

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
C09D 5/20  
C09D 171/02  
C09J 7/02

(45) 공고일자 1999년04월01일  
(11) 등록번호 특0178513  
(24) 등록일자 1998년11월24일

(21) 출원번호	특1990-020478	(65) 공개번호	특1991-012120
(22) 출원일자	1990년12월13일	(43) 공개일자	1991년07월30일
(30) 우선권주장	450,623 1989년12월14일 미국(US)		
(73) 특허권자	미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩처어링 캄파니	찰튼 헨리 디이츠	
	미합중국 미네소타 세인트 폴		
(72) 발명자	마크 제임스 펠레라이트		
	미합중국 미네소타 55144-1000 세인트 폴 3엠 센터		
(74) 대리인	김영, 장수길		

심사관 : 유호일

(54) 플루오로카본 기재 코팅 조성물 및 그로부터 유도된 제품

요약

본 발명은 이형 라이너, 더욱 특히 대단히 응집적인 접착제와 함께 사용하기에 적합한 이형 라이너에 관한 것이다. 특정 감압성 접착제, 특히 실리콘 수지로부터 유도된 접착제는 너무 응집적이어서 이들을 사용하는 테이프는 공지된 낮은 접착성 코팅으로부터 제거할 때, 특히 연장된 저장기간 후에 또는 고온 환경에서 사용할 때 바람직하지 못하게 높은 박리력을 나타낸다. 상기 테이프의 접착제는 다른 것을 운반할 수 있으며 결과적으로 인지할 수 있는 양의 낮은 점착성 물질에 의해 오염될 수 있다. 이런 일이 일어난다면, 테이프는 최종용도의 수용체 표면에 적용될 때 불량한 점착성을 나타낼 것이다.

본 발명은 실리콘 수지로부터 생성된 접착제와 같은 응집성 감압성 접착제와 함께 사용할 수 있는, 낮은 표면 에너지 라이너를 제조하는데 사용할 수 있는 경화성, 가교결합성 조성물 및 그로부터 제조한 코팅을 제공한다. 이 코팅의 이형 특성은 숙성시 감소되지 않으며 코팅과 접촉하는 접착제의 재접착성에 불리한 영향을 미치지 않는다.

본 발명은 더욱더 본 발명의 조성물층을 갖는 기재를 제공한다. 코팅된 기재는 감압성 접착테이프 및 시트 물질, 특히 실리콘 수지로부터 유도된 감압성 접착제를 위한 이형 라이너, 특히 차동 이형 라이너 및 낮은 점착성 배면호제에 특히 적합하다. 본 발명의 코팅은 이로부터 떼어낸 접착제의 재접착성을 상당히 감소시키지 않는 불활성 오일 50 중량% 이상을 가질 수 있는데, 이는 보다 값비싼 반응성 그룹 함유 플리플루오로폴리에테르 만을 사용하여 제조한 코팅보다 경제적으로 유리하다.

명세서

[발명의 명칭]

플루오로카본 기재 코팅 조성물 및 그로부터 유도된 제품

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 이형 라이너, 더욱 특히 대단히 응집성이 있는 감압성 접착제와 함께 사용하기에 적합한 이형 라이너에 관한 것이다.

보통 롤에 감겨진 감압성 접착 테이프는 접착제를 함유하지 않는 배면의 표면에 접착제를 이층 및 전달 시키지 않으면서 테이프를 풀 수 있도록 접착제를 갖지 않는 배면의 주요표면에 도포된 낮은 점착성 배면호제(backsize) 코팅을 갖는다. 접착층을 낮은 점착성 배면호제 코팅으로 부터 분리시키는데 필요한 힘, 즉 박리력은 6 내지 35 N/dm(뉴턴/데시메타)/단위의 너비 범위이다. 테이프를 롤에 감지 않는다면 그의 접착층은 낮은 점착성 코팅(여기에 보통 점착성 및 감압성 접착제가 매우 약하게, 예를들면 박리력 약 0.2 내지 약 6N/dm, 바람직하게는 0.2 내지 2N/dm의 범위로 접착되어 있다)을 갖는 일회용 웹에 의해 통상적으로 보호된다. 0.2 내지 2N/dm의 바람직한 범위의 박리력을 갖는 이형코팅을 하기에서 프리미엄 이형성 코팅으로 칭한다.

이형 코팅은 접착층에 전달되지 않고 접착제의 접착력에 불리한 영향을 주지 않도록 배면에 강하게 접착하고 충분히 경화되거나 또는 접착제와 양립하지 않도록 해야 한다. 그러한 성질을 갖는 낮은 점착성 배면호제 코팅은 미합중국 특허 제 3,318,852 호; 제 3,536,749 호; 제 4,057,596 호 및 제 4,216,252 호에 기재되어 있다.

특정 감압성 접착제, 특히 실리콘 수지로부터 유도된 접착제는 너무 응집적이어서 이들을 사용하는 테이프는 공지된 낮은 점착성 코팅으로부터 제거할 때, 특히 연장된 저장기간 후에 또는 고온 환경에서 사용할 때 바람직하지 못하게 높은 박리력을 나타낸다. 상기 테이프의 접착제는 다른 것을 운반할 수 있으며 결과적으로 인지할 수 있는 양의 낮은 점착성 물질에 의해 오염될 수 있다. 이런 일이 일어난다면, 테이

프는 최종용도의 수용체 표면에 적용될때 불량한 접착성을 나타낼 것이다.

공지된 낮은 접착성 코팅, 예를들면 폴리(우레탄), 폴리(테트라플루오로에틸렌) 및 폴리(디메틸실록산)은 폴리(디메틸실록산) 접착제와 함께 사용할때 0.2 내지 2N/dm 범위의 이형 박리력을 제공하지 못한다.

이형 코팅으로의 중합성 플루오로카본의 사용은 미합중국 특허 제 4,472,480 호; 제 4,567,073 호; 및 제 4,614,667 호에 기재되어 있다. 비가교결합된 불소화 왁스 및 오일은 낮은 접착성 코팅이 벌크상 안에서 응집 파괴되도록 디자인한 적용에서 윤활제 및 이형제로 종종 사용된다. 반대로, 가교결합된 불소화 왁스 및 오일은 이형 라이너의 응집파괴를 피하려할때 바람직하다. 낮은 에너지의 이형 라이너를 제조하는데 사용된 가교결합 반응은 예를들면 광화학적 가교결합(미합중국 특허 제 4,472,480 호; 제 4,567,073 호, 및 제 4,614,667 호에 기재); 실리콘 수지의 열 가교결합(미합중국 특허 제 4,472,480 호) 및 실리콘 수지의 화학결합(하이드로실화)(미합중국 특허 제 4,565,741 호)이다. 미합중국 특허 제 4,321,404 호는 전자 빔 방사를 사용하여 필름 형성 및 폴리플루오르화 올리고머의 혼합물을 일단계로 중합시키므로써 제조한 접착성 코팅을 기술한다. 불소화 물질이 코팅 표면, 즉 공기 접촉면에서 분리되기 쉽도록 혼합물을 배합하여 접착 코팅을 전자 빔 커튼을 통해 한번 통과시키므로써 가교결합시킬 수 있다. 이 코팅은 탁월한 재접착성을 갖는다. 그러나 이들을 아크릴 접착제와 함께 사용하기 위해 배합하면 전형적으로 상기 접착제와 사용될때 높은 이형 값을 갖는다. 상기 이형 값은 상기 접착 코팅을 고 응집성 실리콘 감압성 접착제와 함께 사용하더라도 여전히 더 높을 것이다.

응집 파괴 가능성을 더 감소시키기 위해, 지형 코팅을 그의 배면에 안전하게 정착시키기 위해 가교결합된 프라이머 코팅을 사용하였다. 미합중국 특허 제 4,567,073 호 및 제 4,614,667 호는 기재 표면에 강하게 결합된 필름 형성 중합체의 박층을 먼저 광중합시키는 것이 유리하다고 기술하고 있다. 이 프라이머 층은 또한 광중합된 층위에 제2박층으로 도포된, 폴리플루오로폴리에테르에 결합된 작용기와 후속 단계로 반응할 수 있으며, 이로인해 이형 코팅이 내부 프라이머층에 화학적으로 결합한다. 이 이형 라이너는 약 0.6N/dm의 이형력과 특정 종류의 실리콘 기재 감압성 접착제에 대해 탁월한 재접착력을 나타낸다.

