(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0027944
(43) 공개일자 2021년03월11일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 7/38 (2018.01) *C08K 3/36* (2006.01)
C09J 11/00 (2006.01) *C09J 133/04* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C09J 7/38 (2018.01)
C08K 3/36 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0109040
(22) 출원일자 2019년09월03일
심사청구일자 2019년09월03일

(71) 출원인
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50
(72) 발명자
이동욱
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
김학선
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인지원

전체 청구항 수 : 총 14 항

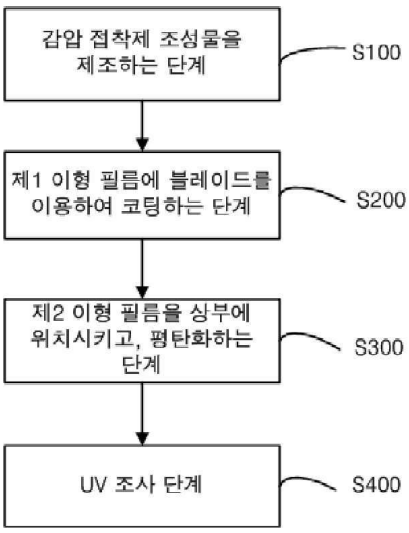
(54) 발명의 명칭 **아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 및 이의 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 및 이의 제조 방법에 관한 것으로, 상기 감압성 접착제는 제1 이형필름; 상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및 상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형필름을 포함하며, 일정 이상의 점도를 나타낼 수 있도록 조절하여 감압 접착제 조성물로 이형필름에 코팅 시 원하는 형태를 유지하며 코팅할 수 있다.

또한, 감압 접착제 조성물을 이형 필름에 코팅 시 기포 발생을 방지하기 위한 공정에 있어, 종래의 공정과 비교하여 간소화된 공정으로 기포 제거가 가능하고, 질소 조건 하에서 공정을 진행하지 않더라도, 산소와의 접촉을 차단하여 고분자 중합을 진행할 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C09J 11/00 (2013.01)
C09J 133/04 (2013.01)
C09J 7/385 (2018.01)
C09J 2301/312 (2020.08)
C09J 2301/40 (2020.08)
C09J 2301/416 (2020.08)
(72) 발명자
이주학
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
백명진
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원
명민훈
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50 울산과학기술원

명 세 서

청구범위

청구항 1

제1 이형필름;

상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및

상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형필름을 포함하며,

상기 감압 접착제 조성물은 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제를 포함하며,

상기 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA), 메틸 아크릴레이트(MA), 아크릴 산(AA) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 감압 접착제 조성물은 점도 조절을 위한 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 포함하는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA); 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 메틸 아크릴레이트(MA)의 혼합물; 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 아크릴 산(AA)의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 가교제는 헥산디올 디아크릴레이트, 에틸렌글리콜디아크릴레이트, 디에틸렌글리콜디아크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 프로필렌글리콜디아크릴레이트, 디프로필렌글리콜디아크릴레이트 및 트리프로필렌디아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 광개시제는 UV 광개시제로,

상기 UV 광개시제는 2-벤질-2-(디메틸아미노)-1-(4-(4-모르포릴닐)페닐)-1-부탄온(2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-(4-(4-morpholinyl) Phenyl)-1-butanone), 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온(2-Hydroxy-2-methyl-1-phenyl-propane-1-one), 디아미노벤조 페논(Diaminobenzo Phenone), 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르토리노 프로판-1-온(2-Methyl-1-[4-(Methylthio)phenyl]-2-Mortholino Propan-1-one), 2,4-디에틸 티옥산톤-9-온(2,4-Diethyl thioxantone-9-one), 4-(디에틸아미노)벤조익 산 3-M-B(4-(Dimethylamino)benzoic acid 3-M-B), 페닐비스(2,4,6-트리메틸-벤조일)포스핀 옥사이드(Phenylbis(2,4,6-trimethyl-benzoyl)-phosphinoxide), 디페닐(2,4,6-트리메틸벤조일)-포스핀 옥사이드(Diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 감압 접착제 조성물은 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제; 및 점도 조절을 위한 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하고, UV 광중합하여 가교 결합 반응하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 상기 제1 이형필름의 일면에 감압 접착제 조성물을 코팅하기 위해, 바코터의 블레이드를 이용하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 감압 접착제 조성물의 상부에 제2 이형필름을 접착 시 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 제1 이형필름;

상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및

상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형플름을 포함하여,

광중합시 질소 조건에서 진행하지 않아도 산소와의 접촉을 차단하여 라디칼 반응을 진행하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제.

청구항 10

1) 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제 및 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하여 감압 접착제 조성물을 제조하는 단계;

2) 상기 감압 접착제 조성물을 제1 이형 필름에 바코터의 블레이드를 이용하여 코팅하는 단계;

3) 상기 코팅 단계 이후, 상부에 제2 이형 필름을 위치시키고, 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하는 단계; 및

4) 상기 제2 코팅 단계 이후, UV를 조사하는 단계를 포함하는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 1) 단계는 유기 용매 없이 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제에 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하여 점도를 조절하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법.

청구항 12

제10항에 있어서,

상기 2) 단계는 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하여 코팅하는 것으로,

이형 필름의 일면에 1) 단계의 감압 접착제 조성물을 놓고 1 내지 5 ㎜/s의 속도로 바코터의 블레이드를 이동시켜, 0.5 내지 5㎜의 두께로 코팅하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법.

청구항 13

제10항에 있어서,

상기 3) 단계는 제1 이형 필름의 일면에 감압 접착제 조성물이 코팅되고,

상기 코팅된 감압 접착제 조성물의 상부에 제2 이형 필름을 위치시키고 바코터의 블레이드를 1 내지 5 mm/s의 속도로 이동시켜, 제1 이형 필름 및 제2 이형 필름의 사이에 위치한 감압 접착제 조성물을 0.05 내지 0.5mm의 두께로 평탄화하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법.

청구항 14

제10항에 있어서,

상기 4) 단계는 제1 이형 필름 및 제2 이형 필름의 사이에 감압 접착제 조성물이 위치시켜 질소의 공급 없이 산소와의 접촉을 차단하며,

UV를 조사하여 광중합하는 것인 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 및 이의 제조 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 연신율이 극대화된 스트레처블 접착제로 이용할 수 있는 아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 조성물 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 일반적으로 감압성 점착제(pressure sensitive adhesives, PSAs)는 물, 열, 용매 등을 사용하지 않고 상온에서 지압 정도의 아주 작은 압력으로 피착제에 단시간 내에 접착이 가능 하고, 박리시에는 응집파괴를 일으키지 않는 접착강도를 발휘해야 한다.

[0004] 따라서 초기 점착력(probe tack), 피착제와 결합력(peel strength) 및 응집력(cohesion strength) 등의 3대 물성을 가진 것으로 정의할 수 있다.

