



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년06월19일
(11) 등록번호 10-1530407
(24) 등록일자 2015년06월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08K 7/18 (2006.01) C08J 5/18 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01) C08L 77/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-7017491
(22) 출원일자(국제) 2009년01월05일
심사청구일자 2013년10월31일
(85) 번역문제출일자 2010년08월06일
(65) 공개번호 10-2010-0126292
(43) 공개일자 2010년12월01일
(86) 국제출원번호 PCT/US2009/030075
(87) 국제공개번호 WO 2009/089133
국제공개일자 2009년07월16일
(30) 우선권주장
61/019,699 2008년01월08일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US20070280992 A1
WO2005092286 A2
JP08311301 A
US20070031684 A1

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
우 중-성
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
파디아쓰 라그훈나쓰
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 3 항

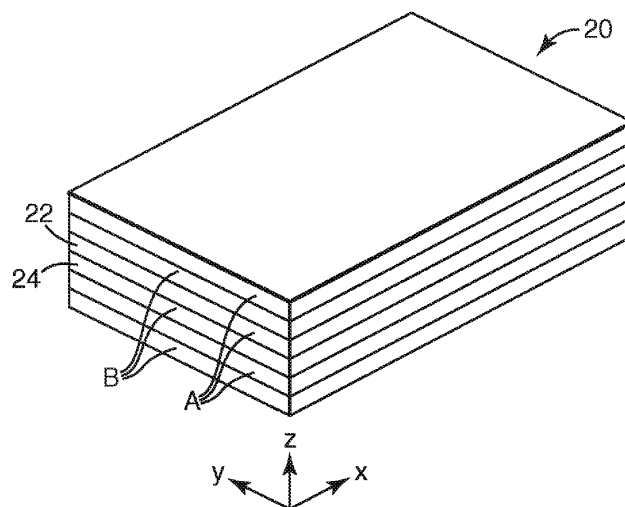
심사관 : 이흥재

(54) 발명의 명칭 나노입자 분산물, 그를 포함하는 조성물, 및 그로부터 제조된 용품

(57) 요약

분산물로서, 적어도 하나의 유기 용매; 적외선 흡수성, 전도성 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 분산물은 나노입자의 응집체(agglomerate)를 포함하고 대부분의 응집체는 평균 직경이 100 나노미터 이하인 분산물이 개시된다. 그러한 분산물을 사용하는 조성물, 필름, 용품 및 광 제어 용품이 또한 개시된다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

분산물로서,

분산물의 총 중량을 기준으로 10 중량% 내지 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매;

분산물의 총 중량을 기준으로 5 중량% 내지 80 중량%의 적외선 흡수성, 전도성, 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및

분산물의 총 중량을 기준으로 0.5 중량% 내지 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며,

분산물은 나노입자의 응집체(agglomerate)를 포함하고 과반 이상의(majority of) 응집체는 평균 직경이 100 나노미터 이하인 분산물.

청구항 2

조성물로서,

조성물의 총 중량을 기준으로 40 중량% 내지 50 중량%의 분산물; 및 10 중량% 내지 50 중량%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체를 포함하고,

상기 분산물은 분산물의 총 중량을 기준으로 10 중량% 내지 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매;

분산물의 총 중량을 기준으로 5 중량% 내지 80 중량%의 적외선 흡수성, 전도성, 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및

분산물의 총 중량을 기준으로 0.5 중량% 내지 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며,

분산물은 나노입자의 응집체(agglomerate)를 포함하고 과반 이상의 응집체는 평균 직경이 100 나노미터 이하인 조성물.

청구항 3

필름으로서,

필름의 총 중량을 기준으로 40 중량% 내지 70 중량%의 적외선 흡수성 또는 전도성인 나노입자;

필름의 총 중량을 기준으로 20 중량% 내지 40 중량%의 방사선 경화성 단량체; 및

필름의 총 중량을 기준으로 5 중량% 내지 20 중량%의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며,

가시광 투과율이 적어도 40%이고, 헤이즈(haze) 값이 3% 이하인 필름.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

발명의 설명

배경 기술

- [0001] 본 발명은 일반적으로 분산물, 그러한 분산물을 포함하는 조성물 및 그러한 분산물을 사용하여 제조된 용품에 관한 것이다.
- [0002] 매질 중에 균일하게 분포된 미세한 입자의 용액인 분산물은 많은 다양한 유형의 용품을 제조하는 데 사용된다. 용품에 필요한 분산 재료의 최종 양에 따라, 소량의 분산 재료를 갖는 분산물만이 오직 안정한 경우에는 공정 중에 첨가되어야 하는 분산물의 양이 상당할 수 있다. 이러한 이유로, 분산물을 사용하는 공정에서는 더 고도로 로딩된 분산물이 유리하여, 그에 의해 공정 중에 첨가되어야 하는 분산물의 부피를 감소시킬 수 있다. 그러나, 이러한 더 고도로 로딩된 분산물은 흔히 더 낮은 안정성을 갖는다. 이러한 공정은 실온에서 장기간의 안정성을 또한 갖는 더 고도로 로딩된 분산물을 사용하여 상당히 더 효율적이며 비용 효과적으로 될 수 있다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

- [0003] 분산물로서, 분산물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매; 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 적외선 흡수성, 전도성 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및 분산물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 분산물은 나노입자의 응집체(agglomerate)를 포함하고 대부분의 응집체는 평균 직경이 60 나노미터 이하인 분산물이 본 명세서에 개시된다.
- [0004] 분산물로서, 분산물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매; 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 적외선 흡수성 또는 전도성인 나노입자; 및 분산물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 30 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 분산물은 나노입자의 응집체를 포함하고 대부분의 응집체는 평균 직경이 100 나노미터 이하인 분산물이 본 명세서에 개시된다.
- [0005] 조성물로서, 조성물의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 50 중량%의 분산물; 및 약 10 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체를 포함하고, 상기 분산물은 분산물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매; 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 적외선 흡수성, 전도성 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및 분산물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 분산물은 나노입자의 응집체를 포함하고 대부분의 응집체는 평균 직경이 60 나노미터 이하인 조성물이 본 명세서에 개시된다.
- [0006] 조성물로서, 조성물의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 50 중량%의 분산물; 약 10 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체; 및 조성물의 총 중량을 기준으로 약 1 중량% 내지 약 50 중량%의 제2 유기 용매를 포함하고, 상기 분산물은 분산물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 95 중량%의 적어도 하나의 유기 용매; 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 적외선 흡수성, 전도성 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두인 나노입자; 및 분산물의 총 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 분산물은 나노입자의 응집체를 포함하고 대부분의 응집체는 평균 직경이 60 나노미터 이하인 조성물이 본 명세서에 개시된다.
- [0007] 필름으로서, 필름의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 70 중량%의 적외선 흡수성 또는 전도성인 나노입자; 필름의 총 중량을 기준으로 약 20 중량% 내지 약 40 중량%의 방사선 경화성 단량체; 및 필름의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 20 중량%의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하며, 가시광 투과율이 적어도 40%이고, 헤이즈(haze) 값이 약 3%이하인 필름이 본 명세서에 개시된다.
- [0008] 제1 중합체 유형과 제2 중합체 유형의 교번하는 층들을 갖는 적외선 광 반사 다층 필름; 및 다층 필름 상에 배치된 적외선 흡수 층을 포함하고, 적외선 흡수 층은 층의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 70 중량%의 적외선 흡수성 또는 전도성인 나노입자; 층의 총 중량을 기준으로 약 20 중량% 내지 약 40 중량%의 방사선 경화된 중합체; 및 층의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 20 중량%의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하는, 용품이 본 명세서에 개시된다.
- [0009] 제1 중합체 유형과 제2 중합체 유형의 교번하는 층들을 갖는 적외선 광 반사 다층 필름; 다층 필름 상에 배치된

적외선 흡수 층; 및 적외선 광 반사 다층 필름에 인접하게 배치된 기체를 포함하고, 적외선 흡수 층은 층의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 70 중량%의 적외선 흡수성 또는 전도성인 나노입자; 층의 총 중량을 기준으로 약 20 중량% 내지 약 40 중량%의 방사선 경화된 중합체; 및 층의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 20 중량%의 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체를 포함하는, 적외선 광원으로부터의 적외선 광을 차단하기 위한 광 제어 용품이 본 명세서에 개시된다.

도면의 간단한 설명

[0010] 본 발명은 다양한 실시 형태에 대한 하기의 상세한 설명을 첨부 도면과 관련하여 고려하면 보다 완전하게 이해될 수 있다.

<도 1>

도 1은 다층 필름의 사시도.

<도 2>

도 2는 태양광 조절 다층 필름 용품의 실시 형태를 개략적으로 도시한 도면.

<도 3>

도 3은 태양광 조절 다층 필름 용품의 다른 실시 형태를 개략적으로 도시한 도면.

본 발명은 다양한 변형 및 대안적인 형태로 용이하게 개조될 수 있지만, 본 발명의 상세 사항은 도면에 예로서 도시되었고 상세히 기술될 것이다. 그러나, 본 발명은 설명된 특정 실시 형태들로 본 발명을 제한하는 것이 아님을 이해하여야 한다. 오히려, 본 발명은 본 발명의 정신 및 범주 내에 포함되는 모든 변형, 등가물 및 대안을 포함하고자 한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] "중합체" 또는 "중합체성"이라는 용어는 중합체, 공중합체(예를 들어, 둘 이상의 상이한 단량체를 이용하여 형성된 중합체), 올리고머 및 그 조합뿐만 아니라, 중합체, 올리고머 또는 공중합체를 포함하는 것으로 이해될 것이다. 달리 표시되지 않는 한, 블록, 그래프트 및 랜덤 공중합체가 포함된다.

[0012] 달리 표시되지 않는 한, 본 명세서 및 특허청구범위에 사용되는 특징부의 크기, 양 및 물리적 특성을 표현하는 모든 숫자는 모든 경우에 "약"이라는 용어로 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 표시되지 않는 한, 전술한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 기재된 수치적 파라미터는 당업자가 본 명세서에 개시된 교시를 이용하여 얻고자 하는 원하는 특성에 따라 변할 수 있는 근사치이다.

[0013] 분산물 또는 조성물과 관련하여 사용되는 바와 같이, "X에 대해 ~ 중량%" 또는 "X를 기준으로 ~ 중량%"의 특정 성분은 X의 양(중량 기준)에 대한 분산물 또는 조성물 중의 특정 성분의 양(중량 기준)을 말한다. 예를 들어, "총 조성물에 대해 ~ 중량%의 A"는 조성물의 모든 성분들의 중량(중량 A + 중량 B +... 중량 Z)에 대한 A의 중량을 말하며; 또는 "B에 대해 ~ 중량%의 A"는 B의 중량에 대한 A의 중량(중량 A/ 중량 B)을 말한다.

[0014] "인접한"이라는 용어는 하나의 요소가 다른 요소에 아주 근접해 있는 것을 말하며, 요소들이 서로 접촉하는 것을 포함하고, 또한 요소들 사이에 배치된 하나 이상의 층에 의해 요소들이 분리되어 있는 것을 포함한다.

[0015] 종점(endpoint)에 의한 수치 범위의 언급은 그 범위 내에 포함되는 모든 수(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.80, 4 및 5를 포함함)와 그 범위 내의 임의의 범위를 포함한다.

[0016] 본 명세서 및 첨부된 청구의 범위에 사용될 때, 단수형은 그 내용이 명백하게 달리 지시하지 않는 한 복수의 지시 대상을 포함한다. 따라서, 예를 들어, "용매"를 포함하는 조성물에 대한 언급은 둘 이상의 용매들을 포함한다. 본 명세서 및 첨부된 특허청구범위에서 사용되는 바와 같이, "또는"이라는 용어는 일반적으로 그 내용이 명백하게 다르게 지시하지 않는 한 "및/또는"을 포함하는 의미로 이용된다.