본 발명은 실리콘 수지로부터 생성된 접착제와 같은 응집성 감압성 접착제와 함께 사용할 수 있는, 낮은 표면 에너지 라이너를 제조하는데 사용할 수 있는 경화성, 가교결합성 조성물 및 그로부터 제조한 코팅을 제공한다. 이 코팅의 이형 특성은 노화시 감소되지 않으며 코팅과 접촉하는 접착제의 재접착성에 불리한 영향을 미치지 않는다.

간단하게, 본 발명의 조성물은 가교결합성 폴리플루오로폴리에테르와 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일을 포함한다. 이 조성물을, 이 분야에 잘 알려진 방법에 의해 코팅시키는데 적합한 정도를 갖는 용액을 제공하기 위해 불소화 용매 혼합물에 용해시킬 수 있다.

조성물은 가교결합성 폴리플루오로폴리에테르 약 15 내지 약 90 중량%, 더욱 바람직하게는 약 50 내지 약 85 중량% 및 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일 약 10 내지 약 85 중량%를 함유하는 것이 바람직하다. 폴리플루오로 폴리에테르 오일은 25°C에서 20 내지 500 센티포이즈, 바람직하게는 25°C에서 90 내지 200 센티포이즈의 점도를 갖는 것이 바람직하다.

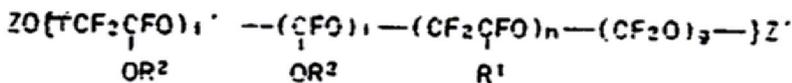
본 발명은 더욱더 본 발명의 조성물층을 갖는 기재를 제공한다. 이 코팅된 기재는 감압성 접착테이프 및 시트 물질, 특히 실리콘 수지로부터 유도된 감압성 접착제를 위한 이형 라이너, 특히 차동 이형 라이너 및 낮은 접착성 배면호제에 특히 적합하다.

마찬가지로, 본 발명의 이형 코팅은 벌크상내에서의 응집 파괴에는 견디지만 이형 코팅과 접착제의 경계면에서의 대단히 얇고 약한 경계층을 따라서 균일하게 파괴되도록 특별하게 배합 및 경화시킨다.

비경화 물질이 존재하는 경우의 실리콘 기재 이형 라이너상의 아크릴 접착제와 같이 본 발명의 불소화 화학 이형 라이너상의 실리콘 접착제는 재접착 값의 급격한 감소를 격지 않을 것이다. 놀랍게도, 본 발명의 이형 라이너와 접촉하는 감압성 접착제는 어떤 이형 코팅 또는 라이너와도 접촉하고 있지 않는 대조 접착제의 재접착 값의 90% 보다 많은 매우 높은 재접착 값을 가질 수 있다. 이러한 높은 재접착 값은 감압성 접착제에 낮은 표면 에너지를 갖는 플루오로카본 물질이 거의 이동하지 않음을 나타내는 것이다. 본 발명의 코팅은 이로부터 떼어낸 접착제의 재접착성을 상당히 감소시키지 않는 불활성 오일 50 중량% 이상을 가질 수 있는데, 이는 보다 값비싼 반응성 그룹 함유 폴리플루오로 폴리에테르만을 사용하여 제조한 코팅보다 경제적으로 유리하다.

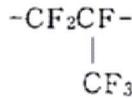
본 발명에 사용하기에 적합한 반응성 그룹 함유 가교결합성 폴리플루오로폴리에테르는 하기 일반식으로 나타낸다:

**화학식 1**

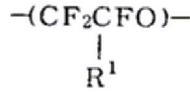


상기식에서, Z는 중합체를 형성하는 부가 또는 축합 반응에 참여할 수 있는 작용성분을 함유하거나 또는 중합체를 형성하는 반응에 참여할 수 없는 불활성 성분을 포함하는 말단 그룹을 나타내고; Z'는 중합체를 형성하는 부가 또는 축합 반응에 참여할 수 있는 작용 성분을 함유하는 말단 그룹을 나타내고; 각각의 R<sup>1</sup>은 독립적으로 불소 또는 선행, 분지형 또는 환형일 수 있는 퍼플루오로알킬 그룹을 나타내고; 각각

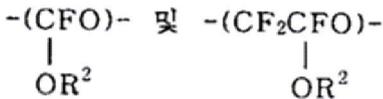
의  $OR^2$ 는 독립적으로  $R^2$ 가 퍼플루오로알킬 그룹, 또는 구조식  $-(R^3O)_f - R^4$  (여기에서, 각각의  $R^3$



는 독립적으로  $-CF_2$ ,  $-CF_2CF_2-$  및  $CF_3$  로 부터 선택되고,  $R_4$ 는 선형, 분지형 및 환형 그룹으로부터 선택된 퍼플루오로알킬 그룹을 나타낸다)을 갖는 단위로부터 독립적으로 선택된 하나 이상의 에테르 산소원자로 치환된 퍼플루오로알킬 그룹을 나타내는 퍼플루오로알콕시 그룹을 나타내고;  $f$ 는 0 또는 1 내지 6의 값을 갖는 수이고;  $g$ 는쇄 안에 랜덤하게 분포된  $-(CF_2O)-$ 단위의 평균 숫자를 나타내는 수이며



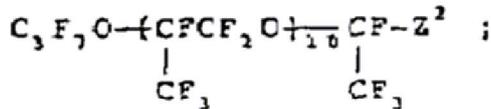
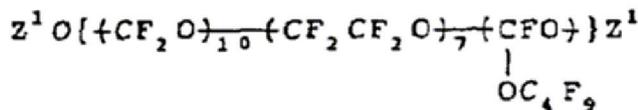
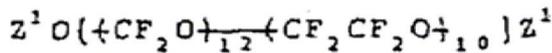
0 또는 그보다 많은 값을 갖고;  $h$ 는쇄를 따라 랜덤하게 분포된 단위의 평균 숫자를 나타내는 수이며 1 또는 1 보다 많은 값을 갖고;  $i$  및  $i'$ 는 같거나 다르며 각각은쇄안에 분포된 각각



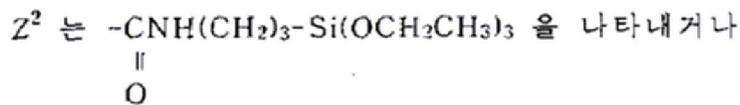
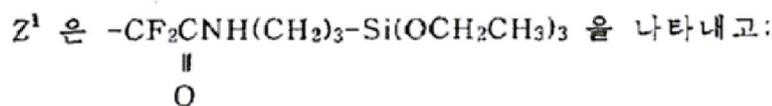
단위의 숫자를 나타내는 수이고,  $i$ 와  $i'$ 의 합은 0 또는 그보다 많은 값을 가지며,  $i/i'$ 의 비는 0 내지 50이고;  $g/h$ 의 비는 10 미만이고;  $(i+i')/(g+h)$ 의 비는 0.0 내지 1.5 이고; 폴리플루오로폴리에테르의 수평균 분자량은 약 650 내지 20,000이다.

