



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년11월25일
(11) 등록번호 10-1464912
(24) 등록일자 2014년11월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09J 7/02 (2006.01) C09J 163/00 (2006.01)
C09J 133/04 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-7031245(분할)
(22) 출원일자(국제) 2006년03월02일
심사청구일자 2013년12월24일
(85) 번역문제출일자 2013년11월25일
(65) 공개번호 10-2014-0018352
(43) 공개일자 2014년02월12일
(62) 원출원 특허 10-2007-7022493
원출원일자(국제) 2006년03월02일
심사청구일자 2011년02월17일
(86) 국제출원번호 PCT/US2006/007321
(87) 국제공개번호 WO 2006/094079
국제공개일자 2006년09월08일
(30) 우선권주장
60/658,119 2005년03월03일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
W02004035665 A1
W02003099953 A1
JP평성11502542 A

(73) 특허권자
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
디에즈, 피터 티.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(74) 대리인
양영준, 김영

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 김한성

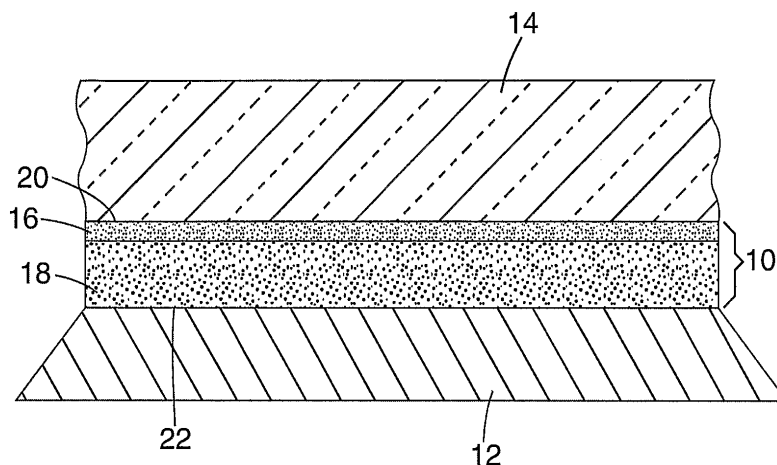
(54) 발명의 명칭 열경화성 접착제 테이프, 제품 및 방법

(57) 요약

적어도 함께 결합된 제1 및 제2 접착제층을 포함하는 열경화성 감압 접착제 테이프가 제공된다. 각 접착제층은 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 열경화성 감압 접착제를 포함한다. 각 접착제층을 위한 출발 물질은 적어도 광-중합성 아크릴 성분 및 열경화성 에폭시 성분을 포함한다. 2개의 접착제층 중 하나에 사용되는 열경화성 감

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



압 접착제는 흑색 착색 안료의 존재 없이 완전히 경화될 때 흑색이 아니다. 제1 접착제층은, 제1 접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 양의 흑색 착색 안료를 출발 물질이 함유할 때 조차도, 출발 물질의 실질적인 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇은 출발 물질의 층으로부터 제조된다. 제2 접착제층은, 제2 접착제가 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 흑색 착색 안료를 출발 물질이 함유할 경우에 출발 물질의 실질적인 광-중합(예, UV 광에 의한)을 방지하기에 충분히 두꺼운 두께를 가지는 출발 물질의 층으로부터 제조된다.

특허청구의 범위

청구항 1

기재 및 기재에 접촉되어 결합된 열경화성 감압 접착제 테이프를 포함하는, 차량 앞유리(windshield) 부착용 조립체(assembly)로서,

상기 열경화성 감압 접착제 테이프는,

3 mil 내지 12 mil 범위의 두께를 가지며, 광-중합성 아크릴 성분, 열경화성 에폭시 성분 및 흑색 착색 안료를 포함하는 제1 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 제1 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제1 접착제층 (여기서, 상기 제1 접착제는 상기 흑색 착색 안료 없이 경화될 때 흑색이 아니며, 상기 제1 출발 물질은 상기 제1 접착제가 완전히 경화되거나 또는 상기 제1 접착제층이 기재 및 차량 앞유리를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용될 수 있도록 충분히 경화된 후 상기 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 양의 상기 흑색 착색 안료를 포함함); 및

상기 제1 접착제층과 기재 사이에 위치하고, 15 mil 내지 30 mil 범위의 두께를 가지며, 광-중합성 아크릴 성분 및 열경화성 에폭시 성분을 포함하는 제2 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 제2 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제2 접착제층 (여기서, 상기 제2 접착제는 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 포함하지 않는 한 경화될 때 흑색으로 되지 않으며, 상기 제2 접착제는 상기 제2 접착제가 완전히 경화되거나 또는 상기 제2 접착제층이 상기 기재와 차량 앞유리를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용될 수 있도록 충분히 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 양의 흑색 착색 안료를 포함하지 않음)을 포함하고,

상기 제1 접착제층은, 제1 출발 물질이 상기 양의 흑색 착색 안료를 함유할 때 조차도, 제1 출발 물질의 실질적인 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇은 제1 출발 물질의 층으로부터 제조되며, 상기 제2 접착제층은, 상기 제2 접착제가 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 제2 출발 물질이 함유할 경우에 제2 출발 물질의 실질적인 광-중합을 방지하기에 충분히 두꺼운 제2 출발 물질의 층으로부터 제조되고, 상기 제1 접착제층은 상기 제2 접착제층의 주 표면에 결합되며(실질적인 광-중합은 완전한 중합, 또는 생성된 광-중합된 접착제층이 상기 열경화성 감압 접착제 테이프에 사용될 수 있도록 하는 데에 필요한 정도의 중합으로 정의됨), 그에 따라, 차량 앞유리를 통해 보았을 때 제1 접착제층에 의해 나타나는 흑색의 L^* 전반사 배제 수치(L^* specular excluded number)가 30 이하인 것을 특징으로 하는,

차량 앞유리 부착용 조립체.

청구항 2

기재, 차량 앞유리, 및 기재와 차량 앞유리를 서로 부착하는 열경화성 감압 접착제 테이프를 포함하는 차량 앞유리 조립체로서,

상기 열경화성 감압 접착제 테이프는,

기재에 인접하여 위치하고, 제1 두께를 가지며, 광-중합성 아크릴 성분, 열경화성 에폭시 성분 및 흑색 착색 안료를 포함하는 제1 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 제1 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제1 접착제층 (여기서, 상기 제1 접착제는 상기 흑색 착색 안료 없이 경화될 때 흑색이 아니며, 상기 제1 출발 물질은 상기 제1 접착제가 완전히 경화되거나 또는 상기 제1 접착제층이 상기 기재 및 차량 앞유리를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용될 수 있도록 충분히 경화된 후 상기 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 양의 상기 흑색 착색 안료를 포함함); 및