[0017] 본 발명은 수많은 이점을 제공할 수 있는 분산물을 예시한다. 본 명세서에 기재된 분산물은 비교적 고도의 로딩량을 가질 수 있으나 여전히 비교적 소량의 분산제를 사용하며, 실온에서 장기간 안정성을 가질 수 있으며, 작은 응집체 크기뿐만 아니라 실온에서 그의 제형을 가질 수 있다.

[0018] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 비교적 고도의 로딩량의 입자를 제공할 수 있다. 분산물 내에 로딩되

는 분산 입자 양이 더 많을수록 더 적은 부피의 분산물의 사용이 가능하다. 순수 부피 차이(sheer volume difference), 더 긴 혼합 시간, 및 더 많은 양의 외래 성분(예를 들어, 용매 등)의 첨가로 인해, 더 작은 부피의 분산물이 첨가되어야만 하는 공정이 더 큰 부피의 분산물이 첨가되어야만 하는 공정과 비교하여 일반적으로 더 유리하다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 재료 로딩이 분산물의 총 중량을 기준으로 70 중량%만큼 클 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 재료 로딩이 분산물의 총 중량을 기준으로 60 중량%만큼 클 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 재료 로딩이 분산물의 총 중량을 기준으로 40 중량%만큼 클 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 재료 로딩이 분산물의 총 중량을 기준으로 30 중량%만큼 클 수 있다.

[0019] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 재료 로딩이 클 수 있지만 여전히 비교적 소량의 분산제를 사용한다. 분산제는 분산물의 다른 성분들과 비교할 때 비교적 고가이기 때문에 더 적은 양의 분산제가 유리할 수 있다. 분산제는 단지 가공 관점에서만 유리하며 일반적으로 분산물을 사용하여 제조되는 용품의 최종 특성을 향상시키는 것은 아니기 때문에 추가 비용은 또한 바람직하지 않다. 적은 양의 분산제는 또한 그가 사용될 최종 조성물에 의해서 흔히 결정된다. 예를 들어, 용품의 필수적인 최종 특성에 의해서 많은 양의 분산 재료가 결정되고 많은 양의 구조 성분이 결정되는 경우에, 분산제를 위해서는 매우 적은 "여유(room)"가 남게 된다. 특정 실시예로서, 분산물이 적외선 흡수 필름을 제조하는 데 사용될 예정인 경우, 필요한 양의 적외선 광을 흡수하기 위해서는 분산 재료의 양이 비교적 많아야만 할 것이며(예를 들어, 60 중량%); 조성물은 그의 박막에 기계적 특성을 제공하기에 충분한 중합체성 재료를 가져야만 할 것이다(예를 들어, 30 중량%). 이러한 구성은 분산제를 위해서는 단지 최대 약 10 중량%를 남겨둘 것이다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 최종 조성물을 기준으로 일반적으로 최대 10 중량%의 분산제를 가질 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 다른 분산물은 최종 조성물을 기준으로 일반적으로 최대 20 중량%의 분산제를 가질 수 있다.

[0020] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 비교적 장기간의 안정성을 갖는다. 장기간 동안의 분산물의 안정성은 분산물이 필요한 시점보다 앞서서 분산물을 제형화하거나 입수하는 것을 가능하게 하며, 이는 제조 공정의 실행계획(logistics)을 더 용이하게 할 수 있기 때문에 유리할 수 있다. 장기간의 안정성은 또한 프로세서가 분산물을 그 안에 유지하는 것을 가능하게 할 수 있어서 제조시 유연성을 제공할 수 있다. 장기간의 실온 안정성은 또한 분산물이 한 장소에서 제조된 후 옮겨져서 다른 장소에서 사용되는 것을 가능하게 한다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 일반적으로 장기간의 안정성을 갖는다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 실온(약 64 °F 내지 약 73 °F 범위의 온도)에서 보관시 일반적으로 적어도 1개월 동안 안정하다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 실온에서 보관시 적어도 2개월 동안 안정할 수 있다.

[0021] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "안정한" 분산물은 일정 기간, 예를 들어, 1일, 또는 1개월 동안, 예를 들어, 일련의 소정 조건 - 예를 들어, 실온, 대기압, 및 극심한 전자기력의 부재 - 하에서 정지한(standing) 후에 콜로이드성 나노입자, 또는 응집체가 추가로 유의하게 응집하지 않는 분산물이다. 응집체가 용액 중에 유지될 수 없을 정도로 크게 성장하게 하는 과도한 응집에 의해서 분산 재료가 불안정한 분산물로부터 "침강(fall out)"할 수 있다.

[0022] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 또한 대규모 제조 공정으로 용이하게 규모가 조정되는 기술을 사용하여 실온에서 제형화될 수 있다. 이는 분산물이 기후 조절(climate control) 없이 제조될 수 있으며 표준 기술을 사용하여 성취될 수 있기 때문에 이점을 제공할 수 있다. 이러한 특성은 분산물 및 분산물을 사용한 용품의 제조를 더욱 비용 효과적으로 만들 수 있으며 덜 숙련된 작업자를 요구한다.

[0023] 본 명세서에 기재된 분산물은 응집체를 포함한다. 응집체는 분산물의 형성 동안 및/또는 후에 반 데르 발스 힘, 화학 결합, 또는 그 조합 중 어느 하나에 의해서 둘 이상의 입자가 함께 결합하는 경우에 형성된다. 분산물 중의 응집체는 상이한, 비-균일한 직경을 가질 수 있다. 일반적으로, 사용될 수 있는 분산물에서는 대부분의 응집체가 1 마이크로미터 미만의 평균 직경을 갖는다. 흔히, 사용될 수 있는 분산물은 응집체의 직경의 쌍봉 분포 또는 단봉 분포를 가질 것이다. 그러나, 분포에 상관없이, 사용되는 분산물은 1 마이크로미터 미만의 직경을 갖는 응집체를 더 큰 직경을 갖는 응집체보다 더 많이 갖는다. 일 실시 형태에서, 사용될 수 있는 분산물은 평균 직경이 100 nm 이하인 대부분의 응집체를 포함한다. 일 실시 형태에서, 사용될 수 있는 분산물은 평균 직경이 60 nm 이하인 대부분의 응집체를 포함한다. 다른 실시 형태에서, 사용될 수 있는 분산물은 평균 직경이 50 nm 이하인 대부분의 응집체를 포함한다. 일 실시 형태에서, 사용될 수 있는 분산물은 평균 직경이 30 nm 이하인 대부분의 응집체를 포함한다.

[0024] 용액의 응집체 크기는 본 기술 분야의 숙련자에게 잘 알려진 바와 같이 결정될 수 있다. 한 가지 예시적인 응

집체 크기 결정 방법은 회절 입자 크기 분석기(Diffraction Particle Size Analyzer), 예를 들어, LA-910 레이저 산란 입자 크기 분포 분석기(Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer)(미국 캘리포니아주 어빈 소재의 호리바 인스트루먼츠, 인크.(Horiba Instruments, Inc.))의 사용을 포함한다. 다른 예시적인 응집체 크기 결정 방법은 제타사이저 나노 지에스(Zetasizer Nano ZS)(영국 우스터셔 소재의 말번 인스트루먼츠(Malvern Instruments)) 분석기의 사용을 포함한다.

[0025] 일 실시 형태에서, 분산물은 나노입자와 분산물의 적어도 하나의 다른 성분을 초기에 혼합한 다음 고도의 전단력 또는 마찰에 의해서 혼합물을 분산시켜 형성된다. 본 기술 분야의 숙련자에게 알려진 임의의 방법을 사용하여 달성될 수 있다. 초기 혼합 단계의 기능은 후속 공정을 위해 대규모로 유통가능한 조성물을 생성하고 큰 응집체를 감소시키는 것이다. 본 명세서를 읽은 본 기술 분야의 숙련자는 또한 초기 혼합 단계가 제외될 수 있으며, 조성물 중에 재료들을 분산시키는 단계가 균질한 용액을 생성하는 기능을 할 수 있음을 이해할 것이다.

[0026] 초기 혼합 단계는 혼합 장치의 사용을 포함하지만 이로 한정되지 않는 본 기술 분야의 숙련자에게 알려진 임의의 방법을 사용하여 달성될 수 있다. 초기 혼합 단계의 기능은 후속 공정을 위해 대규모로 유통가능한 조성물을 생성하고 큰 응집체를 감소시키는 것이다. 본 명세서를 읽은 본 기술 분야의 숙련자는 또한 초기 혼합 단계가 제외될 수 있으며, 조성물 중에 재료들을 분산시키는 단계가 균질한 용액을 생성하는 기능을 할 수 있음을 이해할 것이다.

[0027] 나노입자와 분산물의 적어도 하나의 다른 성분의 선택적인 초기 혼합 후에, 혼합물을 분산시킨다. 일반적으로, 분산 단계의 기능은 1 마이크로미터 미만의 직경을 갖는 대부분의 응집체를 포함하는 분산물을 형성하는 것이다. 출발 재료로부터 이러한 조성물을 생성할 수 있는 임의의 방법이 본 발명에 사용될 수 있다. 일반적으로, 직경이 50 nm 미만인 나노입자를 포함하는 용액을 사용하여 대부분의 응집체 크기가 서브미크론(submicron) 초과인 용액을 형성할 수 있다. 분산 단계는 초음파분쇄기(ultrasonicator)(예를 들어, 미국 뉴욕주 파밍데일 소재의 미소닉스(Misonix) 또는 버소닉 울트라소닉(VirSonic Ultrasonic), VirTis - 미국 뉴욕주 가디너 소재의 에스피 인터스트리즈 컴퍼니(SP Industries Company)), 마이크로플루이다이저(microfluidizer)(등록상표)(예를 들어, 미국 매사추세츠주 뉴턴 소재의 마이크로플루이딕스 코포레이션(Microfluidics Corp.)), 균질화기(예를 들어, 미국 미네소타주 미니애폴리스 소재의 에이퍼브이 가울린(APV Gaulin)으로부터의 가울린 15 MR-8TA 균질화기), 미디어 밀(예를 들어, 미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 네츠슈 인코포레이티드(Netzsch Incorporated)로부터의 미니서(MiniCer)), 또는 고전단 혼합(예를 들어, 미국 델라웨어주 월밍턴 소재의 아이케이에이 워크스, 인크.(IKA Works, Inc.)로부터의 울트라-투락스(Ulta-Turrax) 혼합기)의 사용을 포함하지만 이로 한정되지 않는, 본 기술 분야의 숙련자에게 알려진 임의의 방법을 사용하여 달성될 수 있다.

[0028] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 일반적으로 원하는 입자 크기가 얻어질 때까지 혼합, 분산, 또는 그 조합으로 처리될 수 있다. 본 명세서에 기재된 일부 분산물은 약 10분, 약 20분, 약 30분, 약 45분, 약 60분, 약 90분, 약 150분, 약 180분, 약 210분, 약 240분, 또는 일부 다른 시간량 동안 혼합될 수 있다.

[0029] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 일반적으로 적어도 하나의 용매, 나노입자, 및 적어도 하나의 분산제를 포함한다. 분산물의 일례는 적어도 하나의 용매, 나노입자, 및 적어도 하나의 분산제를 포함하며, 여기서, 분산물은 나노입자의 응집체를 포함하고, 대부분의 응집체는 평균 직경이 100 나노미터 이하이다. 분산물의 다른 예는 적어도 하나의 용매, 나노입자, 및 적어도 하나의 분산제를 포함하며, 여기서, 분산물은 나노입자의 응집체를 포함하고, 대부분의 응집체는 평균 직경이 60 나노미터 이하이다. 중합성 단량체, 예를 들어, 아크릴레이트와 같은 다른 선택적인 성분이 또한 분산물에 첨가될 수 있다.