본 발명의 실행에 특히 유용한 것은 아크릴레이트, 이소시아네이트, 또는 비스(아미도프로필트리에톡시 실란)과 같은 비-퍼플루오르화, 가교결합성 말단 그룹을 갖는 폴리플루오로폴리에테르 중합체이다. 이러한 중합체의 구조를 예를들면 다음과 같다:

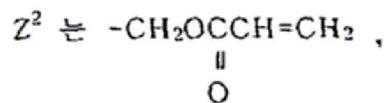
**화학식 2**

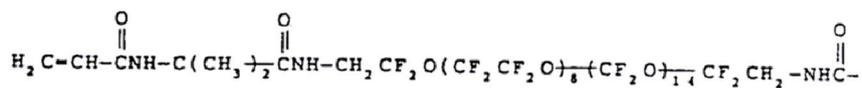
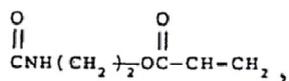
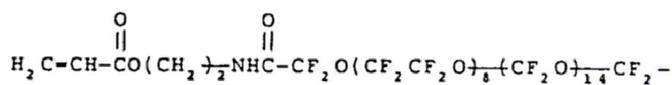
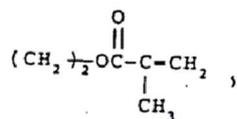
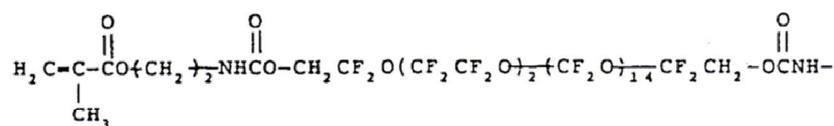
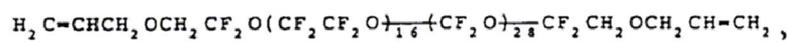
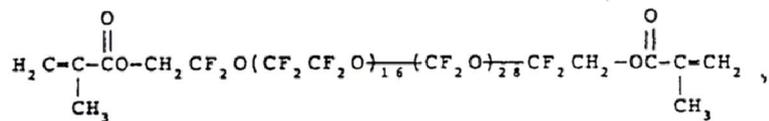
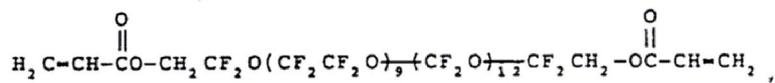
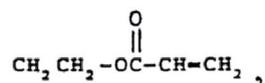
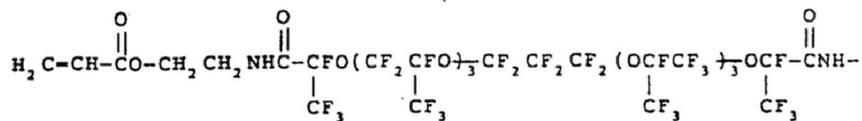


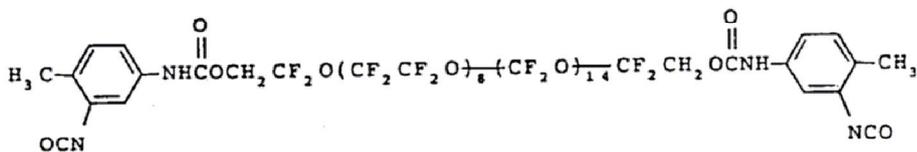
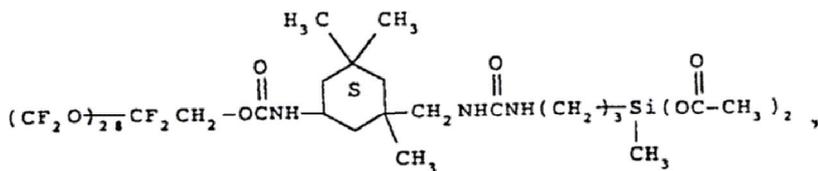
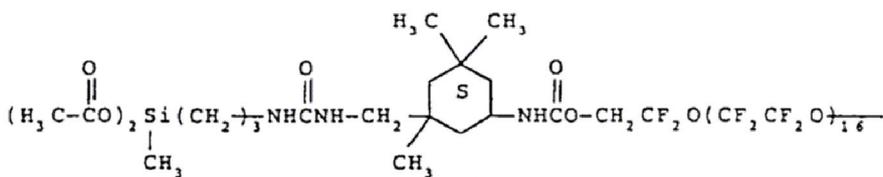
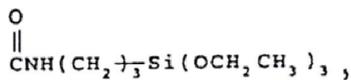
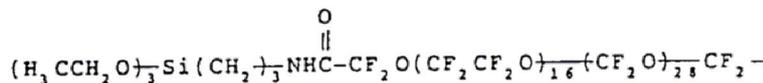
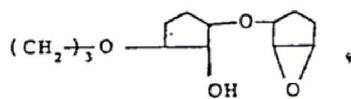
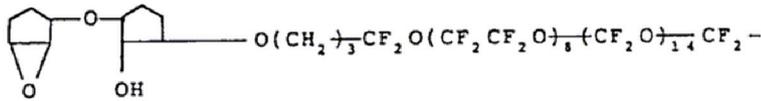
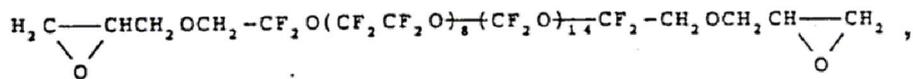
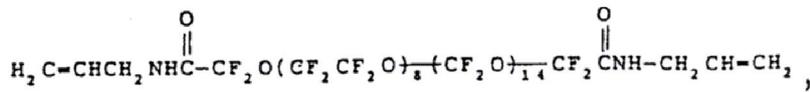
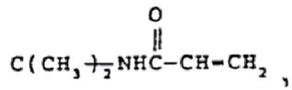
상기식에서,



또는





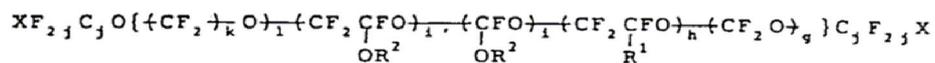


을 나타낸다.

가교결합성 말단 그룹과 폴리플루오로폴리에테르 중합체 주쇄의 다른 많은 조합이 본 발명에 유용하다.

불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일에 대한 일반식은 하기 일반식으로 나타낸다:

**화학식 3**



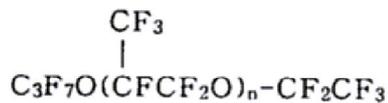
상기식에서, 각각의 X는 독립적으로 수소 또는 할로겐을 나타내는데, 단 X가 수소를 나타낼때 j는 1 또는 2 이고, X가 할로겐을 나타낼때 j는 1 내지 5의 정수이고; R<sup>1</sup>, OR<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, f, g, h, i, i'는 상기에서 정의한 바와 같고, k는 3 또는 4를 나타내고; l은 1 또는 1 이상의 수를 나타낸다.

본 발명의 실행에 유용한 불활성 폴리플루오로폴리에테르 유체는 예를들면 등록상표 Krytox 1506, Krytox 1514, Krytox 1645(이. 아이. 듀폰 드 네모아 앤드 캄파니에서 시판), Demnum 유체(다이킨(Daikin)에서 시판) 및 Fomblin Y 및 Fomblin Z 유체(몬테카티니-에디슨(Montecatini-Edison)에서 시판)로 표시된 것을 포함한다.

그러한 중합체의 구조는 예를들면 다음과 같다:

**화학식 4**

"Krytox" 유체:



상기식에서,

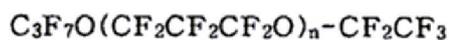
$n \approx 13$  ("Krytox" 1506 의 경우)

$n \approx 19$  ("Krytox" 1514 의 경우)

$n \approx 26$  ("Krytox" 1645 의 경우)이다.

**화학식 5**

"Demnum" S-65 유체:

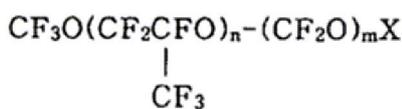


상기식에서,  $n \approx 25$  이다.

**화학식 6**

"Fomblin Y" 유체:

Y - VAC 14/6



상기식에서,

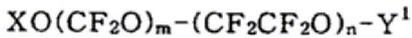
$$n \approx 16$$

$$m \approx 1$$

X는 CF<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>F<sub>5</sub>, C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>, 또는 C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>을 나타낸다.

**화학식 7**

“Fomblin” Z 유체:



상기식에서,

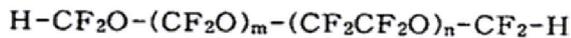
$$n \approx 10 \text{ 내지 } 100$$

$$m \approx 10 \text{ 내지 } 100$$

X, Y<sup>1</sup>은 독립적으로 CF<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>F<sub>5</sub>, CF<sub>2</sub>Cl, 또는 CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>Cl 을 나타낸다.

수소로 종결된 퍼플루오로폴리에테르

**화학식 8**



상기식에서,

$$n \approx 10$$

$$m \approx 12 \text{ 이다.}$$

상기에서 사용한 바와 같이, m과 n의 값은 구조에 분포된 평균을 나타낸다. 기호 “≈” 는 대략 같다는 의미이다.

폴리플루오로폴리에테르 중합체로부터 유도된 많은 다른 불활성 유체는 본 발명에 유용하다.

