

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁷
C08L 83/07
C09D 183/06
C08K 3/22

(45) 공고일자 2005년07월22일
(11) 등록번호 10-0502862
(24) 등록일자 2005년07월13일

(21) 출원번호 10-2002-0065414
(22) 출원일자 2002년10월25일

(65) 공개번호 10-2004-0036400
(43) 공개일자 2004년04월30일

(73) 특허권자 도레이새한 주식회사
경북 구미시 임수동 93-1

(주)해은캠텍
경기도 안산시 신길동 1124

(72) 발명자 김상필
경상북도구미시임은동427-2새한사택디동509

서기봉
경상북도구미시임은동427-2새한사택디동710

이문복
경상북도구미시도량동88번지3차주공아파트314-1301호

이정우
경상북도구미시송정동한신아파트104-402호

정광춘
서울특별시강남구도곡동46534/6개포4차우성아파트9-711

공명선
서울특별시강남구일원동614현대4차아파트904

김창수
경상남도의령군대의면마쌍리226-1

(74) 대리인 김태준

심사관 : 허수준

(54) 실리콘 수성 에멀전 이형액 및 이를 이용한 이형필름

요약

본 발명은 점착라벨, 양면 테이프 등에 사용되는 이형 필름 및 이에 사용되는 이형제와 이형액에 관한 것으로서, 피착제로부터의 박리성이 우수함은 물론 이형층과 기재와의 접착성이 우수한 이형필름을 제공하는 것을 목적으로 하여 안출된 것이다.

본 발명은 비닐변성 콜로이드 실리카 분산액, 백금킬레이트 촉매 분산액 및 폴리실록산 수분산 실리콘 에멀전을 포함한 이형제, 상기 이형제를 2.5~30중량%의 고형분이 되도록 물에 분산시켜 얻어지는 이형액, 및 상기 이형액을 기재에 도포 건조시켜 형성된 이형필름에 관한 것이다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 일반적인 이형필름을 개략적으로 도시한 단면도이다.

(도면의 주요부분의 부호의 설명)

1 : 기재 2 : 이형층

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 점착라벨, 벗김라벨스티커, 양면테이프 등에 사용되는 이형제와 이형액 및 이를 이용한 이형필름에 관한 것으로서, 특히 수성 에멀전 실리콘 이형제에 변성 콜로이드 실리카를 첨가한 이형제를 물에 분산시킨 이형액과, 상기 이형액으로 이형층을 형성시켜 기재와 이형층의 접착력을 크게 증가시키고 동시에 박리력이 우수한 특성을 지닌 이형 필름에 관한 것이다.

일반적으로 이형필름은 도1에 나타낸 바와 같이 이형층(2)을 형성하는 이형제를 플라스틱 필름이나 시트, 종이 또는 부직포 등의 기재(1)에 적정두께로 도포하여 제조된다. 예를들어, USP 5,672,428, USP 5,728,339 등에는 플라스틱 필름이나 플라스틱시트를 성형한 후 이형제를 도포하여 이형층을 형성시키는 기술이 개시되어 있다.

그러나, 상기와 같은 방법에 의해 제조되는 통상의 이형필름은 피점착층과 접촉한 후 이형될때 요구되는 박리력이 크게 요구될수록 기재와 이형제간의 접착력은 약하게 되며, 이형층의 벗겨짐 현상이나 용매에 용해되기 쉬운 등의 문제점을 야기한다.

기재와 이형제간의 접착력을 향상시키기 위한 종래의 방법으로, 기재로 사용하는 플라스틱 필름의 경우 필름 표면에 크롬산 처리, 오존처리, 코로나 처리, 화염처리, 이온방사선 처리와 같은 화학적 처리를 하거나, 또는 특히 폴리에스터 필름의 경우에는 친화성이 큰 변성 폴리에스터, 부분 가수분해된 에틸렌-비닐아세테이트 공중합체, 폴리비닐부티랄 등과 같이 극성이 높은 고분자로 표면을 처리하는 방법등이 알려져 있다.