상기 제1 접착제층과 기재 사이에 위치하고, 제2 두께를 가지며, 광-중합성 아크릴 성분 및 열경화성 에폭시 성분을 포함하는 제2 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 제2 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제2 접착제층 (여기서, 상기 제2 접착제는 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 포함하지 않는 한 경화될 때 흑색으로 되지 않으며, 상기 제2 접착제는 상기 제2 접착제가 완전히 경화되거나 또는 상기 제2 접착제층이 상기 기재와 차량 앞유리를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용될 수 있도록 충분히 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 양의 흑색 착색 안료를 포함하지 않음)을 포함하고,

상기 제1 접착제층은, 제1 출발 물질이 상기 양의 흑색 착색 안료를 함유할 때 조차도, 제1 출발 물질의 실질적인 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇은 제1 출발 물질의 층으로부터 제조되며, 상기 제2 접착제층은, 상기 제2 접착제가 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 제2 출발 물질이 함유할 경우에 제2 출발 물질의 실질적인 광-중합을 방지하기에 충분히 두꺼운 제2 출발 물질의 층으로부터 제조되고, 상기 제1 접착제층은 상기 제2 접착제층의 주 표면에 결합되며(실질적인 광-중합은 완전한 중합, 또는 생성된 광-중합된 접착제층이 상기 열경화성 감압 접착제 테이프에 사용될 수 있도록 하는 데에 필요한 정도의 중합으로 정의됨), 그에 따라, 충분히 경화된 후, 차량 앞유리를 통해 보았을 때, 제1 접착제층에 의해 나타나는 흑색의 L* 전반사 배제 수치가 30 이하인 것을 특징으로 하는,

차량 앞유리 조립체.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 열경화성 감압 접착제 테이프가 20 mil 이상의 총 두께를 갖는 조립체.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 제1 접착제층이, 제1 출발 물질이 충분한 양의 흑색 착색 안료를 함유할 때 조차도, 제1 출발 물질 내 적어도 아크릴 성분의 실질적인 자외선 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇은 제1 출발 물질의 층으로부터 제조되는 조립체.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 제2 접착제층이, 상기 제2 접착제가 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 제2 출발 물질이 함유할 경우에 제2 출발 물질 내 적어도 아크릴 성분의 자외선 광-중합을 실질적으로 방지하기에 충분히 두꺼운 제2 출발 물질의 층으로부터 제조되는 조립체.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 제1 출발 물질 내 흑색 착색 안료 함량이 제1 출발 물질의 0.125 중량% 이상인 조립체.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 제2 출발 물질 내 흑색 착색 안료 함량이 제1 출발 물질의 0.0 중량% 내지 0.1 중량% 범위인 조립체.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 열경화성 감압 접착제 테이프가,

제3 두께를 가지며, 광-중합성 아크릴 성분, 열경화성 에폭시 성분 및 흑색 착색 안료를 포함하는 제3 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 제3 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제3 접착제층 (여기서, 상기 제3 접착제는 상기 흑색 착색 안료 없이 경화될 때 흑색이 아니며, 상기 제3 출발 물질은 상기 제3 접착제가 실질적으로 경화된 후 상기 제3 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 또 다른 충분한 양의 상기 흑색 착색 안료를 포함함)을 추가로 포함하고,

상기 제3 접착제층은, 제3 출발 물질이 상기 또 다른 충분한 양의 흑색 착색 안료를 함유할 때 조차도, 제3 출발 물질의 실질적인 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇은 제3 출발 물질의 층으로부터 제조되는 것이고,

상기 제3 접착제층은 상기 제2 접착제 층의 반대편 주 표면에 결합되는, 조립체.

청구항 9

광-중합성 아크릴 성분, 열경화성 에폭시 성분 및 흑색 착색 안료를 포함하는 광-중합성 제1 출발 물질의 제1 출발 물질 층을 형성시키는 단계;

광-중합성 아크릴 성분 및 열경화성 에폭시 성분을 포함하는 광-중합성 제2 출발 물질의 제2 출발 물질 층을 형성시키는 단계;

제1 출발 물질 층을 광-중합시킴으로써, 3 mil 내지 12 mil 범위의 두께를 가지며, 제1 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제1 접착제층 (여기서, 제1 접착제는 흑색 착색 안료 없이 경화될 때 흑색이 아니며, 제1 접착제는 제1 접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 충분한 양의 흑색 착색 안료를 포함)을 생성시키는 단계;

제2 출발 물질 층을 광-중합시킴으로써, 15 mil 내지 30 mil 범위의 두께를 가지며, 제2 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제2 접착제층 (여기서, 제2 접착제는 제2 접착제가 충분한 흑색 착색 안료를 포함하지 않고 경화될 때 흑색이 아니며, 제2 접착제는 상기 제2 접착제가 실질적으로 경화된 후 상기 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하는 양의 흑색 착색 안료를 포함하지 않음)을 생성시키는 단계;

제1 접착제층을 제2 접착제층의 주 표면에 결합하는 (여기서, 제1 출발 물질 층은 제1 출발 물질이 충분한 양의 흑색 착색 안료를 함유할 때조차도, 제1 출발 물질의 실질적인 광-중합을 가능케 하기에 충분히 얇으며, 제2 출발 물질 층은 제2 접착제가 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기 충분한 흑색 착색 안료를 제2 출발 물질이 함유할 경우에 제2 출발 물질의 실질적인 광-중합을 방지하기에 충분히 두꺼우며) 단계;

상기 제2 접착제 층을 기재에 부착하는 단계; 및

상기 제1 접착제 층을 차량 앞유리에 부착하고, 그에 따라 제1 접착제 층이 충분히 경화된 후 차량 앞유리를 통해 보았을 때 제1 접착제 층이 30 이하의 L* 전반사 배제 수치로 특징되는 흑색인,

조립체를 차량 앞유리에 결합하는 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 제1 접착제 층을 제1 접착제 층의 주 표면에 결합하는 단계는 20mil 이상의 전체 두께를 갖는 구조적 접착제를 제공하는 것인 방법.

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 열경화성 감압 접착제(prssure sensitive adhesive; PSA) 테이프, 특히 흑색 표면을 가지는 테이프, 및 상기 테이프를 포함하는 제품은 물론 그의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

많은 다른 유형의 접착제 테이프들이 다양한 방식으로 많은 다른 유형의 기재들을 함께 부착하기 위하여 사용되어 왔다. 예를 들어 미국 특허 5,086,088호에는, 아크릴 에스테르와 극성 공중합성 모노머를 함유하는 광-중합성 예비중합체 또는 모노머 시럽(syrup), 광-중합성 기를 함유하지 않는 에폭시 수지 또는 에폭시 수지 혼합물, 에폭시 수지용 열-활성화가능한 경화제, 광개시제, 및 광가교제를 포함하는 열경화성 감압 접착제가 개시되어 있다. 또한, 미국 특허 6,348,118호 역시 감압 접착제 시트 물질을 성분과 유리 사이에 배치시켜 접착제 시트 물질이 성분과 유리에 부착될 수 있도록 하는 것을 포함하는, 성분을 유리에 결합하는 방법을 개시한다. 개시된 접착제 시트 물질은 하기를 포함하는 출발 물질의 광-중합 반응 생성물을 포함한다: (a) 알킬 알콜의 아크릴 산 에스테르 하나 이상 및 하나 이상의 공중합성 모노머를 포함하는 모노머 혼합물 또는 부분적으로 예비중합된 시럽; (b) 에폭시 수지 또는 에폭시 수지 혼합물; (c) 에폭시 수지 또는 에폭시 수지 혼합물용 열-활성화가능한 경화제; (d) 광개시제; 및 (e) 안료.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003]

본 발명은 이와 같은 접착제 기술의 개선점을 제공한다.

