



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년11월26일  
(11) 등록번호 10-1921977  
(24) 등록일자 2018년11월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C08K 5/16 (2006.01) C08F 20/10 (2006.01)  
C08J 3/24 (2006.01) C08K 5/1515 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2013-0005777  
(22) 출원일자 2013년01월18일  
심사청구일자 2017년07월25일  
(65) 공개번호 10-2013-0085986  
(43) 공개일자 2013년07월30일  
(30) 우선권주장  
10 2012 200 854.3 2012년01월20일 독일(DE)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020100016262 A\*  
US20050004320 A1  
KR1020100044725 A  
KR1020060007011 A  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
테사 소시에타스 유로파에아  
독일 노르더슈테트 휴고-키르호베르크-슈트라쎄 1  
(우: 22848)  
(72) 발명자  
프렌첼, 알렉산더  
독일 데-20259 함부르크 에펜도르퍼 베크 46  
밤베르크, 사라  
독일 데-22529 함부르크 켈트호프슈투켄 41아  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인 남앤남

전체 청구항 수 : 총 9 항

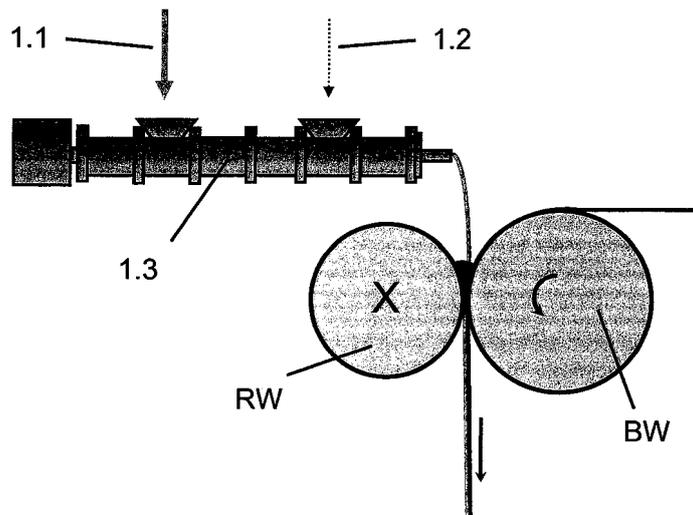
심사관 : 조준배

(54) 발명의 명칭 폴리아크릴레이트에 대한 가교제-가속화제 시스템

(57) 요약

폴리아크릴레이트-기반 조성물의 맥락에서, 제어된 열 가교를 가능하게 하기 위한 것이다. 이는 에폭사이드 기와 연결 반응(linking reaction)을 개시하기에 적합한 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트를 열 가교(thermal crosslinking)시키기 위한 가교제-가속화제 시스템으로서, 하나 이상의 에폭사이드 기를 포함하는 하나 이상의  
(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



물질(가교제) 및 하나 이상의 하기 일반식 (I)에 따른 물질(가속화제)을 포함하는, 가교제-가속화제 시스템의 제 공에 의해 달성된다:



상기 식에서, 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$ 은 서로 독립적으로, 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 알킬 또는 시클로알킬 라디칼, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 가지고 주쇄에 결합되는 알킬렌 기이며, 여기서 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$  중 하나 이상은 수소 원자가 아니며,

라디칼  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^7$  및  $R^8$ 은 서로 독립적으로, 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이거나 5원 내지 7원 시클로알킬렌 기를 형성하며,

$n$ 은 0 내지 4의 정수이다.

(72) 발명자

**베슈만, 예니퍼**

독일 데-20259 함부르크 슐베크 1

**파펜브로크, 마르텐**

독일 데-20253 함부르크 크리스티안-뫼르스터-슈트  
라셰 7

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

에폭사이드 기와 연결 반응(linking reaction)을 개시하기 위한 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트를 열 가교(thermal crosslinking)시키기 위한 가교제-가속화제 시스템(crosslinker-accelerator system)으로서, 하나 이상의 에폭사이드 기를 포함하는 하나 이상의 물질(가교제); 및

3-(디메틸아미노)-1-프로필아민, N,N'-디메틸-1,3-프로판디아민, N,N,N'-트리메틸-1,3-프로판디아민, N-메틸-1,3-디아미노프로판, N,N,2,2-테트라메틸-1,3-프로판-디아민, N,N',2-트리메틸-1,3-프로판디아민, (3-아미노-2-메틸프로필)디메틸아민, (1-에틸-3-피페리디닐)메탄아민, 펜타메틸디에틸렌트리아민, N,N,N',N",N"-펜타메틸디프로필렌트리아민, N,N-비스(3-디메틸아미노프로필)-N-이소프로판올아민, N-(3-디메틸아미노프로필)-N,N-디이소프로판올아민, N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민 및 N,N,N'-트리메틸아미노에틸에탄올아민으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 물질(가속화제)을 포함하는, 가교제-가속화제 시스템.

**청구항 2**

제 1항에 있어서, 가교제-가속화제 시스템이 펜타메틸디에틸렌트리아민 및 N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민으로부터 선택되는 하나 이상의 물질을 포함함을 특징으로 하는, 가교제-가속화제 시스템.

**청구항 3**

삭제

**청구항 4**

삭제

**청구항 5**

삭제

**청구항 6**

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 가속화제 중의 모든 치환되거나 비치환된 아미노 및 포스핀 기의 수 대 가교제 중의 에폭사이드 기의 수의 비가 0.2:1 내지 4:1인 것을 특징으로 하는, 가교제-가속화제 시스템.

**청구항 7**

에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기 위한 작용기를 갖는 하나 이상의 폴리아크릴레이트, 및 제 1항 또는 제 2항에 따른 가교제-가속화제 시스템을 포함하는, 열 가교성 조성물.

**청구항 8**

삭제

**청구항 9**

제 7항에 있어서, 각 경우에 가교되는 순수한 폴리아크릴레이트를 기준으로 하여, 가교제의 전체 분율이 0.1 중량% 내지 5 중량%이며, 가속화제의 전체 분율이 0.05 중량% 내지 5 중량%인 것을 특징으로 하는, 열 가교성 조성물.

**청구항 10**

제 7항에 따른 열 가교성 조성물의 열 가교에 의해 얻어지는 가교된 폴리아크릴레이트.

**청구항 11**

제 1항 또는 제 2항에 따른 가교제-가속화제 시스템을 사용하는 것을 포함하여, 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기 위한 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트를 열 가교시키는 방법.

**청구항 12**

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 열가교된 폴리아크릴레이트를 생산하기 위한 가교제-가속화제 시스템.

**청구항 13**

제 10항에 있어서, 감압 접착제로서 사용하기 위한 가교된 폴리아크릴레이트.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 가교가능한 폴리아크릴레이트의 기술 분야에 관한 것이다. 특히, 열 가교가능한 폴리아크릴레이트의 가교율(crosslinking rate)을 조절하기 위한 시스템이 제시되는데, 이러한 시스템은 에폭사이드 기를 함유한 물질과 적어도 하나의 특정 디아민 또는 폴리아민과의 조합을 기반으로 한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 폴리아크릴레이트는 접착제로서, 보다 특히 감압 접착제 또는 열-밀봉 접착제(heat-sealing adhesive)로서 고급의(high-grade) 산업적 적용을 위해 널리 사용되고 있으며, 이는 이러한 적용 분야에서 증가하는 요건에 매우 적합한 것으로 입증되었다. 예를 들어, 감압 접착제(PSA)는 양호한 초기 점착성을 가지면서 전단 강도의 측면에서 까다로운 요건들을 충족시킬 것을 요구한다. 동시에, 이러한 조성물들은 캐리어 재료 상에 코팅시키기에 적합해야 한다. 이들 모두는 고분자량, 높은 극성 및 이어서 유효한 가교성을 갖는 폴리아크릴레이트를 사용함으로써 달성될 수 있다. 또한, 폴리아크릴레이트는 투명하고 풍화에 대해 안정성을 갖도록 생성될 수 있다.

[0003] PSA로서 유용한 폴리아크릴레이트 조성물을 용액으로부터 또는 분산물로서 코팅하기 위하여, 열 가교(thermal crosslinking)는 당해 분야에서 오랫동안 기술되었다. 일반적으로, 열 가교제, 예를 들어, 다작용성 이소시아네이트, 금속 킬레이트 또는 다작용성 에폭시드는 대응하는 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트의 용액 또는 분산물에 첨가되며, 얻어진 조성물은 기판 상에 시트형 막으로서 코팅되며, 코팅은 이후에 건조된다. 이러한 절차를 통하여, 분산물의 경우 유기 용매 또는 물은 증발되고, 이에 따라 폴리아크릴레이트가 가교된다. 가교는 코팅에 매우 중요한데, 그 이유는 가교가 이들에 충분한 응집력(cohesion) 및 열 전단 강도를 제공하기 때문이다. 가교의 부재하에서는, 코팅은 너무 연질이고 낮은 하중에서도 흘러 없어지게 될 것이다. 가사 시간(potlife) (가공 시간, 이 기간내에 시스템이 가공가능한 상태임)의 관찰은 우수한 코팅 결과에 있어 중요하며, 이는 가교 시스템에 따라 크게 변화될 수 있다. 이러한 시간이 매우 짧은 경우, 가교제는 폴리아크릴레이트 용액 중에서 이미 반응을 일으키며; 용액은 이미 일부 가교되고 더 이상 균질하게 도포될 수 없다.

[0004] PSA를 제조하기 위한 기술적 작업은 계속적인 개발 상태에 있다. 더욱 제한되는 환경적 시행에 의해 그리고 용매에 대한 비용의 증가가 동기가 되어, 폴리머의 제조 작업으로부터 용매를 가능한 배제시키는데 그 목적이 있다. 이에 따라, 산업 내에서, PSA의 제조시 용매 비함유 코팅 기법을 갖는 용융 공정 (또한, 고온용융 공정으로서 불림)에 대한 중요성이 증가되고 있다. 이러한 공정에서, 용융성 폴리머 조성물 즉, 증가된 온도에서 분해되지 않고 유체 상태로 전이되는 폴리머 조성물이 가공된다. 이러한 조성물은 이러한 용융 상태에서부터 우수하게 가공될 수 있다. 이러한 절차의 진행 중인 개발에서, 생성물 조성물을 생산할 뿐만 아니라 낮은 용매 또는 용매 비함유 작업을 수행하는데 그 목적이 있다.

[0005] 고온용융 기법의 도입은 접착제에 대한 증가되는 요건들을 부가하고 있다. 특히, 용융성 폴리아크릴레이트 조성물(그 밖의 명칭: "폴리아크릴레이트 핫멜트", "아크릴레이트 핫멜트")은 개선을 위해 매우 집중적으로 조사되고 있다. 용융물로부터 폴리아크릴레이트 조성물의 코팅에서, 열 가교는 이러한 방법의 잠재적인 이점에도 불구하고 오늘날까지 널리 보급되지 않았다.

[0006] 지금까지 아크릴레이트 핫멜트는 주로 방사선-화학 방법 (UV 조사, EBC 조사)에 의해 가교되었다. 그러나, 이

러한 절차는 다양한 단점들과 관련이 있다:

- [0007] - UV 선에 의해 가교되는 경우, 단지 UV-투명 (UV-투과) 층만이 가교될 수 있다;
- [0008] - 전자 빔으로 가교되는 경우(전자 빔 가교 또는 전자 빔 경화, 또는 EBC), 전자 빔은 제한된 관통 깊이를 갖는데, 이는 조사되는 물질의 밀도 및 가속화제 전압(accelerator voltage)에 의존적이다;
- [0009] - 상기 언급된 두 방법 모두로 가교되는 경우, 가교후 층은 가교 프로파일(crosslinking profile)을 가지며, 감압성 접착층은 균질하게 가교되지 않는다.
- [0010] 감압성 접착층은 화학적 방사선 방법에 의해 잘 가교된 층을 얻기 위해서 비교적 얇아야 한다. 실제로 밀도, 가속화제 전압 (EBC) 및 활성 과장 (UV)에 따라 변화되긴 하지만 방사선이 통과하는 두께는 항상 매우 제한되어 있으며; 이에 따라, 임의의 두께의 층을 통해 가교를 달성하는 것이 불가능하며, 틀림없이 균질하지도 않다.
- [0011] 또한, 아크릴레이트 핫멜트의 열 가교를 위한 많은 방법이 종래 분야에 공지되어 있다. 이러한 방법 각각에서, 가교제는 코팅 전에 아크릴레이트 용융물에 첨가되고, 이후에 조성물이 형상화되고 감겨져서 롤을 형성한다.
- [0012] NCO-반응성 기를 함유하는 아크릴레이트 핫멜트 조성물의 직접 열 가교는 EP 0 752 435 A1호에 기술되어 있다. 블로킹제(blocking agent)가 없고 보다 특히, 입체적으로 장애되고 다이머화된 이소시아네이트인, 사용되는 이소시아네이트는 매우 극단적인 가교 조건을 요하며, 이에 따라 합리적인 기술적 실행은 문제를 나타낸다. 용융물로부터의 가공에서 일반적인 부류의 조건하에서, EP 0 752 435 A1호에 기술된 절차는 신속하고 비교적 광범위한 가교를 유도하며, 이에 따라 캐리어 물질 상에 조성물의 코팅이 어렵게 된다. 특히, 접착 테이프의 많은 기술적 적용을 위해 요구되는 부류의 접착제의 균질한 층들을 얻는 것이 가능하지 않다.
- [0013] 또한, 블로킹된 이소시아네이트의 사용 또한 종래 기술에 속한다. 이러한 기법의 단점은 블로킹 기 또는 단편의 방출로서, 이는 특별한 접착 특성에 악영향을 끼칠 수 있다. 일 예는 US 4,524,104A호에 있다. 이러한 문헌에서는 촉매로서 시클로아미딘 또는 이의 염과 함께 블로킹된 폴리이소시아네이트를 이용하여 가교될 수 있는 감압성 아크릴레이트 핫멜트 접착제가 기재되어 있다. 이러한 시스템에서, 필요한 촉매, 및 특히, 생성된 물질, 예를 들어 HCN, 페놀, 카프로락탐 등은 생성물 특성을 심각하게 손상시킬 수 있다. 또한, 이러한 방법에는 반응성 기를 방출시키기 위한 극단적인 조건이 종종 요구된다. 이러한 방법의 중요한 적용은 지금까지 알려지지 않았으며, 또한 유망해 보이지 않는다.
- [0014] DE 10 2004 044 086 A1호는 아크릴레이트 핫멜트의 열 가교 방법을 기술하고 있는데, 여기서 열 반응성 가교제의 계량 첨가 후, 킴파운딩, 이송 및 코팅을 위해 충분히 긴 가공 시간을 갖는 용매 비함유 작용성화된 아크릴레이트 코폴리머를 다른 물질의 웹 형태 층 상에 코팅시킨 후에, 감압 접착 테이프에 대해 응집력이 충분하게 될 때까지 온화한 조건 하에서 이러한 코팅을 가교시킨다. 이러한 방법의 단점은 가교제 (이소시아네이트)의 반응성이 자유 가공 시간(free processing life) 및 가교도를 사전 결정한다는 점이다. 이소시아네이트 가교제는 일부 경우에서 심지어 이들의 첨가 동안에도 반응하며, 그 결과, 시스템에 따라, 겔-부재 시간(gel-free time)이 매우 짧을 수 있다. 비교적 높은 분율의 작용기 예를 들어, 하이드록실기 또는 카르복실산을 갖는 조성물은 이러한 경우에 더 이상 충분히 잘 코팅될 수 없다. 겔 입자가 산재되어 균질하지 않은 줄이 생긴 코트(streaky coat)가 형성될 것이다. 일어나는 다른 문제는, 달성 가능한 가교도가 제한적이라는 점이다. 보다 많은 양의 가교제의 첨가를 통한 보다 높은 가교도가 요망되는 경우에, 이는 다작용성 이소시아네이트가 사용될 때 단점을 갖는다. 조성물은 너무 빨리 반응할 것이고 그렇더라도 단지 매우 짧은 가공 시간으로, 그리고 이에 따라 매우 높은 코팅 속도로 코팅 가능할 것이며, 이는 불균질한 코팅 외관의 문제를 가중시킬 것이다.
- [0015] 다작용성 에폭사이드에 의한 가교는 EP 1 978 069 A1호에 기재되어 있는데, 이러한 문헌에서는 모든 의도(intent) 및 목적으로 에폭사이드가 폴리머 중에 존재하는 카복실기와 어떠한 반응도 일으키지 않으면서 가속화제의 사용을 통해, 가교도가 가교 동력학과 독립적으로 조정될 수 있는 것으로 나타내고 있다. 용융 가공 후에 조성물이 코팅 가능하도록 만들기 위하여, 압출기에서의 가교는 단지 적은 범위로 일어나야 하고, 이상적인 생성물 성질들을 달성하기 위하여, 이후에 압출기에서 보다 낮은 온도에서 지속되어야 한다. EP 1 978 069 A1호에 기술된 가교제-가속화제 시스템이 이들의 요건을 충족시키고 산업적으로 이용될 수 있지만, 실온에서의 2차 가교가 너무 느리다. 상승된 온도에서의 2차 가교는, PSA가 이미 롤에 감겨진 경우에 흔히 바람직하지 않은데, 이는 열처리 단계의 결과로서 이들의 외형을 잃을 수 있다.
- [0016] 에폭사이드는 본질적으로 단지 열의 영향 하에서, 그리고 보다 특히 단지 열 에너지의 긴 공급 후에 반응한다. 공지된 가속화제 물질, 예를 들어 ZnCl<sub>2</sub>는 폴리머 용융물의 온도 범위 내에서 반응 용량을 개선시키지만, 외부로

부터의 열 에너지 공급의 부재 중에(다시 말해서, 예를 들어, 실온에서), 에폭사이드의 반응성은 심지어 가속화제의 존재 하에서도 잃게 되며, 이에 따라, 가교 반응은 일어나지 않는다(다시 말해서, 지배적인 온도에서, 가속화제는 더 이상 가속화 활성을 가지지 않는다). 이는 특히 핫멜트로서 가공된 폴리아크릴레이트가 비교적 짧은 시간(수분) 내에 코팅된 후에 추가적인 열 공급 없이, 실온 또는 저장 온도로 빠르게 냉각될 때 문제가 된다. 추가 가교 반응의 개시 없이, 높은 가교도를 달성하지 못할 것이며, 특히 PSA로서의 폴리아크릴레이트의 용도와 같은 폴리아크릴레이트의 여러 적용 분야에 대하여, 이는 매우 불량한 조성물의 적절치 않은 응집 결과를 가질 것이다.