또한, 이형층과 피점착층과의 박리력과, 기재와 이형층 사이의 접착력을 향상시키기 위한 일 방법으로, USP 5,298,325에서는 기재필름에 프라이머층을 형성시킨 후 2차적으로 오프라인(off-line)에서 이형층을 형성시키는 방법이 제안되어 있는데, 이러한 경우에는 제조공정이 2차 공정을 거치게 되어 공정이 번거롭고 제조가격이 상승되는 문제가 있다.

일반적으로 이형필름에서 이형층과 기재사이의 접착력을 높이면 박리력이 저하되고, 이형성을 향상시키기 위해 박리력을 크게하면 기재와의 접착력이 저하된다.

종래의 이형필름 제조 기술로 USP 5,672,428, USP 5,728,339등에서는 플라스틱 기재에 인-라인(in-line)용 실리콘 수성 에멀전형 이형제를 1회 도포하여 이형필름을 제조함에 있어서, 필름과 이형제의 접착성 향상을 위해 수분산 폴리에스터, 수분산 아크릴, 글리시독시 알콕시실란과 같은 접착성 향상제를 이형제와 혼합하여 사용하는 기술이 제안되어 있다.

한편, 플라스틱 필름에 이형제를 인-라인 코팅하여 이형필름을 제조시 연신이라는 변형공정을 거치게 되므로 추가적으로 이형제와 기재와의 접착성 및 평활성에 유의해야 한다. 플라스틱 기재에 이형제를 인-라인 코팅시 이형층의 평활도가 나빠지는 이유는 이형제 코팅 후 연신과정이나 아닐린 과정을 거칠때 팽창이나 수축이 일어나며 이때 이형층의 불균일 팽창이나 불균일 수축이 일어나거나, 또는 열전달의 불균일성으로 인한 가교속도의 차이에 의해 부분가교가 일어나기 때문이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 이형 필름에 사용되는 기재와 이형제간의 접착력이 우수함과 동시에 피점착층과 박리력이 우수한 특성을 지닌 이형 필름을 제공하는데 있다.

본 발명의 또 다른 목적은 유기용제를 사용하는 이형제 대신에 비닐변성 콜로이드 실리카를 포함하는 실리콘 수성 에멀전 이형제를 사용함에 의해 이형필름 제조 공정 중 유해한 유기용제의 휘발이 없도록 함은 물론 인-라인에서 이형층을 형성시켜 제조공정을 단순화 하는데 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 고형분 10~40중량%를 함유하는 비닐변성 콜로이드 실리카 분산액 1~10중량%, 고형분 12~25중량%를 함유하는 백금킬레이트 촉매 분산액 0.1~5중량% 및 고형분 30~60중량%를 함유하는 폴리실록산 수분산 실리콘 에멀전을 잔량으로 구성하는 실리콘 수성 에멀전 이형체에 관한 것이다.

본 발명은 또한 상기 실리콘 수성 에멀전 이형체를 2.5~30중량%의 고형분이 되도록 물에 분산시켜 이루어지는 구성의 실리콘 수성 에멀전 이형액에 관한 것이다.

본 발명은 또한 상기 실리콘 수성 에멀전 이형액을 기재에 도포 건조하여 이루어지는 이형필름에 관한 것이다.

이하에서 본 발명을 구체적으로 설명한다.

본 발명에서 변성 콜로이드 실리카 분산액은 10~30중량%의 콜로이드 실리카와 비닐기를 가지는 알콕시실란 화합물이나 중합체를 반응과 동시에 물에 분산시켜 얻어진다. 상기 비닐변성 콜로이드 실리카는 실리카 핵을 중심으로 기재와 결합력을 증진시킬 수 있는 극성 수산기와 화학결합을 이룰 수 있는 비닐기를 동시에 가지며, 이형체의 이형성 저하를 초래하지 않는 것이어야 한다. 이러한 비닐변성 콜로이드 실리카는 콜로이드 실리카와 비닐알콕시실란과의 반응에 의하여 수득된다. 이때 비닐알콕시실란은 가수분해되면서 콜로이드 실리카의 표면의 수산기와 축합반응하여 비닐관능기를 지닌 비닐변성 콜로이드 실리카로 된다. 또한 아미노기를 포함하는 아미노트리알콕시실란 역시 가수분해되어 실리카 표면과 반응하고, 이 표면에 존재하는 아민과 비닐기를 포함하는 카르복시산이 반응하여 표면에 비닐기를 지닌 화합물이 형성된다. 또한, 고분자에 아민기를 포함하는 유기실란 고분자를 콜로이드 실리카와 직접 반응시킨 후, 비닐기를 포함하는 카르복시 화합물과 반응시켜 비닐변성 콜로이드 실리카를 얻을 수 있다.