과제의 해결 수단

[0004]

본 발명의 일 측면으로써, 열경화성 감압 접착제 테이프가 제공된다. 상기 테이프는 함께 결합된 2개의 접착제 층을 포함하는데, 이들 각각은 고유의 두께를 가지며 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 열경화성 감압 접착제

를 포함한다. 각 접착제층의 출발 물질은 하나 이상의 광-중합성(예, 자외선에 의해) 아크릴 성분 및 열경화성(예, 열 경화성) 에폭시 성분을 포함한다. 상기 아크릴 성분은 예컨대 알킬 알콜(예, 비-3급 알콜)의 하나 이상의 아크릴 산 에스테르 또는 메타크릴 산 에스테르를 포함하는 부분적으로 중합된 조성물(예, 예비중합된 시럽) 및/또는 모노머 혼합물을 포함할 수 있다. 아크릴 성분은 공중합성 모노머(예, 적당한 극성의 공중합성 모노머) 및 광개시제 역시 포함할 수 있다. 상기 에폭시 성분은 예컨대 경화성 에폭시 수지 또는 에폭시 수지의 혼합물을 포함할 수 있다. 경화성 에폭시 수지는 열 경화성 에폭시 수지일 수 있거나, 또는 상기 에폭시 수지의 혼합물은 열 경화성 에폭시 수지를 포함할 수 있다. 접착제층들 중 하나 또는 양자 모두를 위한 출발 물질은 열 경화성 에폭시 수지를 포함할 수 있다. 열 경화성 에폭시 수지가 사용되는 경우, 열-활성화가능한 경화제가 도포성 출발 물질에 포함될 수 있다. 에폭시 성분은 광-중합성 기를 소정량 함유하거나 또는 함유하지 않을 수 있다. 2개의 접착제층을 위한 출발 물질은 동일하거나 서로 다른 아크릴 성분 및/또는 에폭시 성분을 가질 수 있다.

[0005] 2개의 접착제층에 사용되는 열경화성 감압 접착제는 흑색 착색 안료의 존재 없이 완전히 경화되었을 때에는 흑색이 아니다. 접착제층들중 하나(즉, 제1 접착제층)에 사용되는 열경화성 감압 접착제(즉, 제1 접착제)는 흑색 착색 안료(예, 카본 블랙)를 포함하며, 이 제1 접착제용 출발 물질은 충분한 양의 흑색 착색 안료를 포함함으로써 제1 접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 한다. 다른 접착제층(즉, 제2 접착제층)에 사용되는 열경화성 감압 접착제(즉, 제2 접착제)의 출발 물질은 어떠한 흑색 착색 안료(예, 카본 블랙)도 포함하지 않거나, 또는 적어도, 제2 접착제가 실질적으로 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 할 수도 있는 양의 흑색 착색 안료를 포함하지는 않는다. 여기에서 사용된 실질적으로 경화되었다는 것은 접착제가 완전히 경화되거나, 또는 적어도 생성된 접착제층이 2개의 원하는 기재를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용되기에 적합할 정도로 충분히 경화되는 것을 말한다.

[0006] 본 발명의 테이프는 제2 접착제층의 한쪽 주 표면에 결합된 제1 접착제층을 가진다. 임의로, 또 다른 또는 제3의 접착제층이 제2 접착제층의 반대편 주 표면에 결합될 수 있는데, 여기서 상기 다른 접착제층은 실질적으로 광-중합된 것이며 흑색의 색을 가지기에 충분한 흑색 착색 안료를 가진다는 점에서 제1 접착제층과 동일하거나 유사하다.

[0007] 제1 접착제층은, 제1 접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 양의 흑색 착색 안료를 출발 물질이 함유할 때조차도, 출발 물질, 적어도 아크릴 성분의 실질적인 광-중합(예, 자외선 광에 의한)을 가능케 하기에 충분히 얇은 출발 물질의 층으로부터 제조된다. 여기에서 사용된 실질적인 광-중합은 실용적인 면에서의 완전한 중합, 또는 적어도 생성된 광-중합된 층이 원하는 열경화성 감압 접착제 테이프에 사용될 수 있도록 하는 데에 필요한 정도의 중합을 말한다. 본 발명에 있어서, 흑색이라는 용어는 암회색(dark grey)에서 흑색(black)까지의 색 범위를 말한다. 여기에서 사용된 색인 흑색은 32 이하, 또는 바람직하게는 30 이하의 L* 전반사 배제 수치(L* specular excluded number)를 가지는 것으로도 볼 수 있다. 제2 접착제층은, 제2 접착제가 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 흑색 착색 안료를 출발 물질이 함유할 경우에 출발 물질, 적어도 아크릴 성분의 실질적인 광-중합(예, 자외선 광에 의한)을 방지하기에(즉, 완전히 방지하거나, 또는 적어도 생성된 광-중합된 층이 원하는 열경화성 감압 접착제 테이프에 효과적으로 사용되는 것을 정지시킬만큼 충분히 방지하기에) 충분히 두꺼운 두께를 가지는 출발 물질의 층으로부터 제조된다.

[0008] 본 발명의 또 다른 측면으로써, 하나 이상의 기체에 부착된 상기 접착제 테이프를 포함하는 제품이 제공된다. 테이프는 제1 접착제층에 의해 한정된 한 면 및 제2 접착제층에 의해 한정된 다른 면과 함께, 테이프의 적어도 한 면 또는 다른 면, 또는 양면을 보호하도록 배치된 이형 라이너(release liner)를 가질 수 있다. 불투명 또는 반투명 기재(예, 미러 버튼(mirror button) 또는 힌지 플레이트(hinge plate))가 테이프의 제2 접착제층에 부착될 수 있다. 테이프는 불투명 또는 반투명 기재(예, 미러 버튼 또는 힌지 플레이트) 형상의 주변부(periphery)를 가질 수 있거나, 또는 많은 수의 기체가 테이프 제2 접착제층 상 분리된 위치에 부착될 수 있다. 테이프의 제1 접착제층은 예컨대 윈도우(예, 예컨대 자동차, 선박, 항공기, 우주선과 같은 운송수단의 앞유리)과 같은 투명한 기체에 부착될 수 있다. 여기에서 사용된 투명한 기체는 광학적으로 투명하거나 또는 적어도 부분적으로 가시광에 투명한 기체를 말하는 것으로서, 다시 말하면 기체가 충분히 투명해서 관찰자가 기체를 통하여 제1 접착제층이 흑색이라는 것을 볼 수 있다는 것을 말한다(예, 이를 통하여 약 15% 이상, 또는 약 30% 이상의 가시광이 투과되기에 충분하도록 투명한 것).