[0030] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 적어도 하나의 용매를 포함한다. 분산물에 포함되는 적어도 하나의 용매는 나노입자가 현탁되는 매질로서 기능한다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 적어도 하나의 유기 용매를 포함한다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 적어도 하나의 극성 유기 용매를 포함한다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 1-메톡시-2-프로판올(본 명세서에서는 "PM"으로 지칭함), 메틸 에틸 케톤(본 명세서에서는 "MEK"로 지칭함), 메틸 아이소부틸 케톤(MIBK), 부틸 아세테이트, 메틸 프로필 아세테이트(MPA), 메틸 아이소아밀 케톤(MIAK), 아세톤, EEP/MEK 또는 그 조합을 포함한다. 다른 예시적인 분산물은 에스테르와 케톤의 혼합물을 포함한다.

[0031] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 90 중량%의 적어도 하나의 용매를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 15 중량% 내지 50 중량%의 적어도 하나의 용매를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 20 중량% 내지 30 중량%의 적어도 하나의 용매를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 25 중량%의 적어도 하나

의 용매를 포함할 수 있다.

- [0032] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 나노입자를 포함한다. 나노입자는 일반적으로 적외선 흡수성, 전도성, 또는 적외선 흡수성 및 전도성 둘 모두이다. 일례에서, 나노입자는 일반적으로 분산물을 사용하여 제조되는 용품에 적외선 흡수성 또는 전도성 특성을 제공하는 기능을 한다.
- [0033] 나노입자가 적외선 흡수 입자인 예에서, 적외선 광 흡수 입자는 허용가능한 수준의 헤이즈(haze)를 갖는 용품을 생성하도록 선택될 수 있다. 일반적으로, 광학층 중의 입자는 입자 크기가 증가함에 따라 헤이즈에 영향을 미치기 시작한다. 일 실시 형태에서, 관련 파장(즉, 가시광)보다 10배 더 작은 입자는 층의 헤이즈에 허용불가능한 정도로 영향을 주지는 않을 것이다. 이러한 일 실시 형태에서는, 헤이즈 값이 약 5% 이하인 용품이 일반적으로 허용가능한 것으로 간주된다. 다른 예에서는, 헤이즈 값이 약 3% 이하인 용품이 일반적으로 허용가능한 것으로 간주된다.
- [0034] 일 실시 형태에서, 적외선 광 흡수 입자는 금속 산화물 입자를 포함한다. 분산물이 적외선 흡수 층을 제조하는데 사용될 예에서는, 입자의 다른 광학 특성이 중요해진다. 산화물 나노입자는 전형적으로 유색이며 전자기 스펙트럼의 다양한 부분에서 흡수한다. 광학 용품은 고도의 가시광 투과율을 갖는 반면에 가능한 많은 적외선 방사선을 거부하는 것이 바람직할 수 있다. 적외선 방사선은 일반적으로 780 nm 내지 2500 nm 사이의 전자기 방사선을 말한다. 일 실시 형태에서, 금속 산화물 나노입자(예를 들어, 하기에 예시된 것들)의 농도는 일반적으로 1800 nm 초과와 파장에서 거의 100%의 소광(extinction)이 달성되도록 선택되며; 다른 실시 형태에서는, 1500 nm 초과와 파장에서 100%의 소광이 달성되도록 선택된다. 이러한 농도에서는, 적어도 50%의 가시광 투과율이 요구되며; 다른 실시 형태에서는, 적어도 70%의 가시광 투과율이 요구된다.
- [0035] 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물에서 적외선 흡수 입자로서 사용될 수 있는 예시적인 금속 산화물 나노입자는 주석, 안티몬, 인듐 및 아연 산화물 또는 도핑된 산화물을 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, 금속 산화물 나노입자에는 주석 산화물, 안티몬 산화물, 인듐 산화물, 인듐 도핑된 주석 산화물, 안티몬 도핑된 인듐 주석 산화물, 안티몬 주석 산화물, 및 안티몬 도핑된 주석 산화물 또는 그 혼합물이 포함된다. 일부 실시 형태에서, 금속 산화물 나노입자에는 주석 산화물 또는 도핑된 주석 산화물이 포함되며, 선택적으로 안티몬 산화물 및/또는 인듐 산화물이 추가로 포함된다. 나노입자는 예를 들어, 약 1 내지 약 100, 약 4 내지 약 50, 약 10 내지 약 20, 또는 약 15 나노미터와 같은 임의의 유용한 크기일 수 있다. 일부 실시 형태에서, 금속 산화물 나노입자는 중합체성 재료 중에 분산되거나 하부의 입자 상에 코팅된 안티몬 주석 산화물, 또는 도핑된 안티몬 주석 산화물을 포함한다.
- [0036] 일 실시 형태에서, 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물은 원하는 양의 적외선 흡수를 전달하는 용품을 제공하기에 충분한 양의 적외선 흡수 입자를 포함한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 적외선 흡수 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 범위로 존재한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 적외선 흡수 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 75 중량%의 범위로 존재한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 적외선 흡수 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 50 중량% 내지 약 70 중량%의 범위로 존재한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 적외선 흡수 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 60 중량% 내지 약 70 중량%의 범위로 존재한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 적외선 흡수 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 60 중량% 내지 약 80 중량%의 범위로 존재한다.
- [0037] 전도성 입자를 갖는 용품을 제조하는 데 사용될 수 있는 예시적인 분산물에서, 나노입자의 양은 적어도 일부분 최종 용품에 요구되는 전도성 수준에 기초하여 선택될 수 있다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 전도성 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 80 중량%의 범위로 존재할 수 있다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 전도성 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 40 중량% 내지 약 75 중량%의 범위로 존재할 수 있다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물의 예에서, 전도성 입자는 분산물의 총 중량을 기준으로 약 50 중량% 내지 약 70 중량%의 범위로 존재할 수 있다.
- [0038] 본 명세서에 개시된 분산물은 적어도 하나의 분산제를 포함한다. 분산제는 일반적으로 입자와 매질(용매 및/또는 단량체/중합체)을 상용성(compatible)이 되게 하여 입자가 응집을 하는 것을 방지할 수 있는 계면층을 생성한다. 분산제는 일반적으로 적어도 2가지 상이한 종류의 기를 포함하는 데, 하나는 한 성분과 결합하고 하나는 다른 성분과 결합한다. 본 명세서에 개시된 바와 같은 분산물에 사용될 수 있는 분산제에는 폴리카프로락톤-폴리아민 공중합체 및 폴리카프로락톤-다중산 공중합체가 포함된다.

[0039] 염기성 정착 기(basic anchoring group)를 갖는 중합체성 분산제를 포함하는 분산물에서, 사용될 수 있는 분산제를 더욱 구체적으로 설명하기 위해 염기 등가(base equivalence)가 사용될 수 있다. 염기 등가는 분산제의 염기성 기를 적정하는데 필요한 산의 양이며, 분산제의 염기 농도의 척도이다. 염기 등가(BE) 수치가 클수록 분산제 상의 염기 기를 적정하는 데 더 적은 산이 필요하며 따라서 분산제가 약하게 염기성임을 의미하고; 반대로, BE 수치가 작을수록 분산제 상의 염기 기를 적정하는 데 더 많은 산이 필요하며 따라서 분산제가 강하게 염기성임을 의미한다.

[0040] 분산제의 BE를 평가하는 한 가지 방법은 하기와 같다. 10 방울의 브로모페놀 블루 지시약(0.2% w/w) 및 0.1 ml의 N/10 염산(0.1 M)을 100 ml 다이클로로메탄(AR 등급) 및 100 ml 아이소프로판올(AR 등급, 브로모페놀 블루 지시약에 대해 미리 중화됨)의 용액에 첨가하여 블랭크(blank) 용액을 제조한다. 시험할 샘플의 양을 정확히 칭량하여 250 ml 플라스크에 넣고 100 ml의 다이클로로메탄(AR 등급)을 첨가하여 샘플 용액을 제조한다. 샘플을 완전히 용해될 때까지 자석 교반기(백색 교반 막대 사용 - 유색 교반 막대는 종말점 결정에 영향을 줄 것임)로 교반한다(그러나, 가열하지는 않는다). 이어서, 100 ml의 아이소프로판올(AR 등급) 및 10 방울의 브로모페놀 블루 지시약(0.2% w/w)을 샘플에 첨가한다. 이어서, 샘플을 블랭크 용액이 나타내는 색상과 대등한 밝은 황색 종말점까지 N/10 염산(0.1 M)으로 적정한다. 염기 등가(BE)는 하기 식으로 얻어진다:

$$\left(\frac{10000 \times \text{샘플중량}}{\text{적정값} \times F} \right) = \text{염기 등가}$$

[0041]

[0042] 여기서, F는 0.1 M HCl의 역가(factor)이다.

[0043]

예시적인 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제는 BE가 약 680 내지 약 820이다.

[0044]

폴리아민 기를 포함하는 중합체성 분산물에서는, 분산물에 사용될 수 있는 분산제를 더욱 구체적으로 설명하기 위하여 아민 몰 비가 또한 사용될 수 있다. 아민 몰 비는 중합체성 분산제 중의 아민 함유 기의 상대적인 수를 설명하며, 염기로서의 중합체의 세기를 나타낸다. 아민 몰 비는 분산제의 핵자기공명(NMR) 분석에 기초하여 결정될 수 있다. 샘플을 NMR로 시험하고, 아민 작용기에 기인하는 피크들을 적분하고, 그 피크들의 면적을 분산제의 다른 피크들의 면적과 비교하여 다른 피크에 대한 아민 피크의 비를 얻는다. 예시적인 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제는 아민 몰 비가 약 20 내지 약 30이다. 예시적인 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제는 아민 몰 비가 약 23 초과이다. 예시적인 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제는 아민 몰 비가 약 25 초과이다.

[0045]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물 중에 사용될 수 있는 특정 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제는 루브리졸(Lubrizol) 솔플러스(SOLPLUS)(등록상표) D510, 루브리졸 솔스퍼스(SOLSPERSE)(등록상표) 39000, 루브리졸 솔스웰스(등록상표) 38500, 루브리졸 솔스웰스(등록상표) 32000, 루브리졸 솔스웰스(등록상표) 24000, 또는 그 조합을 포함하지만 이로 한정되지 않는다.

[0046]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 25 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 20 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 12.5 중량% 내지 약 17.5 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제를 포함할 수 있다.

[0047]

폴리카프로락톤-다중산 공중합체 분산제를 포함하는 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-다중산 공중합체를 더욱 구체적으로 설명하기 위하여 산가(acid value)가 사용될 수 있다. 산가는 분산제의 산성 기를 적정하는 데 필요한 염기의 양이며, 분산제의 산 농도의 척도이다. 산가(AV) 수치가 클수록 분산제 상의 산성 기를 적정하는 데 더 많은 염기가 필요하며 따라서 분산제는 강하게 산성임을 의미하고; 반대로, AV 수치가 작을수록 분산제 상의 산성 기를 적정하는 데 더 적은 염기가 필요하며 따라서 분산제가 약하게 산성임을 의미한다.

[0048]

분산제의 산가(AV)를 평가하는 한 가지 방법은 하기와 같다. 우선, 지시약으로서 페놀프탈레인을 사용하여 25.0 ml의 0.1 M 염산을 수산화칼륨 알코올 용액(50부(부피 기준) 톨루엔(AR 등급), 25부(부피 기준) 에탄올 640P(AR 등급), 및 25부(부피 기준) n-부탄올(AR 등급))으로 적정하여 수산화칼륨(KOH) 알코올 용액의 역가를 결정하여야 한다. KOH 알코올 용액의 역가는 다음과 같이 얻어진다:

$$\frac{25.0 \times F}{\text{적정값}} = \text{KOH 역가}$$

[0049]

여기서, F는 0.1 M 염산의 역가이다.

[0050]

[0051]

4.0 내지 5.0 g의 샘플을 정확히 칭량하여 건조된 250 ml 원뿔형 플라스크에 넣고, 0.1 M KOH 알코올 용액을 사용하여 페놀프탈레인에 대해 미리 중화된 100 ml의 혼합 용매(50부(부피 기준) 톨루엔(AR 등급), 25부(부피 기준) 에탄올 640P(AR 등급), 및 25부(부피 기준) n-부탄올(AR 등급))에 용해하여 샘플 용액을 제조한다. 이어서, 지시약으로서 페놀프탈레인을 사용하여 이 용액을 0.1 M KOH 알코올 용액으로 적정한다. 이어서, 샘플의 산가를 하기 식에 의해 계산한다:

$$\frac{\text{적정값} \times \text{KOH 역가} \times 5.61}{\text{샘플의 중량}} = \text{산가(mg KOH/g)}$$

[0052]

예시적인 분산물에서, 사용될 수 있는 폴리카프로락톤-다중산 분산제는 산가가 약 200 내지 약 240이다.