상기 콜로이드 실리카와 반응하여 비닐변성 콜로이드 실리카를 이루는 화합물 중 비닐기를 포함하는 유기실란 화합물로는 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 알릴트리에톡시실란, 3-(트리메톡시실릴)프로필아크릴레이트, 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트, 3-(트리에톡시실릴)프로필아크릴레이트, 3-(트리에톡시실릴)프로필메타크릴레이트 및 N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]-N'-(4-비닐벤질)에틸렌디아민하이드로클로라이드로 이루어지는 군에서 선택되는 단독 또는 이들의 2종 이상의 혼합형태가 사용될 수 있다.

상기 콜로이드 실리카와 반응하여 비닐변성 콜로이드 실리카를 이루는 화합물 중 아민을 포함하는 유기실란 화합물로는, γ -아미노프로필트리메톡시실란, γ -아미노프로필트리에톡시실란, γ -아미노프로필메틸디메톡시실란, γ -아미노프로필디메틸에톡시실란, N-페닐- γ -아미노프로필트리메톡시실란, N-페닐- γ -아미노프로필트리에톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필트리메톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필트리에톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필메틸디메톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필디메틸에톡시실란, N'-[3-(트리메톡시실릴)프로필]디에틸렌디아민 및 N-[4-(트리메톡시실릴)부틸]에틸렌디아민으로 이루어지는 군에서 선택되는 단독 또는 이들의 2종 이상의 혼합형태가 사용될 수 있다.

본 발명에서 아민변성 콜로이드 실리카와 반응하여 비닐변성 콜로이드 실리카를 형성하는 카르복시기를 포함하는 비닐 단량체로는 아크릴산 유도체 또는 메타크릴산 유도체 등이 있으며, 예를 들어 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 비닐아세트산, 비닐프로피온산 및 이들 중 2종 이상의 혼합물로 이루어지는 그룹 중에서 선택된 것이 사용될 수 있다.

비닐변성 콜로이드 실리카를 이루는 유기실란기를 가지는 축합 중합체로는, 예를 들어, N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]폴리에틸렌이민하이드로클로라이드, N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]폴리에틸렌이민 등이 있다.

본 발명에 사용되는 비닐변성 콜로이드 실리카의 입자크기는 1~500nm (보다 바람직하게는 1~100nm)의 범위가 바람직하다. 또한 상기 비닐변성 콜로이드 실리카의 고형분은 이형액중 1~10중량% 범위가 바람직하는데, 1중량% 미만으로 포함되는 경우 기재와의 결합력이 충분치 못하여 이형층이 기재에서 쉽게 떨어지는 문제점이 있을 수 있으며, 10중량%를 초과하는 경우 가교도 및 분산성이 저하되고 이형층의 평활성이 저하되는 문제점이 있을 수 있다.

본 발명에서 상기 백금킬레이트 촉매는 고형분 12~25중량%인 수분산액을 사용하며, 이형체에는 0.1~5중량% 포함시키는 것이 좋다. 상기 백금킬레이트 촉매로서는 백금 담지 카본 또는 백금 담지 실리카, 염화 백금산, 백금-올레핀 착체, 백금-알코올 착체, 백금-아민 착체, 백금 배위화합물 등을 예로 들 수 있다. 백금킬레이트 촉매 용액의 사용량이 0.1중량% 미만인 경우 경화가 늦어져서 코팅공정상의 오염문제를 야기하는 문제점이 있을 수 있으며, 5중량%를 초과하는 경우는 경화속도의 향상이 크게 나타나지 않으며, 또한 경제성 측면에서도 바람직하지 않다.