[0009] 제1 접착제층의 두께는 약 3mil 내지 약 12mil의 범위, 약 4mil 내지 약 8mil의 범위, 또는 약 5mil 이상 약 6mil까지의 범위일 수 있다. 제2 접착제층의 두께는 약 15mil 내지 약 30mil의 범위일 수 있으며, 약 20mil 내지 약

25밀의 범위일 수도 있다. 제1 접착제의 출발 물질의 흑색 착색 안료 함량은 출발 물질 중량의 약 0.125% 이상이어야 하며, 약 5% 또는 그 이상까지 일 수 있다. 제1 접착제의 출발 물질의 흑색 착색 안료 함량은 바람직하게는 출발 물질 중량의 약 .25% 이상에서 약 .75% 또는 그 이상까지의 범위일 수 있다. 제2 접착제 출발 물질의 흑색 착색 안료 함량은 출발 물질 중량의 0.0%로부터 약 0.1%까지의 범위일 수 있다. 일반적으로, 사용되는 안료 입자 크기가 증가할수록 안료의 중량 퍼센트(wt%) 농도는 증가될 수 있는 것으로 여겨진다.

[0010] 본 발명의 추가적인 측면으로써, 열경화성 감압 접착제 테이프의 제조 방법이 제공된다. 방법은 하기를 포함한다: 광-중합성 제1 출발 물질의 제1 출발 물질 층을 형성시키는 것; 광-중합성 제2 출발 물질의 제2 출발 물질 층을 형성시키는 것; 제1 출발 물질 층을 광-중합시켜(예, 자외선 광에 의해) 제1 두께를 가지며 제1 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제1 접착제층을 생성시키는 것; 제2 출발 물질 층을 광-중합시켜(예, 자외선 광에 의해) 제2 두께를 가지며 제2 열경화성 감압 접착제를 포함하는 제2 접착제층을 생성시키는 것; 및 제1 접착제 층을 제2 접착제층의 주 표면에 결합시키는 것.

[0011] 제1 출발 물질은 광-중합성 아크릴 성분(예, 상기와 같은), 열경화성 에폭시 성분(예, 상기와 같은), 및 흑색 착색 안료(예, 카본 블랙)를 포함한다. 제2 출발 물질은 광-중합성 아크릴 성분(예, 상기와 같은) 및 열경화성 에폭시 성분(예, 상기와 같은)을 포함한다. 제1 출발 물질과 제2 출발 물질은 동일하거나 서로 다른 아크릴 성분 및/또는 에폭시 성분을 가질 수 있다. 출발 물질들 중 어느 하나 또는 양 출발 물질 모두는 열 경화성일 수 있다. 제1 접착제는 흑색 착색 안료의 존재 없이 경화(예, 열 경화에 의해)될 때에는 흑색이 아니다. 제1 출발 물질은 제1접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 양의 흑색 착색 안료를 포함한다. 제2 접착제가 충분한 흑색 착색 안료를 포함하지 않고 경화되는 경우 제2 접착제는 흑색이 아니다. 제2 출발 물질은 어떠한 흑색 착색 안료(예, 카본 블랙)도 포함하지 않거나, 또는 적어도, 제2 접착제가 실질적으로 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 할 수도 있는 양의 흑색 착색 안료를 함유하지는 않는다. 여기에서 사용된 실질적으로 경화되었다는 것은 접착제가 완전히 경화되거나, 또는 적어도 생성된 접착제층이 2개의 원하는 기재를 구조적으로 함께 결합시키는 데에 사용되기에 적합할 정도로 충분히 경화된 것을 말한다.

[0012] 제1 출발 물질 층은 제1 접착제가 실질적으로 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 양의 흑색 착색 안료를 제1 출발 물질이 함유할 때조차도, 제1 출발 물질, 적어도 아크릴 성분의 실질적인 광-중합(예, 자외선 광에 의한)을 가능케 하기에 충분할 정도로 얇다. 여기에서 사용된 실질적인 광-중합은 실용적인 면에서의 완전한 중합, 또는 적어도 생성된 광-중합된 층이 원하는 열경화성 감압 접착제 테이프에 사용될 수 있도록 하는 데에 필요한 정도의 중합을 말한다. 제2 출발 물질 층은 제2 접착제가 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 흑색 착색 안료를 제2 출발 물질이 함유할 경우에 제2 출발 물질, 적어도 아크릴 성분의 실질적인 광-중합(예, 자외선 광에 의한)을 방지하기(즉, 완전히 방지하거나, 또는 적어도 생성된 광-중합된 층이 원하는 열경화성 감압 접착제 테이프에 효과적으로 사용되는 것을 정지시킬만큼 충분히 방지하기)에 충분히 두꺼운 두께를 가진다.

[0013] 상기 방법은, 제1 접착제층 및 제2 접착제층 중 적어도 하나 또는 모두를 보호하기 위하여, 이형 라이너를 배치하는 것을 더 포함할 수 있다. 상기 방법은 함께 부착될 수 있도록, 제1 접착제층과 제2 접착제층을 적층하는 것 역시 더 포함할 수 있다. 또한, 각 출발 물질 층은 그의 상응하는 광-중합 동안 2개의 투명한, 바람직하게는 광학적으로 투명한 라이너 사이에 배치될 수 있다.

[0014] 본 발명의 추가적인 측면으로써, 조립체의 제조 방법이 제공되는데, 상기 방법은 상기한 바와 같이 테이프를 제조하는 것과 제2 접착제층에 불투명 또는 반투명 기재를 부착하는 것을 포함한다. 제2 접착제층에 부착되는 기재는 예컨대 미러 버튼 또는 힌지 플레이트일 수 있다. 이와 같은 조립체에 있어서, 테이프는 불투명 또는 반투명 기재(예, 미러 버튼 또는 힌지 플레이트) 형상의 주변부를 가질 수 있거나, 또는 많은 수의 기재가 테이프 제2 접착제층 상 분리된 위치에 부착될 수 있다. 테이프의 제1 접착제층은 예컨대 윈도우(예, 예컨대 자동차, 선박, 항공기, 우주선과 같은 운송수단의 앞유리)과 같은 투명한 기재에 부착될 수 있다. 여기에서 사용되는 투명한 기재는 광학적으로 투명하거나 또는 적어도 부분적으로 가시광에 투명한 기재를 말하는 것으로서, 다시 말하면 기재가 충분히 투명해서 관찰자가 기재를 통하여 제1 접착제층이 흑색이라는 것을 볼 수 있다는 것을 말한다(예, 이를 통하여 약 15% 이상, 또는 약 30% 이상의 가시광이 투과되기에 충분하도록 투명한 것).