[0017] ZnCl<sub>2</sub>와 같은 단지 열적으로 작용화되는 가속화제를 갖는 가교제 시스템이 (충분한 가교도를 달성하기 위하여) 너무 일찍 폴리아크릴레이트 시스템에 도입되는 경우에, 조성물은 더 이상 균질하게 가공, 보다 특히 컴파운딩 및 코팅되지 않을 수 있는데, 왜냐하면, 이러한 것들이 너무 빨리 가교되거나 심지어 "겔화"(제어되지 않은 가교를 일으킴)될 것이기 때문이다. 다른 한편으로, 가속화제가 너무 적은 에폭사이드 가교 활성을 야기시키는 경우에, 매우 긴 2차 가교 시간이 예상될 수 있거나 조성물이 고온에서 저장되어야 할 것인데, 이는 바람직하지 않다.

**발명의 내용**

[0018] 본 발명의 목적은 특히, 폴리아크릴레이트 핫멜트에 대한 공지된 열 가교 시스템의 가사 시간과 비교할 경우, 용융물로부터의 가공을 위해 충분히 긴 가공 시간 ("가사 시간")이 이용가능하면서 용융물 ("폴리아크릴레이트 핫멜트")로부터 가공될 수 있는, 폴리아크릴레이트 조성물을 열 가교시키는 것이다. 동시에, 가능하게는 화학선 또는 기타 방법에 의해 다시 제거되어야 하는 보호기를 사용하지 않는 것이 가능해야 한다. 또한, 작업 양식(operating regime)의 장점들에 악영향을 끼치지 않으면서 폴리아크릴레이트 조성물의 가교도를 원하는 수준으로 설정하는 것이 가능해야 한다. 심지어 저온에서도, 2차 가교가 최종 수준으로 빠르게 진행되어야 한다.

[0019] 하기에서, 폴리아크릴레이트 조성물은 또한 동의어로서 "폴리아크릴레이트"로서 짧게 칭하여진다. 가교되지 않은 폴리아크릴레이트 조성물에 대하여, 용어 또한 "중합물(polymerisate)"이 사용되며, 용어 "폴리머(polymer)"는 전부 또는 일부 가교된 폴리아크릴레이트 조성물에 대하여 사용된다.

[0020] 상기 목적은 적어도 하나의 에폭사이드 화합물 및 적어도 하나의 특정 디아민 또는 폴리아민을 포함하는 특정 가교제-가속화제 시스템에 의해 달성된다. 이에 따라, 본 발명의 제 1 대상은 적어도 하나의 에폭사이드 기를 포함하는 적어도 하나의 물질(가교제) 및 하기 일반식 (I)에 따른 적어도 하나의 물질을 포함하는, 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기에 적합한 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트의 열 가교를 위한 가교제-가속화제 시스템이다:



[0021]

[0022] 상기 식에서, 라디칼 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>9</sup> 및 R<sup>10</sup>은 서로 독립적으로 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 알킬 또는 시클로알킬 라디칼, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 가지고 주쇄에 결합되는 알킬렌 기이며, 여기서 라디칼 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>9</sup> 및 R<sup>10</sup> 중 적어도 하나는 수소 원자가 아니며, 라디칼 R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup> 및 R<sup>8</sup>은 서로 독립적으로 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이거나 5원 내지 7원 시클로알킬렌 기를 형성하며, n은 0 내지 4의 정수이다.

[0023] 이러한 종류의 가교제-가속화제 시스템은 초기에 폴리아크릴레이트 조성물에 대한 충분한 가공 시간을 가능하게 하고, 이후에 빠른 2차 가교가 저온에서도, 보다 특히 실온에서도 확보되게 한다. 본 발명의 가교제-가속화제 시스템은 통상적인 가교 시스템의 상술된 단점들을 방지하고, PSA 또는 PSA-코팅된 생성물을 생산하기 위한 산업적으로 실행되는 작업의 조건들에 맞춰진다.

[0024] 기술된 성분들의 본 발명의 조합의 결과로서, 폴리아크릴레이트 핫멜트 조성물의 가공에 적용될 때 조절되지 않은 반응(조성물의 겔화)을 야기시키지 않고 보다 충분히 긴 가공 시간(가사 시간)을 나타내는 열가교 공정을 제공하는 것이 가능하며, 이에 따라, 특히 조성물이 층으로서 코팅되거나 캐리어에 적용될 때 균질하고 기포(blisters) 부재의 코팅을 달성하게 한다. 본 발명의 가교제-가속화제 시스템의 매우 유리한 효과는 가공 후, 보다 특히 층으로서 코팅되거나 캐리어에 적용된 후에 폴리아크릴레이트 조성물의 필수적인 2차 가교가, 용융 생산과 비교하여 현저하게 감소된 열 에너지의 공급과 함께, 다시 말해서 냉각 후에 이러한 목적을 위해 화학선

조사에 대한 어떠한 필요성도 없이, 빠르게 진행된다는 것이다. 빠른 가교는 미세전단 이동 방법(microshear travel method) H3에 의해 측정된 조성물의 탄성률(elastic fraction)이 1주 내에 25% 보다, 더욱 바람직하게 35% 보다 상당히 크다는 것을 의미한다.

[0025] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템의 결과로서, 폴리아크릴레이트는 폴리아크릴레이트는 능동적으로 공급되는 추가 열 에너지(가열) 없이, 즉 보다 특히 실온(RT, 20°C)로 또는 실온에 가까운 온도로 냉각시킨 후에 기술적인 공정 수단에 의해 추가 가교를 일으킬 수 있다. 보다 특히, 이러한 가교 시기에, 가교 반응의 종결을 야기시키지 않으면서, 가열 없이 일어나는 것이 가능하다.

**도면의 간단한 설명**

[0026] 도 1은 연속 공정을 기초로 한 컴파운딩 및 코팅 작업을 개략적으로 도시한 것이다.  
 도 2는 제공된 양의 가속화제 및 제공된 온도에서 가교도에 대한 에폭사이드 기 농도의 효과를 도시한 그래프이다.  
 도 3은 제공된 온도(이러한 경우에, 실온) 및 일정한 양의 에폭사이드에서 가교 시간과 가속화제 농도의 관계를 도시한 그래프이다.  
 도 4는 본 발명의 2-롤 캘린더에 의한 3-층 구조의 생산을 개략적으로 도시한 것이다.  
 도 5는 동일한 에폭사이드 농도 및 동일한 염기성 기의 수를 갖는 상이한 가속화제의 실온 동력학을 도시한 그래프이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0027] 본 발명의 목적을 위한 "가교제(crosslinker)"는 이를 통해 폴리아크릴레이트 분자들이 연결되어 공유 결합의 형성에 의한 3차원 구조를 형성시키는 물질이다. "가속화제(accelerator)"는 가속화제의 부재와 비교하여 현저하게 증가된 가교 반응속도를 보장함으로써 가교 반응을 지지하는 물질이다. 이는 물론, 유사한 반응 파라미터 및 보다 특히 폴리아크릴레이트의 용융 온도 미만의 온도의 경우에서도 그러하다. 이러한 온도 범위 내에서, 가속화제 없는 가교 반응은 전혀 진행되지 않거나 아주 느리게 진행할 것이다. 이에 따라, 가속화제는 가교 반응의 반응 동력학(reaction kinetics)의 실질적인 개선을 형성시킨다. 본 발명에 따르면, 이는 촉매적으로 이루어질 수 있지만, 또한 반응 환경(reaction event)으로의 도입에 의해 이루어질 수 있다.

[0028] "폴리아크릴레이트"는 물질 양의 측면에서 모노머 기준으로 적어도 30%의 아크릴산, 메타크릴산, 아크릴산 에스테르 및/또는 메타크릴산 에스테르의 범위로 이루어진 폴리머로서, 여기서 아크릴산 에스테르 및/또는 메타크릴산 에스테르는 일반적으로 적어도 비례적으로, 그리고 바람직하게 적어도 30%의 범위로 존재한다. 보다 특히, "폴리아크릴레이트"는 아크릴 및/또는 메타크릴 모노머, 및 또한 임의적으로 추가의 공중합 가능한 모노머의 라디칼 중합에 의해 얻어질 수 있는 중합물이다.

[0029] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템은 가교제로서 적어도 하나의 에폭사이드 기를 함유하는 적어도 하나의 물질을 포함한다. 사용되는 에폭사이드 기를 함유한 물질은 바람직하게 다작용성 에폭사이드로서, 이러한 것들은 분자 당 적어도 두 개의 에폭사이드 작용기를 갖는다(즉, 이는 에폭사이드 기에 대해 적어도 이작용성이다). 이러한 것들은 방향족 화합물 또는 지방족 화합물 중 어느 하나일 수 있다.

[0030] 적합한 다작용성 에폭사이드의 예에는 에피클로로하이드린의 올리고머, 다가 알코올(보다 특히, 에틸렌, 프로필렌 및 부틸렌 글리콜, 폴리글리콜, 티오디글리콜, 글리세롤, 펜타에리스리톨, 소르비톨, 폴리비닐 알코올, 폴리알릴 알코올 등)의 에폭시 에테르; 다가 페놀(보다 특히, 레소르시놀, 하이드로퀴논, 비스(4-하이드록시페닐)메탄, 비스(4-하이드록시-3-메틸페닐)메탄, 비스(4-하이드록시-3,5-디브로모페닐)메탄, 비스(4-하이드록시-3,5-디플루오로페닐)메탄, 1,1-비스(4-하이드록시페닐)에탄, 2,2-비스(4-하이드록시페닐)프로판, 2,2-비스(4-하이드록시-3-메틸페닐)프로판, 2,2-비스(4-하이드록시-3-클로로페닐)프로판, 2,2-비스(4-하이드록시-3,5-디클로로페닐)프로판, 비스(4-하이드록시페닐)페닐메탄, 비스(4-하이드록시페닐)디페닐메탄, 비스(4-하이드록시페닐)-4'-메틸페닐메탄, 1,1-비스(4-하이드록시페닐)-2,2,2-트리클로로에탄, 비스(4-하이드록시페닐)-(4-클로로페닐)메탄, 1,1-비스(4-하이드록시페닐)시클로헥산, 비스(4-하이드록시페닐)시클로헥실메탄, 4,4'-디하이드록시비페닐, 2,2'-디하이드록시비페닐, 4,4'-디하이드록시디페닐 설편)의 에폭시 에테르 및 또한 이들의 하이드록시에틸 에테르; 페놀-포름알데히드 축합 생성물, 예를 들어 페놀 알코올 페놀 알데히드 수지 등; S- 및 N-함유 에폭사이드

드(예를 들어, N,N-디글리시딜아닐린, N,N'-디메틸디글리시딜-4,4-디아미노디페닐메탄) 및 또한 불포화 산의 글리시딜 에스테르의 중합 또는 공중합에 의해 얻어질 수 있거나 다른 산성 화합물(시아누산, 디글리시딜 설페이드, 환형 트리메틸렌 트리설포닐 및/또는 이들의 유도체 등)으로부터 얻어질 수 있는, 불포화된 알코올의 다중불포화된 카복실산 또는 모노불포화된 카복실산 에스테르, 글리시딜 에스테르, 폴리글리시딜 에스테르로부터 통상적인 방법에 의해 제조된 에폭사이드가 있다.

[0031] 본 발명에 따라 매우 적합한 에폭사이드 기를 함유한 에테르의 예는 1,4-부탄디올 디글리시딜 에테르, 폴리글리세롤-3 글리시딜 에테르, 시클로헥산디메탄올 디글리시딜 에테르, 글리세롤 트리글리시딜 에테르, 네오펜틸 글리콜 디글리시딜 에테르, 펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르, 1,6-헥산디올 디글리시딜 에테르, 폴리프로필렌 글리콜 디글리시딜 에테르, 트리메틸올프로판 트리글리시딜 에테르, 비스페놀 A 디글리시딜 에테르 및 비스페놀 F 디글리시딜 에테르를 포함한다.

[0032] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템은 가속화제로서 적어도 하나의 하기 일반식 (I)에 따른 물질을 추가로 포함한다:



[0033] 상기 식에서, 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$ 은 서로 독립적으로, 수소 원자 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 알킬 또는 시클로알킬 라디칼, 또는 주쇄에 결합되고 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬렌 기이며, 여기서 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$  중 적어도 하나는 수소 원자가 아니며; 라디칼  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$ ,  $R^6$ ,  $R^7$  및  $R^8$ 은 서로 독립적으로, 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이거나, 5원 내지 7원의 시클로알킬렌 기를 형성하며; n은 0 내지 4의 정수이다.

[0035] "치환된"은 개개 라디칼에 속하는 탄소 원자에 결합된 수소 원자가 다른 원자에 의해 또는 화학적 기, 예를 들어 작용기에 의해 치환되는 것으로 의미하는데, 예를 들어, 여기서 라디칼의 관련된 탄소 원자에 직접 결합된 기 원자는 특히 헤테로원자일 수 있으며, 다시 말해서 탄소 원자가 아니다. 용어 "치환된 알킬 라디칼"은 치환에도 불구하고 이들의 필수적인 특성의 측면에서 알킬 라디칼로서 확인될 수 있는 라디칼을 포함한다. 이러한 것들은, 예를 들어 1번 위치, 다시 말해서 질소 원자에 직접 결합된 탄소 원자 상에서 할로겐화된 라디칼을 포함한다. 반대로, 용어 "치환된 알킬 라디칼"은 예를 들어, 1번 위치에서의 탄소 원자가 카보닐 기 또는 유사한 작용기의 일부인 라디칼을 포함하지 않으며, 이는 이러한 고려되는 라디칼이 이의 필수적인 특성의 측면에서 알킬 라디칼에 분류되지 않는다.

[0036] "주쇄에 결합되는 알킬렌 기"는 고려되는 알킬렌 기가 라디칼  $R^3$  내지  $R^8$ 에 속하는 탄소 원자들 중 하나에 질소 원자를 연결시키는 것을 의미한다.

[0037] 일반식 (I)에 대응하는 적합한 물질에는, 예를 들어 3-(디메틸아미노)-1-프로필아민, N,N'-디메틸-1,3-프로판디아민, N,N,N'-트리메틸-1,3-프로판디아민, N-메틸-1,3-디아미노프로판, N,N,2,2-테트라메틸-1,3-프로판디아민, N,N',2-트리메틸-1,3-프로판디아민, (3-아미노-2-메틸프로필)디메틸아민, (1-에틸-3-피페리딘)메탄아민, 펜타메틸디에틸렌트리아민, N,N,N',N",N"-펜타메틸디프로필렌트리아민, N,N-비스(3-디메틸아미노프로필)-N-이소프로판올아민, N-(3-디메틸아미노프로필)-N,N-디이소프로판올아민, N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민, N,N,N'-트리메틸아미노에틸에탄올아민이 있다. 일반식 (I)에 대응하는 물질은 바람직하게 상기 기술된 물질들로부터 선택된다.