본 발명 조성물의 성분들을 가교결합시키는데 사용할 수 있는 촉매 및 개시제는 예를들면 디부틸틴 디아세테이트, 벤질디메틸케탈, 퍼플루오로알킬카복실산, 설펜산 및 2-하이드록실-2-메틸-1-페닐프로판-1-온(이엠 인더스트리즈, 인코포레이티드(EM Industries, Inc.)에서 시판하는 Darocur 1173)을 포함한다.

본 발명의 조성물을 적용하기 위해 사용할 수 있는 용매는 Freon 씨리즈(예를들면, 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄)와 퍼플루오르화 탄화수소의 FC 씨리즈(예: 퍼플루오로옥탄, 헥사플루오로크실렌 및 트리플루오로톨루엔)의 혼합물을 포함한다.

본 발명의 조성물은 하기 공정(a), (b) 및 (c)에 의해 기재에 적용하여 저에너지 표면 라이너를 만들 수 있다:

- (a) 작용성 폴리플루오로폴리에테르, 불활성 폴리플루오로폴리에테르, 가교결합 반응용 촉매 및 불소화 용매의 혼합물을 포함하는 용액을 제공하고;
- (b) 이 용액을 기재위에 코팅하고;

(c) 적합한 시간, 전형적으로 수분의 1초간 내지 5분 또는 그 이상동안 경화제의 성질에 따라 열 또는 방사선에 의해 코팅 조성물을 경화시킨다.

본 발명의 조성물에 적합한 기재 형태는 시트, 섬유 및 다른 형태의 물질을 포함한다. 바람직한 기재 물질은 감압성 접착 제품에서 배면으로 사용되는 가요성 시트 물질, 예를들면 폴리에스테르, 폴리이미드, 폴리아미드, 폴리올레핀 및 폴리카보네이트 필름을 포함한다. 본 발명의 조성물에 적합한 다른 기재 물질은 유리, 세라믹, 금속 및 고무를 포함한다.

본 발명의 조성물을 적용하는데 유용한 코팅 기법은 솔질, 와이어가 감겨진 막대 또는 나이프 코팅, 분무, 커튼 코팅 및 그라비아 코팅을 포함한다.

일부의 경우, 기재에 프라이머 또는 접착 촉진 코팅을 먼저 적용하거나 또는 기재에 처리하는 것이 바람직할 수 있다. 이 처리방법은 미합중국 특허 제 4,567,073 호 및 제 4,614,667 호에 기재되어 있다.

기재의 하나 또는 양면의 주요 표면위에 본 발명의 경화 조성물 코팅을 갖는 기재에, 이어서 이 분야에 공지된 어떤 접착제, 예를들면 아크릴 접착제, 고무 기재 접착제 및 실리콘 기재 접착제를 코팅시킬 수 있다. 경우에 따라, 접착제 코팅된 기재를 롤에 감을 수 있다. 가요성 감압성 접착제가 코팅된 시트 물질은 이 분야에 잘 알려져 있다. 예를들면 미합중국 특허 재허여 제 24,906 호(아크릴레이트), 미합중국 특허 제 2,857,356 호; 제 2,814,601 호; 및 제 2,736,721 호(실록산) 및 미합중국 특허 제 3,925,283 호(우레탄) 참조.

접착제에 대한 본 발명의 코팅의 이형성은 이 분야에 공지된 여러 방법에 의해 측정할 수 있다. 방법은 최종 생성물이 시트 형태인가 또는 롤 형태(예: 테이프) 인가에 따라 선택된다. 감압성 테이프를 시험하기 위한 여러 방법은 감압성 테이프 협의회(Pressure-Sensitive Tape Council(PSTC))에서 감압성 테이프의 시험방법(Test Methods for Pressure-Sensitive Tapes)으로 보고되어 있다.

하기 실시예에서 제조한 경화된 폴리플루오로폴리에테르 코팅된 기재의 이형 값은 다음과 같이 측정한다:

[건조한 라미네이트 접착제]

폴리실록산 접착제층을 함유하는 테이프 스트립을 폴리플루오로폴리에테르 코팅 표면에 대해 중량 2.3kg의 고무 롤러로 가압하여 감압성 접착 테이프와 폴리플루오로폴리에테르 코팅된 기재로 이루어진 라미네이트를 제조한다. 이어서 이 라미네이트를 가열 노화시킨다. 이형 값은 이형제가 코팅된 기재로부터 접착제 층을 박리각도 180° 및 박리속도 230cm/분으로 분리시키는데 필요한 힘이다.

[용매로부터 접착제 캐스트(cast)]

접착제를 폴리플루오로폴리에테르-코팅 기재에 나이프 코터 또는 다른 적합한 코팅 장치에 의해 적용하고 건조시키고 필요하다면 경화시킨다. 이어서 접착제층의 노출표면을 50µm의 두께를 갖는 폴리에스테르 필름에 적층시킨다. 너비 2.5cm를 갖는 스트립을 상기 라미네이트로 부터 절단하고 이형값을 상기와 같이 측정한다.

감압성 테이프의 재접착 값은 다음과 같이 측정한다:

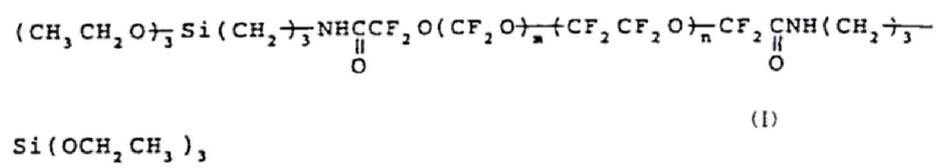
폴리플루오로폴리에테르가 코팅된 기재로부터 제거한 후, 감압성 접착제를 2.3kg의 고무 롤러에 의해 깨끗한 유리 플레이트의 표면에 적용한다. 재접착성 값은 테이프를 230cm/분의 속도로 180°의 각도에서 유리 표면으로부터 끌어당기는데 필요한 힘의 측정값이다.

본 발명의 잇점은 하기 실시예에 더욱더 예시되지만, 이 실시예에 인용된 특정 물질 및 그의 양 뿐 아니라 다른 조건 및 상세한 사항들은 본 발명을 과도하게 제한하는 것으로 해석해서는 안된다. 하기 실시예에서, m 및 n의 모든 값은 평균값이다.

[실시예 1]

이 실시예는 Krytox 1506 폴리플루오로폴리에테르 유체 또는 Krytox 1514 폴리플루오로폴리에테르 유체와 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(이하에서는 화합물 1)으로부터 제조한 코팅의 이형성 및 재접착성에 대한 불활성 유체의 효과를 입증한다.

**화학식 9**



$$\begin{array}{l}
 m = 12 \\
 n = 10
 \end{array}$$

1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로옥탄(FC-75) 60 용량%를 포함하는 용매중에서 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 1) 및 퍼플루오로폴리에테르 유체의

혼합물 6 중량%를 포함하는 5개의 코팅 용액을 제조한다.

5개의 코팅 용액에서, 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란) 대 폴리플루오로폴리에테르 유체의 중량비는 95:5, 90:10, 85:15, 80:20 및 70:30 이다. 사용한 폴리플루오로폴리에테르 유체는 Krytox 1506 및 Krytox 1514 유체이다.

경화촉매인 디부틸틴 디아세테이트(총 폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으로 2중량%)를 각각의 용액에 첨가한다. 이형 라이너는 앞서 언급한 용액을 폴리에틸테레프탈레이트 필름(50 $\mu$ m 두께) 위에 #4 메이어(Meyer)바에 의해 코팅시켜 공칭 코팅 두께 0.5 $\mu$ m를 갖는 코팅을 제조함으로써 제조한다. 이 라이너를 약 25 $^{\circ}$ C에서 약 16시간동안 경화시킨다. 2.3kg의 고무 롤러에 의해 접착제를 라이너에 접촉하도록 가압함으로써 경화된 라이너를 응집적이고 접착성이 있는 메틸실리콘 감압성 접착제를 갖는 접착 테이프(MacDermid MACu Tape P-3)의 2.5cm 너비 스트립에 적층시킨다. 이형 박리력, 재접착 박리력 및 대조 박리력의 초기 값을 박리력 시험기[인스트루멘터즈, 인코포레이티드(Instrumentors, Inc.)에서 시판하는 3M 모델 90]에 의해 측정한다. 180 $^{\circ}$  박리력은 230cm/분의 박리속도에서 측정했다. 라이너로부터 박리시킨 후, 감압성 접착제를 즉시 깨끗한 유리판에 2.3kg의 경질 고무 롤러(2상)에 의해 재접착시키고 180 $^{\circ}$  역박리력(재접착 박리력)을 230cm/분의 박리속도에서 다시 측정한다.