발명의 효과

[0015] 본 발명은 종래의 접착제 기술의 개선점을 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 본 발명 일 구현예에 따른 조립체의 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 미국 특허 5,068,088호 및 6,348,118호에 개시된 것과 같은 열경화성 감압 접착제 테이프가 자동차 앞유리의 내부 표면에 후방 관찰 미러 브래킷(bracket) 또는 버튼 같은 기재를 함께 결합시키는 데에 사용되어 왔다. 이러한 테이프는 일반적으로 20 내지 25밀 두께이며, 자외선(UV) 광-중합된 감압 아크릴 성분과 열 경화성 에폭시 성분을 가진다. 자동차 앞유리는 통상, 예컨대 통상적인 오토클레이브 장치 및 공정을 사용하여 상승된 온도 및 압력에서 폴리비닐 부티랄(PVB)의 중간 열가소성 접착제층에 의해 함께 결합된 2 장의 유리의 적층물이다. 미러 버튼은 일반적으로 앞유리가 오토클레이브 처리되기 전에 상기 PSA 특성의 테이프로 초기에 앞유리에 부착된다. 다음에, 오토클레이브 공정 동안 테이프의 에폭시 성분이 열 경화되어 미러 버튼과 앞유리 사이에 구조적 결합을 제공한다. 최종 열 경화에 앞서, 테이프는 일반적으로 흑색이다. 최종 열 경화 후에, 테이프는 중간 회색 또는 더 밝은 색으로 변하는데, 이는 열 경화 공정 동안 에폭시와 아크릴 상 사이에 발생하는 것으로 믿어지는 상 분리 때문이다. 흑색의 색은 더 밝은 색에 비하여 미적으로 더 바람직한 것으로 여겨져 왔다. 이와 같은 테이프의 사용을 좀 더 적합한 것으로 만드는 하나의 방법은 접착제 표면을 덮도록 앞유리 표면에 흑색 프릿(frit)을 적용하는 것일 것이다. 그러나, 이와 같은 프릿의 사용은 앞유리의 유리를 약화시키며, 이에 따라 바람직하지 않은 것으로 알려져 있다.

[0018] 본 발명 이전에는, 흑색의 열경화성 감압 테이프를 제조하는 것에 대한 기술적 평가가 비관적이었는데, 이는 흑색의 색을 달성하기 위한 충분한 안료가 적재된 이와 같은 테이프의 전체 두께(예, 약 20밀 이상)를 적절히 UV 광-중합하는 것이 불가능했기 때문이었다. 놀랍게도, 최종 열 경화 후에도 이와 같은 열경화성 감압 접착제 테이프가 그 어느 한쪽 또는 양쪽 주 표면상에 흑색의 색을 나타내도록 제조될 수 있다는 것이 발견되었다. 이를 성취하기 위하여, 고도로 착색된 출발 물질로부터 제조된 상대적으로 얇은 접착제 층(veneer)이, 통상적으로 낮은 수준의(즉, 전체 두께의 UV 광-중합을 심각하게 방해하지 않을 정도로 충분히 낮은 양) 안료를 가지는 출발 물질로부터 제조된 상대적으로 두꺼운 접착제층(예, 20밀)의 한쪽 또는 양면에 적층된다. 고도로 착색된 층은 매우 얇기 때문에, UV 방사선이 접착제층의 중앙에 도달함으로써 출발 물질을 실질적으로 UV 경화 또는 광-중합할 수 있다. 다량의 안료는 UV 방사선을 너무 많이 흡수함으로써 접착제층 중앙에 충분한 UV 에너지가 도달하여 경화되는 것을 방해하기 때문에, 고도로 착색된 출발 물질이 표준 두께로 1-층 테이프에 코팅될 경우, 접착제층의 중앙부는 적절히 UV 광-중합되지 않는다.

[0019] 도 1을 참조하면, 본 발명 일 구현예에 따른 열경화성 감압 접착제(PSA) 테이프(10)가 기재(예, 미러 버튼)(12)를 윈도우(예, 운송수단의 앞유리)(14)의 표면에 부착된 것을 나타낸다. 테이프(10)는 제2 접착제층(18)의 주 표면에 결합된 제1 접착제층(16)을 포함하는데, 이들 각각은 고유의 두께를 가지며 출발 물질의 광-중합 반응 생성물인 열경화성 감압 접착제를 포함한다. 이러한 접착제의 예는 미국 특허 5,086,088호 및 6,348,118호에서 찾을 수 있으며, 그들은 여기에 그 전체가 참조로써 개재된다. 각 접착제층(16)(18)을 위한 출발 물질은 자외선 광으로 광-중합성 아크릴 성분과 열 경화성 에폭시 성분을 포함한다. 아크릴 성분은 알킬 알콜(예, 비-3급 알콜)의 아크릴 산 에스테르 또는 메타크릴 산 에스테르 하나 이상을 포함하는 부분적으로 중합된 조성물(예, 예비중합된 시럽) 및/또는 모노머 혼합물을 포함한다. 아크릴 성분은 공중합성 모노머(예, 적당한 극성의 공중합성 모노머) 및 광개시제도 포함한다. 에폭시 성분은 열 경화성 에폭시 수지, 또는 열 경화성 에폭시 수지와 최소한 에폭시 수지용 열-활성화가능한 경화제를 포함하는 에폭시 수지 혼합물을 포함할 수 있다. 양 접착제층(16)(18)을 위한 출발 물질은 동일하거나 서로 다른 아크릴 성분 및 에폭시 성분을 가진다.

[0020] 제1 접착제층(16)은, 제1 접착제가 실질적으로 열 경화된 후 제1 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 양의 흑색 착색 안료를 제1 출발 물질이 함유할 때조차도, 아크릴 성분의 실질적인 UV 광-중합(예, 자외선 광에 의한)을 가능케 하기에 충분히 얇은 제1 출발 물질의 층으로부터 제조된다. 제2 접착제층(18)은, 제2 접착제가 경화된 후 제2 접착제가 흑색의 색을 가지도록 하기에 충분한 흑색 착색 안료를 출발 물질이 함유할 경우에 출발 물질의 실질적인 UV 광-중합을 방지하기에 충분히 두꺼운 두께를 가지는 제2 출발 물질의 층으로부터 제조된다.

[0021] 본 발명에 있어서, 흑색이라는 용어는 암회색으로부터 흑색까지의 색 범위를 말한다. 여기에서 사용된 색인 흑색은 하기 표시한 바와 같은 안료 농도 및/또는 L* 전반사 수치를 가지는 것으로 나타낼 수 있다;