[0038] 바람직하게, 일반식 (I)에서 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$  중 적어도 하나는 메틸 기이다. 더욱 바람직하게,  $R^1$  및  $R^2$  및/또는  $R^9$  및  $R^{10}$  각각은 메틸 기이다. 이는, 일반식 (I)에서  $R^1$  및  $R^2$  둘 모두 또는  $R^9$  및  $R^{10}$  둘 모두 중 어느 하나, 또는 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$  모두는 메틸 기임을 의미한다.

[0039] 일반식 (I)에서 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$ 은 추가적으로 치환된 알킬 라디칼로서, 예를 들어 아미노알킬 기 또는 하이드록시알킬 기일 수 있다. 주쇄에 결합된 알킬렌 기 형태의 라디칼  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^9$  및  $R^{10}$ 은 예를 들어 (1-에틸-3-피페리딘)메탄아민에서 발견된다.

[0040] 추가적으로, 가속화제의 활성화에 대한 특히 긍정적인 효과가, 두 개의 아민 작용성이  $C_2$  브릿지(bridge)에 의해

서로 결합될 때 달성되는 것으로 밝혀졌다. 바람직하게, 이에 따라 일반식 (I)에서 n은 0(영)이다.

[0041] 더욱 바람직하게, 일반식 (I)에서 n은 0(영)이며, R<sup>1</sup> 및 R<sup>2</sup> 및/또는 R<sup>9</sup> 및 R<sup>10</sup>은 각각 메틸 기이다.

[0042] 일반식 (I)에 대응하는 적어도 하나의 물질은, 본 발명에 따르면 바람직하게 N,N,N,N,N-펜타메틸디에틸렌트리아민 및 N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민으로부터 선택된다. 이러한 물질들은 가교제의 에폭사이드 기에 의해 결합 형성의 특히 효율적인 활성화를 가능하게 한다.

[0043] 본 발명의 다른 대상은 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기에 적합한 작용기를 갖는 적어도 하나의 폴리아크릴레이트 및 본 발명의 가교제-가속화제 시스템을 포함하는 열 가교성 조성물이다. 이는 보다 특히 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기에 적합한 작용기를 갖는 적어도 하나의 폴리아크릴레이트, 에폭사이드 기를 포함하는 적어도 하나의 물질(가교제), 및 하기 일반식 (I)에 따른 적어도 하나의 물질(가속화제)을 포함하는 열 가교성 조성물이다:



[0044]

[0045] 상기 식에서, 라디칼 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>9</sup> 및 R<sup>10</sup>은 서로 독립적으로 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 비치환된 알킬 또는 시클로알킬 라디칼, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 가지고 주쇄에 결합되는 알킬렌 기이며, 여기서 라디칼 R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>9</sup> 및 R<sup>10</sup> 중 하나 이상은 수소 원자가 아니며, 라디칼 R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup> 및 R<sup>8</sup>은 서로 독립적으로 수소 원자, 또는 1개 내지 8개의 탄소 원자를 갖는 알킬 기이거나 5원 내지 7원 시클로알킬렌 기를 형성하며, n은 0 내지 4의 정수이다.

[0046] 적어도 하나의 에폭사이드 기를 포함하는 물질(가교제)의 전체 분율은, 가교되는 순수한 (첨가제 없는) 폴리아크릴레이트를 기준으로 하여, 바람직하게 0.1 중량% 내지 5 중량%, 더욱 바람직하게 0.15 중량% 내지 0.4 중량%이다. 가속화제의 전체 분율은, 가교되는 첨가제-부재 폴리아크릴레이트를 기초로 하여, 바람직하게 0.05 중량% 내지 5 중량%, 더욱 바람직하게 0.1 중량% 내지 1.2 중량%이다. "가교되는 순수한 폴리아크릴레이트"는 본 발명에 따르면, 어떠한 첨가제도 없는, 단지 가교되는 폴리아크릴레이트"를 의미한다. 가교제 분율이 적어도 20%의 가교된 폴리아크릴레이트의 탄성률(elastic fraction)을 야기시키도록 선택되는 경우가 특히 유리하다. 탄성률은 바람직하게 적어도 40%, 더욱 바람직하게 적어도 60%이다(이는 각 경우에 측정 방법 H3에 의해 측정됨; 실험 섹션 참조).

[0047] 이에 따라, 폴리아크릴레이트를 제조하기 위한 모노머 또는 코모노머로서, 에폭사이드 기와 가교 가능한 작용성 모노머를 비례적으로 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 것들에는 바람직하게 산 기(특히 카복실산, 설폰산 또는 포스폰산 기) 및/또는 하이드록실 기 및/또는 산 무수물 기 및/또는 에폭사이드 기 및/또는 아민 기를 갖는 모노머가 있으며, 카복실산 기를 함유한 모노머가 특히 바람직하다. 폴리아크릴레이트가 공중합된 아크릴산 및/또는 메타크릴산을 포함하는 것이 특히 유리하다.

[0048] 30개 이하의 C 원자를 갖는 아크릴산 에스테르 및/또는 메타크릴산 에스테르 이외에, 폴리아크릴레이트에 대한 코모노머로서 사용될 수 있는 다른 모노머에는 예를 들어 20개 이하의 C 원자를 포함하는 카복실산의 비닐 에스테르, 20개 이하의 C 원자를 갖는 비닐방향족, 에틸렌성 불포화 니트릴, 비닐 할라이드, 1개 내지 10개의 C 원자를 포함하는 알코올의 비닐 에테르, 2개 내지 8개의 C 원자 및 1개 또는 2개의 이중 결합을 갖는 지방족 탄화수소, 또는 이러한 모노머들의 혼합물이 있다.

[0049] 폴리아크릴레이트(감압 접착제; 열밀봉 조성물, 점탄성 비점착성 물질 등)의 성질들은 특히 상이한 중량 분율의 개개 모노머들을 이용하여 폴리머의 유리전이온도를 변화시킴으로써 영향을 받을 수 있다.

[0050] 순수하게 결정상인 시스템에 대하여, 용점 T<sub>m</sub>에서 결정과 액체 사이에 열적 평형상태가 존재한다. 비정질 또는 반-결정상 시스템은 반대로, 다소 경질의 비정질 또는 반-결정상에서 보다 연질의 (고무형 내지 점성) 상으로의 변형에 의해 특징된다. 유리전이점(glass point)에서, 특히 폴리머 시스템의 경우에, 비교적 긴 사슬의 세그먼트의 브라운 분자 운동의 "해동(thawing)" (또는 냉각의 경우에 "냉동(freezing)")이 존재한다.

[0051] 이에 따라, 용점 T<sub>m</sub>(또는 "용융 온도"; 실제로 순수하게 결정상인 시스템; "폴리머 결정"에 대해서만 규정됨)에서 유리전이점 T<sub>g</sub>(또는 "유리전이온도," "유리 온도")로의 전이는, 분석 시에 샘플에서 반-결정도의 비율에 따

라 유체 전이인 것으로 여겨질 수 있다.

[0052] 상기 기술의 측면에서, 유리전이점이 기술될 때, 본 명세서의 목적을 위한 참조는 또한 용점을 포함하며, 다시 말해서, 유리전이점(또는 그밖에, 동의어로 유리전이온도)은 또한 상응하는 "용융"시스템에 대한 용점을 포함하는 것으로 이해된다. 유리전이온도의 기술은 저주파수에서 동적 기계적 분석(DMA)에 의한 결정에 관한 것이다.

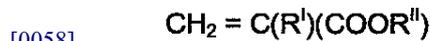
[0053] 예를 들어 감압 접착제 또는 열밀봉 조성물로서 요망되는 유리전이온도를 갖는 폴리머를 얻기 위하여, 모노머 혼합물의 정량적 조성은 유리하게, 폭스 방정식(T.G. Fox, *Bull. Am. Phys. Soc.* 1956, 1, 123 참조)과 유사한 하기 방정식 (E1)에 따라, 폴리머에 대한 요망되는  $T_g$  값이 형성되도록 선택된다.

$$\frac{1}{T_g} = \sum_n \frac{W_n}{T_{g,n}} \quad (E1)$$

[0054] 이러한 방정식에서,  $n$ 은 사용되는 모노머의 일련 번호이며,  $W_n$ 은 개개 모노머  $n$ 의 질량 분율(중량%)이며,  $T_{g,n}$ 은 각 모노머  $n$ 의 호모폴리머의 개개 유리전이온도(K)이다.

[0056] 하기 모노머 조성물로 역으로 추적될 수 있는 폴리아크릴레이트를 사용하는 것이 바람직하다:

[0057] a) 하기 화학식의 아크릴산 및/또는 메타크릴산 에스테르



[0059] (여기서,  $R^I$ 는 H 또는  $CH_3$ 이며,  $R^{II}$ 는 4개 내지 14개의 C 원자를 갖는 알킬 라디칼임)

[0060] b) 에폭사이드 기와의 반응성에 대해 이미 규정된 타입의 작용기를 갖는 올레핀성 불포화 모노머,

[0061] c) 임의적으로, 성분 (a)와 공중합 가능한 추가 아크릴레이트 및/또는 메타크릴레이트 및/또는 올레핀성 불포화 모노머.

[0062] PSA로서 폴리아크릴레이트를 사용하기 위하여, 대응하는 성분 (a), (b) 및 (c)의 분율은, 중합 생성물이 특히 15°C 이하의 유리전이온도(낮은 주파수에서의 DMA)를 갖도록 선택된다.

[0063] 특히, PSA를 제조하기 위하여, 45 중량% 내지 99 중량% 분율의 성분 (a)의 모노머, 1 중량% 내지 15 중량% 분율의 성분 (b)의 모노머, 및 0 중량% 내지 40 중량% 분율의 성분 (c)의 모노머를 선택하는 것이 매우 유리하다(상기 숫자들은 수치 등과 같은 완성된 폴리머에 어떠한 첨가제도 첨가되지 않은, "베이스 폴리머"에 대한 모노머 혼합물을 기초로 한 것이다).

[0064] 핫멜트 접착제로서, 다시 말해서 단지 열에 의해 이의 감압 점착성을 얻는 물질로서 폴리아크릴레이트를 사용하기 위하여, 성분 (a), (b) 및 (c)의 분율은 보다 특히, 코폴리머가 15°C 내지 100°C, 바람직하게 30°C 내지 80°C, 더욱 바람직하게 40°C 내지 60°C의 유리전이온도( $T_g$ )를 갖도록 선택된다.

[0065] 양 면에 통상적으로 감압 접착제 층으로 라미네이팅된 점탄성 물질은 특히 -50°C 내지 +100°C, 바람직하게 -20°C 내지 +60°C, 더욱 바람직하게 0°C 내지 40°C의 유리전이온도( $T_g$ )를 갖는다. 또한 여기서, 성분 (a), (b) 및 (c)의 분율이 이에 따라 선택되어야 한다.

[0066] 성분 (a)의 모노머에는 특히 가소화 및/또는 비극성 모노머가 있다. 모노머 (a)로서 4개 내지 14개의 C 원자, 더욱 바람직하게 4개 내지 9개의 C 원자로 이루어진 알킬 기를 갖는 아크릴산 및 메타크릴산 에스테르를 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 종류의 모노머의 예에는 n-부틸 아크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, n-펜틸 아크릴레이트, n-펜틸 메타크릴레이트, n-아밀 아크릴레이트, n-헥실 아크릴레이트, 헥실 메타크릴레이트, n-헵틸 아크릴레이트, n-옥틸 아크릴레이트, n-옥틸 메타크릴레이트, n-노닐 아크릴레이트, 이소부틸 아크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소옥틸 메타크릴레이트, 및 이들의 분지된 이성질체, 예를 들어 2-에틸헥실아크릴레이트 또는 2-에틸헥실메타크릴레이트가 있다.

[0067] 성분 (b)의 모노머에는 특히 작용기, 특히 에폭사이드 기와의 반응을 개시할 수 있는 작용기를 갖는 올레핀성 불포화 모노머가 있다.

[0068] 성분 (b)에 대하여, 하이드록실, 카복실, 설펜산 또는 포스폰산 기, 산 무수물, 에폭사이드, 아민을 포함하는

군으로부터 선택된 작용기를 갖는 모노머를 사용하는 것이 바람직하다.

[0069] 성분 (b)의 특히 바람직한 모노머의 예에는 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 말레산, 푸라르산, 크로톤산, 아코니트산, 디메틸아크릴산,  $\beta$ -아크릴로일옥시프로피온산, 트리클로로아크릴산, 비닐아세트산, 비닐포스폰산, 이타콘산, 말레산 무수물, 하이드록시에틸 아크릴레이트, 하이드록시프로필 아크릴레이트, 하이드록시에틸 메타크릴레이트, 하이드록시프로필 메타크릴레이트, 6-하이드록시헥실 메타크릴레이트, 알릴 알코올, 글리시딜 아크릴레이트, 글리시딜 메타크릴레이트가 있다.

[0070] 성분 (c)로서, 원칙적으로 성분 (a) 및/또는 성분 (b)와 공중합 가능한 비닐 작용성을 갖는 모든 화합물을 사용하는 것이 가능하다. 성분 (c)의 모노머는 얻어진 PSA의 성질들을 조정하기 위해 제공될 수 있다.

[0071] 성분 (c)에 대한 예로서의 모노머는 하기와 같다:

[0072] 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, 벤질 아크릴레이트, 벤질 메타크릴레이트, 2차-부틸 아크릴레이트, 3차-부틸 아크릴레이트, 페닐 아크릴레이트, 페닐 메타크릴레이트, 이소보르닐 아크릴레이트, 이소보르닐 메타크릴레이트, 3차-부틸페닐 아크릴레이트, 3차-부틸페닐 메타크릴레이트, 도데실 메타크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 라우릴 아크릴레이트, n-운데실 아크릴레이트, 스테아릴 아크릴레이트, 트리데실 아크릴레이트, 베헤닐 아크릴레이트, 시클로헥실 메타크릴레이트, 시클로펜틸 메타크릴레이트, 페녹시에틸 아크릴레이트, 페녹시에틸 메타크릴레이트, 2-부톡시에틸 메타크릴레이트, 2-부톡시에틸 아크릴레이트, 3,3,5-트리메틸시클로헥실아크릴레이트, 3,5-디메틸아다만틸 아크릴레이트, 4-쿠밀페닐 메타크릴레이트, 시아노에틸 아크릴레이트, 시아노에틸 메타크릴레이트, 4-비페닐 아크릴레이트, 4-비페닐 메타크릴레이트, 2-나프틸 아크릴레이트, 2-나프틸 메타크릴레이트, 테트라하이드로푸르푸릴 아크릴레이트, 디에틸아미노에틸 아크릴레이트, 디에틸아미노에틸 메타크릴레이트, 디메틸아미노에틸 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트, 2-부톡시에틸 아크릴레이트, 2-부톡시에틸 메타크릴레이트, 메틸 3-메톡시아크릴레이트, 3-메톡시부틸 아크릴레이트, 페녹시에틸 아크릴레이트, 페녹시에틸 메타크릴레이트, 2-페녹시에틸 메타크릴레이트, 부틸디글리콜 메타크릴레이트, 에틸렌 글리콜 아크릴레이트, 에틸렌 글리콜 모노메틸아크릴레이트, 메톡시 폴리에틸렌 글리콜 메타크릴레이트 350, 메톡시 폴리에틸렌 글리콜 메타크릴레이트 500, 프로필렌 글리콜 모노메타크릴레이트; 부톡시디에틸렌 글리콜 메타크릴레이트, 에톡시트리에틸렌 글리콜 메타크릴레이트, 옥타플루오로펜틸 아크릴레이트, 옥타플루오로펜틸 메타크릴레이트, 2,2,2-트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오로이소프로필 아크릴레이트, 1,1,1,3,3,3-헥사플루오로이소프로필 메타크릴레이트, 2,2,3,3,3-펜타플루오로프로필 메타크릴레이트, 2,2,3,4,4,4-헥사플루오로부틸 메타크릴레이트, 2,2,3,3,4,4,4-헵타플루오로부틸 아크릴레이트, 2,2,3,3,4,4,4-헵타플루오로부틸 메타크릴레이트, 2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-펜타데카플루오로옥틸 메타크릴레이트, 디메틸아미노프로필-아크릴아미드, 디메틸아미노프로필메타크릴아미드, N-(1-메틸운데실)아크릴아미드, N-(n-부톡시메틸)아크릴아미드, N-(부톡시메틸)메타크릴아미드, N-(에톡시메틸)-아크릴아미드, N-(n-옥타데실)아크릴아미드, 및 또한 N,N-디알킬-치환된 아미드, 예를 들어 N,N-디메틸아크릴아미드, N,N-디메틸메타크릴아미드, N-벤질아크릴아미드, N-이소프로필아크릴아미드, N-3차-부틸아크릴아미드, N-3차-옥틸아크릴아미드, N-메틸올아크릴아미드, N-메틸올메타크릴아미드, 아크릴로니트릴, 메타크릴로니트릴, 비닐 에테르, 예를 들어 비닐 메틸 에테르, 에틸 비닐 에테르, 비닐 이소부틸 에테르, 비닐 에스테르, 예를 들어 비닐 아세테이트, 비닐 클로라이드, 비닐 할라이드, 비닐리텐 클로라이드, 비닐리텐 할라이드, 비닐피리딘, 4-비닐피리딘, N-비닐프탈아미드, N-비닐락탐, N-비닐피롤리돈, 스티렌,  $\alpha$ - 및 p-메틸스티렌,  $\alpha$ -부틸스티렌, 4-n-부틸스티렌, 4-n-데실스티렌, 3,4-디메톡시스티렌, 마크로모노머 (macromonomer), 예를 들어 2-폴리스티렌-에틸 메타크릴레이트 (4,000 내지 13,000 g/mol의 분자량  $M_w$ ), 폴리(메틸 메타크릴레이트)에틸 메타크릴레이트 (2,000 내지 8,000 g/mol의 분자량  $M_w$ ).

