립(등록상표) PSA610	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	자일렌	60%
실그립(등록상표) PSA6573A	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	60%
실그립(등록상표) PSA6574	실라놀 작용성 페닐계 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	55%
실그립(등록상표) PSA910	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	60%
실그립(등록상표) PSA915	실라놀 작용성 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	60%
실그립(등록상표) PSA950	실라놀 작용성 페닐계 폴리실록산 겜 및 수지	톨루엔	55%
실그립(등록상표) SCA1000	실라놀 작용성 페닐계 폴리실록산 겜 및 수지	헥산	40%
다우 코닝(등록상표) 2013	비닐 및 하이드라이드 작용성 다이메틸 메틸 하이드로젠 실록산	--	100%
다우 코닝 (등록상표) Q2-7406	비닐 및 하이드라이드 작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌	55 내지 58%
다우 코닝 (등록상표) Q2-7735	비작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌	55 내지 58%
다우 코닝 (등록상표) DC-7658	비닐 및 하이드라이드 작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌	55 내지 58%
다우 코닝 (등록상표) DC-280A	실라놀 작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌	55 내지 57%
다우 코닝 (등록상표) DC-282	실라놀 작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌	55 내지 57%
다우 코닝 (등록상표) DC-7355	비작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌/ 톨루엔	55 내지 58%
다우 코닝 (등록상표) DC-7358	비작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌/ 톨루엔	55 내지 58%
다우 코닝 (등록상표) Q2-7566	비작용성 폴리 다이메틸실록산 겜 및 수지	자일렌/ 톨루엔	55 내지 58%

[0081]

[0082]

실리콘 물질을 프라이밍된 폴리에스테르 필름 상에 나이프-코팅하고, 15분 동안 70℃에서 건조시켜 50 마이크로미터(2 밀)의 건조 두께를 달성하였다. 생성된 테이프를 4.80 J (300 keV)의 가속 전압 및 6 Mrad의 선량으로 E-빔 조사하였다. E-빔 유닛은 광대역 커튼 유형의 전자빔 처리기(미국 아이오와주 다벤포트 소재의 퍼씨티 엔지니어드 시스템즈, 엘엘씨(PCT Engineered Systems, LLC))였다. 가교결합되지 않은 샘플 및 E-빔 가교결합된 샘플을 박리 시험(표 4a) 및 전단 시험(표 4b)에 따라 시험하였다.

[0083] [표 4a]

가교결합되지 않은 실리콘 접착제 및 E-빔 가교결합된 실리콘 접착제의 박리 접착력

샘플	박리력 (N/cm) 가교결합되지 않음				박리력 (N/cm) 6 Mrad 에서 E-빔			
	페인팅된 패널		PP 패널		페인팅된 패널		PP 패널	
	20 분	72 시간	20 분	72 시간	20 분	72 시간	20 분	72 시간
PSA518	7.1	7.7	4.8	4.3	4.3	4.0	3.0	N/A
PSA529	6.5	7.0	3.7	4.2	5.3	5.5	3.3	3.2
PSA590	5.9	6.4	3.6	4.9	5.1	4.6	4.0	3.8
PSA595	4.5	4.9	4.3	4.3	5.5	5.3	3.5	3.7
PSA610	8.9	9.8	5.0	8.4	4.5	4.3	3.0	4.0
PSA6573A	0.2	0.6	0.1	0.1	4.7	3.0	0.7	0.2
PSA6574	6.0	6.2	4.4	4.5	4.6	4.4	3.3	2.5
PSA910	4.4	5.1	4.1	4.9	4.4	4.6	2.8	3.2
PSA915	5.6	6.1	4.8	5.9	5.4	5.2	3.3	3.7
PSA950	5.5	6.4	5.1	5.8	4.3	4.3	3.0	3.0
SCA1000	3.3	4.2	2.5	3.0	2.8	3.3	2.2	2.3
DC-2013	1.0	1.3	0.7	1.1	1.1	1.4	1.3	1.3
Q2-7406	4.8	5.3	3.0	4.7	3.6	3.6	2.7	2.8
Q2-7735	4.7	5.0	3.0	4.1	4.0	3.9	2.1	2.4
DC-7658	1.3	2.1	0.5	1.6	4.0	6.4	2.9	4.0
DC-280A	4.4	5.0	3.3	3.9	3.8	3.8	2.6	2.5
DC-282	5.2	5.3	3.5	4.3	3.4	3.8	2.3	2.5
DC-7355	4.9	5.2	3.3	4.5	3.5	3.7	2.3	3.0
DC-7358	5.3	5.6	3.0	4.3	4.0	4.3	2.8	3.0
Q2-7566	5.9	6.4	3.3	5.0	3.7	3.7	2.0	2.2