- [0022] **안료 한계:** **L* 전반사 배제 수치**
- [0023] 제1 접착제층: 흑색의 색:
- [0024] 최소: 0.125% 32
- [0025] 최대: 5% 1
- [0026] 바람직하게는,
- [0027] 최소: 0.25% 30
- [0028] 최대: 0.75% 8
- [0029] 제2 접착제층: 흑색이 아닌 색:
- [0030] 최소: 0.0% 90
- [0031] 최대: 0.1% 33
- [0032] 단독으로 제공되는 것에 더하여, 테이프(10)는 기재(12, 14)의 한쪽 또는 양쪽에 부착된 테이프(10)를 포함하는 제품 또는 조립체의 형태로 제공될 수 있다. 테이프(10)는, 제2 접착제층(18)의 반대편 주 표면에 결합된, 제1 접착제층(16)과 동일하거나 또는 유사한, 추가적인 또는 제3의 접착제층(비도시)과 함께 제공될 수도 있다. 이와 같은 3층 구조는 테이프에 의해 함께 부착되는 양 기재가 투명한 기재일 경우 바람직할 수 있다. 테이프(10)는 제1 접착제층(16)에 의해 한정되는 한 면 또는 주 표면(20) 및 제2 접착제층(18)에 의해 한정되는 반대측의 면 또는 주 표면(22)를 가진다. 테이프(10)가 단독으로 또는 기재(12 또는 14) 중 단지 하나와 함께 판매될 경우에는, 노출된 채 남게 될(즉, 기재(12 또는 14)에 부착되지 않는) 면(20 및 22) 중 어느 하나를 보호하기 위하여 통상적인 이형 라이너(비도시)가 배치된다. 도 1에 나타낸 바와 같이, 테이프(10)는 미러 버튼 기재(12) 형상의 주변부를 가진다.
- [0033] 열경화성 감압 접착제 테이프(10)는, 제1 출발 물질의 제1 출발 물질 층을 형성하는 것; 제2 출발 물질의 제2 출발 물질 층을 형성하는 것; 제1 출발 물질 층을 UV 광-중합하여 제1 접착제층(16)을 생성시키는 것; 제2 출발 물질 층을 UV 광-중합하여 제2 접착제층(18)을 생성시키는 것; 및 주 표면에서 두 층(16 및 18)을 함께 결합시키는 것에 의해 제조된다. 각 출발 물질 층은 상기 개재된 특허에서 개시된 바와 같은 통상적인 방법 및 기술을 사용하여 형성될 수 있다.
- [0034] 이와 같은 통상적인 공정은 상부 및 하부의 광학적으로 투명한 공정 라이너(process liner)(예, 2밀 두께의 실리콘 코팅된 폴리에스테르 라이너), 공정 라이너에 마찰 장력을 제공하는 장력 조정 스프링을 갖는 언와인드 스탠드(unwind stand), 원하는 두께를 얻기 위하여 조정가능한 갭을 가지는 노치 바 피복기(notch bar coater), 및 2열의 조정가능한 저장도 UV 광원을 사용할 수 있다. 공정에서, 하부 공정 라이너는 바 피복기의 갭과 UV 광원의 열들을 통과하도록 현수된다. 접착제 출발 물질은 하부 공정 라이너의 상단에 적용되어 노치 바 피복기에 감기는 열을 형성한다. 상부 공정 라이너는 하부 공정 라이너 상부의 노치 바 피복기 주위를 감싸고 바 피복기 갭을 통과함으로써 출발 물질을 그 사이에 끼워 넣는다. 2개의 공정 라이너는 출발 물질을 UV 광원의 열을 통해 운반하는데, 여기서 출발 물질, 특히 아크릴 성분의 UV 중합이 일어난다. 끼워진 출발 물질의 상부 및 하부에 UV 광원의 일 열이 배치된다. UV 광원은 300 내지 400nm 사이에서 90% 방출을 나타내며, 351nm의 피크를 가진다. 강도는 평방 센티미터당 대략 2밀리와트(milliwatt)로서, 상부가 평방 센티미터당 약 650밀리주울, 하부가 평방 센티미터당 650밀리주울의 총 에너지를 가진다. 고무 코팅된 피구동 닐 롤러(driven nip roller)가 노치바 피복기 갭 및 UV 광원의 열을 통해 공정 라이너를 잡아당기기 위하여 사용된다.
- [0035] **[실시예]**
- [0036] 실시예 1 및 6을 위한 기본 용액
- [0037] 75부의 n-부틸 아크릴레이트, 25부의 N 비닐 카프로락탐 및 0.04부의 광개시제(Tarrytown NY의 Ciba Specialty Chemicals Corporation 사로부터 상표명 Irgacure 651로 구입가능한 알파,알파-디메톡시-알파-페닐아세토페논)를 혼합하고 자외선 흑색 램프에 노출시켜 약 1500cps의 점도를 가지는 시럽을 형성시킴으로써 사전혼합 조성물이 제조되었다.
- [0038] 42.6부의 사전혼합 조성물, 3.2부의 2-하이드록시-3-페녹시 프로필 아크릴레이트, 29.8부의 액체 에폭시 수지(Houston, TX의 Resolution Performance Products LLC 사로부터 상표명 Epon 828로 구입가능한 비스페놀-A 에

피클로르하이드린) 및 16.0부의 고체 에폭시(Epon 1101F) 수지(2.2'-((1-메틸에틸리덴)비스(4,1-페닐렌 옥시메틸렌))비스(옥시란)과의 페놀, 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스-폴리머)를, 고속으로 조정된 프로펠러 믹서로 약 49℃로 가열하면서 30분 동안 혼합하여 균일한 혼합물을 형성시킴으로써 접착제 조성물이 제조되었다. 다음에, 상기 혼합물을 계속 혼합하면서 약 32℃로 냉각시킨 후 하기를 첨가하고 약 30분 동안 혼합하였다: 0.02부의 1.6-헥산디올디아크릴레이트, 1.1부의 미분된 에폭시 가속제(Allentown, PA의 Air Products and Chemicals Inc. 사로부터 상표명 Curezol 2MZ-Azine으로 구입가능한 2,4-디아미노-(2'-메틸이미다졸일-(1'))에틸-S-트리아진), 0.05부의 항산화제(Ciba Specialty Chemicals Corp. 사로부터 상표명 Irganox 1010으로 구입가능한 벤젠 프로파노 산), 3.6부의 디시안디아미드, 0.6부의 실란(Degussa Corp. 사로부터 제품 번호 G6720으로 구입가능한 트리메톡시(3-(옥시라닐메톡시)프로필)-실란), 및 0.35부의 흑색 착색 분산액(Doylestown, PA의 Penn Color, Inc. 사로부터 상표명 Penncolor 9B117로 구입가능한 것으로서 아크릴 캐리어에 대략 15%의 카본 블랙 안료를 가지는 분산액), 2.7부의 나노 실리카(fumed silica)(Billerica, MA의 Cabot Corporation 사로부터 상표명 Cabosil M-5으로 구입가능한 나노 실리카), 및 0.07부의 Irgacure 651 광개시제를 첨가하고 32℃에서 30분 동안 혼합하였다. 계속하여 혼합하면서 균일한 혼합물을 약 27℃로 냉각시킨 다음, 여과하였다.