[0073] 성분 (c)의 모노머는 또한 유리하게, 이러한 것들이 후속 방사선-화학적 가교(예를 들어, 전자빔, UV에 의한)를 지지하는 작용기를 함유하도록 선택될 수 있다. 적합한 공중합 가능한 광개시제에는, 예를 들어 벤조인 아크릴레이트 및 아크릴레이트-작용화된 벤조페논 유도체가 있다. 전자 조사에 의한 가교를 지지하는 모노머에는 예를 들어, 테트라하이드로푸르푸릴 아크릴레이트, N-3차-부틸아크릴아미드, 및 알릴 아크릴레이트가 있다.

[0074] 폴리아크릴레이트는 당업자에게 잘 알려진 공정들에 의해, 특히 유리하게 통상적인 라디칼 중합 또는 제어된 자유-라디칼 중합에 의해 제조될 수 있다. 폴리아크릴레이트는 일반적인 중합 개시제, 및 또한, 적절한 경우에 조절제(사슬전달제)를 사용하여 모노머 성분들의 공중합에 의해 제조될 수 있으며, 중합은 벌크, 에멀전, 예를 들어 물 또는 액체 탄화수소 중에서, 또는 용액 중에서 통상적인 온도에서 일어난다.

- [0075] 폴리아크릴레이트는 바람직하게 용매, 보다 특히 50 내지 150℃, 바람직하게 60 내지 120℃의 비등 범위를 갖는 용매에서, 통상적인 양의 중합 개시제를 사용하여 모노머들을 중합시킴으로써 제조되며, 이러한 통상적인 양은 0.01 중량% 내지 5 중량%, 보다 특히 0.1 중량% 내지 2 중량%이다(이는 모노머의 전체 중량을 기초로 한 것임).
- [0076] 원칙적으로 당업자에게 널리 알려진 모든 통상적인 개시제가 적합하다. 자유-라디칼 소스의 예에는 퍼옥사이드, 하이드로퍼옥사이드, 및 아조 화합물, 예를 들어 디벤조일 퍼옥사이드, 쿠멘 하이드로퍼옥사이드, 시클로헥산 퍼옥사이드, 디-3차-부틸 퍼옥사이드, 시클로헥실설포닐 아세틸 퍼옥사이드, 디이소프로필 퍼카보네이트, 3차-부틸 퍼옥토에이트, 벤조피나콜이 있다. 하나의 매우 바람직한 절차에서, 라디칼 개시제로서 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴) (DuPont으로부터의 Vazo® 67™) 또는 2,2'-아조비스-(2-메틸프로피오니트릴) (2,2'-아조비스이소부티로니트릴; AIBN; DuPont으로부터의 Vazo®)가 사용된다.
- [0077] 고려되는 용매는 알코올, 예를 들어 메탄올, 에탄올, n- 및 이소-프로판올, n- 및 이소-부탄올, 바람직하게 이소프로판올 및/또는 이소부탄올; 및 또한 탄화수소, 예를 들어 톨루엔 및, 특히 60 내지 120℃의 비등 범위를 갖는 벤진을 포함한다. 또한, 케톤, 예를 들어 바람직하게 아세톤, 메틸 에틸 케톤, 메틸 이소부틸 케톤, 및 에스테르, 예를 들어 에틸 아세테이트, 및 또한 기술된 타입의 용매들의 혼합물을 사용하는 것이 가능하며, 바람직하게는 이소프로판올을, 특히 사용되는 용액 혼합물을 기초로 하여 2 중량% 내지 15 중량%, 바람직하게 3 중량% 내지 10 중량%의 양으로 함유한 혼합물을 사용한다.
- [0078] 폴리아크릴레이트의 중량평균 분자량  $M_w$ 는 바람직하게 20,000 내지 2,000,000 g/mol 범위, 매우 바람직하게 100,000 내지 1,000,000 g/mol 범위, 및 매우 바람직하게 150,000 내지 500,000 g/mol 범위 내에 위치된다. 본 명세서에서 평균 분자량  $M_w$  및 다분산도 PD에 대한 숫자는 겔투과 크로마토그래피에 의한 결정과 관련된 것이다(참조, 측정 방법 A2; 실험 섹션). 이러한 목적을 위하여, 요망되는 평균 분자량을 설정하도록, 적합한 중합 조절제, 예를 들어 티올, 할로겐 화합물 및/또는 알코올의 존재 하에 중합을 수행하는 것이 유리할 수 있다.
- [0079] 폴리아크릴레이트는 톨루엔(1% 농도 용액, 21℃) 중에서 측정하여, 바람직하게 30 내지 90, 더욱 바람직하게 40 내지 70의 K 값을 갖는다. 피켄트슈어(Fikentscher)에 따른 K 값은 폴리머의 분자량 및 점도의 척도이다.
- [0080] 본 발명의 목적을 위하여, 좁은 분자량 분포(다분산도 PD < 4)를 갖는 폴리아크릴레이트가 특히 적합하다. 비교적 낮은 분자량에도 불구하고, 이러한 조성물들은, 가공 후에, 특히 양호한 전단 강도를 갖는다. 또한, 분자량이 낮을수록, 용융물로부터 가공하기가 보다 용이할 수 있는데, 왜냐하면 흐름 점도가 거의 동일한 적용 성질을 갖는 보다 넓은 범위의 폴리아크릴레이트와 비교하여 더욱 낮기 때문이다. 좁은 범위의 폴리아크릴레이트는 유리하게, 음이온 중합 방법에 의해 또는 제어된 라디칼 중합 방법에 의해 제조될 수 있으며, 후자의 방법이 특히 적합하다. RAFT 공정에 의해 제조된 이러한 종류의 폴리아크릴레이트의 예는 US 6,765,078 B2 및 US 6,720,399 B2호에 기재되어 있다. 이러한 종류의 폴리아크릴레이트는 또한 예를 들어, EP 1 311 555 B1호에 기술된 바와 같이, N-옥실에 의해 제조될 수 있다. 또한, 원자 이동 라디칼 중합(ATRP)은 좁은 범위의 폴리아크릴레이트의 합성을 위하여 유리하게 사용될 수 있으며, 이러한 경우에, 개시제로서 일작용성 또는 이작용성의 2차 또는 3차 할라이드를 사용하는 것이 바람직하며, 할라이드(들)를 추출하기 위하여 Cu, Ni, Fe, Pd, Pt, Ru, Os, Rh, Co, Ir, Ag 또는 Au의 착물을 사용될 수 있다. ATRP의 다양한 가능성은 명세서 US 5,945,491 A, US 5,854,364 A 및 US 5,789,487 A호에 추가로 기술된다.
- [0081] 가공되는 폴리아크릴레이트는 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하는데 적합한 작용기를 함유한다. 연결 반응(linking reaction)은 특히 부가 반응 및 치환 반응을 의미한다. 바람직하게, 연결 브릿지로서 에폭사이드 기를 지닌 가교제 분자를 통해, 보다 특히 작용기를 수반하는 폴리머 단위들의 가교의 측면에서, 에폭사이드 기를 지닌 단위에 작용기를 수반하는 단위들의 연결이 존재한다. 에폭사이드 기를 함유한 물질은 바람직하게 다작용성 에폭사이드, 다시 말해서 적어도 두 개의 에폭사이드 기를 갖는 에폭사이드이며, 이에 따라 종합적으로 작용기를 지닌 단위들의 간접 연결이 존재한다.
- [0082] 본 발명의 가교 가능한 조성물은 적어도 하나의 점착부여 수지(tackifying resin)를 포함할 수 있다. 사용될 수 있는 점착부여 수지는 문헌에 기술된 현존하는 점착부여 수지이다. 특히 모든 지방족, 방향족, 및 알킬방향족 탄화수소 수지, 순수한 모노머를 기초로 한 탄화수소 수지, 수소첨가된 탄화수소 수지, 작용성 탄화수소 수지, 및 천연 수지가 언급될 수 있다. 바람직하게, 피넨 수지 및 인덴 수지, 및 로진, 이들의 불균일화된, 수소첨가된, 중합된, 및 에스테르화된 유도체 및 염, 테르펜 수지 및 테르펜-페놀성 수지, 및 또한 C<sub>5</sub> 수지, C<sub>9</sub> 수지 및 다른 탄화수소 수지를 사용하는 것이 가능하다. 또한, 요망되는 것에 따른 얻어진 조성물의 성질들을 조정하기 위하여, 이러한 수지 및 다른 수지들의 조합물이 유리하게 사용될 수 있다. 특히 바람직하게, 고려되는

폴리아크릴레이트와 혼화 가능한 (가용성인) 모든 수지를 사용하는 것이 가능하다. 특히 바람직하게, 본 발명의 가교 가능한 조성물은 테르펜-페놀성 수지 및/또는 로진 에스테르를 포함한다.

- [0083] 본 발명의 가교 가능한 조성물은 임의적으로 또한 보다 특히 연마재 및 보강 충전제, 예를 들어 초크(CaCO<sub>3</sub>), 이산화티탄, 산화아연 및 카본 블랙을 포함한, 분말 및/또는 과립형의 충전제, 마찬가지로의 염료 및 안료를 심지어 높은 비율로, 다시 말해서 전체 화학식을 기초로 하여 1 중량% 내지 50 중량%의 비율로 포함할 수 있다. 더욱 바람직하게, 충전제로서 다양한 형태의 초크를 사용하는 것이 가능하며, 특히 바람직하게 Mikrosoehl 초크가 사용된다. 전체 조성을 기초로 하여 30 중량% 이하의 바람직한 분율에서, 충전제의 첨가는 실제로 특별한 접착 성질의 어떠한 변화도 일으키지 않는다(실온에서의 전단 강도, 스틸 및 PE에 대한 순간 결합 강도).
- [0084] 또한, 저-가연성 충전제, 예를 들어, 암모늄 폴리포스페이트, 및 전기 전도성 충전제, 예를 들어, 전도성 카본 블랙, 탄소 섬유 및/또는 은 코팅된 비즈, 및 열전도성 물질, 예를 들어, 붕소 니트라이드, 알루미늄 옥사이드, 나트륨 카바이드, 및 강자성 첨가제, 예를 들어, 철(III) 산화물, 및 용적 증대를 위한, 특히 발포층 또는 기포 강화 플라스틱(syntactic foam)을 생성시키기 위한 첨가제, 예를 들어, 팽창제, 고체 유리 비즈, 중공 유리 비즈, 탄화된 마이크로비즈, 중공 페놀성 마이크로비즈 및 그 밖의 물질의 마이크로비즈, 팽창성 마이크로벌룬(expandable microballoon)(AkzoNobel로부터의 Expancel®), 실리카, 실리케이트, 유기 재생가능한 원료, 예를 들면, 목재 분말, 유기 및/또는 무기 나노입자, 섬유, 에이징 억제제(ageing inhibitor), 광안정화제, 오존 보호제, 컴파운딩제 및/또는 팽창제가 가교 가능한 조성물에 또는 전부 가교된 조성물에 존재할 수 있다. 사용될 수 있는 에이징 억제제는 바람직하게는 일차 억제제, 예를 들어 4-메톡시페놀 또는 Irganox® 1076 뿐만 아니라 2차 에이징 억제제, 예를 들어 BASF로부터의 Irgafos® TNPP 또는 Irgafos® 168이며, 또한 임의적으로 서로 조합하여 사용될 수 있다. 사용될 수 있는 다른 에이징 억제제에는 페노티아진(C-라디칼 스캐빈저) 및 또한 산소의 존재 하의 하이드로퀴논 메틸 에테르, 및 산소 자체가 있다.
- [0085] 임의로, 통상적인 가소제(가소화 제제)가 보다 특히 5중량% 이하의 농도로 첨가될 수 있다. 계량될 수 있는 가소제에는, 예를 들어, 저분자량 폴리아크릴레이트, 프탈레이트, 수용해성 가소제, 가소제 수지, 포스페이트, 폴리포스페이트, 아디페이트 및/또는 시트레이트가 있다.
- [0086] 다른 가능한 옵션으로서, 열 가교 가능한 및/또는 가교된 폴리아크릴레이트 또는 폴리아크릴레이트는 본 발명에 따르면, 또한 다른 폴리머들과 블렌딩될 수 있다. 이러한 목적을 위하여, 천연 고무, 합성 고무, EVA, 실리콘 고무, 아크릴 고무, 및 폴리비닐 에테르를 기반으로 하는 폴리머가 적합하다. 열 가교제를 첨가하기 전에 폴리아크릴레이트에 과립된 형태 또는 다르게는 미분된 형태의 이러한 폴리머를 첨가하는 것이 유용한 것으로 입증되었다. 폴리머 블렌드는 바람직하게 압출기, 더욱 바람직하게 다중-스크류 압출기, 또는 유성형 롤러 압출기에서 형성된다. 열 가교된 아크릴레이트, 특히 열 가교된 아크릴레이트 핫멜트와 다른 폴리머의 폴리머 블렌드를 안정화시키기 위해, 형상화된 물질에 낮은 선량의 전자빔을 조사하는 것이 유용할 수 있다. 이를 위해, 임의로 폴리아크릴레이트를 디-, 트리- 또는 다작용성 아크릴레이트, 폴리에스테르 및/또는 우레탄 아크릴레이트와 같은 가교 촉진제와 혼합하는 것이 가능하다.
- [0087] 본 발명의 다른 대상은 본 발명의 열 가교성 조성물의 열가교에 의해 얻어질 수 있는 가교된 폴리아크릴레이트이다.
- [0088] 본 발명의 다른 대상은 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기에 적합한 작용기를 갖는 폴리아크릴레이트를 열 가교시키는 방법으로서, 상기 방법은 본 발명의 가교제-가속화제 시스템의 사용을 포함한다.
- [0089] 본 발명의 방법은 폴리머 제조 절차로부터 얻어진 폴리아크릴레이트 용액 또는 분산액의 농축을 포함할 수 있다. 폴리머의 농축은 가교제 및 가속화제 물질의 부재 하에 일어날 수 있다. 그러나, 또한 이러한 물질들 중 최대 하나가 심지어 농축 전에 폴리머에 첨가되는 것이 가능한데, 이러한 경우에 농축은 이러한 물질 또는 물질들의 존재 하에 일어난다.
- [0090] 이후, 중합물은 컴파운더로 이송된다. 본 발명의 방법의 특정 구체예에서, 농축 및 컴파운딩은 동일 반응기에 일어날 수 있다.
- [0091] 사용되는 컴파운더는 특히 압출기일 수 있다. 컴파운더 내에서, 중합물은 이미 용융된 상태로 도입됨으로써, 또는 용융물이 얻어질 때까지 컴파운더에서 가열됨으로써, 용융물로 존재한다. 컴파운더에서, 중합물은 유리하게 가열에 의해 용융물로 유지된다.
- [0092] 중합물에 가교제(에폭사이드) 및 가속화제 모두가 존재하지 않는 경우에, 용융물의 가능한 온도는 중합물의 분

해 온도에 의해 제한된다. 컴파운더에서의 작동 온도는 통상적으로 80 내지 150℃, 보다 특히 100 내지 120℃이다.