[0005] 점착제의 시초는 1845년 Shocut와 Day가 인디안 고무에 수지를 첨가하여 제조한 점착제이다. 1899년에는 천연고무에 산화아연을 넣은 점착제가 출현한 이래 발전을 거듭하여 1920 내지 1930년경에는 절연 테이프가 생산되어 산업분야에 널리 쓰이게 되었다.

[0006] 현재 이러한 PSAs는 의료용 테이프, 라벨, 양면테이프, 메모지와 같은 일상용품에서부터 포장, 인쇄, 의료, 전자, 자동차 등 여러 산업 분야에서 단면, 양면, 전기 절연, 표면 보호 테이프같은 다양한 형태로 활용되고 있으며 점차 그 시장도 증가하고 있다.

[0007] 점착제는 용제형, 무용제형, 그리고 유화형으로 크게 나뉘며, 이들 중 용제형은 사용된 용제가 대부분 건조나 탈취 공정 중 배기 가스로 대기에 방출되어 환경적 문제를 수반한다.

[0008] 최근에는 이러한 단점을 보완할 목적으로 소수성(waterborne) 접착제와 광경화형 접착제가 주목을 받고 있다. 광경화형 점착제의 장점은 100% 고형분이기 때문에 환경오염이 적으며 저온 경화가 가능하여 열가소성 플라스틱, 목재, 종이 등 고온에서 경화가 곤란한 기재에도 사용할 수 있다.

[0009] 또한 경화속도가 빠르고 공정이 단순하여 기존의 열중합형에 비해 설비 및 생산성, 에너지 절감 등의 측면에서 크게 유리하다.

[0010] 근래에 들어 스마트폰 및 테블릿 PC의 수요가 폭발적으로 늘어나면서 터치패널 개발에 대한 연구가 증가하고 있다.

[0011] 그 중 터치패널 층간에 사용되는 광학용 점착제(optical clear adhesives, OCAs)는 공통적으로 높은 투과율, 낮은 헤이즈(haze)가 요구되며 ITO(indium tin oxide)에 대한 낮은 부식성이 요구된다. 그러나 터치패널 내 점착제의 사용에서 가장 큰 문제점은 라미네이션(lamination) 공정 중 기포 발생 문제와 불량 발생시 재작업(rework)성이 낮다는 것이다.

[0012] 이러한 문제를 해결하기 위한 PSAs의 개발이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

[0014] (특허문헌 0001) (특허 문헌 1) KR 10-1399987 B1

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명의 목적은 아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 및 이의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0016] 본 발명의 다른 목적은 일정 이상의 점도를 나타낼 수 있도록 조절하여 감압 접착제 조성물로 이형 필름에 코팅 시 원하는 형태를 유지하며 코팅할 수 있는 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제 및 이의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0017] 본 발명의 다른 목적은 감압 접착제 조성물을 이형 필름에 코팅 시 기포 발생을 방지하기 위한 공정에 있어, 종래의 공정과 비교하여 간소화된 공정으로 기포 제거가 가능한 감압 접착제의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0018] 본 발명의 다른 목적은 제조 단계에서 질소 조건 하에서 공정을 진행하지 않더라도, 산소와의 접촉을 차단하여 고분자 중합을 진행할 수 있는 감압 접착제의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0020] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 실시예에 따른 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제는 제1 이형필름; 상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및 상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형플름을 포함하며, 상기 감압 접착제 조성물은 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제를 포함하며, 상기 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA), 메틸 아크릴레이트(MA), 아크릴산(AA) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0021] 상기 감압 접착제 조성물은 점도 조절을 위한 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 포함할 수 있다.

[0022] 상기 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA); 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 메틸 아크릴레이트(MA)의 혼합물; 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 아크릴 산(AA)의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0023] 상기 가교제는 헥산디올 디아크릴레이트, 에틸렌글리콜디아크릴레이트, 디에틸렌글리콜디아크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 프로필렌글리콜디아크릴레이트, 디프로필렌글리콜디아크릴레이트 및 트리프로필렌디아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0024] 상기 광개시제는 UV 광개시제로, 상기 UV 광개시제는 2-벤질-2-(디메틸아미노)-1-(4-(4-모르포릴닐)페닐)-1-부탄온(2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-(4-(4-morpholinyl) Phenyl)-1-butanone), 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온(2-Hydroxy-2-methyl-1-phenyl-propane-1-one), 디아미노벤조 페논(Diaminobenzo Phenone), 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르토리노 프로판-1-온(2-Methyl-1-[4-(Methylthio)phenyl]-2-Mortholino Propan-1-one), 2,4-디에틸 티옥산톤-9-온(2,4-Diethyl thioxantone-9-one), 4-(디에틸아미노)벤조익 산 3-M-B(4-(Dimethylamino)benzoic acid 3-M-B), 페닐비스(2,4,6-트리메틸-벤조일)포스핀 옥사이드(Phenylbis(2,4,6-trimethyl-benzoyl)-phosphinoxide), 디페닐(2,4,6-트리메틸벤조일)-포스핀 옥사이드(Diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0025] 상기 감압 접착제 조성물은 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제; 및 점도 조절을 위한 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하고, UV 광중합하여 가교 결합 반응하는 것이다.

[0026] 상기 상기 제1 이형필름의 일면에 감압 접착제 조성물을 코팅하기 위해, 바코터의 블레이드를 이용하는 것이다.

[0027] 상기 감압 접착제 조성물의 상부에 제2 이형필름을 접착 시 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하는 것이다.

[0028] 상기 제1 이형필름; 상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및 상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형플름을 포함하여, 광중합시 질소 조건에서 진행하지 않아도 산소와의 접촉을 차단하여 라디칼 반응을 진행하는 것이다.

[0029] 본 발명의 다른 일 실시예에 따른 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제의 제조 방법은 1) 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제 및 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하여 감압 접착제 조성물을 제조하는 단계; 2) 상기 감압 접착제 조성물을 제1 이형 필름에 바코터의 블레이드를 이용하여 코팅하는 단계; 3) 상기 코팅 단계 이후, 상부에 제2 이형 필름을 위치시키고, 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하는 단계; 및 4) 상기 제2 코팅 단계 이후, UV를 조사하는 단계를 포함한다.

[0030] 상기 1) 단계는 유기 용매 없이 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제에 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하여 점도를 조절하는 것이다.

[0031] 상기 2) 단계는 바코터의 블레이드를 이용하여 평탄화하여 코팅하는 것으로, 이형 필름의 일면에 1) 단계의 감압 접착제 조성물을 놓고 1 내지 5 ㎜/s의 속도로 바코터의 블레이드를 이동시켜, 0.5 내지 5㎜의 두께로 코팅하는 것이다.