[0084]

[0085] [표 4b]

가교결합되지 않은 실리콘 접착제 및 E-빔 가교결합된 실리콘 접착제의 전단 접착력

샘플	70℃ 전단 (분) 가교결합되지 않음		70℃ 전단 (분) 6 Mrad 에서 E-빔	
	페인팅된 패널	PP 패널	페인팅된 패널	PP 패널
PSA518	3	4	10,000+	62
PSA529	18	21	7436	1374
PSA590	7	10	10,000+	898
PSA595	8	11	10,000+	899
PSA610	6	9	10,000+	10,000+
PSA6573A	146	111	10,000+	10,000+
PSA6574	5	8	6879	138
PSA910	3	7	10,000+	723
PSA915	5	7	7700	608
PSA950	1	2	211	51
SCA1000	3	8	329	355
DC-2013	1	2	2	5
Q2-7406	25	25	10,000+	7243
Q2-7735	62	74	10,000+	10,000+
DC-7658	14	15	10,000+	198
DC-280A	13	13	10,000+	10,000+
DC-282	41	15	10,000+	10,000+
DC-7355	21	22	10,000+	10,000+
DC-7358	7	7	6876	732
Q2-7566	12	10	10,000+	10,000+

[0086]

[0087] 이어서, 동일한 이들 물질을 사용하여 폼 코어 테이프를 형성하였다. 실리콘 물질을 먼저 플루오로실리콘 라이너 상에 나이프-코팅하고, 15분 동안 70℃에서 건조시켜 50 마이크로미터(2 밀) 건조 두께를 달성하였다. 이어서, 건조된 실리콘 PSA에 어드헤전 프로모터(ADHESION PROMOTER) 4298UV (사이클로헥산, 자일렌, 에틸 알코올, 에틸벤젠, 에틸 아세테이트, 아크릴 중합체, 염소화 폴리올레핀, 및 아이소프로필 알코올을 함유하는 액체 프라이머; 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니로부터 입수가가능함)를 코팅하고, 아크릴릭 폼 테이프 (ACRYLIC FOAM TAPE) 5344 (중간 밀도의 아크릴 폼 코어 및 그 폼 코어의 각 면에 아크릴 접착제를 갖는 테이프; 쓰리엠으로부터 입수가가능함)에 라미네이팅하였다. 플루오로실리콘 라이너에 의해 지지되는 동안, 이들 적층체(laminate)를 4.80 J (300 keV)의 가속 전압 및 6 및 10 Mrad의 선량으로 E-빔 조사하였다. E-빔 유닛은 광대역 커튼 유형의 전자빔 처리기(미국 아이오와주 다벤포트 소재의 피씨티 엔지니어드 시스템즈, 엘엘씨)였다. E-빔 가교결합된 샘플을 박리 시험 및 전단 시험에 따라 추가로 시험하였다. 그 결과를 표 5a 및 표 5b

에 요약한다. 응집 파괴(cohesive failure)는 관찰되지 않았다.

[표 5a]