- [0093] 에폭사이드 기를 함유하는 물질은 바람직하게는 가속화제의 첨가 전에 또는 첨가와 함께 폴리머에 첨가된다. 이러한 것들이 중합 시기에 대해 충분히 안정한 경우에, 이러한 것들은 중합 시기 전 또는 동안에도 모노머에 첨가될 수 있다. 그러나, 특히 바람직하게, 에폭사이드 기를 함유하는 물질은 컴파운더에 첨가되기 전에 또는 컴파운더에 첨가되는 동안에 중합물에 첨가되며, 다시 말해서 중합물과 함께 컴파운더에 도입된다.
- [0094] 매우 바람직한 절차에서, 가속화제 물질은 추가 가공 직전에, 보다 특히 코팅 또는 다른 형상화 작업 직전에 중합물에 첨가된다. 코팅 전의 첨가에 대한 시간 윈도우(time window)는 특히, 이용가능한 가사 시간, 즉, 용융물의 가공 시간에 의해, 얻어진 생성물의 특성에 불리한 변경 없이 가이딩된다. 본 발명의 방법으로 인해, 수분 내지 수습분의 가사 시간(선택된 실험 파라미터에 따라)을 달성하는 것이 가능하며, 이에 따라 가속화제는 코팅 전에 이러한 시간내에 첨가되어야 한다. 유리하게는, 가속화제는 가능한 늦게, 그러나 폴리머 조성물과의 효과적인 균질화가 이루어지는데 필요한 정도로 일찍 첨가된다.
- [0095] 본원에서 매우 유리한 것으로 나타난 시간은 110 내지 120℃의 작업 온도에서, 추가 가공의 개시 전, 2 내지 10분의 시간, 보다 특히 5분 초과인 시간이다.
- [0096] 가교제(에폭사이드) 및 가속화제 둘 모두가 또한 폴리머의 추가 가공 직전에, 즉 유리하게는 가속화제에 대해 상술된 상으로 첨가될 수 있다. 이러한 목적을 위해, 가교제 및 가속화제를 가능한 한 에폭사이드-가속화제 블렌드의 형태로, 동일한 위치에 동시에 작업 내로 도입하는 것이 유리하다.
- [0097] 원칙적으로, 상술된 구체예에서 가교제 및 가속화제의 첨가 시간 및 첨가 위치를 전환시키는 것이 가능하며, 이에 따라 가속화제는 에폭사이드 기를 함유한 물질 전에 첨가될 수 있도록 한다.
- [0098] 컴파운딩 작업에서, 가교제 및/또는 가속화제의 첨가에 대한 중합물의 온도는 바람직하게 50 내지 150℃, 더욱 바람직하게는 70 내지 130℃, 가장 바람직하게는 80 내지 120℃이다.
- [0099] 원칙적으로 가교제, 즉 에폭사이드 기 함유 물질을, 첨가제 없는 폴리머를 기준으로 하여 0.1 중량% 내지 5 중량%, 더욱 바람직하게 0.15 중량% 내지 0.4 중량%로 첨가하는 것이 매우 유리한 것으로 나타났다. 가속화제를, 첨가제 비함유 폴리머를 기준으로 하여 0.05 중량% 내지 5 중량%, 더욱 바람직하게 0.1 중량% 내지 1.2 중량%에서 첨가하는 것이 유리하다. 가교제 분율이 적어도 20%의 가교된 폴리아크릴레이트의 탄성률을 나타내도록 선택하기는 것이 특히 유리하다. 탄성률은 바람직하게 40% 이상, 더욱 바람직하게는 60% 이상이다(각각의 경우에서 측정 방법 H3에 따라 측정됨; 실험 섹션 참조).
- [0100] 코팅을 수행한 후에, 폴리머 조성물은 저장 온도, 일반적으로 실온으로 비교적 빠르게 냉각시킨다. 본 발명의 가교제-가속화제 시스템은 추가 열에너지의 공급 없이(열 공급 없이) 가교 반응을 진행시키기에 매우 적합하다. 본 발명의 가속화제 또는 가속화제들 및 가속화제 농도는 유리하게, 기능성 생성물(보다 특히 폴리아크릴레이트를 기반으로 한 접착 테이프 또는 기능성 캐리어)이 이미 존재하도록, 배합 작업 보다 낮은 온도에서, 예를 들어 실온에서의, 배합 작업 처리 후 폴리아크릴레이트의 탄성률이 1주 내에, 바람직하게 3일 내에 25%, 바람직하게 35%의 수준으로 초과하게 선택될 수 있다.
- [0101] 이에 따라, 본 발명의 가교제-가속화제 시스템에 의한, 폴리아크릴레이트의 작용기와 에폭사이드의 가교 반응은 표준 조건 하에서, 보다 특히 실온에서 심지어 열의 공급 없이 완료된다.
- [0102] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템의 구성성분들의 서로에 대한 또는 가교되는 폴리아크릴레이트에 대한 비율을 기술하기 위하여, 가교제 중의 에폭사이드 기의 수 대 폴리아크릴레이트 중의 반응성 작용기의 수의 비를 사용하는 것이 가능하다. 원칙적으로, 이러한 비는 과량의 작용기, 기의 산술적 평등(numerical equality), 또는 과량의 에폭사이드 기 중 어느 하나와 함께, 자유롭게 선택될 수 있다.
- [0103] 이러한 비는 바람직하게, 에폭사이드 기가 산술적 평등에서 부족하거나 최대한 산술적 평등이도록 선택되며, 아주 특히 바람직하게, 가교제 중의 에폭사이드 기의 전체 수 대 에폭사이드 기와 연결 반응을 개시하기에 적합한 폴리아크릴레이트 중의 작용기의 수의 비가 0.01:1 내지 1:1, 보다 특히 0.02:1 내지 0.4:1의 범위이다.
- [0104] 이에 따라, 바람직하게, 폴리아크릴레이트 중의 작용기, 더욱 바람직하게 카복실산 기는 에폭사이드 기에 비해 과량으로 존재하며, 이에 따라 폴리머는 요망되는 가교를 달성하기 위해 충분히 큰 수의 작용기, 즉 가능한 가교 또는 연결 사이트를 함유하도록 한다.

- [0105] 가속화제 중의 가속화-활성 기의 수 대 가교제 중의 에폭사이드 기의 수의 비는 원칙적으로 자유롭게 선택될 수 있으며, 이에 따라, 대안적으로 과량의 가속화-활성 기, 산술적 평등의 기, 또는 과량의 에폭사이드 기가 존재한다. 가속화-활성 기인 것으로 고려되는 기에는 아미노 기 및 포스포노 기가 있으며, 이러한 용어들은 모두 1차, 2차 및 3차로 이해하며, 이에 따라 모두는 치환되거나 비치환된 아미노 및 포스포노 기로 이해된다. 가속화제 중의 치환되거나 비치환된 아미노 및 포스포노 기 모두의 수 대 가교제 중의 에폭사이드 기의 수의 비는 바람직하게 0.2:1 내지 4:1이다.
- [0106] 조성물을 컴파운딩한 후에, 폴리머는 영구 또는 임시 캐리어 상에 보다 특히 코팅에 의해 추가로 가공될 수 있다. 영구 캐리어는 적용 시에 접착제 층에 접합된 채로 존재하는 반면, 임시 캐리어는 추가 가공의 과정에서, 예를 들어 접착 테이프에 전환될 때, 또는 접착제 층의 적용 시에 제거된다.
- [0107] 자가-접착제 조성물의 코팅은 당업자에게 공지된 핫멜트 코팅 노즐을 이용하여 또는 바람직하게는 코팅 캘린더로 칭하여지는 롤 어플리케이터 메카니즘을 이용하여 수행될 수 있다. 코팅 캘린더는 유리하게는 2개, 3개, 4개 또는 그 초과로 이루어질 수 있다.
- [0108] 바람직하게, 롤 중 적어도 하나에는 접착방지 롤 표면이 제공되며, 이는 바람직하게 폴리아크릴레이트와 접촉하게 되는 모든 롤에 적용된다. 유리한 절차에서, 모든 캘린더 롤에는 접착방지 마감재(finish)가 구비되는 것이 가능하다. 사용된 접착방지 롤 표면은 바람직하게 스틸-세라믹-실리콘 복합물이다.
- [0109] 롤 표면이 가공되는 폴리머 층과 전면 접촉을 형성하지 않는 대신 접촉 면적이 매끄러운 롤과 비교하여 낮은 종류의 표면 구조를 갖는 롤 표면이 사용되는 것이 특히 유리한 것으로 나타났다. 조각된 금속 롤, 예를 들어, 조각된 스틸 롤과 같은 구조화된 롤이 특히 유리하다.
- [0110] 코팅은 특히 유리하게는 WO 2006/027387 A1호의 12면 5행에서 20면 13행, 및 보다 특히 "변형예 A"(12면), "변형예 B"(13면), "변형예 C"(15면), "방법 D(17면)", "변형예 E"(19면) 및 또한 도 1 내지 6에 기재된 코팅 기술에 따라 수행될 수 있다. 이에 따라, WO 2006/027387 A1호로부터의 기술된 설명 구문은 본 명세서의 개시 내용에 분명히 포함된다.
- [0111] 코팅할 때, 특히 다중 롤 캘린더를 사용할 때, 300m/분 이하의 코팅 속도를 실현시키는 것이 가능하다.
- [0112] 연속 공정을 기초로 한 컴파운딩 및 코팅 작업이 본 명세서의 도 1에 일 예로서 도시되어 있다. 폴리머가 제 1 공급 지점(1.1)에서 컴파운더(1.3), 예를 들어 압출기 내로 도입된다. 이미 용융 상태에서의 도입이 일어나거나, 폴리머는 용융 상태에 도달할 때까지 컴파운더 중에서 가열된다. 제 1 공급 지점에서, 폴리머와 함께, 에폭사이드 함유 화합물이 유리하게는 컴파운더 내로 도입된다.
- [0113] 코팅이 일어나기 직전에, 가속화제가 제 2 공급 지점(1.2)에서 첨가된다. 이의 결과로, 가속화제가 코팅 직전에야 비로소 에폭사이드 함유 폴리머에 첨가되며, 용융 상태에서의 반응시간은 짧다.
- [0114] 반응 양식은 또한 불연속일 수 있다. 예를 들어 반응 탱크와 같은 상응하는 컴파운더에서, 폴리머, 가교제 및 가속화제의 첨가는 도 1에 도시된 바와 같이 다양한 위치에서가 아니라 다양한 시점에서 수행될 수 있다.
- [0115] 바람직하게는 롤러 적용에 의해 또는 압출 다이에 의해 코팅한 직후에 폴리머는 단지 약간만 가교되지만, 아직 충분히 가교되지는 않는다. 가교 반응은 캐리어 상에서 주로 진행된다.
- [0116] 가교에 의해 폴리머의 응집이 증가하고 이에 따라 전단 강도도 증가한다. 연결도 매우 안정하다. 이에 의해 에이징에 대해 매우 안정하며 내열성인 생성물, 예를 들어 접착 테이프, 점탄성 캐리어 물질 또는 형상화된 물품이 형성된다.
- [0117] 최종 생성물의 물리적 특성, 특히 이의 점성, 접합 강도 및 점착력(tack)은 가교도를 통해 영향받을 수 있으며, 이에 따라 최종 생성물은 반응 조건의 적절한 선택에 의해 최적화될 수 있다. 다양한 인자가 이 공정의 작동 원도우를 결정한다. 영향을 미치는 가장 중요한 변수는, 가교제 및 가속화제의 양(농도 및 서로에 대한 비율) 및 화학적 특성, 작동 온도 및 코팅 온도, 컴파운더(특히 압출기) 및 코팅 어셈블리 내의 체류 시간, 폴리머 중의 작용기, 보다 특히 산 기 및/또는 하이드록실 기의 분율, 및 또한 폴리아크릴레이트의 평균분자량이다.
- [0118] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템은, 폴리아크릴레이트의 가교 공정에서, 폴리아크릴레이트에 대한 안정한 가교 공정이 제공될 수 있으며 가교도 및 반응성(반응 동력학), 저온에서의 반응 동력학의 실질적인 디커플링(decoupling)에 의해 가교 패턴과 관련하여 우수한 제어 설비로 제공될 수 있는 장점을 제공한다. 여기서 첨가되는 가교제의 양(에폭사이드의 양)은 생성물의 가교도에 크게 영향을 미치며, 가속화제의 화학적 특성 및 농도

는 대체로 반응성을 제어한다.

- [0119] 놀랍게도, 첨가되는 에폭사이드 함유 물질의 양을 통해, 가교도를 사전 선택하고 이에 따라 통상적으로 추가 선택을 필요로 하는 공정 파라미터, 예를 들어 온도 및 첨가되는 가교제의 양을 대체로 독립적으로 사전 선택하는 것이 가능하다는 것이 관찰되었다.
- [0120] 제공된 양의 가속화제 및 제공된 온도에서 가교도에 대한 에폭사이드 기 농도의 효과는 도 2에 개략적으로 도시되어 있다. 여기서, 가속화제 농도는 농도 A(상단 곡선; 저농도)에서 농도 B(두번째로 낮은 농도) 및 농도 C(두번째로 높은 농도)를 지나 농도 D(하단 곡선; 가장 높은 농도)로 상승한다. 도시된 바와 같이, 여기서 미세 전단 이동에 대한 점차 작아지는 수치로 표시되는 가교도의 최종 값은, 에폭사이드 농도가 증가함에 따라 상승한 반면, 반응 동력학은 실제로 영향을 받지 않는다.
- [0121] 또한, 첨가된 가속화제의 양이 가교율에 그리고 이에 따라 최종 가교도가 달성되는 시점에 직접 영향을 미치지만 절대적으로 영향을 미치지 않는 것으로 확인되었다. 여기서, 가교 반응의 반응성은, 완성된 생성물의 저장 동안 가교가 또한 통상적인 조건(실온) 하에서, 보다 특히 반드시 열 에너지를 (능동적으로) 추가로 공급하거나 생성물을 추가로 가공할 필요없이, 수주 내에 요망되는 가교도가 얻어지도록 선택될 수 있다.
- [0122] 제공된 온도(이러한 경우에, 실온) 및 일정한 양의 에폭사이드에서 가교 시간과 가속화제 농도의 관계는 도 3에 개략적으로 재생산되어 있다. 여기서, 가속화제 농도는 농도 1(상단 곡선; 저농도)로부터 농도 2(두번째로 낮은 농도) 및 농도 3(두번째로 높은 농도)을 지나 농도 4(하단 곡선; 가장 높은 농도)로 증가한다. 여기서, 가교도의 최종 값이 실제로 일정하게 유지되는 반면(가장 낮은 반응의 경우에, 이러한 값에는 아직 도달되지 않음), 높은 농도의 가속화제의 경우에, 이러한 값은 저농도의 가속화제에서 보다 더욱 빠르게 도달된다는 것이 밝혀졌다.
- [0123] 상기 언급한 파라미터에 추가하여, 가교 반응의 반응성은, 특히 표준 조건 하에서의 저장 동안 "고유 가교 (inherent crosslinking)"의 이점이 어떠한 역할도 하지 않는 그러한 경우에서 필요에 따라 온도를 변경시킴으로써 영향받을 수도 있다. 일정한 가교제 농도에서 작동 온도가 증가하면 점성이 감소하는데, 이는 조성물의 코팅성은 향상시키지만 가공 시간은 감소시킨다.
- [0124] 가공 시간에서의 증가는, 가속화제 농도의 감소, 분자량 감소, 첨가 폴리머 중의 작용기의 농도 감소, 첨가 폴리머 중의 산 분율의 감소, 덜 반응성인 가교제(에폭사이드), 또는 덜 반응성인 가교제-가속화제 시스템의 사용, 및 작동 온도의 감소에 의해 이루어진다.
- [0125] 조성물 응집력에서의 증가는 다양한 경로에 의해 얻어질 수 있다. 그 중 하나는 가속화제 농도를 증가시키는 것이고, 이것은 가공 시간을 감소시킨다. 일정한 가속화제 농도에서 폴리아크릴레이트의 분자량을 증가시킬 수 있으며, 이것이 더욱 효율적일 수 있다. 본 발명의 견지에서는, 어느 경우에도 가교제(에폭사이드 기를 함유하는 물질)의 농도를 증가시키는 것이 유리하다. 조성물 또는 생성물의 요망되는 요건 프로파일에 따라, 상기 언급된 파라미터를 적절한 방식으로 구성시키는 것이 필수적이다.
- [0126] 본 발명의 다른 대상은 열가교된 폴리아크릴레이트를 생산하기 위한 본 발명의 가교제-가속화제 시스템의 용도이다.
- [0127] 본 발명의 가교된 폴리아크릴레이트는 광범위한 적용에 대해 사용될 수 있다. 이하에, 다수의 특히 유리한 사용 분야가 예시되어 있다.
- [0128] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템으로 가교된 폴리아크릴레이트는 특히 감압성 접착제(PSA)로서, 바람직하게는 접착 테이프용 PSA로서 사용되는데, 여기서 아크릴레이트 PSA는 캐리어 시트 상의 단면 또는 양면 필름 형태이다. 이러한 폴리아크릴레이트는 하나의 코트에서 높은 코트 중량이 요구될 때 특히 적합한데, 그 이유는 이러한 코팅 기술을 이용하는 경우에 대체로 임의적으로 높은 코트 중량, 바람직하게는 100g/m<sup>2</sup> 초과, 더욱 바람직하게는 200g/m<sup>2</sup> 초과의 코트 중량을 달성하는 것이 가능하며, 이는 특히 코트를 통한 균질한 가교와 동시에 이루어질 수 있기 때문이다. 바람직한 적용예에는 보다 특히 건설에 사용하기 위한 공업용 접착 테이프로서, 예를 들어 절연 테이프, 부식 억제 테이프, 접착 알루미늄 테이프, 직물-보강된 필름 백킹의 접착 테이프(덕트 테이프), 특수 용도의 건설 접착 테이프(adhesive construction tape), 예를 들어 증기 배리어, 접착 어셈블리 테이프, 케이블 랩핑 테이프, 자가 접착 시트 및/또는 페이퍼 라벨이 있다.
- [0129] 본 발명의 가교된 폴리아크릴레이트는 또한 소위 접착 전사 테이프 형태의 무캐리어(carrierless) 접착 테이프용 PSA로 이용가능하도록 제조될 수 있다. 또한 여기서, 코트를 통한 특히 균질한 가교와 함께 대체로 임의적

으로 높은 코트 중량을 설정할 수 있는 것이 특히 유리하다. 단위 면적당 바람직한 중량은 10g/m<sup>2</sup> 초과 내지 5,000g/m<sup>2</sup>, 더욱 바람직하게 100g/m<sup>2</sup> 내지 3,000g/m<sup>2</sup>이다.