[0053]

[0054]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물 중에 사용될 수 있는 특정 폴리카프로락톤-다중산 분산제는 루브리졸 솔플러스(등록상표) D520, 솔스펠스 36000, 및 솔스펠스 41000을 포함하지만 이로 한정되지 않는다.

[0055]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물의 중량을 기준으로 약 0.5 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-다중산 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 5 중량% 내지 약 25 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-다중산 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 20 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-다중산 분산제를 포함할 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물의 일례는 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 12.5 중량% 내지 약 17.5 중량%의 적어도 하나의 폴리카프로락톤-다중산 분산제를 포함할 수 있다.

[0056]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 선택적으로 아민 개질된 아크릴레이트를 포함할 수 있다. 분산물이 아크릴레이트와 조합되는 실시 형태에서, 아민 개질된 아크릴레이트의 첨가는 동시에 나노입자의 표면에 흡착하고 그의 아크릴레이트 사슬을 분산물 내에 현탁시키는 기능을 할 수 있으며, 이는 분산물 및 그 성분들이 조합되는 아크릴레이트와 화학적으로 반응하게 할 수 있다. 일반적으로, 임의의 아민 개질된 아크릴레이트(AMA)가 분산물과 조합될 수 있다. 일반적으로, AMA의 사슬 길이는 입자 표면을 쉽게 이탈할 너무 긴 사슬 길이의 AMA와 매질에 대한 입자의 적절한 차폐를 제공하지 못하는 너무 짧은 사슬 길이의 AMA 사이에서 절충된다. AMA의 구체적인 선택에 영향을 줄 수 있는 다른 고려사항은 사용될 AMA의 양; AMA의 아민의 종류(예를 들어, 2차 또는 3차); 중합체 사슬 내의 아민의 위치; AMA 내의 아민의 농도, 및 AMA의 총 분자량을 포함하지만 이로 한정되지 않는다. AMA는 일반적으로 분산제로서 기능하나, '반응성 분산제'이다. "보통의(regular)" 분산제만큼 효율적이지 않을 수 있지만, 사용해야만 하는 "보통의" 분산제의 양을 최소화시킬 수 있다.

[0057]

예시적인 분산제에서, AMA는 사이텍(Cytec) 에베크릴(EBECRYL)(등록상표) 3703, 사이텍 에베크릴(등록상표) 7100, 사토머(Sartomer) CN2100, 및 그 조합을 포함할 수 있지만 이로 한정되지 않는다. 루브리졸 솔플러스(등록상표) D510을 포함하는 예시적인 분산물에서, 사이텍 에베크릴(등록상표) 3703, 사이텍 에베크릴(등록상표) 7100, 사토머 CN2100, 또는 이들의 일부 조합 중 어느 하나가 또한 선택적으로 포함될 수 있다.

[0058]

하나 이상의 AMA를 선택적으로 포함하는 예시적인 분산물에서, 분산물은 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 일반적으로 약 0.5 중량% 내지 10 중량%의 하나 이상의 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제 및 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 0.5 중량% 내지 약 20 중량%의 적어도 하나의 AMA를 포함할 수 있다. 다른 예시적인 분산물은 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 5 중량% 이하의 솔플러스(등록상표) D510 및 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 20 중량% 미만의 사이텍 에베크릴(등록상표) 3703을 포함한다. 다른 예시적인 분산물은 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 8 중량% 이하의 루브리졸 솔플러스(등록상표) D510 및 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 20 중량% 미만의 사이텍 에베크릴(등록상표) 7100을 포함한다. 다른 예시적인 분산물은 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 6 중량% 이하의 솔플러스(등록상표) D510 및 분산물 중의 나노입자의 중량을 기준으로 약 20 중량% 미만의 사토머 CN2100을 포함한다.

[0059]

본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 또한 다른 성분들과 조합하여 다양한 응용을 위해 사용될 수 있는 조성물을 제조할 수 있다. 일례로서, 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물은 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체와 조합될 수 있다.

- [0060] 적합한 방사선 경화성 단량체는 아크릴레이트 및/또는 메타크릴레이트 단량체의 생성물을 포함한다. 특정 적합한 경화성 단량체에는 브롬화, 알킬-치환 페닐 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트(예를 들어, 4,6-다이브로모-2-sec-부틸 페닐 아크릴레이트), 메틸 스티렌 단량체, 브롬화 에폭시 다이아크릴레이트, 2-페녹시에틸 아크릴레이트, 및 미국 특허 제6,355,754호에 기재된 바와 같은 6작용성 방향족 우레탄 아크릴레이트 올리고머가 포함된다. 대부분의 유형의 에너지 중합성 텔레켈릭(telechelic) 단량체 및 올리고머가 방사선 경화성 단량체로서 유용하지만, 아크릴레이트가 반응성이 크기 때문에 다수의 응용에 사용된다. 방사선 경화성 단량체 함유 조성물은 조성물 중에 기포가 포획되지 않도록 충분히 낮은 유동가능한 점도를 가져야만 한다. 반응성 희석제는 예를 들어 미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 사토머 컴퍼니(Sartomer Co.)로부터 입수가 가능한 SR-339, SR-256, SR-379, SR-395, SR-440, SR-506, CD-611, SR-212, SR-230, SR-238 및 SR-247과 같은 일작용성 또는 이작용성 단량체일 수 있다. 전형적인 유용한 올리고머 및 올리고머성 블렌드는 미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 사토머 컴퍼니로부터 입수가 가능한 CN-120, CN-104, CN-115, CN-116, CN-117, CN-118, CN-119, CN-970A60, CN-972, CN-973A80, CN-975 및 미국 조지아주 스미르나 소재의 서피스 스페셜티즈(Surface Specialties)로부터 입수가 가능한 에베크릴 1608, 3200, 3201, 3302, 3605, 3700, 3701, 608, RDX-51027, 220, 9220, 4827, 4849, 6602, 6700-20T를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 또한, 다작용성 가교결합제가 내구성 있는 높은 가교결합 밀도의 복합재 매트릭스를 제공하는 데 도움이 될 수 있다. 다작용성 단량체의 예로는 미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 사토머 컴퍼니로부터 입수가 가능한 SR-295, SR-444, SR-351, SR-399, SR-355, 및 SR-368, 그리고, 미국 조지아주 스미르나 소재의 서피스 스페셜티즈로부터 입수가 가능한 페타(PETA)-K, 페티아(PETIA) 및 TMPTA-N이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 다작용성 단량체는 가교결합제로서 사용되어 조성물의 경화로부터 생성되는 생성물의 유리 전이 온도를 증가시킬 수 있다.
- [0061] 조성물에 포함될 수 있는 하나 이상의 방사선 경화성 단량체의 양은 조성물의 최종 응용 및 사용되는 특정 방사선 경화성 단량체에 적어도 일부분 좌우될 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 사용하는 예시적인 조성물에서, 조성물의 총 중량을 기준으로 약 10 중량% 내지 약 50 중량%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체가 조성물에 포함될 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 사용하는 다른 예시적인 조성물에서, 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 20%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체가 조성물에 포함될 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 사용하는 다른 예시적인 조성물에서, 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 25%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체가 조성물에 포함될 수 있다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 사용하는 다른 예시적인 조성물에서, 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 30%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체가 조성물에 포함될 수 있다.
- [0062] 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물 및 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체를 포함하는 조성물은 또한 선택적으로 제2 용매를 포함할 수 있다. 선택적인 제2 용매는 분산물에 포함된 용매와 상이한 용매일 필요는 없으나, 그러한 경우에 단지 분산물이 이미 형성된 후에 나중에 알맞은 때에 첨가되기 때문에 제2 용매라고 지칭한다는 것에 유의하여야 한다. 제2 용매는 분산물과 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체의 혼합에 도움이 되도록, 또는 분산물과 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체의 상용성에 도움이 되도록, 또는 그 둘 모두의 조합을 위해 기능할 수 있다. 제2 용매는 일반적으로 유기 용매이며, 분산물에 포함된 용매와 동일하거나 상이할 수 있다. 용매가 분산물 중의 용매와 상이한 경우에는, 분산물을 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체와 혼합할 때 2개의 상이한 상이 형성되지 않도록 제2 용매는 일반적으로 분산물 중의 용매와 상용성일 수 있다.
- [0063] 제2 용매로서 사용될 수 있는 예시적인 유기 용매는 메탄올, 에탄올, 카르비톨 및 아이소프로판올과 같은 알코올, 에틸 아세테이트와 같은 에스테르, 톨루엔과 같은 방향족 용매, 다이에틸 에테르, THF 및 t-부틸 메틸 에테르와 같은 에테르, 및 아세톤 및 메틸 아이소부틸 케톤과 같은 케톤을 포함하는 극성 용매를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 아세토니트릴, N,N-다이메틸포름아미드 및 다이메틸 설펜과 같은 다른 용매 시스템이 또한 사용될 수 있다.
- [0064] 경화를 용이하게 하기 위하여, 본 명세서에 기재된 바와 같은 조성물은 또한 선택적으로 하나 이상의 개시제를 포함할 수 있다. 유용한 개시제는 자유 라디칼 열개시제 및/또는 광개시제 둘 모두를 포함할 수 있다. 전형적으로, 개시제 및/또는 광개시제는 조성물의 10 중량% 미만, 일 실시 형태에서는, 5 중량% 미만, 다른 실시 형태에서는, 2 중량% 미만으로 존재한다. 자유 라디칼 경화 기술은 본 기술 분야에 잘 알려져 있으며, 예를 들어, 열 경화 방법뿐만 아니라 전자빔 또는 자외선 방사선과 같은 방사선 경화 방법을 포함한다. 자유 라디칼 열 및 광중합 기술에 대한 추가적인 상세는, 예를 들어, 미국 특허 제4,654,233호(그랜트(Grant) 등); 제4,855,184호(클런(Klun) 등); 및 제6,224,949호(라이트(Wright) 등)에서 찾아 볼 수 있다.
- [0065] 유용한 자유 라디칼 개시제에는, 예를 들어, 아조, 퍼옥사이드, 퍼셀레이트, 및 레독스 개시제, 및 그 조합이

포함된다.

[0066] 유용한 자유 라디칼 광개시제에는, 예를 들어, 아크릴레이트 중합체의 UV 경화에 유용한 것으로 알려진 것들이 포함된다. 이러한 개시제에는 벤조페논 및 그 유도체; 벤조인, 알파-메틸벤조인, 알파-페닐벤조인, 알파-알릴벤조인, 알파-벤질벤조인; 벤조인 에테르, 예를 들어 벤질 다이메틸 케탈(상표명 "이르가큐어(IRGACURE) 651"로 미국 뉴욕주 태리타운 소재의 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션(Ciba Specialty Chemicals Corporation)으로부터 구매가능함), 벤조인 메틸 에테르, 벤조인 에틸 에테르, 벤조인 n-부틸 에테르; 아세토페논 및 그 유도체, 예를 들어, 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-1-프로판(상표명 "다로큐르(DAROCUR) 1173"로 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 구매가능함) 및 1-하이드록시사이클로헥실 페닐 케톤(상표명 "이르가큐어 184"로 또한 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 구매가능함); 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-(4-모르폴리닐)-1-프로판(상표명 "이르가큐어 907"로 또한 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 구매가능함); 2-벤질-2-(다이메틸아미노)-1-[4-(4-모르폴리닐)페닐]-1-부탄온(상표명 "이르가큐어 369"로 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 구매가능함); 방향족 케톤, 예를 들어, 벤조페논 및 그 유도체 및 안트라퀴논 및 그 유도체; 오늄 염, 예를 들어, 다이아조늄 염, 요오도늄 염, 설토늄 염; 예를 들어, 상표명 "CGI 784 DC"로 또한 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 구매가능한 것과 같은 티타늄 착물; 할로메틸니트로벤젠; 및 시바 스페셜티 케미칼즈 코포레이션으로부터 상표명 "이르가큐어 1700", "이르가큐어 1800", "이르가큐어 1850", "이르가큐어 819" "이르가큐어 2005", "이르가큐어 2010", "이르가큐어 2020" 및 "다로큐르 4265"로 입수가능한 것들과 같은 모노- 및 비스-아실포스핀이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 둘 이상의 광개시제의 조합이 또한 사용될 수 있다. 추가로, 미국 미시시피주 파스카골라 소재의 퍼스트 케미칼 코포레이션(First Chemical Corporation)으로부터 구매가능한, 2-아이소프로필 티오잔톤과 같은 증감제(sensitizer)가 "이르가큐어 369"와 같은 광개시제(들)과 함께 사용될 수 있다.