[0032] 상기 3) 단계는 제1 이형 필름의 일면에 감압 접착제 조성물이 코팅되고, 상기 코팅된 감압 접착제 조성물의 상부에 제2 이형 필름을 위치시키고 바코터의 블레이드를 1 내지 5 ㎜/s의 속도로 이동시켜, 제1 이형 필름 및 제2 이형 필름의 사이에 위치한 감압 접착제 조성물을 0.05 내지 0.5㎜의 두께로 평탄화하는 것이다.

[0033] 상기 4) 단계는 제1 이형 필름 및 제2 이형 필름의 사이에 감압 접착제 조성물이 위치시켜 질소의 공급 없이 산소와의 접촉을 차단하며, UV를 조사하여 광중합하는 것이다.

[0034] 본 발명의 광중합(Photopolymerization)은 빛의 조사(照射)로 유발되는 중합반응으로, 중합 형식에는 화합물에 직접 빛을 흡수시켜 전자의 에너지 준위를 높여 반응시키는 비증감(非增感) 중합과 공존하는 제3자적 분자에 빛을 흡수시켜 그 에너지 이동으로 반응을 일으키는 증감(增感) 중합의 두 가지를 모두 의미한다.

[0035] 본 발명의 가교제는 사슬 모양 고분자 사슬 사이에서 가교 역할을 하는 물질로, 가교는 수지(樹脂)에 경도(硬度)나 탄력성 등 기계적 강도와 화학적 안정성을 부여하는 것을 의미한다.

[0036] 본 발명의 광개시제는 UV 수지에 소량 첨가되어, 자외선 램프에서 나오는 UV에 의해 중합 반응을 개시하게 하는 물질을 의미한다.

[0037] 본 발명의 스트레처블(Strechable)은 연신율이 우수하여 잘 늘어날 수 있는 성질을 의미한다.

발명의 효과

[0039] 본 발명의 아크릴 화합물을 포함하는 감압성 접착제 및 이의 제조 방법에 의하면, 일정 이상의 점도를 나타낼 수 있도록 조절하여 감압 접착제 조성물로 이형 필름에 코팅 시 원하는 형태를 유지하며 코팅할 수 있다.

[0040] 또한, 감압 접착제 조성물을 이형 필름에 코팅 시 기포 발생을 방지하기 위한 공정에 있어, 종래의 공정과 비교하여 간소화된 공정으로 기포 제거가 가능하고, 질소 조건 하에서 공정을 진행하지 않더라도, 산소와의 접촉을 차단하여 고분자 중합을 진행할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0042] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs 제조 방법에 대한 도면이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 제조 방법에 대한 순서도이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 박리 강도 측정 결과이다.

도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 겔 분율 측정 결과이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 연신반복특성 평가 사진이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 연신반복특성 평가 사진이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 연신반복특성 평가 사진이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs(7EHA-3MA)의 투과도 측정 결과이다.

도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs(10EHA)의 투과도 측정 결과이다.

도 10은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 투과도 측정 결과이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 전단 점도(Shear viscosity) 측정 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0043] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예에 대하여 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

[0044] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 본 발명의 아크릴 화합물을 포함하는 감압 접착제는 제1 이형필름; 상기 제1 이형필름의 일면에 코팅되는 감압 접착제 조성물; 및 상기 감압 접착제 조성물의 상부에 접착되는 제2 이형필름을 포함하며, 상기 감압 접착제 조성물은 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제를 포함한다.

[0045] 상기 감압 접착제는 제1 이형필름; 감압 접착제 조성물 및 제2 이형필름의 순서로 적층되는 더블레이어 방식(Double layer)으로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0046] 상기 감압 접착제 조성물은, 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제를 포함한다.

[0047] 상기 크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA), 메틸 아크릴레이트(MA), 아크릴 산(AA) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

[0048] 종래 아크릴 계열 PSAs를 제조할 때 아크릴 단량체들의 점도가 매우 낮기 때문에 이형필름(releasing film)에 코팅을 할 때 원하는 형태를 유지할 수 없는 문제가 있다.

[0049] 이러한 문제를 해결하기 위해, 기존에는 1차 중합(pre-polymerization)을 통하여 점도를 조절하고 개시제(initiator) 또는 가교제(crosslinking agent)를 다시 첨가하여 혼합한 이후, 이형필름에 코팅하여 2차 중합 하거나 고분자중합을 1차로 끝낸 후 톨루엔과 같은 유기용매에 녹여 코팅을 하여 용매를 증발시키는 방법으로 PSA를 제조하였다.

[0050] 즉, 점도 조절이 불가능하여, 필수적으로 유기 용매를 사용해야 했다. 다만, 이러한 유기 용매의 사용은 인체에 해로운 유기 용매임에도 불구하고 사용해야되는 문제가 있다.

[0051] 또한, 1차 중합 및 2차 중합으로 이어지는 시간 동안 짧은 반감기에 의해 프리라디컬(free radical)들이 쇠퇴되어(decay) 겔 분율이 낮아지는 문제가 있다. 즉, 유기 용매를 사용하여 점도의 조절이 필요하여 1차 중합 및 2차 중합으로 반응을 진행해야하므로, 중합 시간이 증가함에 따라, 짧은 반감기로 인해 프리 라디칼들이 쇠퇴되어 중합율이 떨어지게 된다.

[0052] 본 발명에서는 종래 아크릴 계열의 PSAs와 달리, 1차 및 2차 중합으로 이어지는 반응을 단순화하여, 반응 시간을 단축시키고, 인체에 유해한 유기 용매를 사용함이 없이 점도의 조절이 가능하게 하였다.

[0053] 이에, 본 발명에서는 점도 조절을 위한 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0054] 상기 감압 접착제 조성물은, 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 및 분산제를 포함하고, 여기에 소수성 흄드 실리카를 함께 혼합하여, 점도를 조절하며, 한번에 혼합하여 인터벌 없이 광중합으로 PSAs를 제조할 수 있다.

[0055] 즉, 반응 공정을 단순화하여, 광중합까지의 반응 시간이 단축됨에 따라, 프리라디컬(free radical)들이 쇠퇴되어(decay) 겔 분율이 낮아지는 문제를 방지할 수 있을 뿐 아니라, 소수성 흄드 실리카의 사용으로 인해 점도 조절이 가능하여 인체에 유해한 유기 용매를 사용하지 않아도 된다.

[0056] 본 발명의 감압 접착제 조성물은

[0057] 구체적으로 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA); 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 메틸 아크릴레이트(MA)의 혼합물; 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 및 아크릴 산(AA)의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0058] 보다 구체적으로, 아크릴레이트계 화합물은 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA)만을 단독으로 사용할 수도 있고, 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 60 내지 80 중량% 및 메틸 아크릴레이트(MA)의 혼합물 20 내지 40 중량%로 혼합하여 사용할 수도 있고, 2-에틸헥실 아크릴레이트(2-EHA) 60 내지 80 중량% 및 아크릴 산(AA) 20 내지 40%로 혼합하여 사용할 수도 있다.