또다른 시험 테이프 조각을 깨끗한 유리판에 접착시키고 앞선 시험에서와 같은 방식으로 시험하여 대조 박리력을 제공한다. 재접착 박리력 대 대조 박리력 비율의 감소는 라이너 물질이 감압성 접착제로 전달되어서 일어나는 것으로 추정한다. 일부 라미네이트에 대해 시험하기 전에 70 $^{\circ}$ C에서 72 시간동안 노화시킨다. 시험결과를 하기 표 1에 나타낸다.

[표 1]

"Krytox" 명칭	화합물(I) 대	이형력 (N/dm)	재접착력 <sup>a</sup> (N/dm)
	유체의 비율		
...	100:0	20.4	30.9
1506	95:5	15.5	32.1
1506	90:10	10.3	31.9
1506	85:15	1.2	42.0
1506	80:20	1.1	42.2
1506	70:30	0.4	35.4
1514	95:5	1.2	41.1
1514	90:10	0.8	43.0
1514	85:15	0.4	40.6
1514	80:20	0.3	37.0
1514	70:30	0.2	32.7

<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 39 N/dm 이다. 본

발명에서 사용한 바와같이, "대조 재접착력"이란 이형 라이너와

접촉하지 않은 접착제의 접착력을 의미한다.

[실시예 2]

이 실시예에는 용매 캐스트 실리콘 접착제를 위한 이형 코팅의 제조를 예증한다. 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로옥탄(FC-75) 60 용량%를 함유하는 용매중의 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 I) 83 중량%와 Krytox 1506 유체 17 중량%의 혼합물 6 중량%를 함유하는 용액을 #4 R.D.S 와이어가 감긴 막대를 사용하여 코팅함으로써 이형 라이너를 PET 필름(50 $\mu$ m)에 적용한다. 용액은 또한 4 중량%의 디부틸틴 디아세테이트(폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으로)를 함유한다. 코팅을 실온에서 공기중에 경화시켰다. 습식-캐스트 실리콘 접착제 DC-355 및 GE-6574를 하기 표 2에 열거한 조건하에서 이형 코팅에 적용한다. 접착제를 건조 및 경화시킨 후, 이를 PET 필름(50 $\mu$ m)에 적층시킨다. 2.5cm 너비의 라미네이트 조각을 이형력 및 재접착력 측정을 위해 절단했다. 상기 측정은 실시예 1에 기재한 방법에 의해 수행한다. 결과는 하기 표 2에 나타낸다.

[표 2]

접착제	이형력(N-dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초기	숙성후	초기	숙성후
DC-355	0.2 <sup>b</sup>	0.3 <sup>b</sup>	63.2 <sup>b</sup>	64.2 <sup>b</sup>
	0.5 <sup>d</sup>	11.9 <sup>d</sup>	66.9 <sup>d</sup>	61.5 <sup>d</sup>
GE-6574	0.3 <sup>c</sup>	0.2 <sup>c</sup>	99.6 <sup>c</sup>	100.1 <sup>c</sup>
	25.6 <sup>e</sup>	...	82.7 <sup>e</sup>	...

새로운 접착제 DC-355에 대한 대조 재접착력 약 82 N/dm; GE-6574의 경우 100 약 N/dm.

1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)중의 18 중량% 용액으로 접착제를 250 $\mu$ m의 습식 필름 두께로 코팅한다. 코팅을 실온에서 24시간동안 건조시키고, 어떠한 촉매도 사용하지 않았다. 70 $^{\circ}$ C에서 24시간동안 라미네이트를 가열시킨 후 초기 이형력을 측정하고; 70 $^{\circ}$ C에서 7일간 지속시킨 후 노화시킨 이형력을 측정한다.

Cadox TS-50 개시제(실리콘을 기본으로 함) 2 중량%를 갖는 톨루엔/크실렌 용액 33 중량%로 접착제를 300 $\mu$ m의 습윤 필름 두께로 코팅한다. 코팅을 70 $^{\circ}$ C에서 10분간 건조시키고 이어서 150 $^{\circ}$ C에서 5분간 경화시킨다. 적층시킨 후 바로 초기 이형력 측정을 하고 70 $^{\circ}$ C에서 3일동안 라미네이트를 가열한 후 노화시킨 이형력을 측정한다.

이 값은 6 중량%의 화합물(1)을 함유함을 제외하고(Krytox 1506 유체는 존재하지 않음) 주(b)에서 기술한 바와 동일한 코팅 용액으로부터 제조한 이형 코팅을 사용하여 얻었다.

이 값은 6 중량%의 화합물(1)을 함유함을 제외하고(Krytox 1506 유체는 존재하지 않음) 주(c)에서 기술한 바와 동일한 코팅 용액으로부터 제조한 이형 코팅을 사용하여 얻었다.

[실시에 3]

이 실시예는 고 함량의 불활성 퍼플루오로폴리에테르 유체를 갖는 이형 코팅의 제조를 입증한다.

1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43) 60 용량%를 함유하는 용매중의 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 1)와 Krytox 1514 유체의 혼합물 1.1 중량%로 이루어진 6개의 코팅 용액을 제조했다. 6개의 코팅용액에서, 폴리플루오로에테르 비스(트리에톡시실란) 대 Krytox 유체의 중량비는 50:50, 25:75, 15:85, 10:90, 5:95 및 0:100 이다. 용액은 또한 경화 촉매로 디부틸틴 디아세테이트(총 폴리플루오로 폴리에테르 첨가량을 기준으로) 4 중량%를 함유한다. 이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감겨진 막대에 의해 PET 필름(50 $\mu$ m)위에 코팅한다. 코팅된 필름을 1분간 110 $^{\circ}$ C에서 가열하고 공기중에서 수시간동안 실온에서 정치시켰다. 실시예 1 및 2에 기재된 공정에 의해 MacDermid P-3 및 DC-355 실리콘 접착제를 사용하여 코팅을 시험했다. 초기 이형력, 노화후 이형력 및 재접착력 값을 측정한다. 결과를 하기 표 3에 나타낸다.

[표 3]

"Krytox" 1514 유체 퍼센트(중량)	접착제	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
		초기	숙성후	초기	숙성후
50	MacDermid	0.3	0.7	33.7	35.3
50	DC-355	0.2	0.3	73.8	72.4
75	MacDermid	0.3	0.3	33.8	33.5
85	MacDermid	0.2	0.2	32.5	33.1
85	DC-355	0.4	0.3	74.7	75.4
90	MacDermid	0.3	1.0	32.0	30.4
90	Dc-355	10.4	...	67.0	...
95	MacDermid	0.8	10.3	31.1	21.4
95	DC-355	15.9	...	68.9	...
100	MacDermid	31.2	35.7	20.9	22.0
100	DC-355	78.4	82.2	25.5	38.3

새로운 접착제에 대한 대조 재접착력: MacDermid P-3은 약 35 N/dm; DC-355는 약 82 N/dm.

[실시예 4]

이 실시예에는 용매 캐스트 과산화물 경화된 접착제를 함유한 이형 코팅의 성능에 대한 불활성 퍼플루오로 폴리에테르 유체의 농도 효과를 입증한다.

폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 1)과 Krytox 1514 유체의 혼합물 1.1 중량%를 포함하는 3개의 코팅 조성물을 제조한다. 3개의 코팅 용액에서, 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란) 대 폴리플루오로폴리에테르 유체의 중량비는 83.3:16.7 75:25 및 67:33 이다. 용액은 또한 경화 촉매로 디부틸린디아세테이트(총 폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으로) 4 중량%를 함유한다. 이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감겨진 막대에 의해 PET 필름(50 $\mu$ m)상에 코팅한다. 코팅을 110 $^{\circ}$ C에서 1분간 경화시킨 후 실온에서 공기중에 하룻밤 교반시킨다.