- [0130] 본 발명의 가교된 폴리아크릴레이트는 또한 접착 전사 테이프, 또는 단면 또는 양면 접착 테이프에서 열 밀봉 접착제의 형태로 존재할 수 있다. 또한 여기서 캐리어 함유 감압성 접착 테이프에 있어서, 캐리어는 본 발명에 따라 제조된 점탄성 폴리아크릴레이트일 수 있다.
- [0131] 본 발명의 가교된 폴리아크릴레이트를 사용하여 얻어진 접착 테이프의 유리한 일 구체에는 스트리핑가능한 접착 테이프, 보다 특히 접합 평면에서 실질적으로 당겨짐으로써 잔여물 없이 탈착될 수 있는 접착제로서 사용될 수 있다.
- [0132] 본 발명의 가교제-가속화제 시스템 또는 본 발명의 가교제 조성물은 또한 3차원의 형상화된 물품을 생산하는데 특히 적합한데, 이 경우 상기 물품은 점착성이든지 그렇지 않든지 상관없다. 이 방법은 구체적인 이점은 UV 및 EBC 경화 공정과는 다르게, 가교하고 형상화된 폴리머, 특히 폴리아크릴레이트의 층 두께에 제한이 없다는 점이다. 이에 따라, 코팅 어셈블리 또는 형상화되는 어셈블리의 선택에 따라, 임의의 요망되는 형상의 구조를 형성시킬 수 있고, 이후 이 구조에 온화한 조건 하에서 요망되는 강도로 가교를 지속할 수 있다.
- [0133] 이러한 시스템 또는 조성물은 또한 특히 두꺼운 층, 특히 두께가 80 $\mu$ m 초과인 감압성 접착제 층 또는 점탄성 폴리머 층, 특히 폴리아크릴레이트 층을 생산하는데 특히 적합하다. 이러한 종류의 층은 용매 기술을 이용하여 생산하는게 어려운데, 왜냐하면 이러한 기술이 기포 형성, 매우 느린 코팅 속도를 수반하기 때문이다. 다른 층 위의 얇은 층의 다른 적층은 복잡하고 취약점을 은폐시킨다.
- [0134] 두꺼운 감압성 접착제 층은 예를 들어 직쇄 아크릴레이트로서 충전되지 않은 형태로, 또는 수지 블렌딩된 형태로 또는 유기 또는 무기 충전제로 충전된 형태로 존재할 수 있다. 본 발명의 가교제-가속화제 시스템 또는 본 발명의 열 가교성 조성물을 이용하여, 공지된 기술에 따라 폐쇄된 셀 형태 또는 개방된 셀 형태로 발포된 (foamed) 층, 뿐만 아니라 기포강화 플라스틱을 생산하는 것이 또한 가능하다. 하나의 가능한 발포 방법은, 압축된 가스, 예를 들어 질소 또는 CO<sub>2</sub>를 통해 발포시키거나 팽창제, 예를 들어 히드라진 또는 팽창가능한 마이크로벨론을 통해 발포시키는 것이다. 팽창가능한 마이크로벨론이 사용되는 경우에, 조성물 또는 형상화된 층은 적합하게는 열 도입에 의해 유리하게 활성화된다. 발포는 압출기에서 또는 코팅 후에 일어날 수 있다. 발포된 층을 적합한 몰러 또는 이형 필름에 의해 평탄화시키는 것이 바람직할 수 있다. 발포와 유사한 형태를 갖는 층을 생성하기 위해서, 중공 유리 비드 또는 사전 팽창된 고분자 마이크로벨론을 점착성의 열 가교된 폴리아크릴레이트에 첨가하는 것이 또한 가능하다.
- [0135] 특히, 본 발명의 시스템 또는 조성물을 사용하여 양면 PSA 코팅된 접착 테이프에 대한 캐리어 층으로 사용될 수 있는 두꺼운 층을 형성시키는 것이 가능하다. 특히 바람직하게 발포와 유사한 형태를 갖는 접착 테이프에 대한 캐리어 층으로서 사용될 수 있는 충전되고 발포된 층을 생산해낼 수 있다. 또한 이러한 층들에 있어서, 중공 섬유 비드, 고체 유리 비드 또는 팽창되는 마이크로벨론을 가교제-가속화제 시스템 또는 가교제 또는 가속화제를 첨가하기 전에 폴리아크릴레이트에 첨가하는 것이 바람직할 수 있다. 감압성 접착제 층을 이러한 종류의 발포와 유사한 형태의 점탄성 층 중 하나 이상의 면 위로 적층시킬 수 있다. 코로나-사전 처리된 폴리아크릴레이트 층을 양면 상에 적층시키는 것이 바람직하다. 대안적으로, 다양하게 사전처리된 접착제 층, 즉 아크릴레이트 이외의 폴리머를 기반으로 하는 감압성 접착제 층 및/또는 열 활성화 층을 점탄성 층 위로 적층시키는 것이 가능하다. 적합한 베이스 폴리머는 천연 고무, 합성 고무, 아크릴레이트 블록 코폴리머, 스티렌 블록 코폴리머, EVA, 특정 폴리올레핀, 특정 폴리우레탄, 폴리비닐 에테르 및 실리콘을 기반으로 하는 접착제들이다. 그러나, 바람직한 조성물은 폴리아크릴레이트와의 혼화성이 양호하여 이들이 상당량 아크릴레이트 층 내로 확산되어 그 내부의 특성을 변경시키는, 상당 분율의 이동가능한 성분을 갖지 않는 것들이다.
- [0136] 감압성 접착제 층을 양면 상으로 적층시키는 것 대신에, 하나 이상의 면 상에 핫멜트 접착제 층 또는 열 활성화 가능한 접착제 층을 사용할 수 있다. 이러한 종류의 비대칭의 접착 테이프는 정밀 기판(critical substrate)을 높은 접합 강도로 접합시킬 수 있다. 이러한 종류의 접착 테이프는 예를 들어 비히클(vehicle)에 EPDM 고무 프로파일을 부착시키는데 사용될 수 있다.
- [0137] 본 발명의 가교된 폴리아크릴레이트의 하나의 구체적인 이점은, 특히 UV 가교되고 EBC-가교된 층과는 다르게, 이들 층이 점탄성 캐리어로, 감압성 접착제로 또는 열 밀봉 조성물로 사용되던지 간에, 동등한 표면 품질과 함께 층(또는 상응하게는 폴리아크릴레이트로부터 생산된 형상화된 물품)을 통한 어떠한 가교 프로파일도 갖지 않는다는 것이다. 결과적으로 접착 및 응집 특성 사이에서의 균형이 대체로 가교를 통해 상기 층에 대해 조절되

고 이상적으로 설정될 수 있다. 대조적으로 방사선-가교된 층의 경우에는, 일반적으로 과도하게 가교되거나 덜 가교되는 하나의 면 또는 하나의 서브 층이 존재한다.

[0138] **실시예**

[0139] 측정 방법 (일반적):

[0140] K 값 (피켄트웨어(Fikentscher)에 따름) (측정 방법 A1):

[0141] K 값은 고-폴리머(high-polymer) 물질의 평균 분자 크기의 척도이다. 이것은 1 퍼센트 농도(1g/100ml)의 톨루엔성 폴리머 용액을 제조하고 보겔-오사그(Vogel-Ossag) 점도계를 이용하여 이들의 동적 점도를 결정함으로써 결정된다. 톨루엔의 점도에 대한 표준화는 상대 점도를 제공하며, 이로부터 K 값이 피켄트웨어 방법에 의해 산출될 수 있다 (Polymer 8/1967, 381 ff.).

[0142] 겔 투과 크로마토그래피 GPC (측정 방법 A2):

[0143] 본 명세서에서 중량-평균 분자량  $M_w$  및 다분산성 PD에 대한 값은 겔 투과 크로마토그래피에 의한 측정과 관련된 다. 상기 측정은 여과 정화된 100 $\mu$ l의 샘플 위에서 수행된다 (샘플 농도 4g/l). 사용된 용리액은 0.1 부피%의 트리플루오로아세트산을 지니는 테트라하이드로푸란이다. 상기 측정은 25°C에서 일어난다. 사용된 예비 컬럼은 컬럼 유형 PSS-SDV, 5 $\mu$ , 10<sup>3</sup>Å, ID 8.0mm 50mm이다. 분리는 PSS-SDV 유형의 컬럼, 5 $\mu$ , 10<sup>3</sup>Å 및 또한 10<sup>5</sup>Å 및 10<sup>6</sup>Å을 이용하여 수행되며, 각각은 ID 8.0mm x 300mm를 지닌다 (폴리머 스탠다즈 서비스(Polymer Standards Service)로부터의 컬럼; 쇼덱스(Shodex) RI71 차등 굴절계를 이용하여 검출). 유속은 분 당 1.0ml이다. 교정은 PMMA 표준물에 대해 일어난다(폴리메틸 메타크릴레이트 교정).

[0144] 고형물 함량 (측정 방법 A3):

[0145] 고형물 함량은 폴리머 용액 중 비-증발성 구성성분의 분획의 척도이다. 이것은 용액을 계량한 다음, 건조 오븐에서 120°C로 2시간 동안 증발성 분획을 증발시키고 잔류물을 재계량함에 의해, 중량에 의해 측정된다.

[0146] 측정 방법 (PSA):

[0147] 180° 결합 강도 시험 (측정 방법 H1):

[0148] 폴리에스테르에 층으로서 적용된 아크릴레이트 PSA의 20mm 폭의 스트립을 사전에 아세톤으로 2회 그리고 이소프로판올로 1회 세척된 스틸 플레이트에 적용시켰다. 감압성 접착성 스트립을 2kg의 중량에 상응하는 압력을 가하여 기관 위로 2회 가압하였다. 직후에 접착 테이프를 300mm/분의 속도로 180° 각도로 하여 기관으로부터 제거하였다. 모든 측정을 실온에서 수행하였다.

[0149] 이 결과를 N/cm로 기록하며, 3회 측정을 평균 내었다. 폴리에틸렌 (PE)에 대한 결합 강도를 유사하게 측정하였다.

[0150] 유지력 (측정 방법 H2):

[0151] 폭이 13mm이고 길이가 20mm를 초과하는 (예를 들어, 30mm) 접착 테이프의 스트립을 아세톤으로 3회 그리고 이소프로판올로 1회 세정된 부드러운 스틸 표면에 적용시켰다. 결합 면적은 20mm · 13mm (길이 · 폭)이었고, 접착 테이프는 모서리에서 시험 플레이트로부터 돌출된다(예를 들어, 30mm의 상기 언급된 길이에 상응하여 10mm만큼). 후속하여 접착 테이프를 스틸 지지체 위로 4회 가압하는데, 가해지는 압력은 2kg의 중량에 상응한다. 이 샘플을 접착 테이프의 돌출된 단부가 아래를 향하도록 수직으로 매달았다.

[0152] 실온에서, 1kg의 중량을 접착 테이프의 돌출된 단부에 붙였다. 측정은 표준 조건 (23°C, 55% 습도) 및 열 캐비닛에서 70°C로 수행된다.

[0153] 측정된 유지력 시간을 (접착 테이프가 기관에서 완전히 떨어지는데 걸린 시간, 측정은 10,000분에서 종료됨) 단위로 기록하며, 이는 3회 측정의 평균 값에 상응한다.

[0154] 미세전단 시험 (측정 방법 H3):

[0155] 본 시험은 온도 부가시에 접착 테이프의 전단 강도의 가속 시험으로 기능한다.

[0156] 미세전단 시험을 위한 샘플 제조:

- [0157] 개개 샘플 견본으로부터 절단된 접착 테이프 (길이 약 50mm, 폭 10mm)를 아세톤으로 세정된 스틸 시험 플레이트에, 스틸 플레이트가 접착 테이프를 지나 오른쪽 및 왼쪽으로 돌출되고 접착 테이프가 상부 모서리에서 2mm 만큼 시험 플레이트로부터 돌출되도록 부착시켰다. 샘플의 결합 면적은 높이 · 폭 = 13mm · 10mm로 환산된다. 후속하여 결합 부위를 2kg의 스틸 롤러를 이용하여 10m/분의 속도로 6회 넘게 롤링하였다. 접착 테이프를 트래블 (travel) 센서에 대한 지지체로서 기능하는 안전한 접착성 스트립으로 플러시(flush) 보강하였다. 샘플을 시험 플레이트에 의해 수직으로 매달았다.
- [0158] 미세전단 시험:
- [0159] 측정을 위한 샘플 견본을 100g의 중량을 지니는 바닥 단부에 로딩시켰다. 시험 온도는 40℃이고 시험 지속기간은 30분이다 (15분 로딩 및 15분 비로딩). 일정 온도에서의 소정의 시험 지속기간 후에 전단 이동의 결과를 최대 값 ["max"; 15분 부하의 결과로서 최대 전단 이동]; 및 최소 값 ["min"; 비로딩 15분 후 전단 이동 ("잔류하는 편향도"); 비로딩시 이완의 결과로서 뒤를 향한 이동이 있다] 둘 모두로서  $\mu\text{m}$ 로 기록하였다. 유사하게 탄성 성분을 퍼센트로 기록하였다 ["elast"; 탄성 분율 =  $(\text{mas}-\text{min}) \cdot 100/\text{max}$ ].
- [0160] 측정 방법 (3-층 구성):
- [0161] 스틸에 대한 90° 결합 강도 - 개방 및 라이닝된 면 (측정 방법 V1):
- [0162] 스틸에 대한 결합 강도를 23℃ +/- 1℃ 온도 및 50% +/- 5% 상대 습도의 시험 조건하에 측정하였다. 견본을 20mm의 폭으로 절단하고 스틸 플레이트에 부착시켰다. 측정에 앞서, 스틸 플레이트를 세정하고 컨디셔닝하였다. 이를 위해, 플레이트를 먼저 아세톤으로 구석구석 닦은 다음 공기 중에 5분 동안 정치시켜 용매가 증발되게 하였다. 시험 기관으로부터 떨어진 방향의 3-층 어셈블리의 면을 50 $\mu\text{m}$ 의 알루미늄 포일로 라이닝함으로써 샘플이 측정 도중 팽창하는 것을 방지하였다. 그 이후에 스틸 기관 위로 시험 견본을 롤링시켰다. 이를 위해, 테이프를 2kg의 롤러를 이용하여 10m/분의 롤링 속도로 앞뒤로 5회 넘게 롤링시켰다. 롤링-온 동작 직후에, 스틸 플레이트를 특수한 마운트(mount)로 삽입시켜 견본이 수직으로 위를 향해 90° 각도로 제거되게 하였다. 결합 강도의 측정은 즈비크(Zwick) 장력 시험 기계를 이용하여 수행되었다. 라이닝된 면을 스틸 플레이트에 적용할 때, 3-층 어셈블리의 개방 면에 먼저 50 $\mu\text{m}$ 의 알루미늄 포일을 적층시키고, 방출 물질을 제거하고, 시스템을 스틸 플레이트에 부착시켜 유사한 롤링-온 및 측정을 수행한다.
- [0163] 개방 및 라이닝된 두 면 모두에서 측정된 결과를 N/cm으로 기록하며 이것은 3회 측정으로부터의 평균이다.
- [0164] 유지력 - 개방 및 라이닝된 면 (측정 방법 V2):
- [0165] 견본을 23℃ +/- 1℃ 및 50% +/- 5% 상대 습도의 시험 조건하에서 제조하였다. 시험 견본을 13mm로 절단하고 스틸 플레이트에 부착시켰다. 결합 면적은 20mm · 13mm였다 (길이 · 폭). 측정 전에 스틸 플레이트를 세정하고 컨디셔닝하였다. 이를 위해, 플레이트를 먼저 아세톤으로 구석구석 닦은 다음 공기 중에 5분 동안 정치시켜 용매가 증발되게 하였다. 결합시킨 후에, 개방 면을 50 $\mu\text{m}$ 의 알루미늄 포일로 보강하고 2kg 롤러를 이용하여 앞뒤로 2회 넘게 롤링시켰다. 후속하여, 벨트 루프(belt loop)를 3-층 어셈블리의 돌출된 단부에 부착시켰다. 이후 전체 시스템을 적합한 장치로부터 매달았고 이는 10 N의 부하를 받는다. 매달기 장치는 중량이 179° +/- 1°의 각도로 샘플에 실리도록 한 것이다. 이것은 3-층 어셈블리가 플레이트의 바닥 모서리로부터 확실히 벗겨질 수 없도록 한다. 측정된 유지력은 샘플의 매달림과 낙하간 시간이며, 분 단위로 기록되고, 이는 3회 측정의 평균 값에 상응한다. 라이닝된 면을 측정하기 위해, 개시된 대로 개방 면을 먼저 50 $\mu\text{m}$ 의 알루미늄 포일로 보강하고, 방출 물질을 제거하고, 시험 플레이트에 부착시킨다. 측정은 표준 조건 (23℃, 55% 상대 습도)하에 수행된다.