[0067] 광학 용품에 사용되는 경우에, 조성물은 또한 필요하다면 다양한 응용들에 대한 요건을 충족시키도록 예를 들어, 더욱 우수한 코팅 및 개선된 성능을 위한 다른 재료(예를 들어, 접착 촉진제)를 포함할 수 있다. 일 실시 형태에서, 출원인이 쓰리엠 컴퍼니(3M Co.)인 미국 특허 제6,613,819호, "광안정한 용품(Light Stable Articles)"에 기재된 바와 같이, 하나 이상의 장애 아민 광 안정제(들)(HALS) 및/또는 하나 이상의 포스페이트 안정제 화합물(들)이 중합성 코팅 조성물에 첨가될 수 있다.

[0068] 광학 용품을 형성하는 데 사용될 수 있는 조성물은 또한 층과 관련된 정전기를 감소시키기 위해서 선택적으로 혼입될 수 있는 다른 무기 입자를 포함할 수 있다. 일반적으로 금속 산화물이 이러한 특성을 제공하는 데 사용될 수 있다. 금속 산화물은 또한 3-메타크릴옥시프로필트라이메톡시실란과 같은 재료로 표면 처리될 수 있다. 이러한 입자는 정전기 방지 특성 및 다른 바람직한 특성을 구조물에 제공할 수 있다. 이것은 필름의 취급 및 세정 동안 정전기 대전과 그로 인한 먼지 및 기타 원치 않는 부스러기의 접착에 의한 오염을 방지하기에 바람직할 수 있다. 이러한 일 실시 형태에서, 그러한 금속 산화물 입자는 2층 용품의 상부(얇은) 층에 혼입된다. 적절한 정전기 방지 특성을 제공하기 위하여 코팅에 필요할 수 있는 그러한 입자의 수준(전형적으로 25 중량% 이상)에서, 이러한 질은 색상의 입자는 구조물에 원치않는 색상을 부여할 수 있다. 그러나, 2층 플루오르화 구조물의 얇은 상부 층에서는, 필름의 광학 및 투과 특성에 대한 그의 영향이 최소화될 수 있다. 이러한 실시 형태에서 유용한 전도성 금속 산화물 나노입자의 예는 닛산 케미칼(Nissan Chemical)로부터 상표명 셀낙스(Celnax) CXZ-210IP 및 CXZ-210IP-F2로 입수가능한 안티몬 복산화물(antimony double oxide)을 포함한다. 이러한 입자가 코팅에 적절한 수준으로 포함되는 경우에, 생성되는 코팅은 약 0.5 초 미만의 정전하 감쇠 시간(static charge decay time)을 나타낼 수 있다. 이러한 시험에서, 샘플은 두 개의 전기 접점 사이에 위치하며 +/- 5 kV로 하전된다. 이어서, 샘플을 접지시키고, 전하가 그 초기값의 10%로 감쇠하는 데 필요한 시간을 측정하고 정전하 감쇠 시간으로서 기록한다. 대조적으로, 전도성 나노입자를 포함하지 않는 필름 구조물은 30초를 초과하는 정전하 감쇠 시간을 나타낸다.

[0069] 본 명세서에 기재된 바와 같은 예시적인 조성물은 필름으로 코팅되고, 용매, 제2 용매, 또는 둘 모두를 제거하도록 건조될 수 있다. 이러한 건조 후에, 다양한 성분들의 양(건조된 필름의 총 중량을 기준으로)이 달라질 것이다. 일 실시 형태에서, 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물을 사용하는 필름은 일반적으로 약 40 중량% 내지 약 70 중량%의 나노입자, 약 20 중량% 내지 약 40 중량%의 적어도 하나의 방사선 경화성 단량체, 및 약 5 중량% 내지 약 20 중량%의 분산제를 포함할 수 있다(모든 중량%는 건조된 필름의 총 중량을 기준으로 함).

[0070] 본 명세서에서 논의되는 바와 같은 분산물, 조성물, 및 필름은 광학 용품에 사용될 수 있다. 본 명세서에 개시된 분산물을 사용할 수 있는 예시적인 광학 용품은 적외선 광원으로부터 적외선 광을 차단하기 위한 광 제어 용

품을 포함한다.

[0071] 도 1은 다층 광학 필름(20)을 나타낸다. 필름은 개별적인 층들(22, 24)을 포함한다. 층들은 상이한 굴절률 특성을 가져서 일부 광이 인접 층들 사이의 계면에서 반사된다. 층들은 충분히 얇아서, 복수의 계면에서 반사된 광은 필름에 원하는 반사 또는 투과 특성을 제공하기 위해 보강 간섭 또는 상쇄 간섭(constructive or destructive interference)을 겪는다. 자외선, 가시광선 또는 근적외선 파장에서 광을 반사하도록 설계된 광학 필름의 경우, 각각의 층은 일반적으로 약 1 마이크로미터 미만의 광학 두께(즉, 물리적 두께에 굴절률을 곱함)를 갖는다. 그러나, 필름의 외부 표면에서의 스킨 층, 또는 층들의 패킷(packet)을 분리하는 필름 내에 배치된 보호 경계 층과 같은 더 두꺼운 층이 또한 포함될 수 있다.

[0072] 다층 광학 필름(20)의 반사 및 투과 특성은 각각의 층들(즉, 마이크로층들)의 굴절률의 함수이다. 각각의 층은 적어도 필름 내의 국소 위치에서 평면내(in-plane) 굴절률 n_x , n_y , 및 필름의 두께 축과 연관된 굴절률 n_z 에 의해 특징지어질 수 있다. 이들 굴절률은 각각 상호 직교하는 x, y 및 z-축을 따라 편광된 광에 대한 당해 재료의 굴절률을 나타낸다(도 1 참조). 실제로, 굴절률들은 적절한 재료 선택 및 처리 조건에 의해 조절된다. 필름(20)은 2개의 교번하는 중합체 A, B의 전형적으로는 수십 또는 수백 개의 층을 공압출하고, 이어서 선택적으로 다층 압출물을 하나 이상의 다중화 다이(multiplication die)를 통과시키고, 그 후 최종 필름을 형성하도록 압출물을 신장시키거나 또는 달리 배향시킴으로써 제조될 수 있다. 생성된 필름은 가시선, 근적외선, 및/또는 적외선과 같은 스펙트럼의 원하는 영역(들)에서 하나 이상의 반사 대역을 제공하도록 그 두께 및 굴절률이 맞춰진, 전형적으로는 수십 또는 수백 개의 개별 층으로 구성된다. 합리적인 개수의 층으로 높은 반사율을 달성하기 위해, 인접한 층들은 x-축을 따라 편광된 광에 대해 적어도 0.05의 굴절률 차이(Δn_x)를 나타낼 수 있다. 일부 실시 형태에서, 높은 반사율이 2개의 직교 편광에 대해 요구된다면, 인접한 층들은 또한 y-축을 따라 편광된 광에 대해 적어도 0.05의 굴절률 차이(Δn_y)를 나타낸다. 다른 실시 형태에서, 굴절률 차이 Δn_y 는 하나의 편광 상태의 수직 입사광을 반사시키고 직교 편광 상태의 수직 입사광을 투과시키는 다층 적층체(stack)를 생성하도록 0.05 미만 또는 0일 수 있다.

[0073] 필요한 경우, z-축을 따라 편광된 광에 대한 인접한 층들 사이의 굴절률 차이(Δn_z)는 또한 경사 입사 광의 p-편광 성분에 대해 원하는 반사율 특성을 달성하도록 맞춰질 수 있다. 설명의 편의를 위해, 다층 광학 필름 상의 임의의 관심 지점에서, x-축은 Δn_x 의 크기가 최대가 되도록 필름의 평면 내에 배향되는 것으로 고려될 것이다. 따라서, Δn_y 의 크기는 Δn_x 의 크기와 같거나 그보다 작다(그렇지만, 그보다 크지는 않음). 또한, 어떤 재료 층을 선택하여 차이들 Δn_x , Δn_y , Δn_z 의 계산을 시작할 지는 Δn_x 가 음이 되지 않도록 함으로써 결정된다. 달리 말하면, 계면을 형성하는 2개의 층들 사이의 굴절률 차이는 $\Delta n_j = n_{1j} - n_{2j}$ 이며, 여기서, $j = x, y$, 또는 z 이고, 층 번호 1, 2는 $n_{1x} \geq n_{2x}$, 즉, $\Delta n_x \geq 0$ 이도록 선택된다.

[0074] 경사 입사각에서 p-편광된 광의 높은 반사율을 유지하기 위해, 층들 사이의 z-굴절률 부정합 Δn_z 는 최대 평면내 굴절률 차이 Δn_x 보다 실질적으로 작아서, $\Delta n_z \leq 0.5 * \Delta n_x$ 가 되도록 조절될 수 있다. 일 실시 형태에서는, $\Delta n_z \leq 0.25 * \Delta n_x$ 이다. 0 또는 거의 0의 크기인 z-굴절률 부정합은 p-편광된 광에 대한 그 반사율이 입사각의 함수로서 일정하거나 거의 일정한 층들 사이의 계면을 생성한다. 또한, z-굴절률 부정합 Δn_z 는 평면내 굴절률 차이 Δn_x 와 비교할 때 반대 극성을 갖도록, 즉, $\Delta n_z < 0$ 이도록 조절될 수 있다. 이러한 조건은 s-편광된 광에 대한 경우에서와 같이, p-편광된 광에 대한 반사율이 입사각의 증가에 따라 증가하는 계면을 생성한다.

[0075] 다층 광학 필름은, 예컨대 미국 특허 제3,610,724호(로저스(Rogers)); 발명의 명칭이 "적외선, 가시광선 또는 자외선 광을 위한 고반사성 열가소성 광학체"(Highly Reflective Thermoplastic Optical Bodies For Infrared, Visible or Ultraviolet Light)인 미국 특허 제3,711,176호(알프레이, 주니어(Alfrey, Jr.) 등); 미국 특허 제4,446,305호(로저스 등); 미국 특허 제4,540,623호(임(Im) 등); 미국 특허 제5,448,404호(쉬렌크(Schrenk) 등); 발명의 명칭이 "광학 필름"(Optical Film)인 미국 특허 제5,882,774호(존자(Jonza) 등); 발명의 명칭이 "착색된 보안 필름에 대한 투명성"(Clear to Colored Security Film)인 미국 특허 제6,045,894호(존자 등); 발명의 명칭이 "색상 전환 필름"(Color Shifting Film)인 미국 특허 제6,531,230호(웨버(Weber) 등); 발명의 명칭이 "적외선 간섭 필터"(Infrared Interference Filter)인 국제 출원 공개 WO 99/39224호(오우더커크(Ouderkerk) 등); 및 발명의 명칭이 "다층 광학 필름을 제조하기 위한 장치"(Apparatus For Making Multilayer Optical Films)인 미국 특허 출원 공개 제2001/0022982 A1호(네빈(Nevin) 등)에 기재되어 있다. 이러한 중합

체 다층 광학 필름에서, 중합체 재료는 개별 층들의 구성에 있어서 우세하게 또는 배타적으로 사용된다. 이러한 필름은 대량 제조 공정과 양립가능하며, 대형 시트 및 롤 제품으로 제조될 수도 있다.