2 중량%(실리콘 고형물 기준)의 개시제(Cadox TS-50)를 함유한 실리콘 접착제(DC-7406)(톨루엔중의 고형물 33 중량%)를 나이프 코터(300 $\mu$ m 오리피스)에 의해 이형 코팅에 적용한다. 접착제를 70 $^{\circ}$ C에서 10분간 건조시키고 150 $^{\circ}$ C에서 5분간 경화시키고 PET 필름(50 $\mu$ m)에 적층시킨다. 2.5cm 너비의 스트립을 박리 시험 측정용 위해 절단한다. 초기 이형력, 노화(70 $^{\circ}$ C에서 72시간동안)시 이형력 및 재접착력을 실시예 1에 기재된 공정에 의해 평가한다. 결과는 하기 표 4에 나타낸다.

[표 4]

화합물(I) 대 "Krytox" 1514 유체의 중량비	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초 기	숙성후	초 기	숙성후
83.3:16.7	0.7	27.8	65.0	57.0
75:25	1.2	19.1	73.5	64.4
67:33	0.9	1.1	79.7	82.3

새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 77 N/dm 이다.

[실시예 5]

실시예 4에서 사용한 공정에 따라, 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 1)과 각종 폴리플루오로폴리에테르 불활성 유체의 혼합물의 용액 1.1 중량%로부터 이형 코팅을 제조한다. 사용한 용매, 촉매, 코팅조건 및 경화조건은 실시예 4에서 사용한 것과 동일하다. 코팅을 실시예 1 및 2에 기재한 과정에 따라 시험한다. 코팅을 실리콘 접착제(MacDermid P-3 및 DC-355)에 의해 적층시키고 초기 이형력, 노화후 이형력 및 재접착력 값을 측정한다. 결과는 하기 표 5에 나타낸다.

[표 5]

불활성 유체	화합물(I) 대 불활성 유체의 중량비	접착제	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
			초 기	숙성후	초 기	숙성후
"Demnum" S-65	67:33	"MacDermid"	0.6	1.6	32.8	32.6
"Demnum" S-65	67:33	DC-355	0.3	0.3	68.1	69.1
PPE (H) <sub>2</sub> <sup>b</sup>	67:33	"MacDermid"	0.4	0.6	35.4	...
PPE (H) <sub>2</sub> <sup>b</sup>	67:33	DC-355	0.2	0.2	84.6	87.5
"Krytox" 1645	75:25	"MacDermid"	1.5	2.5	40.5	36.7
"Krytox" 1645	75:25	DC-355	1.6	2.4	69.5	66.8

새로운 접착제에 대한 대조 재접착력: MacDermid P-3은 약 34 내지 39 N/dm(로트 사이에 약간 변화가 있음). DC-355는 82 내지 93 N/dm(로트 사이에 약간 변화가 있음).

PPE(H) 는 수소로 종결된 퍼플루오로폴리에테르의 약자이다.

[비교 실시예 A]

실시예 5에 기재된 과정에 따라, 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 1)과 Braycote 815Z 불활성 폴리플루오로폴리에테르 유체의 혼합물 용액 1.1 중량%로부터 이형 코팅을 제조한다. 화학

물(1) 대 활성 유체의 중량비는 67:33이다. 용매, 촉매, 코팅 조건 경화 조건은 실시예 5와 동일하다. 코팅은 실시예 1 및 2에 기재된 공정에 의해 실리콘 접착제(MacDermid P-3 및 DC-355)를 사용하여 시험하고 초기 재접착력 및 노화후 재접착력을 측정한다. 결과는 하기 표 6에 나타난다.

[표 6]

접착제	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초기	숙성후	초기	숙성후
"MacDermid"	5.1	15.1	31.8	24.2
DC-355	2.7	4.9	63.6	65.5

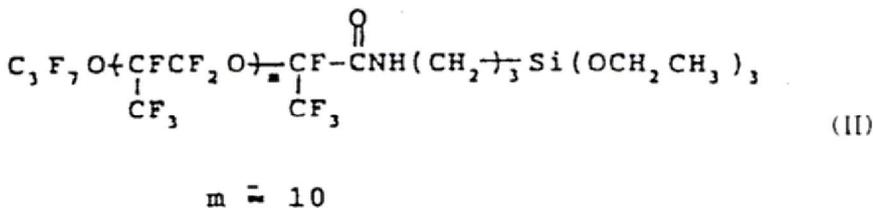
새로운 접착제에 대한 대조 재접착력: MacDermid P-3은 35 N/dm 이고 DC-355는 82 N/dm 이다.

[실시예 7]

이 실시예에는 일작용성 및 이작용성 반응 물질의 혼합물을 사용하는 이형 코팅의 제조를 포함한다.

폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 I), 폴리플루오로폴리에테르 트리에톡시실란(화합물 II)(n=10) 및 Krytox 1514 유체의 혼합물 1.1 중량%로 이루어진 코팅 용액(하기에서는 용액 A로 칭함)을 제조한다.

화학식 10



화합물(I) 대 화합물(II) 대 불활성 유체의 중량비는 1:1:1 이다. 용액 A는 또한 경화촉매로 디부틸틴 디아세테이트(총 폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으로) 4 중량%를 함유한다. 용매는 40 용량%의 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)과 60 용량%의 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43)으로 이루어진다.

제2코팅 용액(하기에서는 용액 B로 칭함)은 용액 A를 제조하기 위해 사용한 방식과 동일한 방식으로 제조한다. 용액 B는 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량% 및 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43) 60 용량%로 이루어진 용매중의 화합물(I)과 화합물(II)의 혼합물 용액 1.1 중량%로 이루어진다. 화합물(I) 대 화합물(II)의 중량비는 1:1 이다. 용액 B에 Krytox 1514 유체는 첨가하지 않는다. 이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감긴 막대에 의해 PET 필름(50μm)위에 코팅하고 110°C에서 1분간 가열하고, 이어서 실온에서 공기중에 1주간 노화시킨다. 코팅을 실시예 1에 나타낸 바와 같이 적층시키고 접착테이프(MacDermid P-3)로 시험한다. 박리력 측정치로부터 나온 결과를 하기 표 7에 나타낸다.

[표 7]

용액	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초기	숙성후	초기	숙성후
A	3.4	6.9	33.5	31.5
B	25.2	27.8	27.4	26.2

새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 35 N/dm 이다.

[실시예 8]

폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물(I))과 Krytox 1514 유체의 혼합물 1.0 중량%를 함유하는 코팅 용액을 제조한다. 용매는 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43) 60 용량%로 이루어진다. 용매는 또한 4 중량%(총 폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으로)의 디부틸틴 디아세테이트를 함유한다. 이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감긴 막대에 의해 폴리이미드필름(Kapton)(25 $\mu$ m)상에 코팅하고 110 $^{\circ}$ C에서 10분동안 경화시킨다. 코팅을 냉각시킨 후, 이들을 2.3kg의 고무 롤러에 의해 실리콘 접착 테이프(3M #92, 미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩처어링 캄파니)의 스트립에 적층시킨다. 라미네이트를 130 $^{\circ}$ C에서 17시간 동안 노화시킨 다음, 실시예 1에 기재된 공정에 따라 이형력 및 재접착력 값을 시험한다. 결과는 하기 표 8에 나타낸다.

[표 8]

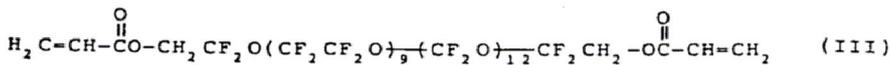
화합물(I) 대 "Krytox" 1514 유체의 중량비	이형력(N/dm)	재접착력(N/dm) <sup>a</sup>
100:0	20.5	26.5
90:10	15.7	25.4
80:20	13.6	24.5
70:30	5.5	25.2

<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 26 N/dm 이다.

[실시예 9]

이 실시예는 Krytox 1514 유체와 폴리플루오로폴리에테르 디아크릴레이트(화합물 III)로부터 제조한 자외선 경화된 이형 코팅의 제조를 기술한다.

**화학식 11**



1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43) 60 용량%로 이루어진 용매중의 100% 폴리플루오로폴리에테르 디아크릴레이트(화합물 III) 및 67 중량%의 화합물(III)과 Krytox 1514 유체 33 중량%의 혼합물 1.1 중량%로 이루어진 코팅 용액을 제조한다.