[0166] 사용되는 상업적으로 입수 가능한 화학물질

화합물	상표명	제조업체	CAS No.
2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴)	Vazo® 67	DuPont	13472-08-7
(2,2'-아조비스이소부티로니트릴), AIBN	Vazo® 64	DuPont	78-67-1
비스-(4-3차-부틸시클로헥실) 퍼옥시디카보네이트	Perkadox® 16	Akzo Nobel	15520-11-3
테르펜-페놀성-기반 점착부여제 수지 (연화점 105°C, 하이드록실 값 30-60)	Dertophene® T105	DRT, France	73597-48-5
펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르	Polypox® R16	UPPC AG	3126-63-4
3,4-에폭시시클로헥실메틸 3,4- 에폭시시클로헥산카복실레이트	Uvacure® 1500	Cytec Industries Inc.	2386-87-0
디메틸 프로판포스포네이트	Levagard® DMPP	Lanxess	18755-43-6
N, N, N, N, N-펜타메틸- 디에틸렌트리아민	Jeffcat® ZR-40	Huntsman	3030-47-5
N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N- 디메틸-1,3-프로판디아민	Jeffcat® Z-130	Huntsman	6711-48-4
디에틸렌트리아민	Epikare® 3223	Hexion Spec. Chemicals	111-40-0
N, N, N, N-테트라메틸- 메탄디아민		Sigma-Aldrich	51-80-9
열가소성 중공 마이크로비드 (입자 크기 10 – 17 µm; 최대 밀도 0,017 g/cm <sup>3</sup> ; 팽창 온도 127 - 139°C [출발]; 164 – 184 °C [최대 실험])	Expancel® 092 DU 40	Akzo Nobel	

모든 사양은 20°C에서의 숫자;

Epikare® 는 또한 Epi-Cure® 및 Bakelite® EPH 상표명으로 시판됨

[0167]

[0168] 감압성 점착제 (PSA) 예

[0169] 실시예 B1 내지 B4를 위한 출발 폴리머의 제조

[0170] 하기에 출발 폴리머의 제조방법이 기술된다. 조사된 폴리머는 통상적으로 용액 중에서 자유 라디칼 중합에 의해 제조된다.

[0171] 베이스 폴리머 P1

[0172] 자유 라디칼 중합을 위해 통상적인 반응기에 30kg의 2-에틸-헥실 아크릴레이트, 67kg의 n-부틸 아크릴레이트, 3kg의 아크릴산, 및 66kg의 아세톤/이소프로판올 (96:4)를 채웠다. 질소 가스를 반응기를 통해 45분 동안 교환과 함께 통과시킨 후에, 반응기를 58°C까지 가열하고 50g의 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴)을 첨가하였다. 후속하여, 외부 가열 조를 75°C로 가열하고 반응을 이 외부 온도에서 변함없이 수행하였다. 1시간 후, 추가로 50g의 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴)을 첨가하고, 4시간 후 배치를 23kg의 아세톤/이소프로판올 혼합물 (96:4)로 희석시켰다.

[0173] 5시간 및 다시 7시간 후, 각 경우에 150g의 비스(4-3차-부틸시클로헥실)퍼옥시디카보네이트로 재개시하였다. 22시간의 반응 시간 후, 중합반응을 종료시키고 배치를 실온까지 냉각시켰다. 폴리아크릴레이트는 99.6%로 전환율을 가지고, K 값은 75.1이고, 평균 분자량  $M_w = 1,480,000\text{g/mol}$ , 다분산성 PD ( $M_w/M_n$ ) = 16.1이다.

[0174] 베이스 폴리머 P2(점탄성 캐리어)

[0175] 실시예 P1에서와 동일한 방식으로, 68kg의 2-에틸헥실 아크릴레이트, 25kg의 메틸 아크릴레이트, 및 7kg의 아크릴산을 66kg의 아세톤/이소프로판올 (96:4)에서 중합시켰다. 각 경우에 50g의 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴)으로 두 번 및 각 경우에 150g의 비스(4-3차-부틸시클로헥실)퍼옥시디카보네이트 두 번으로 개시하였고 20kg의 아세톤/이소프로판올 혼합물 (96:4)로 희석하였다. 22시간의 반응 시간 후, 중합반응을 종료시키고 배치를 실온까지 냉각하였다.

- [0176] 폴리아크릴레이트는 99.7%로 전환되고, K 값은 51.3이고, 평균 분자량  $M_w = 676,000\text{g/mol}$ , 다분산성 PD ( $M_w/M_n$ ) = 9.5이다.
- [0177] 베이스 폴리머 P3(점탄성 캐리어와 조합된 3층 구조용 PSA)
- [0178] 실시예 P1에서와 동일한 방식으로, 24.0kg의 2-에틸헥실 아크릴레이트, 12.0kg의 n-부틸 아크릴레이트, 및 4.0kg의 아크릴산을 26.7kg의 아세톤/벤젠 60/95(1:1)에서 중합시켰다. 질소 가스를 반응기를 통해 45분 동안 교반과 함께 통과시킨 후에, 반응기를 58℃까지 가열하고 30g의 AIBN을 첨가하였다. 후속하여, 외부 가열 조를 75℃로 가열하고 반응을 이 외부 온도에서 변함없이 수행하였다. 1시간 후, 추가로 30g의 AIBN을 첨가하였다. 4시간 및 8시간 후에, 각 시간에 10.0 kg의 아세톤/벤젠 60/95(1:1)으로 희석시켰다. 잔류 개시제를 감소시키기 위하여, 90 g의 비스(4-3차-부틸시클로헥실)퍼옥시디카보네이트를 8시간 후에 첨가하고, 다시 10시간 후에 첨가하였다. 24시간의 반응 시간 후에, 반응을 종결시키고, 배치를 실온으로 냉각시켰다.
- [0179] 폴리아크릴레이트는 99.7%로 전환되고, K 값은 46.9이고, 평균 분자량  $M_w = 1,500,900\text{g/mol}$ , 다분산성 PD ( $M_w/M_n$ ) = 17.0이다.
- [0180] 공정 1: 핫멜트 PSA의 농축/제조
- [0181] 아크릴레이트 코폴리머 (베이스 폴리머 P1 및 P2)를 단일-스크류 압출기 (농축 압출기, Berstorff GmbH, Germany)에 의해 용매로부터 매우 충분히 제거하였다 (잔류하는 용매 함량  $\leq 0.3$  중량%; cf. 개개 실시예). 여기에 예로서 제공된 파라미터는 베이스 폴리머 P1의 농도에 대한 것들이다. 스크류 속도는 150rpm이고, 모터 전류는 15 A이며, 58.0kg 액체/h의 처리율이 실현된다. 농축의 경우, 진공이 3개의 상이한 돔에 가해진다. 감소된 압력은 각각 20mbar 내지 300mbar이다. 농축된 핫멜트의 배출 온도는 대략 115℃이다. 이 농축 단계 후 고형물 함량은 99.8%이다.
- [0182] 공정 2: 개질된 핫멜트 PSA 및 점탄성 캐리어의 제조
- [0183] 상기 설명된 대로 공정 1에 따라 제조된 아크릴레이트 핫멜트 PSA를 다운스트림 용접 트윈-스크류 압출기 (Welding Engineers, Orlando, USA; 모델 30mm DWD; 스크류 직경 30mm, 스크류 1 길이 = 1258mm; 스크류 2 길이 = 1081mm; 3 존(zones))로 직접 운반하였다. 고형물 계량(metering) 시스템을 통해, 수지 Dertophene<sup>®</sup> T110을 존 1에서 계량하고 균질하게 혼합시켰다. 실시예 MT1에 대한 조성물의 경우, 수지를 안에 계량하지 않았고, 대신에 사전에 Levagard<sup>®</sup> DMPP를 지닌 페이스트에 혼합된 중공 열가소성 마이크로비드를 고형물 계량 시스템에서 계량하였다. 여기에 예로서 제공된 파라미터는 베이스 폴리머 P1과 혼합되는 수지에 대한 것들이다. 속도는 451rpm이고, 모터 전류는 42A이며, 30.1kg 액체/h의 처리율이 실현된다. 존 1 및 2의 온도는 각각 105℃이고, 존 1에서의 용융 온도는 117℃이며, 배출시 (존 3) 조성물 온도는 100℃이다.
- [0184] 공정 3: 본 발명의 접착 테이프의 제조, 열 가교를 위해 가교제-가속화제 시스템과 블렌딩, 및 코팅
- [0185] 공정 1-2에 의해 제조된 아크릴레이트 핫멜트 PSA를 공급(feeder) 압출기 (Troester GmbH & Co. KG, Germany로부터의 단일-스크류 운반 압출기)에서 용융시키고 이 압출기를 이용하여 폴리머 용융물을 트윈-스크류 압출기 (Leistritz, Germany, ref. LSM 30/34)로 운반하였다. 어셈블리를 외부로부터 전기적으로 가열시키고, 다수의 팬에 의해 공냉시키며, 이것은 폴리머 매트릭스 중 가교제-가속화제 시스템의 효과적인 분포로 접착제에 의해 확보된 짧은 체류 시간이 동시에 압출기에 있도록 설계된다. 이를 위해, 트윈-스크류 압출기의 혼합 샤프트는, 운반 엘리먼트가 혼합 엘리먼트와 교대하는 방식이 되도록 배열된다. 각각의 가교제 및 가속화제의 첨가는 적합한 경우 둘 이상의 지점에서 (도 1: 계량 포인트 1.1 및 1.2) 및 적합한 경우 트윈-스크류 압출기의 비가압된 운반 존으로의 계량 보조물을 사용하여 적합한 계량 장치를 이용하여 준비된다.
- [0186] 이미 컴파운딩된 접착제, 즉 가교제-가속화제 시스템과 블렌딩된 접착제가 트윈-스크류 압출기 (배출: 원형 다이, 직경 5mm)로부터 배출된 후, 도 1에 따라 웹(web) 형태의 캐리어 물질 위로 코팅이 일어난다.
- [0187] 가교제-가속화제 시스템의 계량 첨가와 형상화(shaping) 또는 코팅 절차 간의 시간을 가공 시간이라 부른다. 가공 시간은 가교제-가속화제 시스템과 블렌딩된 접착제 또는 점탄성 캐리어 층이 시각적으로 양호한 외형 (겉없음, 얼룩없음)으로 코팅될 수 있는 기간을 나타낸다. 코팅은 1m/분 내지 20m/분의 웹 속도로 일어나고; 2-롤 어플리케이션의 닥터 롤은 구동되지 않는다.
- [0188] 하기 실시예 및 표에서, 이용된 포물레이션, 제조 파라미터 및 얻어진 물성이 각각 보다 상세히 기술되어 있다.

[0189]

공정 4: 개질된 핫멜트 PSA 및 점탄성 캐리어의 제조

[0190]

베이스 폴리머 P3를 상기 폴리머를 기준으로 하여 0.2 중량%의 Uvacure® 1500와 블렌딩한 후에 아세톤으로 30%의 고형물 함량까지 희석시킨 후에, 실리콘처리된 이형 필름(50 μm 폴리에스테르) 상에 그리고 23 μm 에칭된 PET 필름 상에 용액으로 코팅하였다(2.5 m/분의 코팅 속도, 건조 터널 15 m, 온도: 구역 1: 40°C, 구역 2: 70°C, 구역 3: 95°C, 구역 4: 105°C). 코트 중량은 50 g/m<sup>2</sup>이었다.

[0191]

실시예 B1 내지 B4

[0192]

베이스 폴리머 P1을 기술된 중합반응 공정에 따라 중합시키고, 공정 1에 따라 농축시킨 다음 (고형물 함량 99.8%) Dertophene® T110 수지와 공정 2에 따라 블렌딩하였다. 이러한 수지-개질된 아크릴레이트 핫멜트 조성물을 공정 3에 따라 연속하여 펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르(이 경우, UPPC AG (에폭사이드)부터의 PolypoX® R16) 및 개개 가속화제로 이루어진 가교제-가속화제 시스템과 컴파운드시켰다.

[0193]

상세한 설명: 공정 3에 개시된 트윈-스크류 압출기에서, 70부의 폴리머 P1 및 30부의 Dertophene® T110 수지로 구성된 533.3g/분 (분 당 373g의 순수한 폴리머에 상응함)의 총 질량 흐름을 0.70g/분의 에폭사이드 가교제 펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르(폴리머를 기준으로 0.19중량%에 상응함) 및 사전결정된 양의 가속화제와 블렌딩하였다. 가속화제의 양은 활성 염기성 기의 수가 일정하도록 선택된다(표 1 참조). 분자 당 작용성의 수가 변화하기 때문에, 이에 따라 폴리머를 기준으로 하여 가속화제의 몰 농도가 변한다.

[0194]

에폭사이드를 계량 포인트 1.1에서 페리스태틱 펌프(peristatic pump)를 이용하여 계량하고, 아민을 계량 펌프 1.2에서 페리스태틱 펌프를 이용하여 별도로 계량하였다(도 1 참조). 계측성(meterability) 및 달성 가능한 혼합 품질을 개선시키기 위하여, 사용되는 가교제 시스템을 Lanxess로부터의 액체 디메틸 프로필포스포네이트 Levagard® DMPP로 희석시켰다(가교제의 비 0.5:1). 작업 파라미터는 표 2에 요약되었다.

[0195]

완료된 컴파운드된 포물레이션의 가공 시간은 레이스트리츠(Leistritz) 트윈-스크류 압출기로부터 떠난 후 125°C의 평균 조성물 온도에 따라 7분을 초과한다. 코팅은 각 경우에 100°C의 롤 표면 온도에서 도 1에 따른 2-롤 어플리케이터 상에서 일어났다. 각 경우에 코트 중량은 23μm의 PET 필름 상에서 50g/cm<sup>2</sup>이었다. 이와 같이 생성된 접착 테이프 위에서, 스틸에 대한 결합 강도를 실온에서 측정하고 저장 시간에 따른 40°C에서의 미세전단 이동을 측정하였다(선택된 실시예는 도 5에 도시되어 있다). 실시예 B1 내지 B4의 기술적인 접착성 데이터를 표 3에 요약하였다. 이 실시예는 매우 높은 성능의 접착 테이프가 제조될 수 있었고, 이는 다른 특성 중에서도 극성 및 비극성 기판 (스틸 및 폴리에틸렌)에 대한 높은 결합 강도 및 심지어 온도의 영향하에서도 양호한 접착 특성을 지님을 특징으로 한다.

[0196]

표 1: 가속화제 농도

실시예	가속화제	농도 [%]	아민 기 /100 g 폴리머 [mol]
실시예 B1 (본 발명)	N, N, N, N- 펜타메틸디에틸렌- 트리아민	0.75	1.2
실시예 B2 (본 발명)	N'-(3- (디메틸아미노)프로 필)-N,N-디메틸-1,3 -프로판디아민	0.7	1.2
비교 실시예 B3	디에틸렌트리아민	0.41	1.2
비교 실시예 B4	N, N, N, N- 테트라메틸메탄 디아민	0.61	1.2

[0197]

[0198]

본 발명의 가교제-가속화제 시스템을 이용하는 경우, 폴리아크릴레이트의 작용기를 통한 가교 반응이 심지어 열

의 공급 없이도 표준 조건 (실온) 하에 완전히 진행된다. 일반적으로 7일 내지 14일의 저장 시간 이후, 가교 반응은 작용성 접착 테이프 또는 작용성 캐리어 층을 제공하기에 충분한 정도로 추정된다. 최종 가교 상태 및 이에 따라 조성물의 궁극의 점착이 조성물/가교제 시스템의 선택에 의존하여 14일 내지 30일의 저장 후에, 바람직하게는 실온에서 14일 내지 21일의 저장 시간 후에 달성되며, 저장 온도가 더 높으면 이러한 조건에 조속히 도달될 것으로 예상된다.