[0076] 다층 필름은 교번하는 중합체 유형 층들의 임의의 유용한 조합에 의해 형성될 수 있다. 많은 실시 형태에서, 교번하는 중합체 층들 중 적어도 하나의 층은 복굴절성이며 배향된다. 몇몇 실시 형태에서, 교번하는 중합체 층 중 하나는 복굴절성이고 배향되며, 다른 하나의 교번하는 중합체 층은 등방성이다. 일 실시 형태에서, 다층 광학 필름은 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 또는 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 공중합체(coPET)를 포함하는 제1 중합체 유형과 폴리(메틸 메타크릴레이트)(PMMA) 또는 폴리(메틸 메타크릴레이트)의 공중합체(coPMMA)를 포함하는 제2 중합체 유형의 교번하는 층들에 의해 형성된다. 다른 실시 형태에서, 다층 광학 필름은 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 포함하는 제1 중합체 유형과 폴리(메틸 메타크릴레이트 및 에틸 아크릴레이트)의 공중합체를 포함하는 제2 중합체 유형의 교번하는 층들에 의해 형성된다. 다른 실시 형태에서, 다층 광학 필름은 글리콜화된 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PETG - 예컨대 사이클로헥산다이메탄올과 같은 제2 글리콜 부분 및 에틸렌 테레프탈레이트의 공중합체) 또는 글리콜화된 폴리에틸렌 테레프탈레이트의 공중합체(coPETG)를 포함하는 제1 중합체 유형과 폴리에틸렌 나프탈레이트(PEN) 또는 폴리에틸렌 나프탈레이트의 공중합체(coPEN)를 포함하는 제2 중합체 유형의 교번하는 층들에 의해 형성된다. 다른 실시 형태에서, 다층 광학 필름은 폴리에틸렌 나프탈레이트 또는 폴리에틸렌 나프탈레이트의 공중합체를 포함하는 제1 중합체 유형과 폴리(메틸 메타크릴레이트) 또는 폴리(메틸 메타크릴레이트)의 공중합체를 포함하는 제2 중합체 유형의 교번하는 층들에 의해 형성된다. 교번하는 중합체 유형 층들의 유용한 조합은 미국 특허 제6,352,761호 및 미국 특허 제6,797,396호에 개시되어 있다.

[0077] 도 2는 태양광 조절 다층 필름 용품(100)의 실시 형태를 개략적으로 도시한다. 필름(100)은 상기에 기재된 바와 같이 제1 중합체 유형과 제2 중합체 유형의 교번하는 층들을 갖는 적외선 광 반사 다층 필름(110)을 포함한다. 적외선 광 흡수 층(120)은 다층 필름(110)에 인접하게 배치된다. 본 명세서에 기재된 바와 같은 분산물이 적외선 광 흡수 층(120)을 제조하는 데 사용될 수 있다. 접착제 층(130)이 다층 필름(110) 상에 배치될 수 있다. 이형 층 또는 기재(140)가 접착제 층(130) 상에 배치될 수 있다. 선택적인 제2 하드코트 층(150)이 다층 필름(110)에 인접하게 배치될 수 있다.

[0078] 많은 실시 형태에서, 필름(100)은 상기에 기재된 바와 같이 제1 중합체 유형과 제2 중합체 유형의 교번하는 층들을 갖는 적외선 광 반사 다층 필름(110)을 포함하며, 적외선 광 흡수 층(120)은 다층 필름(110)에 인접하게 배치된다. 일부 실시 형태에서, 이러한 적외선 광 흡수 층(120)은 두께가 1 내지 20 마이크로미터, 또는 1 내지 10 마이크로미터, 또는 1 내지 5 마이크로미터의 범위이다. 접착제 층(130)이 다층 필름(110) 상에 배치될 수 있다. 이형 층 또는 광학 기재(140)가 접착제 층(130) 상에 배치될 수 있다.

[0079] 도 3은 태양광 조절 다층 필름 용품(200)의 다른 실시 형태를 개략적으로 도시한다. 필름(200)은 상기에 기재된 바와 같이 제1 중합체 유형과 제2 중합체 유형의 교번하는 층들을 갖는 적외선 광 반사 다층 필름(210)을 포함한다. 적외선 광 흡수 층(220)이 다층 필름(210)에 인접하게 배치된다. 선택적인 중간 접착제 층(270)이 적외선 광 흡수 층(220)과 다층 필름(210) 사이에 배치될 수 있다. 접착제 층(230)이 다층 필름(210) 상에 배치된다. 이형 층 또는 광학 기재(240)가 감압 접착제 층(230) 상에 배치될 수 있다. 선택적인 하드코트 층(250)이 다층 필름(210)에 인접하게 배치될 수 있다. 선택적인 중간 중합체 층(260)이 선택적인 하드코트 층(250)과 중간 접착제 층(270) 사이에 배치된다.

[0080] 상기 다층 필름 용품 구조물은 개선된 태양광 조절 필름 용품을 제공한다. 일부 실시형태에서, 다층 필름 용품은 평균 가시광 투과율(400 내지 780 nm)이 적어도 45%이고, 780 nm 내지 2500 nm 광에 대한 평균 적외선 광 투과율이 10% 미만 또는 15% 미만이다. 일부 실시형태에서, 다층 필름 용품은 평균 가시광 투과율이 적어도 60%이고, 950 nm 내지 2500 nm의 사실상 모든 파장에 대해 적외선 광 투과율이 20% 이하이다. 일부 실시형태에서, 다층 필름 용품은 780 내지 1200 nm에서의 평균 광 반사율이 50%이상이고 1400 내지 2500 nm에서의 평균 광 투과율이 50% 이하이다. 추가적인 실시형태에서, 다층 필름 용품은 780 내지 1200 nm에서의 평균 광 반사율이 80%이상이고 1400 내지 2500 nm에서의 평균 광 투과율이 20% 이하이다. 더욱 추가적인 실시형태에서, 다층 필름 용품은 780 내지 1200 nm에서의 평균 광 반사율이 90%이상이고 1400 내지 2500 nm에서의 평균 광 투과율이 5% 이하이다.

[0081] 상기에 기재된 접착제 층(130)은 태양광 조절 다층 필름이 기재에 고정되는 것을 가능하게 하는 임의의 유형의 접착제를 포함할 수 있다. 태양광 조절 필름을 유리에 부착하기 위하여, 태양광 조절 필름의 일 표면을 접착제로 코팅하고 필름을 기재에 적용하기 전에 접착제 층으로부터 이형 시트를 제거한다. 자외선 흡수 첨가제가 접착제 층 내에 혼입될 수 있다.

- [0082] 일 실시 형태에서, 접착제 층(130)의 접착제는 감압 접착제(PSA)이다. 다른 실시 형태에서, 접착제는 수분 경화성 접착제이다. PSA를 이용하는 실시 형태에서, PSA는 폴리아크릴레이트 감압 접착제와 같은 광학적으로 투명한 PSA 필름이다. 감압 테이프 협회(Pressure-Sensitive Tape Council)는 감압 접착제를 하기의 특성을 갖는 재료로서 정의하였다: (1) 강하고 영구적인 점착성, (2) 손가락 압력 이하의 압력을 이용한 점착성, (3) 피착물 상에 유지하기에 충분한 능력, 및 (4) 충분한 응집 강도 및 (5) 에너지원에 의한 활성화를 요구하지 않음. PSA는 전형적으로 실온 이상(즉, 약 20°C 내지 약 30°C 이상)인 조립 온도에서 통상적으로 점착성이다. PSA로서 잘 기능하는 것으로 밝혀진 재료는 조립 온도에서 점착성, 박리 점착성, 및 전단 유지력(shear holding power)의 원하는 균형으로 이어지는 필수적인 점탄성 특성을 나타내도록 고안되고 제형화된 중합체이다. PSA를 제조하는 데 가장 통상적으로 사용되는 중합체는 천연 고무계 중합체, 합성 고무계 중합체(예를 들어, 스티렌/부타디엔 공중합체(SBR) 및 스티렌/아이소프렌/스티렌(SIS) 블록 공중합체), 실리콘 탄성중합체계 중합체, 폴리알파-올레핀계 중합체, 및 다양한 (메트)아크릴레이트계(예를 들어, 아크릴레이트계 및 메타크릴레이트계) 중합체이다. 이들 중, (메트)아크릴레이트계 중합체 PSA는 몇가지 이점만을 예를 들면 광학 투명성, 시간에 따른 특성의 영속성(노화 안정성), 및 접착 수준의 다양성으로 인하여 사용될 수 있는 PSA의 한 가지 부류로서 알려져 있다.
- [0083] 전술한 이형 라이너는 예를 들어 중합체 또는 종이와 같은 임의의 유용한 재료로 형성될 수 있고, 이형 코트(release coat)를 포함할 수 있다. 이형 코트에 사용하기에 적합한 재료는 접착제로부터의 이형 라이너의 해체를 용이하게 하도록 설계된 플루오로중합체, 아크릴 및 실리콘을 포함하지만 이로 한정되지는 않는다.
- [0084] 상기에 기재된 기재는 임의의 유용한 재료로 형성될 수 있으며 많은 실시 형태에서 광학 기재이다. 몇몇 실시 형태에서, 기재는 예컨대 셀룰로오스 트리아세테이트, 폴리카르보네이트, 폴리아크릴레이트, 폴리프로필렌, 또는 폴리에틸렌 테레프탈레이트와 같은 중합체성 재료로 형성된다. 다른 실시 형태에서, 기재는 예컨대 석영, 유리, 사파이어, YAG 또는 운모와 같은 무기 재료로 형성된다. 기재는 임의의 유용한 두께를 가질 수 있다. 일 실시 형태에서, 기재는 자동차 유리 또는 건축 유리이다. 글레이징 시스템으로서 투명 유리 기재를 포함하는 몇몇 실시 형태에서, 글레이징 시스템은 70% 이상의 T_{VIS} 에서 차폐 계수(shading coefficient)가 0.68 이하, 또는 0.6 이하, 또는 0.55 이하, 또는 0.50 이하이다.
- [0085] 앞서 언급된 바와 같이, 본 명세서에 개시된 바와 같은 용품은 선택적으로 중간 접착제 층(270)을 포함할 수 있다. 중간 접착제 층(270)은 임의의 유용한 재료로 형성될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 중간 접착제 층(270)은 상기에 기재된 바와 같이 감압 접착제 재료를 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 중간 접착제 층(270)은 예를 들어, 열, UV, 또는 수분 경화성 접착제와 같은 경화성 접착제를 포함할 수 있다. 중간 접착제 층(270)은 예컨대 1 내지 100 마이크로미터, 또는 5 내지 50 마이크로미터, 또는 10 내지 50 마이크로미터, 또는 10 내지 30 마이크로미터와 같은 임의의 유용한 두께를 가질 수 있다.
- [0086] 선택적인 중간 중합체 층(260)은 임의의 유용한 재료로 형성될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 중간 중합체 층(260)은 폴리올레핀, 폴리아크릴레이트, 폴리에스테르, 폴리카르보네이트, 플루오로중합체 등을 포함할 수 있다. 일 실시 형태에서, 중간 중합체 층(260)은 폴리에틸렌 테레프탈레이트를 포함할 수 있다. 중간 중합체 층(260)은 예컨대 5 내지 500 마이크로미터, 또는 10 내지 100 마이크로미터, 또는 25 내지 75 마이크로미터, 또는 25 내지 50 마이크로미터와 같은 임의의 유용한 두께를 가질 수 있다.
- [0087] 본 명세서에 개시된 바와 같은 용품은 또한 내인열성 필름을 포함할 수 있다(도시 안함). 많은 실시 형태에서, 내인열성 필름은 강성(stiff) 중합체와 연성(ductile) 중합체의 교번하는 층들을 포함한다. 몇몇 실시 형태에서, 내인열성 필름(160)은 강성 폴리에스테르 또는 코폴리에스테르와 연성 세바식산계 코폴리에스테르의 교번하는 층들을 포함한다. 많은 실시 형태에서, 강성 폴리에스테르 또는 코폴리에스테르 층은 적어도 한 방향으로 배향되거나, 또는 2축으로 배향된다. 이러한 내인열성 필름의 예가 미국 특허 제6,040,061호, 제5,427,842호 및 제5,604,019호에 기재되어 있다.
- [0088] 다른 실시 형태에서, 내인열성 필름은 원하는 수준의 내인열성을 제공하는 단일 모놀리식 중합체 필름이다. 이러한 필름은 "인성"(tough) 중합체 필름으로 본 기술 분야에 알려져 있다. 인성은 중합체가 파단 전에 흡수할 수 있는 에너지의 척도로서 설명할 수 있으며, 인성 중합체의 예에는 ABS(폴리(아크릴로니트릴 부타디엔 스티렌)), LDPE(선형 저밀도 폴리에틸렌), HIPS(고충격 폴리스티렌), 폴리우레탄 등이 포함된다. 추가적으로, 모놀리식 중합체 필름의 두께를 증가시켜 PET 및 나일론과 같은 일부 중합체를 내인열성 필름으로서 사용할 수 있게 한다.