E-빔 경화된 실리콘 접착제 표피를 갖는 폼 코어 테이프에 대한 박리력

샘플	박리력 (N/m) 6 Mrad 에서 E-빔				박리력 (N/m) 10 Mrad 에서 E-빔			
	페인팅된 패넬		PP 패넬		페인팅된 패넬		PP 패넬	
	20 분	72 시간	20 분	72 시간	20 분	72 시간	20 분	72 시간
PSA518	20.7	20.2	14.8	16.7	19.4	12.2	11.1	6.8
PSA529	42.2	33.9	17.9	24.5	39.7	32.8	17.7	12.9
PSA590	23.3	22.1	12.8	14.6	22.8	24.5	11.9	11.4
PSA595	15.8	23.1	14.8	17.6	20.0	27.0	9.8	13.5
PSA610	27.1	22.3	16.8	13.1	32.9	34.2	14.9	23.6
PSA6573A	36.2	37.1	3.7	12.6	36.0	36.6	6.4	21.2
PSA6574	16.8	21.5	16.4	15.5	42.9	27.4	18.5	16.8
PSA910	15.6	17.4	13.5	9.7	19.5	21.4	10.9	15.8
PSA915	19.4	20.8	18.2	16.0	21.6	18.1	17.1	9.8
PSA950	10.4	17.2	11.1	6.4	20.9	15.1	13.0	7.0
SCA1000	11.7	17.9	11.7	13.4	17.0	25.8	12.4	16.1
DC-2013	24.0	17.0	11.1	8.0	23.4	16.0	11.1	6.9
Q2-7406	15.6	25.6	11.5	11.1	27.8	23.9	10.0	16.8
Q2-7735	31.1	31.1	15.7	19.0	14.9	27.6	10.7	15.3
DC-7658	39.4	33.8	19.5	16.1	36.4	37.1	16.7	18.1
DC-280A	25.9	12.0	15.5	7.9	21.9	23.5	13.0	9.6
DC-282	27.6	22.6	14.8	8.0	23.5	26.4	13.9	13.2
DC-7355	20.0	22.3	12.5	9.9	21.4	15.6	12.8	10.3
DC-7358	16.5	19.0	9.8	8.6	15.5	16.2	10.5	6.8
Q2-7566	7.5	11.2	10.4	5.9	14.0	11.3	3.6	9.7

[표 5b]

E-빔 경화된 실리콘 접착제 표피를 갖는 폼 코어 테이프에 대한 전단력

샘플	70℃ 전단 (분) 6 Mrad 에서 E-빔		70℃ 전단 (분) 10 Mrad 에서 E-빔	
	페인팅된 패넬	PP 패넬	페인팅된 패넬	PP 패넬
PSA518	1972	73	1581	35
PSA529	652	524	725	748
PSA590	358	200	183	107
PSA595	4352	365	3563	391
PSA610	1276	232	274	52
PSA6573A	10000+	2998	10000+	3914
PSA6574	433	144	558	60
PSA910	2240	98	1441	103
PSA915	308	85	771	173
PSA950	357	47	534	78
SCA1000	1360	576	10000+	12
DC-2013	10000+	740	10000+	161
Q2-7406	2849	328	10000+	107
Q2-7735	336	153	390	182
DC-7658	596	166	10000+	642
DC-280A	1288	490	1156	362
DC-282	368	953	398	168
DC-7355	3089	219	1309	189
DC-7358	455	28	1251	192
Q2-7566	599	49	7183	21

고온 용융 코팅된 샘플

실시에 HM-1. 1 kg의 PSA590 (모멘티브 퍼포먼스 머티리얼즈로부터 입수한 그대로 사용됨)을 1주일 동안 66℃ (150°F)에서 알루미늄 트레이 내에서 건조시켰다. 건조된 접착제를 2축 압출기(베르슈토프(Berstorff)로부터 입수가가능함) 내로 공급하고, 로터리 로드 다이 코터(rotary rod die coater)를 사용하여 플루오로실리콘 코팅된 PET 라이너 (로파렉스(Loparex)로부터의 2 CL PET 5100/5100) 상에 50 마이크로미터(2 밀) 건조 두께로 코팅하였다. 코팅된 샘플을 4.80 J (300 keV) 및 6 Mrad로 추가로 E-빔 조사하였다.

실시에 HM-1F. 실시에 HM-1의 경화된 접착제를 어드헤전 프로모터 4298UV (쓰리엠 컴퍼니로부터 입수됨)로 프 라이밍된 5666 폼 테이프 (쓰리엠 컴퍼니로부터 입수됨)의 표면에 적층함으로써 폼 코어 테이프를 제조하였다.