[0199] 가교의 결과로서, 접착제의 점착 및 또한 이에 따른 전단 강도가 증가한다. 얻어진 연결 기는 매우 안정하다. 이는 매우 에이징(ageing)-안정적이며 내열성 자가-접착 테이프가 되게 한다. 또한, 가속화제의 선택은 접착 성질에 거의 영향을 미치지 않지만, 실온 동력학에 매우 큰 영향을 미치는 것으로 나타났다(도 5 및 표 3 참조). 비교 실시예 B3 및 B4를 고려하면, 가교가 상술된 시간 내에 아직 완료되지 않거나 겔화가 본 발명의 가속화제-가교제 시스템을 사용하지 않는 경우에, 공정에서 사전에 일어남을 나타낸다.

[0200] 실시예: 점탄성 캐리어 및 3-층 구성

[0201] 공정 5: 2-롤 캘린더에 의한 3-층 구조의 생산:

[0202] 베이스 폴리머 P2를 용매로부터 공정 1과 동일한 방식으로 준비한 후에, 임의적으로 공정 2와 동일한 방식으로 첨가제와 혼합시켰다. 이후에, 도 4에 기술된 바와 같은 공정을 수행하였다. 분배기 노즐(1)을 이용하여, 가교제-가속화제 시스템 및 적절한 경우에 충전제와 이미 컴파운드된 점탄성 조성물(3)을 롤 닙(roll nip)에 공급하였다. 점탄성 조성물의 점탄성 필름으로의 형상화는 두 개의 자가-접착제 조성물(6a, 6b) 사이의 롤 닙에서 캘린더 롤(W1)과 (W2) 사이에서 일어나며, 이는 또한 이러한 것들이 접착방지 캐리어 재료(5a, 5b) 상에 코팅된 형태로 공급된다. 동시에, 점탄성 조성물을 설정된 층 두께로 형성화하고, 공급된 두 개의 자가-접착제 조성물로 코팅하였다. 형상화된 점탄성 캐리어 층(4) 상의 자가-접착제 조성물(6a, 6b)의 고정을 개선시키기 위하여, 자가-접착제 조성물은 롤 닙에 공급되기 전에 코로나 스테이션(8)(Vitaphone(Denmark)로부터의 코로나 유닛,  $100 \text{ W} \cdot \text{분}/\text{m}^2$ )에 의해 코로나 처리된다. 3층 어셈블리를 형성시킨 후에, 이러한 처리는 점탄성 캐리어 층에 개선된 화학적 부착을 야기시킨다. 코팅 유닛을 통해 이동할 때 웹 속도는 30 m/분이다. 롤 닙으로부터 이탈한 후에, 임의의 접착방지 캐리어(5a)를 제거하고, 완성된 3층 생성물(9)을 잔류하는 제 2 접착방지 캐리어(5b)와 함께 감는다.

[0203] 자가-접착제 조성물의 생산 및 본 발명의 접착 테이프의 코팅의 특정 예는 하기에 기술되어 있다.

[0204] 실시예 MT1 및 MT2

[0205] 베이스 폴리머 P2를 공정 1로 농축시키고(고형물 함량 99.7%), 이후에 트윈-스크류 압출기에서 하기 가교제-가속화제 시스템과 연속적으로 컴파운드하였다:

[0206] MT1: 펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르 (PolypoX® R16; 폴리아크릴레이트를 기준으로 0.14 중량%) 및

[0207] N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민 (Jeffcat® 2-130; 폴리아크릴레이트를 기준으로 0.14 중량%)로 이루어진 가교제-가속화제 시스템;

[0208] MT2: 펜타에리스리톨 테트라글리시딜 에테르 (Polypox® R16; 폴리아크릴레이트를 기준으로 0.14 중량%),

[0209] N'-(3-(디메틸아미노)프로필)-N,N-디메틸-1,3-프로판디아민 (Jeffcat® Z-130; 폴리아크릴레이트를 기준으로 0.14 중량%), 및 또한

[0210] 실리콘처리된 폴리에스테르 필름 상에 공정 4에 따라 이전에 코팅된, 조성물 층들 P3 사이의 베이스 폴리머 P2로부터 점탄성 캐리어 VT1 및 VT2를 생산하기 위한 코팅은 공정 5에 의해 100°C의 롤 온도에서 2-롤 어플리케이션 상에서 수행된다. 점탄성 캐리어 VT1 및 VT2의 층두께는 800 $\mu\text{m}$ 이다. 코로나 출력은 100  $\text{W} \cdot \text{분}/\text{m}^2$ 이다. 실온에서 7일 저장 후에, 기술적인 접착성 데이터를 개방면 및 라이닝된 면 둘 모두에 대해 측정하였다. 실시예 MT1 및 MT2의 데이터는 표 4에 요약되어 있다.

[0211] 표 4의 데이터로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 발명의 양면 접착 어셈블리 테이프는 매우 우수한 기술적 접착성 데이터를 갖는다. 특히, 포지티브한 특성은 각 면들의 균형된 접착제 프로파일이다. 접착 테이프의 양면 위의 접착제의 동일한 층과 관련하여, 이러한 면들은 실제로 동일한 기술적 접착성 데이터를 나타낸다. 이는 층을 통한 균질한 가교를 나타낸다. 또한, 이러한 3층 접착 테이프는 어떠한 탈착도 나타내지 않는다. 감압 접착제 층의 코로나 처리 및 인접한 점탄성 캐리어 층의 2차 가교로 인하여, 서로에 대한 층들의 고정은 매우

우수하다.

[0212]

표 2: 공정 파라미터

실시에	공정 2에 따른 경과수입		공정 파라미터								
	베이스 폴리머 폴리머	K 값	이주먼트의 분율	TSE 중 진체 질량 처리량 [kg/h]	TSE 속도 [1/분]	TSE의 타겟 전류 소비 [A]	TSE 배출구 압력 [bar]	TSE 이후 응집 온도 [°C]	타타 롤 DR	코팅 롤 CR	공정 시간 [분]
B1-B4	P3	75.1	70 부 폴리머 P3 + 30 부 DT 105 수지	32.0	110	15	12	125	100	100	7보다 큼

TSE = 트윈-스크류 압출기; DT 105 = Dertophene® T105

[0213]

[0214]

표 3: 접착제 결과

실시예	베이스 폴리머		컴포운딩 공정 2	캐리어 필름	실온에서 25일 동안 시험의 저장 후의 접착제 성질				MSW 40°C / 탄성률	
	폴리머	K 값			코트 중량 [g/m <sup>2</sup> ]	스틸에 대한 결합강도 [N/cm]	PE에 대한 결합강도 [N/cm]	유지력 10N, 23°C [min]		유지력 10N, 70°C [min]
B1	P3	75.1	68 부 폴리머 P3 + 32 부 DT 105 수지	23 µm PET 시트	50	8.5	3.8	1.118	95	563 / 64
B2	P3	75.1	68 부 폴리머 P3 + 32 부 DT 105 수지	23 µm PET 시트	50	7.9	4.2	1.437	105	491 / 60
B3 (comp.)	P3	75.1	68 부 폴리머 P3 + 32 부 DT 105 수지	23 µm PET 시트	50	시험 불가능, 포물레이션이 관찰됨				-
B4 (comp.)	P3	75.1	68 부 폴리머 P3 + 32 부 DT 105 수지	23 µm PET 시트	50	시험 불가능, 포물레이션이 가교되지 않음				2000 / 0 보다 큼

결합 강도 스틸/PE = 측정 방법 H1

유지력 = 측정 방법 H2

MST = 미세진단 이동 = 측정 방법 H3

DT 105 = Dertophene® T105

가속화제 타입에 대해 표 2 참조

[0215]

[0216] 표 4: 생성물 구조 및 3층 구조에 대한 기술적 접촉성 데이터

실시에	3층-생성물		캐리어 두께 [μm]	스틸에 대한 결합 강도 [N/cm]		유지력 10 N 23°C [min]		밀도 [g/cm <sup>3</sup> ]
	PSA 1	PSA 2		개방면	라이닝된 면	개방면	라이닝된 면	
MT1	50 g/m <sup>2</sup> P2	50 g/m <sup>2</sup> P3	800	24.2	23.7	> 10 000	> 10 000	1.08
MT2	50 g/m <sup>2</sup> P2	50 g/m <sup>2</sup> P3	800	35.2	34.6	7850	6970	0.78

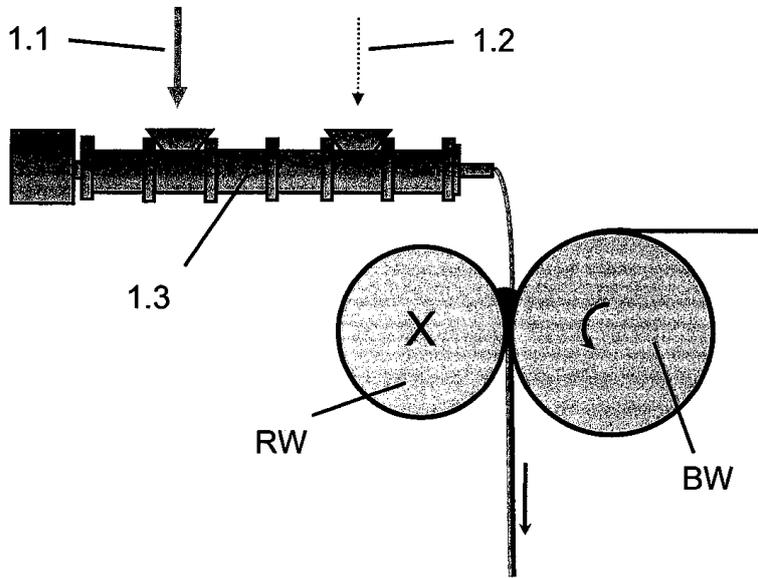
스틸에 대한 결합 강도 = 측정 방법 V1

유지력 = 측정 방법 V2

[0217]

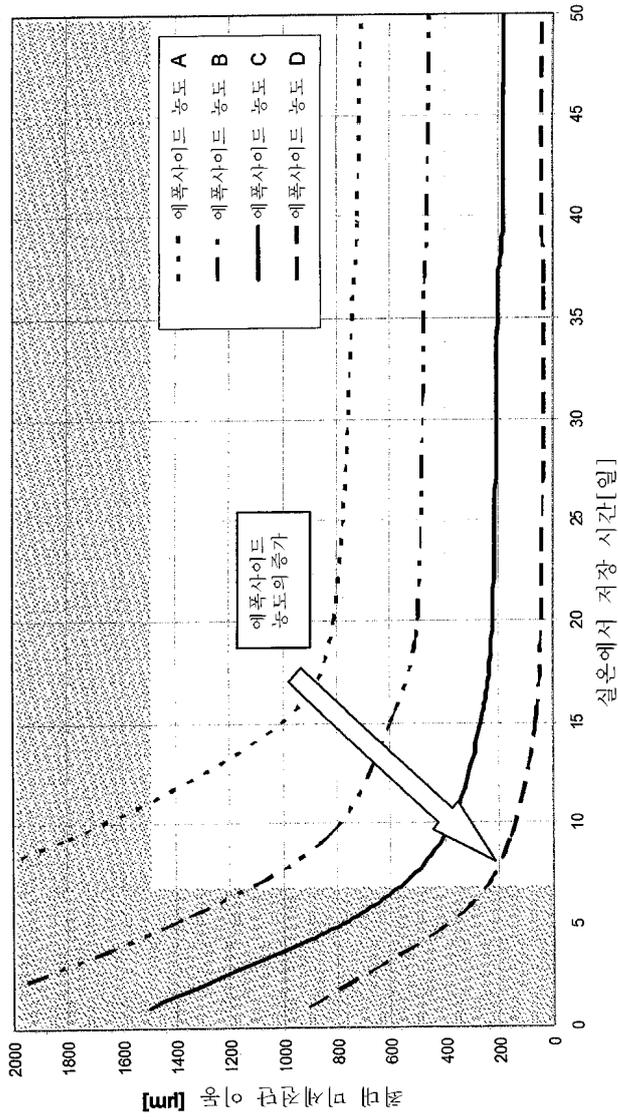
도면

도면1



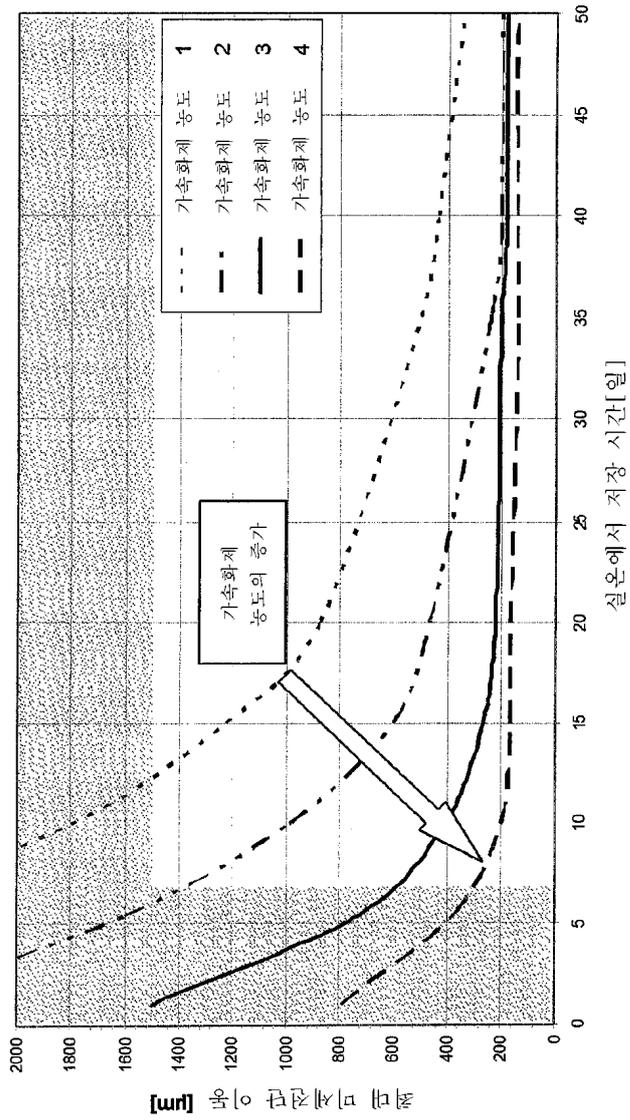
도면2

에폭사이드 농도의 효과

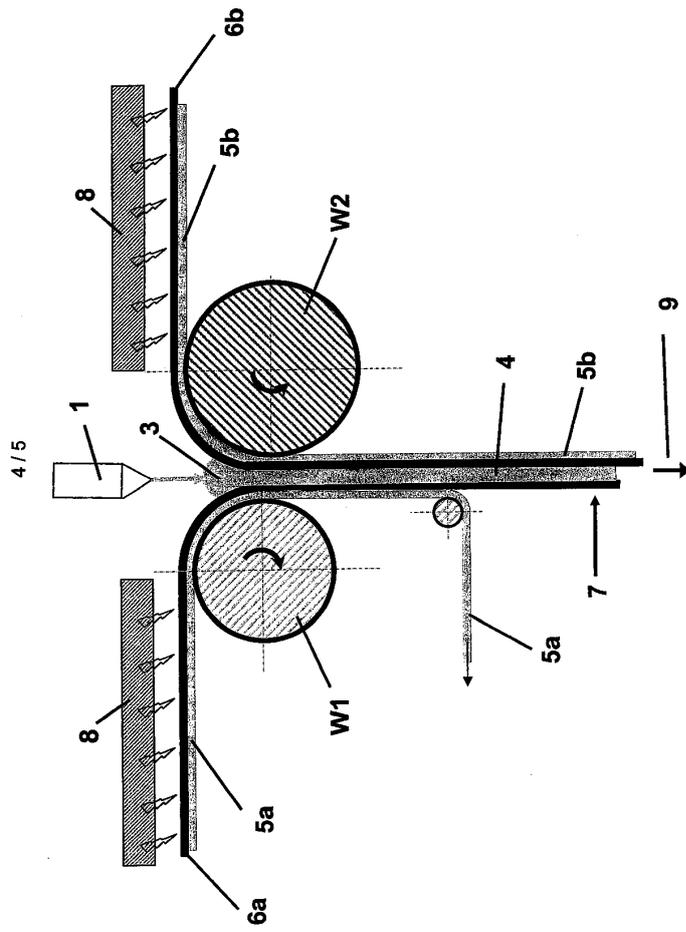


도면3

가속화제의 효과



도면4



도면5

동일한 에폭사이드 농도 및 동일한 염기성 기의 수를 갖는 상이한 가속화제의 실온 동력학