- [0089] "내인열성"은, 본 발명에 따른 다층 필름의 일 방향으로의 그레이브스 면적(Graves area)이 다층 필름의 강성 중합체만을 포함하는 단층 필름에 대한 동일 방향으로의 그레이브스 면적을 초과한다는 것을 널리 의미하며, 여기서 단층 필름은 다층 필름과 동일한 방법 및 사실상 동일한 두께로 처리된다. 많은 실시 형태에서, 내인열성 태양광 조절 필름은 적어도 약 $40+0.4(x)$ kpsi % (여기서, x는 마이크로미터 단위의 필름의 공칭 두께임)에 상당하는, 필름의 일 방향으로의 그레이브스 면적을 나타낸다. 더욱 구체적으로, 그레이브스 면적은 그레이브스 면적 시험을 위해 특별히 성형된 필름 샘플을 일정한 속도로 멀어지게 이동하는 마주보는 조(jaw) 사이에 클램핑하여 작은 면적에 인열 응력을 집중시키는 시험 동안, 필름에 가해진 응력(kpsi 단위로 측정됨) 대 필름이 겪는 변형(하기에 더 충분하게 정의되는 % 단위의 그레이브스 연신율에 의해 측정됨)의 그래프에서 곡선 밑의 면적을 수학적으로 적분함으로써 얻어진다. 따라서, 그레이브스 면적은 필름의 인장 탄성률(즉, 필름의 강성 및 치수 안정성)과 인열이 진행되는 것에 저항하는 필름의 능력의 조합된 척도이다. 결과적으로, 그레이브스 면적은 필름을 파괴(fail)하는 데 필요한 전체 에너지의 척도로서 간주될 수 있다. 즉, 에너지를 흡수하는 필름의 능력이다. 많은 실시 형태에서, 내인열성 태양광 조절 필름은 그레이브스 면적 시험 중에 바람직하게는 적어도 20% 또는 적어도 40%의 그레이브스 파단신율을 나타낸다. 내인열성 태양광 조절 필름은 ASTM 시험 방법 D 1004(그레이브스 인열 시험으로도 알려져 있음)에 의해 측정될 수 있다.
- [0090] 또한, 본 발명에 따른 많은 다층 또는 모놀리식 내인열성 필름은 필름의 적어도 일 방향으로 적어도 1,208 MPa (175 kpsi), 또는 적어도 1,656 MPa(240 kpsi), 또는 적어도 3,105 MPa(450 kpsi)의 (종래의 인장 시험으로 측정된) 인장 탄성률을 나타낸다.
- [0091] 내인열성 다층 필름 및 내인열성 다층 필름을 포함하는 개별 층들의 두께 둘 모두는 광범위하게 달라질 수 있다. 이들 필름은 공칭 두께가 약 7 내지 500 마이크로미터, 또는 약 15 내지 185 마이크로미터일 수 있다. 강성 폴리에스테르 또는 코폴리에스테르의 개별 층들은 평균 공칭 두께가 약 0.5 마이크로미터 이상, 또는 0.5 초과 내지 75 마이크로미터, 또는 약 1 내지 25 마이크로미터일 수 있다. 몇몇 실시 형태에서, 연성 세바식산계 코폴리에스테르 층은 강성 폴리에스테르/코폴리에스테르 층보다 더 얇을 수 있다. 연성 재료 층은 평균 공칭 두께가 약 0.01 마이크로미터 초과 내지 약 5 마이크로미터 미만, 또는 약 0.2 내지 3 마이크로미터의 범위일 수 있다. 유사하게는, 개별 층들의 정확한 순서는 중요하지 않다. 층들의 총 수는 또한 사실상 달라질 수 있다. 많은 실시 형태에서, 내인열성 다층 필름은 적어도 3개의 층, 또는 5 내지 35개의 층, 또는 10 내지 15 개의 층을 포함한다.
- [0092] 실험
- [0093] 재료
- [0094] 안티몬 주석 산화물(ATO, Sb_2O_3/SnO_2) 나노분말은 인프라마트(Inframmat)(미국 코네티컷주 파밍턴 소재)로부터 입수하였고, 제품 번호 50N-510-2, 99.5%였다. $Sb_2O_3:SnO_2$ 의 중량비는 10:90이었고, 평균 입자 크기는 10 내지 20 나노미터(BET)였고, BET 표면적은 40 내지 $50\text{ m}^2/\text{g}$ 이었다.
- [0095] 1-메톡시-2-프로판올(PM)은 알파 에이서, 어 존슨 메테히 컴퍼니(Alfa Aesar, a Johnson Matthey Co.)(미국 매사추세츠주 워드 힐 소재)로부터 입수하였다.
- [0096] 솔플러스(등록상표) 및 솔스펠스(등록상표) 시리즈의 과분산제(hyperdispersant)는 루브리졸 코포레이션(Lubrizol Corporation)(미국 오하이오주 위클리프 소재)로부터 입수하였다.
- [0097] 아민 개질된 아크릴레이트, 에베크릴(등록상표) 83, 에베크릴(등록상표) 3600, 에베크릴(등록상표) 3703, 에베크릴(등록상표) 7100, 비아플렉스(VIAFLEX)(등록상표) 100, 비아제트(VIAJET)(등록상표) 400 및 비아스크린(VIASCREEN)(등록상표) 515는 사이텍 인터스트리즈, 인크.(Cytec Industries, Inc.)(미국 뉴저지주 웨스트 패터슨 소재)로부터 입수하였다.
- [0098] 아민 개질된 아크릴레이트 CN551(아민 개질된 폴리에테르 아크릴레이트 올리고머) 및 CN2100(아민 개질된 에폭시 아크릴레이트)은 사토머 컴퍼니 인크.(Sartomer Company Inc.)(미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재)로부터 입수하였다.
- [0099] 실시예 I: 다양한 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제의 평가
- [0100] 본 실험은 다양한 분산제를 평가하도록 설계하였다. 각각의 분산제에 대해 동일한 공정 조건을 사용하였고, 분산제 중의 입자 크기를 상이한 밀링 시간 및 분산 수준에서 측정하였다. 각각의 분산제 중의 초기 재료(표 1의

"초기 중량"에 열거된 것들)를 디스퍼매트 고속 실험실용 용해기(Dispermat High Speed Laboratory Dissolver)(미국 메릴랜드주 콜럼비아 소재의 비와이케이-가드너 유에스에이(BYK-Gardner USA))를 사용하여 10 분 동안 예비혼합하였다. 그러한 성분들을 예비혼합한 후에, 0.2 mm 이트륨 안정화된 지르코니아 YTZ(등록상표) 밀링 매질로 사전로딩된 네츄쉬 미니서 밀(Netzsch MiniCer Mill)(미국 펜실베이니아주 엑스톤 소재의 네츄쉬, 인크.(Netzsch, Inc.))에 부가하고 250 ml/분의 유량으로 처리하였다. 밀은 4300 rpm으로 작동시켰다.

[0101] 다양한 조성물에 대해 60 중량% 고행물($W_{ATO}/(W_{ATO} + W_{용매})$)을 초기 목표로 하였다. 일부 분산제는 용매 / ATO 혼합물에 직접 붓기에 충분히 낮은 점도를 가졌지만, 일부 분산제의 점도는 분산제를 미리 용매로 희석하는 것을 필요로 하였고, 그래서 ATO와 블렌딩한 용매의 중량이 더 작았으나, 용매의 전체 양은 동일하였다. (하기 표에서) 첨가한 분산제의 양은 조성물 중의 ATO의 중량을 기준으로 한다. 분산제의 양을 2.5% 증가시킨 다음, 분산물을 하기에 명시된 시간 동안 밀링하여 실험을 완수하였다. 밀링 동안 분산물이 진행되는 경우, 특정 양의 분산제에 대해 시간이 더 짧았으며, 더 많은 분산제를 첨가하였다.

[표 1]

분산제	초기 중량 (g)			분산제/ATO (%) 및 처리 시간 (분)									
	분산제 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
솔플러스 (등록상표) D510	51/0	510	340	120	120	90	60	120	-	60			
솔스펠스 (등록상표) 39000	51/0	510	340	7	5	7	150	60	60	-	-	60	
솔스펠스 (등록상표) 38500	127.5/0	510	263.5	3	3	4	150	60	60	-	60		
솔스펠스 (등록상표) 32000	51/51	510	289	7	4	9	120	60	60				
솔스펠스 (등록상표) 24000	60/60	600	340	7	5	10	120	60	60	-	-	60	
솔스펠스 (등록상표) 71000	51/51	510	289	3	-	-	-	-	-	-	90	-	90

[0103] 상기에서 제조한 분산물 중의 응집체의 입자 크기를 또한 측정하였다. 입자 크기 측정은 말번 인스트루먼츠 제타사이저 나노 지에스(영국 우스터셔 소재의 말번 인스트루먼츠 리미티드) 상에서 행하였다. 변경하지 않은 장비를 사용하여 알려진 기술에 따라 입자 크기를 측정하였다. 4mW He-Ne 633nm 레이저를 모든 측정에서 사용하였다. 하기에 제공된 측정치는 Z-평균 크기이다.

[0104]

[0105]

[표 2]

분산제	ATO 에 대한 분산제의 중량%	떨림 시간 (분)	입자 크기 (nm)	
솔플러스(등록상표) D510	10	30	112	
	10	60	91	
	10	60	90	
	10	90	77	
	10	120	79	
	12.5	30	79	
	12.5	60	54	
	12.5	90	51	
	15	30	47	
	15	60	45	
	15	90	50	
	17.5	30	46	
	17.5	60	45	
	솔플러스(등록상표) D510	10	7	283
10		30	185	
10		60	114	
10		90	95	
10		120	80	
12.5		30	67	
12.5		60	62	
12.5		90	57	
12.5		120	55	
15		30	52	
15		60	49	
15		90	47	
17.5		30	46	
17.5		60	44	
20		30	56	
20		60	61	
(재측정됨)		20	60	62
		20	90	65
	20	120	62	
	25	30	62	
	25	60	60	
	25	90	60	
솔스펠스(등록상표) 39000	10	7	448	
	12.5	7	696	
	15	7	267	
	17.5	30	123	
	17.5	60	106	
	17.5	90	96	
	17.5	120	86	
	17.5	150	79	
	20	30	74	
	20	60	70	
	22.5	30	65	
	22.5	60	64	
	30	30	63	

[0106]

분산제	ATO에 대한 분산제의 중량%	밀링 시간 (분)	입자 크기 (nm)
	30	60	63
솔스펠스(등록상표) 385000	10	3	507
	12.5	3	588
	15	4	365
	17.5	30	155
	17.5	60	117
	17.5	90	101
	17.5	120	91
	17.5	150	82
	17.5	150	83
	20	30	75
	20	60	73
	22.5	30	69
	22.5	60	66
	27.5	30	65
	27.5	60	64
솔스펠스(등록상표) 32000	10	7	356
	12.5	4	301
	15	9	217
	17.5	30	131
	17.5	60	112
	17.5	90	99
	17.5	120	92
	20	30	83
	20	60	79
	22.5	30	76
	22.5	60	72
솔스펠스(등록상표) 24000	10	7	402
	12.5	5	283
	15	10	216
	17.5	30	130
	17.5	60	114
	17.5	90	104
	17.5	120	96
	20	30	90
	20	60	84
	22.5	30	79
	22.5	60	76
	30	30	74
	30	60	73

[0107]

[0108]

실시에 II: 폴리카프로락톤-다중산 분산제의 평가

[0109]

분산물에서 폴리카프로락톤-다중산 공중합체를 평가하였다. 상기 실시예 I에 설명된 바와 같이 분산물을 제조하고 평가하였다. 평가한 두 가지 폴리카프로락톤-다중산 공중합체는 루브리졸 솔플러스(등록상표) D520과 루브리졸 솔스퍼스(등록상표) 36000이었다. 하기 표 3의 분산물을 제조하였다.