이 용액을 #4 와이어가 감긴 막대에 의해 PET 필름(50 $\mu$ m)상에 코팅한다. 선속도 20m/분, 질소 대기중에서 및 높은램프 동력하에 PPG모델 1202 자외선 처리장치를 통해 각각 코팅된 기재를 2번 통과시키므로써 경화시킨다. 코팅을 실리콘 접착 테이프(MacDermid P-3)에 적층시키고 라미네이트에 대해 실시예 1에 기재한 공정에 따라 이형력 및 재접착력 값을 시험한다. 결과는 하기 표 9에 나타낸다.

[표 9]

화합물(I) 대 "Krytox" 1514 유체의 중량비	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초기	속성후	초기	속성후
67:33	0.3	0.8	32.6	28.7
100:0	2.7	20.7	36.5	24.9

<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 35 N/dm 이다.

[실시예 10]

이 실시예는 첨가된 광개시제를 갖는 자외선 경화 이형 코팅의 제조를 기술한다.

1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 중의, 2 중량%(폴리플루오로폴리에테르 첨가량을 기준으

로) Darocur 1173 광 개시제와 함께, 폴리플루오로폴리에테르 디아크릴레이트(화합물 III)과 Krytox 1514 유체의 혼합물 6.0 중량%를 함유하는 3개의 코팅 용액을 제조한다. 3개의 혼합물중의 화합물(III) 대 Krytox 1514 유체의 중량비는 100:0, 85:15 및 70:30 이다. 실시예 9에 기재된 공정에 따라 코팅을 적용하고, 경화시키고 시험한다. 결과는 하기 표 10에 나타난다.

[표 10]

화합물(I)대 "Krytox" 1514 유체의 중량비	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초 기	숙성후	초 기	숙성후
85:15	0.3	1.4	34.1	33.2
70:30	0.2	0.5	33.0	29.5
100:0	0.2	17.0	37.8	26.0

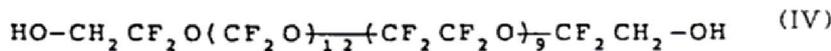
<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 35 N/dm 이다.

[실시예 11]

이 실시예는 우레탄-경화 화학을 근거로하는 이형 코팅의 제조를 기술한다.

코팅 용액(하기에서는 용액 C)은 바이알내에서 폴리플루오로폴리에테르 디올(화합물 IV)(0.85g), 톨루엔 디이소시아네이트(0.12g), Krytox 1514 유체(0.32g) 및 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)(20.2g)을 혼합하므로써 제조한다.

화학식 12



혼합물을 교반하여 용액을 제조한후, 여기에 디부틸틴 디아세테이트(0.022g)을 첨가한다. 코팅 용액(하기에서는 용액 D로 칭함)은 바이알내에서 폴리플루오로폴리에테르 디올(화합물 IV)(1.13g), 톨루엔 디이소시아네이트(0.16g) 및 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)(20.2g)을 혼합하므로써 제조한다. 혼합물을 교반하여 용액 D를 생성한후, 디부틸틴 디아세테이트(0.022g)를 여기에 첨가한다. 용액 C와 용액 D를 PET 필름(50μm)상에 #4 R.D.S. 와이어서 감긴 막대에 의해 코팅하고 코팅을 110℃에서 5분간 경화시킨다. 코팅을 실온에서 공기중에 하룻밤 노화시킨후, 이들을 실시예 2에 나타난 공정에 따라 실리콘 접착제(DC-355)로 시험한다. 이형력 및 재접착력 결과를 하기 표 11에 나타낸다.

[표 11]

코팅	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초 기	숙성후	초 기	숙성후
용액 C	1.4	2.0	60.2	58.1
용액 D	32.5	49.4	58.3	53.3

<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 82 N/dm 이다.

[실시예 12]

이 실시예는 폴리우레탄 기재의 용도를 기재한다.

코팅 용액(하기에서는 용액 E)은 바이알내에서 폴리플루오로폴리에테르 디올(화합물 IV)(0.88g), 톨루엔 디이소시아네이트(0.15g), Krytox 1514 유체(0.26g) 및 1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)(20.15g)을 혼합하므로써 제조한다. 혼합물을 교반시켜 용액을 형성시킨 후, 디부틸틴

디아세테이트(0.052g)를 첨가한다. 코팅 용액(하기에서는 용액 F로 칭함)을 폴리플루오로폴리에테르 디올(화합물 IV)(1.10g), 톨루엔디이소시아네이트(0.19g), 트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113)(20.15g) 및 디부틸틴 디아세테이트(0.052g)로부터 동일한 방식으로 제조한다. 이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감긴 막대에 의해 Gravel Guard 폴리우레탄 필름위에 코팅한다. 코팅을 110℃에서 5분동안 경화시킨후 공기중에서 실온하에 하룻밤 노화시킨다. 이들을 실리콘 접착 테이프 스트립(MacDermid P-3)에 적층시키고 라미네이트에 대해 실시예 1에 기재한 과정에 따라 초기 이형력, 노화후 이형력 및 재접착력을 측정한다. 결과는 하기 표 12에 나타낸다.

[표 12]

코팅	이형력(N/dm)		재접착력(N/dm) <sup>a</sup>	
	초기	숙성후	초기	숙성후
용액 E	0.2	6.6	33.5	23.5
용액 F	21.9	38.1	27.7	22.7

<sup>a</sup> 새로운 접착제에 대한 대조 재접착력은 약 35 N/dm 이다.

[실시예 13]

이 실시예는 경화성 성분의 코팅에 대한 불활성 유체의 오버 코팅을 기술한다.

폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 I)을 PET 필름(50μm)위에 코팅하고 실시예 1에 기재한 바와 동일한 방식으로 경화시킨다. 코팅을 실온에서 하룻밤 경화시킨 후, #4 R.D.S. 와이어가 감긴 막대에 의해 퍼플루오로옥탄(FC-75)중의 Krytox 1506 유체 1 중량% 용액을 오버코팅한다. 용매를 증발시킨 후, 복합 코팅을 실리콘 접착제 스트립(MacDermid P-3)에 적층시키고 실시예 1의 공정에 따라 라미네이트에 대해 초기 이형력, 노화후 이형력 및 재접착력을 측정한다. 결과는 다음과 같다:

이형력: 초기, 0.1 N/dm; 노화후, 0.2 N/dm.

재접착력: 초기, 38.1 N/dm; 노화후, 39.4 N/dm.

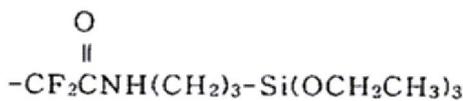
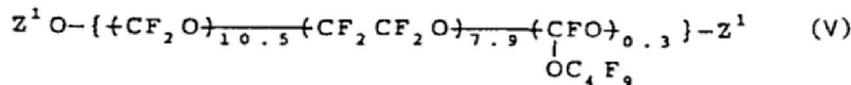
새로운 접착제의 재접착력은 약 39 N/dm 이다.

[실시예 14]

이 실시예는 주쇄에 부착된 펜던트 퍼플루오로에테르 그룹을 갖는 가교결합성 폴리플루오로에테르 중합체의 용도를 기술한다.

1,1,2-트리클로로트리플루오로에탄(Freon 113) 40 용량%와 퍼플루오로트리부틸아민(FC-43) 60 용량%로 이루어진 용매중에서, 경화촉매로 디부틸틴 디아세테이트(총 폴리플루오로폴리에테르를 기준으로) 4 중량%와 함께 폴리플루오로폴리에테르 비스(트리에톡시실란)(화합물 V)와 Krytox 1514 유체의 혼합물(1.7:1.0) 0.97 중량%로 이루어진 코팅 용액을 제조한다.

화학식 13



상기식에서, Z<sup>1</sup> 는  $-CF_2CNH(CH_2)_3-Si(OCH_2CH_3)_3$  을 나타낸다.

이 용액을 #4 R.D.S. 와이어가 감긴 막대에 의해 PET 필름(50μm)상에 코팅하고 코팅을 100℃에서 5분간 경화시킨 후 공기중에서 실온하에 하룻밤 정치시킨다. 실시예 2에 나타난 공정에 따라 실리콘 접착제(DC-355)를 가지고 코팅을 시험한다. 결과는 다음과 같다.

이형력: 초기 0.2 N/dm; 노화후 0.2 N/dm.

재접착력: 초기 78.7 N/dm; 노화후 78.3 N/dm.

새로운 접착제의 대조 재점착력은 약 82 N/dm 이다.

선행의 실시예에서, 나타난 등록상표 및 상표명은 하기 표 13에 열거한 공급처로부터 입수한다.