[0095] 60분 동안 120℃ (250°F)에서 브라벤더(Brabender) 내에서 EL 폴리머 NA (바커(Wacker)로부터 입수됨) 및 TMS-803 (바커로부터 입수됨)을 혼합함으로써 실시예 HM-2 내지 실시예 HM-7을 제조하였다. 이 혼합물을 프라이밍된 PET 필름과 플루오로실리콘 코팅된 PET 라이너 (로파렉스로부터의 2 CL PET 5100/5100) 사이에서 고온 가압 (hot press)하여 50 마이크로미터(2 밀) 두께의 비경화된 접착제 층이 되게 하였다. 이어서, 이 접착제 층에 E-빔 (4.80 J (300 keV) 및 6 Mrad)을 조사하였다.

[0096] 실시예 HM-2 내지 실시예 HM-7의 비경화된 접착제 층을 어드헤전 프로모터 4298UV (쓰리엠 컴퍼니로부터 입수됨)로 프라이밍된 5666 폼 테이프 (쓰리엠 컴퍼니로부터 입수됨)의 표면에 적층하여 실시예 HM-2F 내지 실시예 HM-7F를 제조하였다. 이어서, 생성된 구조체를 E-빔 조사 (4.80 J (300 keV) 및 6 Mrad)에 노출시켰다.

[0097] [표 6]

실시예 HM-2 내지 실시예 HM-7의 조성

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

[0098]

[0099] 고온 용융 코팅된 샘플을 박리 및 전단에 대하여 시험하였다. 그 결과를 표 7에 요약한다.

[0100] [표 7]

실시에 HM-1 내지 실시에 HM-7 및 실시에 HM-1F 내지 실시에 HM-7F의 박리 및 전단 성능

실시예	E-빔	박리력 (N/m)		전단 (분)	
	(Mrad)	MAC 에 대하여	TPO 에 대하여	MAC 에 대하여	TPO 에 대하여
HM-1	6	7.1	4.4	4585	431
HM-1F	6	20.1	11.3	643	76
HM-2	6	11.3	8.3	6490	393
	9	9.4	9.1	10000	316
	12	8.6	8.3	10000	385
	15	8.4	8.1	10000	1549
HM-2F	6	34.4	26.2	1851	810
	9	34.0	26.6	1398	500
	12	28.7	23.5	10000	938
	15	31.2	23.2	8049	1342
HM-3	6	8.4	8.1	2135	812
	9	8.2	7.8	10000	424
	12	7.4	7.4	10000	956
	15	7.2	7.0	10000	294
HM-3F	6	29.9	28.4	551	431
	9	31.6	25.8	7459	848
	12	28.1	24.8	10000	561
	15	31.5	24.1	7666	435
HM-4	6	7.0	6.9	10000	278
	9	6.8	7.1	10000	575
	12	6.7	6.4	10000	1278
	15	6.3	6.1	10000	879
HM-4F	6	25.1	21.0	1181	292
	9	32.8	23.6	2925	1261
	12	22.9	20.3	10000	284
	15	26.6	23.2	10000	175
HM-5	6	4.7	4.5	10000	416
	9	4.3	4.4	10000	2891
	12	4.1	3.7	10000	5966
	15	3.7	3.4	10000	10000
HM-5F	6	14.9	10.1	577	97
	9	14.0	11.5	939	42
	12	15.1	10.5	874	57
	15	16.5	11.1	1398	26
HM-6	6	5.5	5.0	10000	386
	9	4.8	4.6	10000	977
	12	4.5	4.2	10000	10000
	15	4.2	3.7	10000	3913
HM-6F	6	14.9	11.3	661	148
	9	18.3	13.4	1050	141
	12	16.9	11.8	34	2
	15	16.8	11.7	38	26
HM-7	6	4.6	4.3	10000	475
	9	4.0	3.9	10000	906
	12	3.4	3.3	10000	4349
	15	3.1	3.0	10000	5593
HM-7F	6	12.6	11.0	435	195
	9	15.4	11.1	343	63
	12	13.7	9.9	580	12
	15	11.9	10.0	1518	10

[0101]

[0102] 실시예 HM-8. 3800 g의 EL 폴리머 NA (바커로부터 입수됨) 및 6200 g의 TMS-803 (바커로부터 입수됨)을 260℃ (500°F)의 2축 압출기 (베르슈토르프로부터 입수가능함) 내로 공급하고, 로터리 로드 다이 코터를 사용하여 EX4011 폼 테이프 (쓰리엠 컴퍼니로부터 입수됨) 상에 50 마이크로미터(2 밀) 건조 두께 값으로 코팅하였다. 폼 테이프의 접착제 코팅된 면을 플루오로실리콘 코팅된 PET 라이너 (로파렉스로부터의 2 CL PET 5100/5100)로 덮고, 4.80 J (300 keV) 및 6 또는 12 Mrad로 E-빔 조사하였다.