[0059] 상기 가교제는 헥산디올 디아크릴레이트, 에틸렌글리콜디아크릴레이트, 디에틸렌글리콜디아크릴레이트, 트리에틸렌글리콜디아크릴레이트, 프로필렌글리콜디아크릴레이트, 디프로필렌글리콜디아크릴레이트 및 트리프로필렌디아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되며, 바람직하게는 헥산디올 디아크릴레이트이지만, 상기 예시에 국한되지 않고 당업자가 선택하여 사용할 수 있는 가교제는 제한 없이 사용 가능하다.

[0060] 상기 광개시제는 UV 광개시제로, 상기 UV 광개시제는 2-벤질-2-(디메틸아미노)-1-(4-(4-모르포릴닐)페닐)-1-부탄온(2-Benzyl-2-(dimethylamino)-1-(4-(4-morpholinyl) Phenyl)-1-butanone), 2-하이드록시-2-메틸-1-페닐-프로판-1-온(2-Hydroxy-2-methyl-1-phenyl-propane-1-one), 디아미노벤조 페논(Diaminobenzo Phenone), 2-메틸-1-[4-(메틸티오)페닐]-2-모르토리노 프로판-1-온(2-Methyl-1-[4-(Methylthio)phenyl]-2-Mortholino Propan-1-one), 2,4-디에틸 티옥산톤-9-온(2,4-Diethyl thioxantone-9-one), 4-(디에틸아미노)벤조익 산 3-M-B(4-(Dimethylamino)benzoic acid 3-M-B), 페닐비스(2,4,6-트리메틸-벤조일)포스핀 옥사이드(Phenylbis(2,4,6-trimethyl-benzoyl)-phosphinoxide), 디페닐(2,4,6-트리메틸벤조일)-포스핀 옥사이드(Diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되며, 바람직하게는 페닐비스(2,4,6-트리메틸-벤조일)포스핀 옥사이드이지만, 상기 예시에 국한되지 않고 당업자가 선택하여 사용 가능한 광 개시제는 제한 없이 사용 가능하다.

[0061] 상기 분산제는 상기 분산을 보다 원활하게 하기 위한 것으로, BYK류와 같이 당업계에서 이용되는 통상의 분산제를 이용할 수 있다.

[0062] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs 제조 방법에 대한 도면이며, 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 스트레처블 PSAs의 제조 방법에 대한 순서도이다.

[0063] 도 1 및 도 2에 따르면, 본 발명의 스트레처블 PSAs를 제조하기 위해, 1) 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제 및 소수성 흄드 실리카(Hydrophobic fumed silica)를 혼합하여 감압 접착제 조성물을 제조(S100)한다.

[0064] 본 발명은 점도 조절을 위해 단계적 중합을 진행하지 않고, 상기 1) 단계(S100)와 같이, 아크릴레이트계 화합물; 가교제; 광개시제; 분산제 및 소수성 흄드 실리카를 모두 넣고 혼합하여 감압 접착제 조성물을 제조한다.

[0065] 이때, 아크릴레이트계 화합물 100 중량부에 대하여, 가교제 0.1 내지 0.5 중량부; 광개시제 0.05 내지 0.5 중량부; 분산제 0.1 내지 0.5 중량부 및 소수성 흄드 실리카 10 내지 20 중량부로 포함될 수 있다. 상기 범위 내에서 구성 성분 간의 혼합 작용에 의해 이형 필름에의 코팅 시 적절한 점도를 나타내어, 원하는 형태로의 유지가 가능하고, 스트레처블 PSAs로의 사용이 가능한 연신율을 나타낼 수 있다.

[0066] 상기 1) 단계(S100)에서 감압 접착제 조성물을 제조한 이후, 2) 1 이형 필름에 바코터의 블레이드를 이용하여 코팅하는 단계(S200)를 진행한다.

[0067] 종래 이형필름에 코팅 시 기포의 발생을 방지하기 위해, 기존에는 진공탈포기와 같은 장비를 이용하여 기포를 제거하거나 용매에 녹인 고분자의 경우 저온에서 장시간 용매를 증발시킴으로써 기화된 용매가 고분자 사이에 갇히는 것을 방지하고자 하였다.

[0068] 종래의 기포 제거 방법의 경우, 이형필름에 코팅 이후, 진공탈포기를 이용하거나, 저온에서 장시간 용매를 증발시키는 공정과 같이, 코팅 단계 이후 별도의 공정이 추가되거나, 기포 발생을 방지하기 위해 장시간 저온에서 용매를 증발시켜야되는 문제가 있었다.

[0069] 이에, 본 발명에서는 공정의 단순화 및 기포 발생을 방지하기 위하여, 1) 단계(S100)에서 감압 접착제 조성물을

제조한 이후, 제1 이형 필름(100)에 바코터의 블레이드(200)를 이용한다.

[0070] 구체적으로 15 내지 25℃의 상온에서 바코터의 블레이드(200)를 이용하여 일정한 속도로 평탄화시켜 제1 이형필름(100)에 코팅을 진행한다.

[0071] 보다 구체적으로 제1 이형 필름의 일면에 1) 단계의 감압 접착제 조성물(300)을 놓고 1 내지 5 mm/s의 속도로 바코터의 블레이드(200)를 이동하여, 0.5 내지 5mm의 두께로 코팅하는 것이며, 바람직하게는 1.5 내지 2.5 mm/s의 속도로 바코터의 블레이드(200)를 이동하여, 0.8 내지 1.2mm의 두께로 코팅하는 것이다.

[0072] 바코터의 블레이드(200)를 이용하여 일정한 속도로 이동시킴에 따라, 제1 이형필름(100)의 일면에 감압 접착제 조성물(300)이 일정한 두께로 코팅됨과 동시에 기포의 발생을 방지할 수 있다.

[0073] 이후, 확실한 기포 발생을 방지하기 위해, 3) 상기 코팅 단계 이후, 상부에 제2 이형 필름(110)을 위치시키고, 바코터의 블레이드(200)를 이용하여 평탄화하는 단계(S300)를 진행한다.

[0074] 도 1에 따르면, 상기 2) 단계(S200)에서 제1 이형필름(100)의 일면에 감압 접착제 조성물(300)을 코팅하고, 상기 감압 접착제 조성물(300)이 코팅된 제1 이형필름(100)의 면에 제2 이형필름(110)을 위치시킨다.

[0075] 즉, 코팅된 감압 접착제 조성물(300)의 상부면에 제2 이형필름(110)을 위치시킨다. 상기 제2 이형필름(110)이 코팅된 감압 접착제 조성물(300)의 상부면에 위치하면, 다시 바코터의 블레이드(200)를 이용하여 평탄화 공정을 진행한다.