[0039] 실시예 2, 3, 4, 5를 위한 기본 용액

[0040] 30.7부의 n-부틸 아크릴레이트와 N-비닐카프로락탐 50/50 혼합물, 22.35부의 부틸 아크릴레이트, 23.84부의 액체 에폭시 수지(Houston, TX의 Resolution Performance Products LLC 사로부터 상표명 Epon 828로 구입가능한 비스페놀-A 에피클로르하이드린) 및 13.2부의 고체 에폭시(Epon 1101F) 수지(2.2'-((1-메틸에틸리덴)비스(4,1-페닐렌 옥시메틸렌))비스(옥시란)과의 페놀, 4,4'-(1-메틸에틸리덴)비스-폴리머)를, 고속으로 조정된 프로펠러 믹서로 약 49℃로 가열하면서 30분 동안 혼합하여 균일한 혼합물을 형성시킴으로써 접착제 조성물이 제조되었다. 다음에, 상기 혼합물을 계속 혼합하면서 약 32℃로 냉각시킨 후 하기를 첨가하고 약 30분 동안 혼합하였다: 0.025부의 1.6-헥산디올디아크릴레이트, 1.4부의 비-미분 에폭시 가속제(Allentown, PA의 Air Products and Chemicals Inc. 사로부터 상표명 Curezol 2MZ-Azine으로 구입가능한 2,4-디아미노-(2'-메틸이미다졸일-(1'))에틸-S-트리아진), 0.05부의 항산화제(Ciba Specialty Chemicals Corp. 사로부터 상표명 Irganox 1010으로 구입가능한 벤젠 프로파노 산), 3.7부의 디시안디아미드, 및 0.30부의 흑색 착색 분산액(Doylestown, PA의 Penn Color, Inc. 사로부터 상표명 Penncolor 9B117로 구입가능한 것으로서 아크릴 캐리어에 대략 15%의 카본 블랙 안료를 가지는 분산액), 4.2부의 나노 실리카(Billerica, MA의 Cabot Corporation 사로부터 상표명 Cabosil M-5으로 구입가능한 나노 실리카), 및 0.15부의 Irgacure 651 광개시제를 첨가하고 32℃에서 30분 동안 혼합하였다. 계속하여 혼합하면서 균일한 혼합물을 약 27℃로 냉각시킨 다음, 여과하였다.

[0041] 상기 실시예 1용 기본 용액 100그램에 1그램의 Penncolor 9B117과 2.5그램의 분말화된 카본 블랙을 첨가한 다음 균일하게 분산될 때까지 혼합함으로써 실시예 1 용액을 완성하였다.

[0042] 상기 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액 100그램에 1그램의 Penncolor 9B117을 첨가한 다음 균일하게 분산될 때까지 혼합함으로써 실시예 2 용액을 완성하였다.

[0043] 상기 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액 100그램에 2그램의 Penncolor 9B117을 첨가한 다음 균일하게 분산될 때까지 혼합함으로써 실시예 3 용액을 완성하였다.

[0044] 상기 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액 100그램에 1그램의 Penncolor 9B117과 2.5그램의 분말화된 카본 블랙을 첨가한 다음 균일하게 분산될 때까지 혼합함으로써 실시예 4 용액을 완성하였다.

[0045] 실시예 5 용액은 추가적인 안료 없이 상기 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액으로 하였다.

[0046] 실시예 6 용액은 추가적인 안료 없이 상기 실시예 1 및 6용 기본 용액으로 하였다.

[0047] 조성물로부터 기체를 제거하고 2장의 실리콘 이형(release) 코팅된 폴리에스테르 필름 사이로 코팅시킨 다음 미국 특허 6,348,118호의 실시예에 기재된 바와 같이 피륙의 상부 및 하부로부터 약 3분 동안 자외선 광을 조사하여 흑색의 테이프를 형성시켰다. 접착제를 경화하기 위해 사용된 총 에너지는 약 1300밀리줄/평방센티미터(mJ/sq cm)이다. 실시예 1, 2, 3 및 4는 5밀 두께로 코팅되었다. 실시예 5 및 6은 25밀 두께로 코팅되었다.

[0048] 샘플 제조

[0049] 실시예 1-4의 각 테이프를 St. Paul, MN의 3M Company 사에서 판매하는 20밀 두께의 9214 Structural Bonding Tape 층에 적층하였다. 이어서, 이 2층 테이프를 제2 층(더 두꺼움/안료 적음)이 미리 버튼에 부착되도록 깨끗한 스몰풋(smallfoot) 미리 버튼에 적층하였다. 다음에, 제1 층(더 얇음/안료 많음)을 이용하여 테이프가 접착

된 미러 버튼을 깨끗한 2인치×5인치 강화유리 판의 주석도금된 면(tin side)에 접촉하였다. 상기 유리 판은 버튼 적용에 앞서 90℃로 예열되었다. 테이프가 접착된 버튼을 유리 판에 접착하기 위하여 70psig로 조정된 2-인치 실린더 구비 공압 프레스가 사용되었다. 다음에, 미러 버튼/유리판 조립체를 약 141℃ 및 170psig로 30분 오토클레이브하여 피크 온도에서 접착제의 에폭시 상을 경화하였다. 시험 전에 샘플을 주변 온도에서 밤새 컨디셔닝하였다.

[0050] 실시예 5 및 6의 샘플 제조는, 실시예 5 및 6의 테이프를 20밀 9214 Structural Bonding Tape 층에 적층하지 않았다는 것 이외에는 실시예 1-4와 동일하였다.

[0051] 시험:

[0052] 토오크 시험:

[0053] 일단이 미러 버튼/유리 조립체에 견고하게 장착된 미러 버튼에 부착되고 타단은 Instron 강도 측정기에 부착된 12-인치 레버 암(lever arm)을 사용하여 토오크 측정치를 얻었다. 크로스헤드(crosshead) 속도는 분당 6인치이었다. 정점 강도가 피트-파운드(feet-pound) 단위로 기록되었다. 부착된 버튼에 가해지는 강도는 버튼이 유리 판에 부착될 때의 것과 동일하였다. 미러 버튼과 유리 모두에 물질을 남기면서 접착제층 내에서 접착제가 균열되는 경우 "Cohesive(C)"로; 대부분의 접착제가 버튼 상에 남아 있고 얇은 잔류 필름만이 유리 상에 남는 경우 "adhesive from glass(A-G)"로 실패 양식도 기록하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0054] 균열 시험:

[0055] 균열 시험은 미러 버튼이 유리 판에 얼마나 잘 접착하느냐의 측정치이다. 상기한 바와 같이 시험 샘플이 제조되어 실온 및 40-60% 상대습도에서 24시간 이상 컨디셔닝되었다. 미러 버튼이 부착된 유리 판을 Instron 장력 시험기(Instron Tensile Tester)에 물려진 고정구에 장착하였다. 부착 말단이 구비된 70mm 길이의 레버 암이, 후방관찰 미러이 앞유리에 부착되는 방식인 전도(upside-down) 방식으로 미러 버튼 상을 미끄러져 가도록 고안되었다. 상기 레버 암을 장력 시험기의 조(jaw)에 물리고 분당 2.5밀리미터의 속도로 상향 이동시켰다. 균열 시, 즉 유리 판으로부터 떨어져 느슨하게 될 때의 최대값 강도가 파운드로 기록되었다. 토오크 시험과 동일한 기준을 사용하여 실패 양식도 관찰되었다.