[0103] 실시예 HM-9. 3400 g의 EL 폴리머 NA 및 6600 g의 TMS-803을 사용한 것을 제외하고는 실시예 HM-8의 절차에 따라 실시예 HM-9를 제조하였다.

[0104] 실시예 HM-8 및 실시예 HM-9를 2개의 기재에 대한 박리 점착력에 대하여 시험하였다. 20분 체류 후 및 48시간 체류 후, 박리력을 측정하였다.

[0105] [표 8]

실시에 HM-8 및 실시예 HM-9에 대한 박리 결과

실시예	E-빔 (Mrad)	MAC에 대한 박리력		TPO에 대한 박리력	
		20 분	48 시간	20 분	48 시간
HM-8	6	39.6	48.6	21.4	37.0
	12	26.7	39.0	19.8	25.4
HM-9	6	42.2	44.8	13.9	19.9
	12	29.4	44.2	9.1	24.7

[0106]

[0107] 폼 실시예

[0108] 전자빔 경화된 실리콘 폼을 제조하는 데 사용된 물질이 표 9에 요약되어 있다.

[0109] [표 9]

실시에 F-1 내지 실시예 F-19에 사용된 물질

물질	설명	공급원
EL-P-A	EL 폴리머 NA	바커 케미, 아게
TMS-803	MQ 점착성 부여제	바커 케미, 아게
OHX-4040	실라놀 종결된 PDMS (자이아미터(XIAMETER) OHX-4040)	다우 코닝
K-15	유리 버블	쓰리엠 컴퍼니
K-37	유리 버블	쓰리엠 컴퍼니
F100	팽창성 미소구체 (마이크로펄 F100)	헨켈
R972V	실리카 입자 (에어로실(AEROSIL) R972V)	캐보트(Cabot)

[0110]

[0111] 93℃ (200°F) 및 16 RPM에서 브라벤더 내에서 20 g의 EL 폴리머 NA, 3 g의 TMS803 및 2 g의 F100 팽창성 미소구체를 혼합함으로써 실시예 F-1을 제조하였다. 이어서, 이 혼합물을 204℃ (400°F)에서 핫 프레스(hot presser)(카르버 래버러토리 프레스(Carver Laboratory Press))를 사용하여 팽창시켰다. 생성된 1.65 mm (65 밀) 두께의 폼 시트는 유백색이며 자가 점착성이었다. 이어서, 이러한 폼 시트를 양면으로부터 4.80 J (300 keV) 및 6 Mrad로 e-빔 조사하였다. 이렇게 제조되어진 경화된 자가 점착성 실리콘 폼은 밀도가 9.75 g/in<sup>3</sup>이었다.

[0112] 표 10A 및 표 10B에 제공된 제형에 따라 폼 실시예 F-2 내지 실시예 F-19를 제조하였다. 성분들을 스피드믹서(speedmixer; DAC 600 FVZ)를 사용하여 5분 동안 2350 RPM으로 혼합하였다. 이어서, 이 혼합물을 204℃ (400°F)에서 핫 프레스(카르버 래버러토리 프레스)를 사용하여 가압하였다. 생성된 1.5 mm (60 밀) 두께의 폼 시트는 유백색이었다. 이어서, 이들 폼 시트를 양면으로부터 4.80 J (300 keV) 및 15 Mrad로 E-빔 조사하였다. 유리 버블을 사용한 샘플에 대하여 얻어진 폼 밀도가 표 10A에 요약되어 있다.