[0076] 이때, 평탄화 공정은 1 내지 5 mm/s의 속도로 바코터의 블레이드(200)를 이동하여, 제1 이형 필름(100) 및 제2 이형 필름(110)의 사이에 위치한 감압 접착제 조성물(300)을 0.05 내지 0.5mm의 두께로 평탄화하는 것이며, 바람직하게는 1.5 내지 2.5 mm/s의 속도로 바코터의 블레이드(200)를 이동하여, 0.05 내지 0.1mm의 두께로 평탄화하는 것이다.

[0077] 상기 두 번째 평탄화 공정(S300)은 첫 번째 평탄화 공정(S200)과 동일한 속도로 평탄화 공정을 진행하며, 두 번의 평탄화 공정에 의해 제1 이형필름(100) 및 제2 이형필름(110)의 사이에 위치한 감압 접착제 조성물(300)의 두께는 0.05 내지 0.1mm로 평탄화됨과 동시에, 일부 잔존하는 기포까지 모두 제거 가능하게 된다.

[0078] 이후, 4) 상기 제2 코팅 단계 이후, UV를 조사하는 단계(S400)를 진행하여, 제1 이형필름(100) 및 제2 이형필름(110) 내부에 위치하는 감압 접착제 조성물(300)의 광중합 반응을 진행한다.

[0079] 종래에는 이형필름의 일면에 감압 접착제 조성물을 코팅하고 UV를 조사하여 광중합 반응을 진행하였다.

[0080] 이러한 반응에 있어, 산소는 라디컬 스캐빈져로서 (radical scavenger) 라디컬 반응을 종단시킬 수 있기 때문에 산소가 없는 질소조건에서 반응이 이루어 져야한다.

[0081] 따라서 종래 PSAs 제조 과정에서는 질소를 지속적으로 공급하여 산소가 없는 상태를 만들고, 고분자 중합을 진행하였다.

[0082] 즉, 종래는 산소의 접촉을 차단하기 위해, 질소 환경 하에서 반응을 진행하여, 고분자 중합을 위해 질소 공급 및 산소 유입을 차단할 수 있는 환경에서 반응을 진행하였다.

[0083] 반면, 본 발명의 경우에는 이러한 불편을 방지하기 위해, 상기 3) 단계에서와 같이, 더블레이어 방식으로 (double layer) 제1 이형필름(100) 및 제2 이형필름(110)을 감압 접착제 조성물의 상, 하로 위치시킴으로써 라미네이트(laminate) 형태를 만들어 광중합시 산소와의 접촉을 차단할 수 있다.

[0084] 즉, 인위적으로 질소를 공급하여 산소의 접촉을 차단하는 방식이 아니고, 감압 접착제 조성물의 상, 하면에 이형필름을 위치시키는 더블레이어 방식을 이용함에 따라, UV 조사 단계에서 감압 접착제 조성물이 산소와의 접촉 가능성을 막고, 라디칼 반응을 진행할 수 있다.

[0085] 산소와의 접촉이 차단됨에 따라, 감압 접착제 조성물 내의 단량체들의 라디칼 반응이 원활하게 진행될 수 있다.

[0086] [제조예 1: 감압 코팅 조성물의 제조]

[0087] 소수성 흄드 실리카(Aerosil R 972, Evonik Industries, Germany), 분산제(DISPERBYX 2158, BYK, Germany), 가교제로 헥산디올 디아크릴레이트(Hexanediol diacrylate, HDDA), 광개시제로 페닐비스(2,4,6-트리메틸-벤조일) 포스핀 옥사이드(TCI Chemicals, Japan)를 사용하였다.

[0088] 단량체는 2-에틸헥실아크릴레이트(2-EHA), 메틸아크릴레이트(MA) 및 아크릴 산(AA)을 사용하였다.

[0089] 감압 코팅 조성물을 제조하기 위해, 하기 표 1과 같은 조성비로 단량체를 혼합하여 사용하였다. 상기 단량체 100 중량부를 기준으로, 소수성 흄드 실리카 15 중량부 및 분산제 0.03 중량부를 포함하며,

[0090] 가교제 및 광개시제는 100mol의 단량체를 기준으로 가교제 0.25 mol 및 광개시제 0.1 mol을 혼합하여 제조하였다.

표 1

[0091]

Chemicals	2-EHA	MA	AA
7EHA-3MA	70	30	
7EHA-3AA	70		30
10EHA	100		

[0092] (단위 mol%)[제조예 2: PSAs의 제조]

[0093] 상기 제조예 1에서 제조된 감압 접착제 조성물을 이용하여 이형필름에 코팅하였다.

[0094] 구체적으로 제1 이형필름의 일면에 감압 접착제 조성물을 위치시키고 상온에서 바코터 (bar-coater)의 블레이드(blade)를 2mm/s의 낮은 속도로 이동하여 1차로 감압 접착제 조성물을 1mm의 두께로 평탄화한 후, 제2 이형필름을 상부에 위치시키고, 바코터 (bar-coater)의 블레이드(blade)를 2mm/s의 낮은 속도로 이동하여 0.1mm로 평탄화를 하였다.

[0095] [실험예: PSAs의 물성 측정]

[0096] 1. 박리강도의 측정 결과

[0097] PSAs의 박리강도를 측정하기 위해, ASTM D3330을 기준으로 측정하였다.

[0098] 그 결과는 도 3에 표시된 것과 같으며, 도 3에 따르면, 10EHA에 대비하여, 7EHA-3MA는 55%의 박리 강도 증가를 확인하였으며, 7EHA-3AA는 990%의 박리 강도 증가 효과를 확인하였다.

[0099] 이는 EHA에 MA 및 AA를 첨가함에 따라, 첨가된 메틸기(methyl) 및 카르복실기(carboxyl)의 효과에 의한 것으로 사료된다.

[0100] 2. 겔 분율 측정

[0101] 제조된 PSAs의 겔 분율을 측정한 결과는 도 4와 같다. 겔 분율은 에틸에세테이트(Ethyl acetate) 용매에 상온(15 내지 25℃)에서 24 시간 담근 후, 12시간 동안 상온에서 건조하여 전, 후의 무게 차이로 계산하였다.

[0102] 도 4에 따르면, 제조된 점착제는 모두 96% 이상의 높은 겔 분율을 나타냄을 확인하였다.

[0103] 3. 연신반복 특성 평가

[0104] 제조된 PSAs의 연신 반복 특성을 평가하기 위해, 하기와 같은 실험 조건 하에서 실험을 진행하였으며, 그 결과는 하기 표 2 및 도 4와 같다.