[0056] 색 시험:

[0057] 3가지 수준의 등급으로 육안 대상물 색 시험이 수행되었다. 수준은 회색, 암회색, 흑색이었다.

[0058] D-65 광원 및 10도 각도를 사용하는 보습 X-Rite SP-60 Sphere 분광광도계를 사용하여서도 색 측정치가 측정되었다. L* 값이 전반사 효과 포함 및 전반사 효과 배제로 기록되었다. 전반사 효과가 배제되었을 때 광택의 효과가 감소하므로 바람직한 방법이다.

[0059] X-rite 색 측정용 샘플을 실리콘 피복기 용지에 적층한 다음 대기 오븐(atmospheric oven)에서 285℃로 35분 동안 경화하였다. 실온으로 냉각 후 L* 측정값을 취하였다.

표 1

[0060]

표 1			
실시예	카본 블랙 (wt %)	색	실패 양식
1	2.60	흑색	Cohesive
2	0.19	암회색	A-G
3	0.34	흑색	A-G
4	2.60	흑색	A-G
5	0.05	회색	A-G
6	0.05	회색	Cohesive

[0061] [표 1A]

표 1A	L* 전반사 배제	L* 전반사 포함	
실시예			
1	21.58	30.17	
2	26.17	31.68	
3	23	29.4	
4	22	28.5	
5	39.23	42.2	
6	Na	Na	

[0062]

[0063] 실시예 7-13

[0064] 사용된 가속제가 미분화된 2MZ-Azine이며, 카본 블랙 분산액(Pennco 9B117)의 양이 조성물 총 중량 기준 0.23%, 1.5%, 2.5% 및 3.5%이고, 5밀 및 25밀 두께로 코팅되었다는 것 이외에는, 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액과 동일한 방법에 따라 실시예 7-13용 테이프를 제조하였다. 안료 함량, 즉 카본 블랙의 양만을 표 2에 나타내었으며, 제1 층 두께, 아크릴 경화 성공 여부, 색 평가, 및 토오크 시험도 포함되었다. 25밀의 두께를 가지는 테이프는 또 다른 접착제층에 적층하지 않고 시험하였다. 5밀 테이프는 20밀 두께의 9214 Structural Bonding Tape에 적층되었다. 이 2층 샘플을 유리에 접착시킬 때, 제1 층(더 얇음/안료 많음)은 유리에 부착되고 제2 층(더 두꺼움/안료 적음)은 미러 버튼에 부착된다.

[0065] 실시예 11 및 13의 25밀 테이프는 불완전한 아크릴 경화를 나타내었으며 색 또는 토오크가 시험되지 않았다. 다른 모든 샘플들은 실시예 1-6의 방법에 따른 오토클레이브 후 토오크를 시험하였다. 100F/100RH 시험된 샘플들은 노출에 앞서 먼저 실온에서 24시간 컨디셔닝되었다. 다음에, 이 샘플들을 토오크 시험에 앞서 100°F 및 100% 상대습도에서 24시간 동안 컨디셔닝하였다.

표 2

[0066]

표 2						
실시예	% 카본 블랙	제1 층 두께	아크릴 경화	색	RT 토오크	100F/100RH 토오크
7	0.045%	25밀	예	회색	47.6	30.0
8	0.22%	5밀	예	암회색	41.1	26.5
9	0.22%	25밀	예	암회색	24.8	Na
10	0.37%	5밀	예	흑색	37.4	26.9
11	0.37%	25밀	아니오	na	na	na
12	0.51%	5밀	예	흑색	34.4	25
13	0.51%	25밀	아니오	na	na	na

[0067] 실시예 14-19

[0068] 안료 분산액의 양이 2.8%(0.42% 카본 블랙) 또는 3.8%(0.57% 카본 블랙) 중 어느 하나라는 것 이외에는, 2, 3, 4, 5용 기본 용액의 방법에 따라 실시예 14-19용 용액 및 테이프를 제조하였다. 실제 두께는 표 3에 나타낸 바와 같이 더 클지라도, 각 안료 양에 대한 타겟(target) 두께는 5, 8 및 10밀이었다. 9214 Structural Bonding Tape에 적층함으로써 테이프를 제조하고 토오크 및 균열을 시험하여 결과를 표 3에 나타내었다. 모든 테이프의 색은 기본적으로 흑색이었다.

표 3

[0069]

표 3				
실시예	안료 함량(%)	두께(밀) 타겟/실제	토오크(피트-파운드) /실패 양식	균열(파운드)
14	0.42	5/7	36.7/TFG*	185/C**
15	0.42	8/9	33/TFG	161/C

16	0.42	10/12	36.4/TFG	156/C
17	0.57	5/7	36.7/TFG	137/C
18	0.57	8/9	38.5/TFG	133/C
19	0.57	10/12	25/TFG	101/C

* "TFG"=유리 상에 남겨진 얇은 필름. 접착제의 대부분은 미리 버튼 상에 남겨짐.

*** "C"=Cohesive 실패 양식(예, 185/C=185파운드의 강도와 Cohesive 실패)

[표 3A]

표 3A	L* 전반사 배제	L* 전반사 포함
실시예		
14	22.58	28.7
15	21.75	28.55
16	22.2	28.8
17	21.3	27.5
18	21.1	27.9
19	21	28

실시예 20-25

카본 블랙 분산액 총량이 표 4에 나타낸 바와 같이 변화한다는 것 이외에는, 실시예 2, 3, 4, 5용 기본 용액의 방법 및 실시예 3의 구체적인 것에 따라 실시예 20-25용 용액 및 테이프를 제조하였다. 총 아크릴 경화 에너지 역시 변화시켰으며, 최종 테이프는 토오크, 균열, 스트레스, 변형(Strain), 모듈러스(Modulus) 및 색을 시험하였다.

스트레스, 변형 및 모듈러스는 Intron/장력 시험기를 사용하여 2002년에 승인된 ASTM D-412-98a에 따라 확인되었다. 색은 X-Rite SP-60을 사용하여 측정하였으며 단위는 전반사 효과 배제 및 포함 모두에 대하여 L*로 기록되었다.

표 4

표 4									
실시예	안료 분산액 (%)	안료 함량 (%)	총 에너지 mJ/sq cm	토오크 ft-lbs	RT 균열 (lbs)	응력 (psi)	변형%	모듈러스 (ksi)	
20	4.5	0.65	1300	36	107	1219	69	10.9	
21	3.5	0.51	1550	39	127	1302	73	10.9	
22	4.5	0.65	1800	38	111	1251	63	10.9	
23	2.5	0.37	1800	43	169	1346	75	12.8	
24	3.5	0.51	1550	40	148	1336	84	10.5	
25	2.5	0.37	1300	44	169	1348	84	11.4	

L* 데이터는 X-Rite SP-60 구형 분광광도계로 측정됨.

[표 4A]

표 4a	L* 전반사 배제	L* 전반사 포함	
실시예			
20	20.8	27.7	
21	20.5	28.3	
22	20.2	27.9	
23	22.3	28.9	
24	21	28.1	
25	21.3	28.6	

도면

도면1