[표 13]

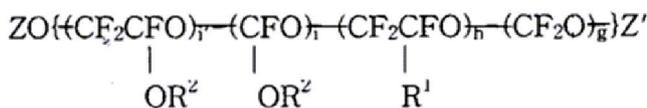
등록상표 또는 상품명	공 급 처
MACu P-3 테이프	백더미드 캄파니, 인코포레이티드
"Freon" 113	이. 아이. 듀폰 드 네모아 앤드 캄파니
"Krytox" 유체	이. 아이. 듀폰 드 네모아 앤드 캄파니
"Kapton" 필름	이. 아이. 듀폰 드 네모아 앤드 캄파니
"FC" 씨리즈 용매	미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩처어링 캄파니
Gravel Guard PU 필름	미네소타 마이닝 앤드 매뉴팩처어링 캄파니
DC-355	다우-코닝 인코포레이티드
DC-7406	다우-코닝 인코포레이티드
GE-6574	제네랄 일렉트릭 캄파니
"Cadox TS-50"	노우리 케미칼 캄파니
"Demnum" 유체(일본, 동경)	다이킨 인더스트리즈
"Braycote" 815Z	브레이 오일 캄파니
PPG Model 1202 UV	피츠버그 플레이트 글래스 캄파니
"Darocur" 1173	이엠 인더스트리즈 인코포레이티드

이 분야에 숙련된자는 본 발명의 범위 및 진의로부터 벗어나지 않으면서 본 발명에 각종 변형 및 변화를 수행할 수 있으며, 본 발명은 여기에 나타난 예시적인 실시태양에 과도하게 제한되지 않음은 물론이다.

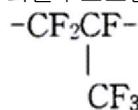
(57) 청구의 범위

청구항 1

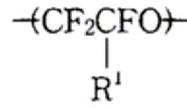
하기 일반식



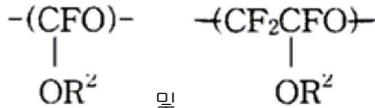
{상기 식에서, Z는 중합체를 형성하는 부가 반응 또는 축합 반응에 참여할 수 있는 작용 부분을 포함하거나 중합체를 형성하는 반응에 참여할 수 없는 불활성 부분을 포함하는 말단 그룹을 나타내고; Z'는 중합체를 형성하는 부가 반응 또는 축합 반응에 참여할 수 있는 작용 부분을 포함하는 말단 그룹을 나타내며; 각각의 R<sup>1</sup>은 독립적으로 불소 또는 선행, 분지형 또는 환형일 수 있는 퍼플루오로알킬 그룹을 나타내며; 각각의 OR<sup>2</sup>는 독립적으로 R<sup>2</sup>가 퍼플루오로알킬 그룹, 또는 구조식  $-(R^3O)-R^4$  (여기에서, 각각의



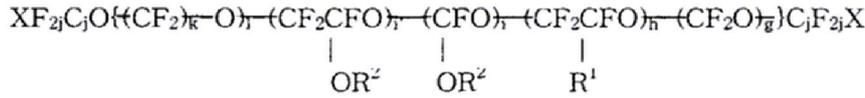
R<sup>3</sup>는 독립적으로 -CF<sub>2</sub>, -CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>- 및  $CF_3$ 로부터 선택되고, R<sub>4</sub>는 선행, 분지형 및 환형 그룹으로부터 선택된 퍼플루오로알킬 그룹을 나타낸다)을 갖는 단위로부터 독립적으로 선택된 하나 이상의 에테르 산소 원자로 치환된 퍼플루오로알킬 그룹을 나타내는 퍼플루오로알콕시 그룹을 나타내며; f는 0 또는 1 내지 6의 값을 갖는 수이며; g는 사슬내에 랜덤하게 분포된 -(CF<sub>2</sub>O)- 단위의 평균 숫자를 나타내는 수이



며, 0 또는 그보다 큰 값을 갖고; h는 사슬을 따라 랜덤하게 분포된 단위의 평균 숫자를 나타내는 수이며, 1 또는 1 보다 큰 값을 갖고; i 및 i'는 같거나 다를 수 있으며, 각각은 사슬내에 분



포된 각각 단위의 숫자를 나타내는 수이며, i 와 i'의 합은 0 또는 그보다 큰 값을 갖고, i/i'의 비는 0 내지 5이며; g/h의 비는 10 미만이며; (i+i')/(g+h)의 비는 0.0 내지 1.5 이며; 수평균 분자량은 약 650 내지 20,000이다}의 하나 이상의 반응성 그룹을 함유하는 폴리플루오로폴리에테르 15 내지 90 중량%, 더 바람직하게는 50 내지 85 중량% 및 하기 일반식



{상기 식에서, 각각의 X는 독립적으로 수소 또는 할로겐을 나타내는데, 단 X가 수소를 나타내면 j는 1 또는 2이고, X가 할로겐을 나타내면 j는 1 내지 5의 정수이고; R<sup>1</sup>, OR<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, f, g, h, i, i'는 상기에서 정의한 바와 같으며, k는 3 또는 4를 나타내며; 1은 1 또는 1 이상의 수를 나타낸다}의 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일 10 내지 85 중량%를 포함하는, 이형 코팅을 제조하기에 적합한 조성물.

**청구항 2**

제1항에 있어서, 상기 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일이 25℃에서 약 20 내지 약 500 센티포이즈의 점도를 갖는 조성물.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 상기 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일이 25℃에서 약 90 내지 약 200 센티포이즈의 점도를 갖는 조성물.

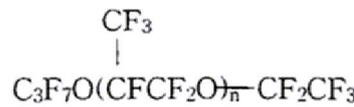
**청구항 4**

제1항에 있어서, 상기 하나 이상의 반응성 그룹을 함유하는 폴리플루오로폴리에테르가 가교결합 또는 중합화 또는 이들 둘다를 수행할 수 있는 조성물.

**청구항 5**

제4항에 있어서, 상기 폴리플루오로폴리에테르의 반응성 그룹이 아크릴레이트, 하이드로실란, 실란올, 실알콕시, 에폭시 및 이소시아네이트로 이루어진 그룹 중에서 선택되는 조성물.

**청구항 6**

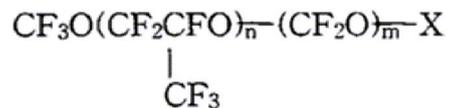


제1항에 있어서, 상기 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일이 (여기에서, n은 약 13, 약 19 또는 약 26이다)인 조성물.

**청구항 7**

제1항에 있어서, 상기 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일이 C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>O(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>-CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> (여기에서, n은 약 25이다)인 조성물.

**청구항 8**



제1항에 있어서, 상기 불활성 폴리플루오로폴리에테르 오일이 (여기에서, n은 약 16이고, m은 약 10이며, X는 CF<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>F<sub>5</sub>, C<sub>3</sub>F<sub>7</sub> 또는 C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>를 나타낸다)인 조성물.

**청구항 9**

제1항의 조성물과 증발성 플루오로카본, 클로로플루오로카본 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹으로부터 선택된 용매를 포함하고, 기재 상에 얇고 연속적인 코팅을 부착시키기에 충분히 낮은 점도를 갖는 용액.

**청구항 10**

제9항의 조성물로부터 형성되고, 열 또는 화학선 에너지에 의해 가교결합된 코팅을 갖는 기재.

**청구항 11**

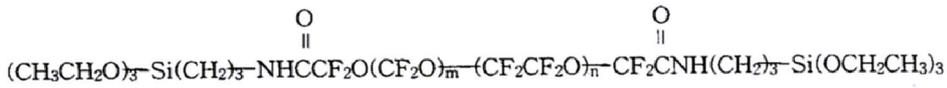
하나의 주요 표면에 감압성 접착제 층을 갖고 다른 주요 표면에 제1항의 조성물로부터 제조한 이형 코팅을 갖는 배면을 포함하는 테이프.

**청구항 12**

제11항에 있어서, 상기 감압성 접착제가 실리콘 중합체를 포함하는 테이프.

**청구항 13**

제1항에 있어서, 상기 하나 이상의 반응성 그룹을 함유하는 폴리플루오로폴리에테르가



(여기에서, m은 약 12이고, n은 약 10이다)이고; 상기 불활성 폴리플루오로에테르 오일이