[0105] 시편크기: 38 mm x 13 mm x 0.2 mm (L x W x B)

[0106] 평가속도: 500mm/min

[0107] 연신(strain, %): 15-30

[0108] 왕복횟수(cycle): 100-cycle

표 2

[0109]

Strain (%)	Recovery time (sec)		
	7EHA-3MA	7EHA-3AA	10EHA
15	0	40*	0
20	0	-	0
30	0	-	0

[0110] (*부분적 회복 (partial recovery)을 의미함)상기 표 2 및 도 5 내지 7에 나타낸 바와 같이, 탄성력을 증가시키기 위해서 프리스트레인 (pre-strain)을 적용시킨 결과 10EHA 및 7EHA-3MA에서 15%, 20% 및 30%의 변형율에서 즉각적인 회복을 나타냄을 확인하였다.

[0111] 이는 15%, 20% 및 30%로 늘리더라도, 10EHA 및 7EHA-3MA의 경우에는 즉각적인 회복을 나타냄을 확인하였으며, 7EHA-3AA의 경우에는 15%만 늘리는 경우에 부분적인 회복만 가능함을 확인하였다.

[0112] 3. 투과도 평가

[0113] 투과율을 평가하기 위해, UV-Vis NIR spectroscopy를 이용하여 300 내지 700nm의 파장에서 투과율을 측정하였다.

[0114] 그 결과는 도 8 내지 10과 같다.

[0115] 도 8 내지 10에 따르면, 제조된 점착제는 모두, 가시광선 영역에서 모두 95% 이상의 높은 투과율을 보였다. 또한, 높은 연신반복 특성을 보였던 7EHA-3MA 및 10EHA의 변형율에 따른 투과도 측정 결과도 모두 90% 이상의 높은 투과율을 보였다.

[0116] 4. 점도 측정

[0117] 제조된 PSAs의 전단 점도(Shear viscosity)를 측정하였다. Rheometer, Kinexus pro+(Malvern Panalytical Ltd, UK)를 이용하여 전단 점도를 측정하였으며, 그 결과는 하기 표 3, 표 4 및 도 11과 같다. 7EHA-3MA 및 10EHA에 대한 전단 점도를 측정하였다. 7EHA-3AA는 산이 포함되어 있어 장비 부식 문제로 별도로 측정하지 못하였으나, 7EHA-3MA와 육안으로 비교하여 유사한 정도의 점도를 나타내는 것으로 확인되었다.

[0118] 하기 표 3은 10EHA에 대한 전단 점도 측정 결과이며, 표 4는 7EHA-3MA에 대한 전담 점도 측정 결과이다.

표 3

[0119]

No.	Time (sequence) (s)	Time (action) (s)	Temperature (℃)	Shear stress (Pa)	Shear rate	log shear rate	Shear viscosity (Pa·s)	Shear viscosity (mPa·s)
1	342.2	33.8	24.99	10.52	0.0103	-1.987162775	1022	1022000
2	414.3	105.9	25	6.205	0.02156	-1.666351243	287.7	287700
3	435.1	126.6	25	6.249	0.0464	-1.333482019	134.7	134700
4	460.1	151.6	25	7.605	0.1	-1	76.05	76050
5	494.7	186.3	25	9.95	0.2155	-0.666552726	46.18	46180
6	516.9	208.5	25	15.59	0.4642	-0.333294864	33.59	33590
7	555.7	247.3	25	19.31	1	0	19.31	19310
8	575.9	267.5	25	29.13	2.155	0.333447274	13.52	13520
9	596	287.6	25	48.07	4.642	0.666705136	10.36	10360
10	616.1	307.7	25	88.35	10	1	8.834	8834
11	638.1	329.7	25	157.5	21.55	1.333447274	7.31	7310
12	671.8	363.4	25	190.3	46.42	1.666705136	4.101	4101
13	725.5	417	25	69.61	100	2	0.6961	696.1

표 4

[0120]

No.	Time (sequence) (s)	Time (action) (s)	Temperature (℃)	Shear stress (Pa)	Shear rate	log shear rate	Shear viscosity (Pa·s)	Shear viscosity (mPa·s)
1	364.8	62.7	25	6.146	0.01002	-1.999132278	613.2	613200

2	384.9	83.01	25	7.722	0.02155	-1.666552726	358.3	358300
3	419.5	137.3	25	7.489	0.04642	-1.333294864	161.3	161300
4	445.4	173.9	25	8.137	0.1	-1	81.35	81350
5	465.5	225.2	25	8.707	0.2155	-0.666552726	40.41	40410
6	485.6	255.7	25	11.99	0.4642	-0.333294864	25.84	25840
7	506.7	289.1	25	23.49	1	0	23.49	23490
8	586	314	25	51.27	2.155	0.333447274	23.8	23800
9	618.2	382.1	24.99	69.07	4.642	0.666705136	14.88	14880
10	650.1	425.4	24.99	116.6	10	1	11.66	11660
11	684.2	472	24.99	161.9	21.55	1.333447274	7.516	7516
12	728	523.1	24.99	130	46.42	1.666705136	2.801	2801
13	767.8	572.8	24.98	41.36	100	2	0.4135	413.5

[0121] 상기 측정 결과에 따르면, 본 발명의 PSAs는 전단 점도(Shear viscosity(mPa·s))가 413.5 내지 613,200로 측정됨을 확인하였다.

[0122] 이는 PSAs의 점도 범위는 이형필름에의 코팅 시, 원하는 형태로 유지가 가능한 정도의 점도 범위를 나타내는 결과라고 할 것이다.