[0113] [표 10A]

실시에 F-2 내지 실시예 F-14에 대한 폼 조성 및 밀도  
(유리 버블의 첨가에 의해 생성된 폼)

실시 예	조성 (g)					밀도 (g/cc)
	EL-P-NA	OHX-4040	K-15	K-37	R972V	
F-2	--	60	--	18	--	0.67
F-3	--	40	--	24	--	0.56
F-4	--	40	6	--	--	0.61
F-5	--	40	12	--	--	0.64
F-6	--	40	6	--	1.67	0.63
F-7	--	40	6	--	3.33	0.66
F-8	--	40	6	--	6.67	0.79
F-9	40	--	3	--	--	0.83
F-10	40	--	6	--	--	0.82
F-11	40	--	12	--	--	0.86
F-12	40	--	6	--	1.67	0.87
F-13	40	--	6	--	3.33	0.89
F-14	40	--	6	--	6.67	0.91

[0114]

[0115] 팽창성 중합체성 미소구체를 사용한 샘플에 대하여 얻어진 폼 밀도가 표 9B에 요약되어 있다.

[0116] [표 10B]

실시예 F-15 내지 실시예 F-19에 대한 폼 조성 및 밀도  
(팽창성 중합체성 미소구체를 사용하여 생성된 폼)

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

[0117]

[0118]

예시적인 가교결합된 폴리실록산 폼(200)이 도 2에 도시되어 있다. 폼(200)은 가교결합된 폴리실록산 물질(210)과 전체에 걸쳐 분산된 중합체성 미소구체(220)를 포함한다. 도시되지 않았지만, 유리 버블이 중합체성 미소구체와 함께 또는 이를 대신하여 포함될 수 있을 것이다.

[0119]

일부 실시 형태에서, 본 발명의 물질 및 방법이 비작용된 실리콘 물질로부터 비감압 물질을 생성하는 데 사용될 수 있다. E-빔 가교결합된 폴리실록산 네트워크를 갖는 그러한 물질에는 비점착성 실리콘 필름을 비롯한 필름 및 코팅이 포함된다.

[0120]

#### 비점착성 필름 실시예

[0121]

약 20분 동안 200℃ 및 60 RPM에서 브라벳더 내에서 40 g의 EL 폴리머 NA 및 4 g의 캡-오-실(CAB-O-SIL) TS-720 건식 실리카 (케보트로부터 입수됨)를 혼합함으로써 실시예 NTF-1을 제조하였다. 이어서, 이 혼합물을 핫 프레스 (카르버 래버러토리 프레스)에 의해 2개의 플루오로실리콘 라이너들 (로파렉스로부터 2 CL PET 5100/5100로 입수됨) 사이에서 가압하였다. 폴리실록산 조성물을 4.80 J (300 keV) 및 10 Mrad로 전자빔 조사하였다. 생성된 0.165 mm (6.5 밀) 두께의 실리콘 필름은 투명하고 무점착이며 탄성을 나타냈다.

[0122]

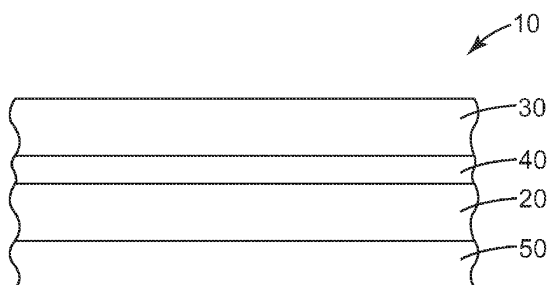
약 30분 동안 100℃ 및 60 RPM에서 브라벳더 내에서 40 g의 DMS-53 (젤레스트로부터 입수됨) 및 10 g의 캡-오-실 TS-720 건식 실리카를 혼합함으로써 실시예 NTF-2를 제조하였다. 이어서, 이 혼합물을 핫 프레스 (카르버 래버러토리 프레스)에 의해 2개의 플루오로실리콘 라이너들 (로파렉스로부터 2 CL PET 5100/5100로 입수됨) 사이에서 가압하였다. 폴리실록산 조성물을 4.80 J (300 keV) 및 10 Mrad로 전자빔 조사하였다. 생성된 0.05 mm (2 밀) 두께의 실리콘 필름은 투명하고 무점착이며 탄성을 나타냈다.

[0123]

본 발명의 범위 및 취지를 벗어나지 않고도 본 발명의 다양한 변경 및 수정이 당업자에게 명백하게 될 것이다.

## 도면

### 도면1



도면2