[0110]

[표 3]

분산제	초기 중량 (g)			분산제/ATO (%) 및 처리 시간 (분)									
	분산제 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
솔플러스 (등록상표) D520	51/0	510	340	120	120	60	30						
솔스펠스 (등록상표) 36000	51/0	510	340	6	6	27	60	60	60				

[0111]

[0112]

이어서 분산물의 평균 입자 크기를 상기 실시예 I에 제공된 상세에 따라 측정하였다. 결과를 하기에 나타낸다.

[0113] [표 4]

분산제	ATO에 대한 분산제의 중량%	밀링 시간 (분)	입자 크기 (nm)
솔플러스(등록상표) D520	10	30	132
	10	60	96
	10	90	79
	10	120	69
	12.5	30	61
	12.5	60	59
	12.5	90	52
	12.5	120	57
	15	30	52
	15	60	56
솔스펠스(등록상표) 36000	10	6	517
	12.5	6	302
	15	27	179
	17.5	30	167
	17.5	60	158
	20	30	82
	20	60	85
	22.5	30	97
	22.5	30	70
	22.5	60	80

[0114]

[0115] 실시예 III: 폴리카프로락톤-폴리아민 분산제와 폴리(프로필렌 옥사이드)-폴리아민 분산제의 비교

[0116] 폴리(프로필렌 옥사이드)-폴리아민 분산제를 평가하였다. 상기 실시예 I에 설명된 바와 같이 분산물을 제조하고 평가하였다. 평가한 폴리(프로필렌 옥사이드)-폴리아민은 솔스펠스(등록상표) 71000였다. 하기 표 5의 분산물을 제조하였다.

[0117] [표 5]

분산제	초기 중량 (g)			분산제/ATO (%) 및 각각의 수준에서의 처리 시간 (분)									
	분산제 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
솔스펠스 (등록상표) 71000	51/51	510	289	3	-	-	-	-	-	-	90	-	90

[0118]

[0119] 이어서 분산물의 평균 입자 크기를 상기 실시예 I에 제공된 상세에 따라 측정하였다. 결과를 하기 표 6에 나타낸다.

[0120] [표 6]

분산제	ATO에 대한 분산제의 중량%	밀링 시간 (분)	입자 크기 (nm)
솔스펠스(등록상표) 71000	27.5	30	227
	27.5	60	158
	27.5	90	147
	32.5	30	130
	32.5	60	123
	32.5	90	119

[0121]

[0122] 실시예 IV: 다중-정착 분산제 대 단일-정착 분산제의 비교

[0123] 폴리에스테르-폴리아민 단일 정착 분산제를 평가하였다. 상기 실시예 I에 설명된 바와 같이 분산물을 제조하고 평가하였다. 평가한 폴리에스테르-폴리아민 단일 정착 분산제는 솔스펠스(등록상표) 19000였다. 하기 표 7의 분산물을 제조하였다.

[0124] [표 7]

분산제	초기 중량 (g)			분산제/ATO (%) 및 각각의 수준에서의 처리 시간 (분)									
	분산제 /PM (g)	ATO (g)	PM (g)	10 %	12.5 %	15 %	17.5 %	20 %	22.5 %	25 %	27.5 %	30 %	32.5 %
솔스펠스 (등록상표) 19000	51/0	510	340	5	30	30	30						

[0125]

[0126] 이어서 분산물의 평균 입자 크기를 상기 실시예 I에 제공된 상세에 따라 측정하였다. 결과를 하기 표 8에 나타낸다.

[0127] [표 8]

분산제	ATO에 대한 분산제의 중량%	밀링 시간 (분)	입자 크기 (nm)
솔스펠스(등록상표) 19000	10	5	552
	12.5	30	755
	15	30	874
	17.5	30	961

[0128]

[0129] 실시예 V: 공분산제의 평가

[0130] 상기에서 평가한 단일 정착 폴리에스테르-폴리아민 분산제를 솔플러스(등록상표) D510과 조합하여 분산물에서 기능하는 조합의 능력을 평가하였다. 상기 실시예 I에 따라 분산물을 제조하였다. 두 실험 모두 510 그램의 ATO 및 340 그램의 PM을 사용하여 시작하였다. 제1 실험에서는, 25 그램의 솔스펠스(등록상표) 19000(ATO에 대해 5 중량%) 및 25 그램의 솔플러스(등록상표) D510(ATO에 대해 5 중량%)을 초기에 부가하고 45분 동안 밀링하였다. 다시 5%의 D510을 부가하고 1시간 동안 처리한 다음, 추가로 2.5%의 D510(총 12.5%)을 부가하고 다시 1시간 동안 처리하였다. 제2 실험에서는, 5.1 그램의 솔스펠스(등록상표) 19000(ATO에 대해 1 중량%) 및 63.8 그램의 솔플러스(등록상표) D510(ATO에 대해 12.5 중량%)을 초기에 부가하고 2시간 동안 밀링하였다. 다시 1%의 솔스펠스(등록상표) 19000을 부가하고 2시간 동안 처리한 다음, 추가로 1%의 솔스펠스(등록상표) 19000(총 3%)을 부가하고 다시 4시간 동안 처리하였다.

[0131] 이어서 분산물의 평균 입자 크기를 상기 실시예 I에 제공된 상세에 따라 측정하였다. 결과를 하기 표 9에 나타낸다.

[0132] [표 9]

ATO에 대한 분산제 #1(솔스펠스(등록상표) 19000)의 중량%	ATO에 대한 분산제 #2(솔플러스(등록상표) D510)의 중량%	밀링 시간 (분)	입자 크기 (nm)
5	5	15	323
5	5	30	271
5	5	45	248
5	10	15	78
5	10	30	75
5	10	60	67
5	12.5	30	57
5	12.5	60	55
1	12.5	30	113
1	12.5	60	88
1	12.5	90	74
1	12.5	120	72
2	12.5	30	57
2	12.5	60	53
2	12.5	90	50
2	12.5	120	47
3	12.5	30	111
3	12.5	60	89
3	12.5	90	73
3	12.5	120	65
3	12.5	150	59
3	12.5	180	56
3	12.5	210	53
3	12.5	240	50

[0133]

[0134] 실시예 VI: 분산물 및 아민 개질된 아크릴레이트를 포함하는 코팅 조성물의 평가

[0135] 실시예 I과 유사한 방식으로 분산물을 제조하였다. 대부분의 샘플의 초기 분산물은 500 g의 ATO, 333 g의 1-메톡시-2-프로판올, 및 다양한 양의 아민 개질된 아크릴레이트(AMA), 그리고 솔플러스(등록상표) D510을 포함하였다. 실험을 계속함에 따라, 아민 개질된 아크릴레이트(ATO에 대해 최대 5 중량%)를 더욱 첨가하였지만 점도가 증가하였다. 그 시점에서 점도가 여전히 높은 경우에는, 솔플러스(등록상표) D510을 연속하여 더욱 첨가하였다. 분산물 중의 성분, 그 양, 및 입자 크기를 하기 표 10에 나타낸다.

[0136] [표 10]

AMA	ATO에 대한 AMA의 중량%	ATO에 대한 D510의 중량%	밀링 시간 (시)	입자 크기 (nm)
에베크렐 (등록상표) 83	15	0	0.5	149
	15	0	1	137
	15	0	1.5	138
	20	0	0.5	135
	20	1	0.5	114
	20	2	0.5	147
	20	5	0.5	128
	20	5	1	133
에베크렐 (등록상표) 3600	10	10	0.5	78
	10	10	1	70
에베크렐 (등록상표) 3600	10	5	0.5	247
	10	10	2	70
	15	10	0.5	72
에베크렐 (등록상표) 3703	10	5	0.5	123
	10	5	1	86
	10	5	1.5	75
	10	5	2	68
	10	5	2.5	63
	12.5	5	0.5	57
	12.5	5	1	55
	12.5	5	1.5	54

[0137]

에베크릴 (등록상표) 3703	20	0	0.5	838
	20	0	1	374
	20	0	1.5	493
	20	2.5	0.5	76
	20	2.5	1	68
	20	2.5	1.5	65
	20	2.5	2	64
	20	3.5	0.5	60
	20	3.5	1	59
에베크릴 (등록상표) 7100	20	2.5	0.5	177
	20	2.5	1	153
	20	5	0.5	88
	20	5	1	75
	20	5	1.5	70
	20	7.5	0.5	60
	20	7.5	1.5	52
	20	7.5	2	49
CN551	15	0	0.5	150
	15	5	0.5	128
CN2100	20	2.5	0.5	178
	20	2.5	4	128
	20	2.5	1.5	126
	20	5	0.5	66
	20	5	1	62
	20	6	0.5	52
	20	6	1	53

[0138]

비아제트 (등록상표) 400	10	10	0.5	141
	10	10	1	92
	10	10	1.5	106
	10	12.5	0.5	63
	10	12.5	1	58
	10	12.5	1.5	54
비아스크린 (등록상표) 515	10	10	0.5	128
	10	10	1	102
	10	10	1.5	91
	10	12.5	0.5	103
	10	12.5	1	92
	10	12.5	1.5	56
	10	12.5	2	53

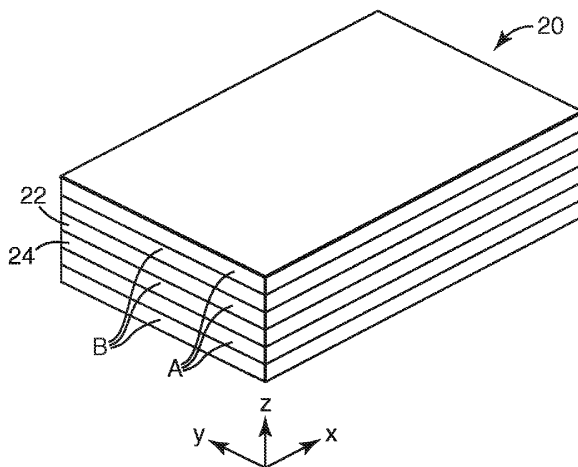
[0139]

[0140]

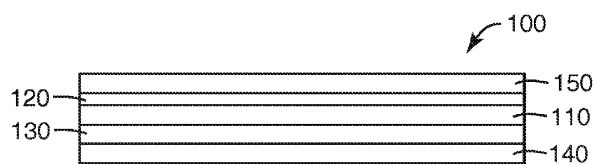
본 발명은 상기에 기재된 특정 실시예에 제한되는 것으로 여겨져서는 안되며, 오히려 첨부된 청구의 범위에 분명하게 기재된 모든 태양을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명이 응용될 수 있는 다양한 변형, 등가의 공정 및 많은 구조가 본 명세서의 검토시에 본 발명이 관련되는 기술분야의 숙련자에게 쉽게 명백해질 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