[0124] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

부호의 설명

[0127] 100: 제1 이형필름

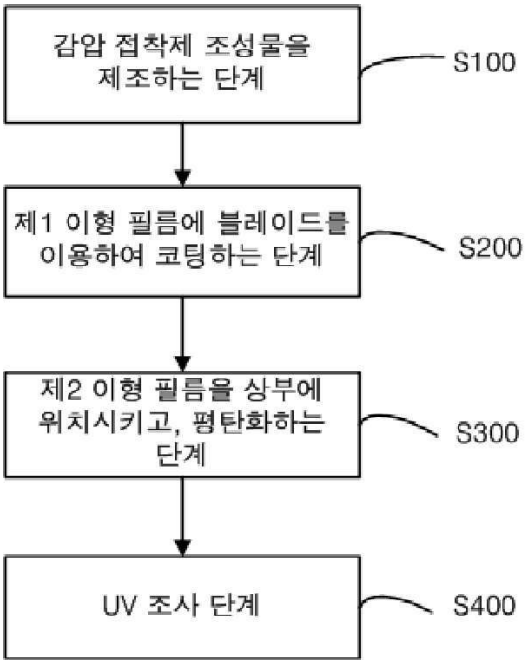
110: 제2 이형필름

200: 블레이드

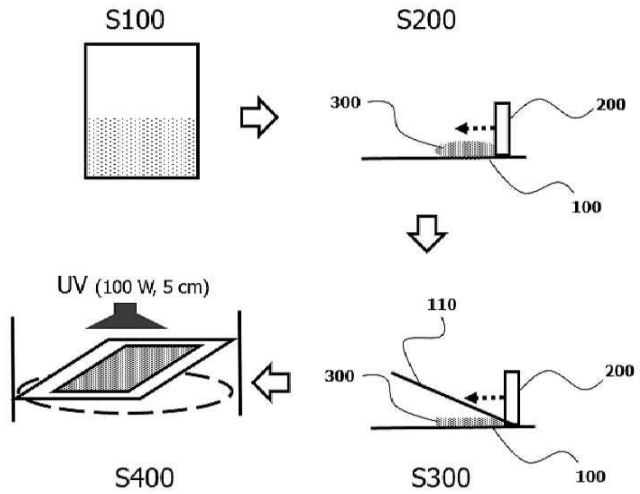
300: 감압 점착제 조성물

도면

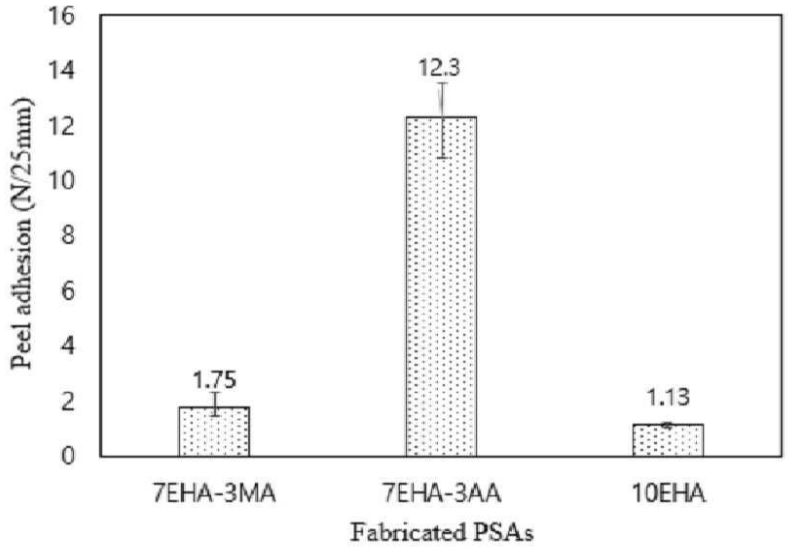
도면1


감압 접착제 조성물을 제조하는 단계
S100
제1 이형 필름에 블레이드를 이용하여 코팅하는 단계
S200
제2 이형 필름을 상부에 위치시키고, 평탄화하는 단계
S300
UV 조사 단계
S400

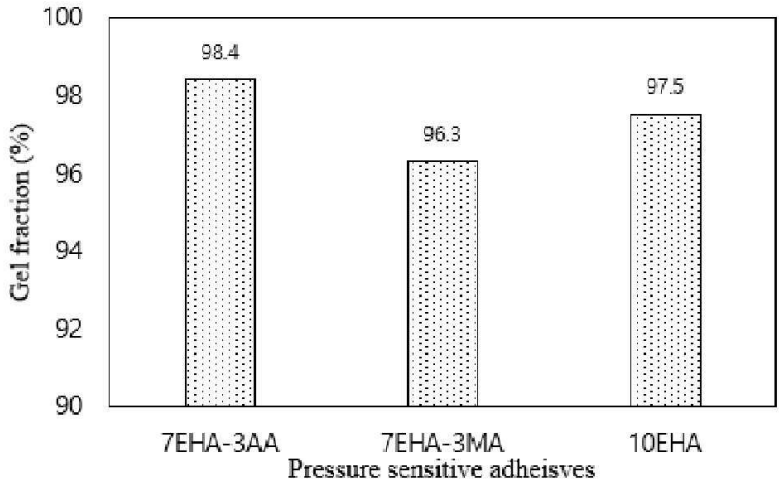
도면2


S100
S200
300
200
100
UV (100 W, 5 cm)
110
300
200
100
S400
S300

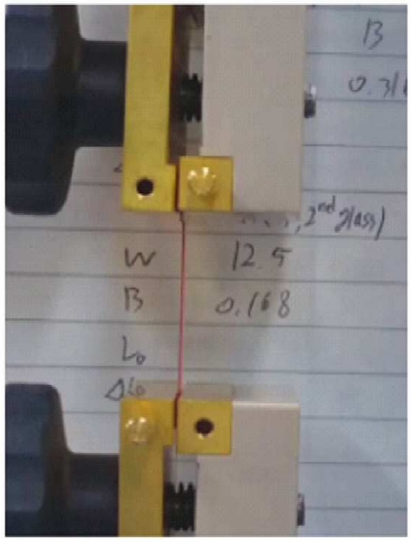
도면3


16
14
12
10
8
6
4
2
0
Peel adhesion (N/25mm)
12.3
1.75
1.13
7EHA-3MA
7EHA-3AA
10EHA
Fabricated PSAs

도면4

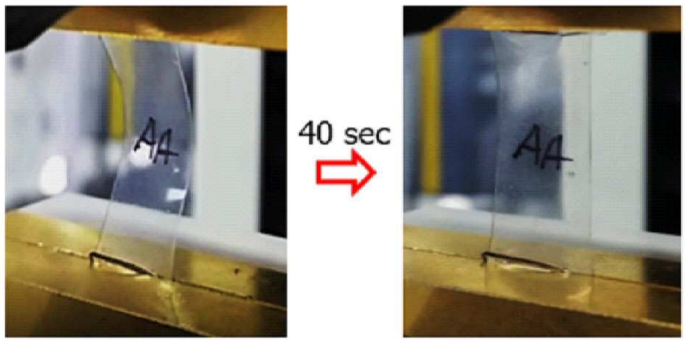

100
98
96
94
92
90
Gel fraction (%)
98.4
96.3
97.5
7EHA-3AA
7EHA-3MA
10EHA
Pressure sensitive adheisves

도면5



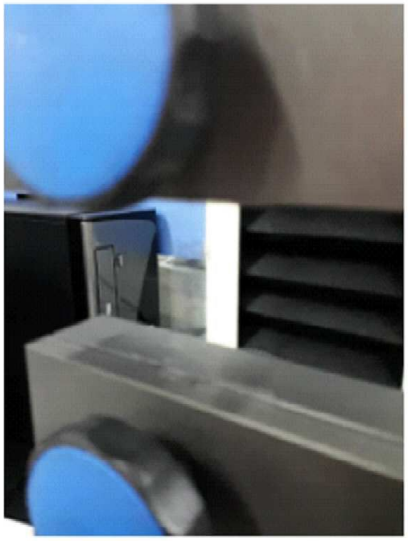
7EHA-3MA 30% strain

도면6



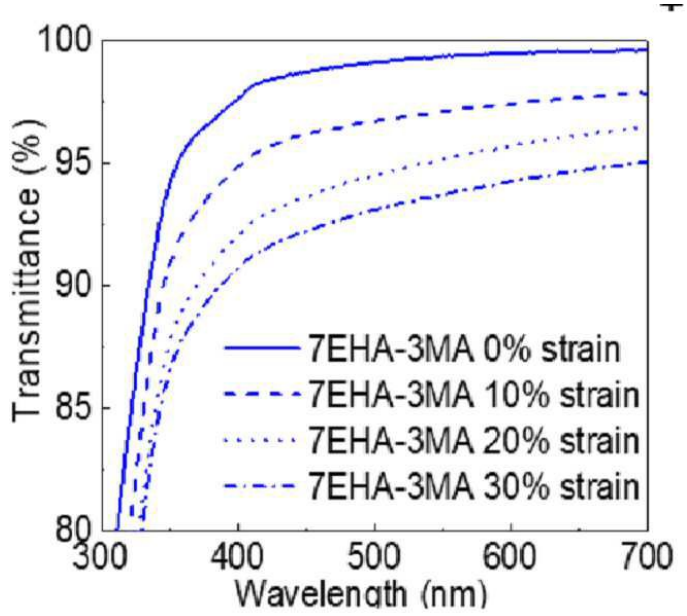
7EHA-3AA 7EHA-3AA

도면7

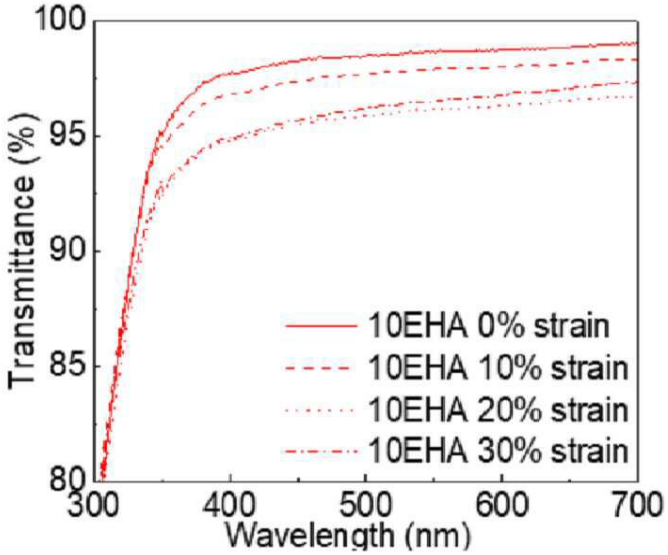


10EHA 30% strain

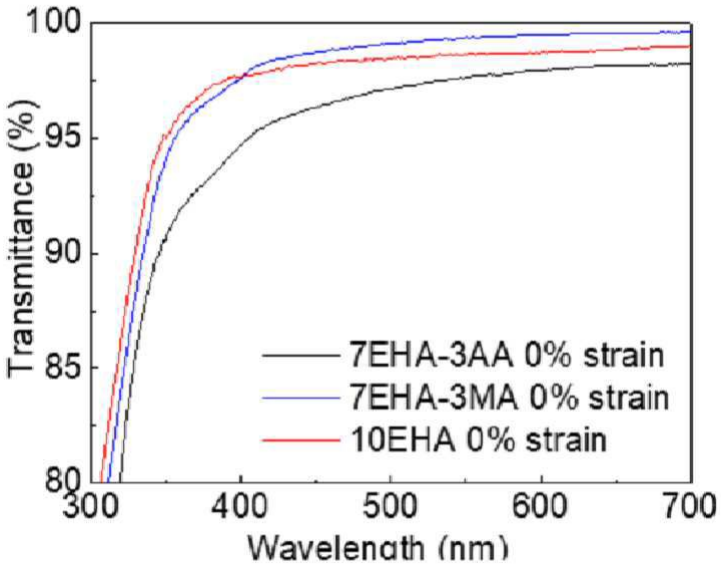
도면8



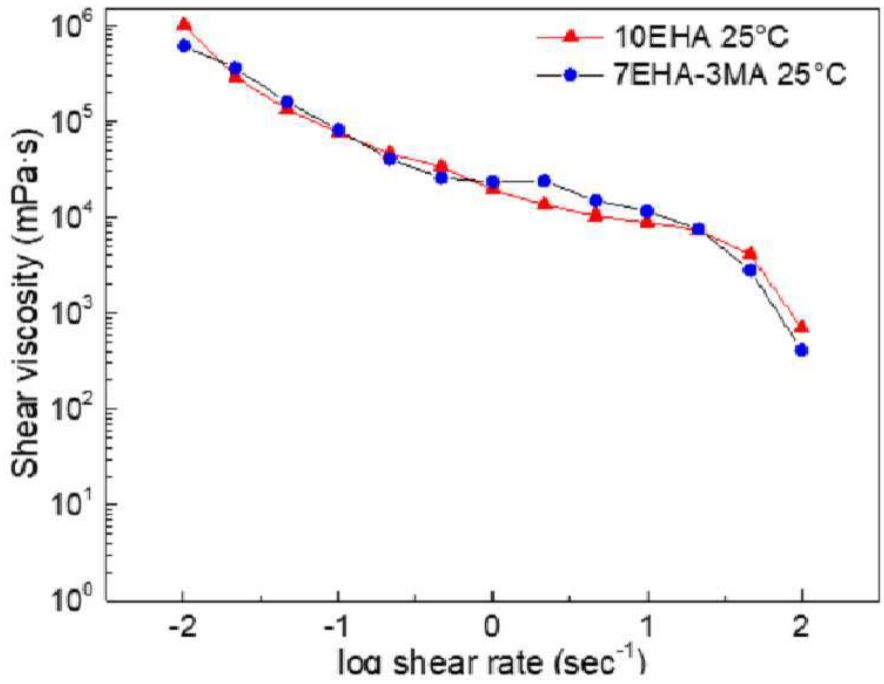
도면9


100
95
90
85
80
Transmittance (%)
300
400
500
600
700
Wavelength (nm)
10EHA 0% strain
10EHA 10% strain
10EHA 20% strain
10EHA 30% strain

도면10


100
95
90
85
80
Transmittance (%)
300
400
500
600
700
Wavelength (nm)
7EHA-3AA 0% strain
7EHA-3MA 0% strain
10EHA 0% strain

도면11


10EHA 25°C
7EHA-3MA 25°C
Shear viscosity (mPa·s)
log shear rate (sec-1)
10^6
10^5
10^4
10^3
10^2
10^1
10^0
-2
-1
0
1
2