폴리실록산 수분산 에멀전 이형체는 평균 입자 크기가 0.01~1 μ m 범위가 바람직하며, 비닐폴리실록산수지 30~40중량%, 하이드로폴리실록산수지 1~10중량%, 비이온성 계면활성제 0.1~5중량% 및 잔량으로서 물을 포함하여 이루어지며, 고형분이 30~60중량% 범위인 것을 사용하는 것이 바람직하다.

상기 비닐폴리실록산수지는 분자내에 비닐기를 함유하며, 비닐기가 분자 중의 어느 부분에 존재하여도 좋지만 특히 분자의 말단에 존재하는 것이 바람직하다. 또한 분자구조는 직쇄상 또는 분지상이라도 좋으며, 직쇄와 분지가 함께 있는 구조도 좋다. 실리콘 원자에 결합된 메틸기 대신에 치환 또는 비치환의 탄소수 1 내지 20의 탄화수소기가 될 수 있으며, 구체적으로는 에틸기, 프로필기, 부틸기, 헥실기, 도데실기, 테트라데실기, 헥사데실기, 옥타데실기 등의 알킬기; 페닐기, 톨릴기 등의 아릴기; β -페닐에틸기, β -페닐탄화수소기, 클로로메틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기 등이 있지만, 메틸기의 단위가 70몰% 이상 함유된 것이 평활성 및 이형성을 향상시켜 주며, 80몰% 이상인 것이 더욱 바람직하다. 70몰% 미만인 경우 평활성과 이형성이 부족하게 되는 문제점이 있을 수 있다. 본 발명에서 비닐폴리실록산의 분자량은 특히 한정되는 것은 아니지만 25 $^{\circ}$ C에서의 점도가 10 내지 10,000cSt(더욱 바람직하게는 100 내지 5,000cSt)범위가 바람직하다. 10cSt 미만인 경우는 경화가 어려워지는 문제점이 있을 수 있으며, 10,000cSt를 초과하는 경우는 표면 평활성이 저하되는 문제점이 있을 수 있다.

본 발명에 있어서 경화제로 사용되는 하이드로폴리실록산수지의 분자구조는 특히 한정된 것은 아니고, 직쇄상, 분지상 또는 환상의 어느 쪽이라도 좋으며, 이들의 혼합물도 좋다. 또한 점도나 분자량도 한정되지는 않지만, 상기 비닐폴리실록산수지와 상용성이 양호하여야 하며, 사용량은 상기 비닐폴리실록산수지의 비닐기 1개에 대하여 실리콘 원자에 결합한 수소원자가 0.5 내지 1개의 범위가 되는 것이 바람직하다. 비닐폴리실록산수지의 비닐기 1개에 대하여 실리콘 원자에 결합한 수소원자가 0.5개 미만인 경우 양호한 경화성을 얻지 못하게 되는 문제점이 있을 수 있으며, 5개를 초과하는 경우 경화 후의 탄성이나 물리적 성질이 저하되는 문제점이 있을 수 있다.

본 발명에 있어서, 비닐폴리실록산에 비하여 하이드로폴리실록산의 양이 많으면 가교가 많이 진행되어 유연성이 감소하여 막의 균열이 생성되어 평활성이 감소한다.

본 발명에 사용되는 비이온성 계면활성제로서는 폴리옥시에틸렌 알킬에테르, 폴리옥시프로필렌 알킬에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페닐에테르, 폴리에틸렌글리콜 지방산 에스테르, 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌 소르비탄 지방산 에스테르, 글리세린 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌글리세린 지방산 에스테르, 폴리글리세린 지방산 에스테르, 프로필렌글리콜 지방산 에스테르 등을 예로 들 수 있고, 특히 폴리옥시에틸렌 알킬에테르, 폴리옥시에틸렌 알킬페닐에테르가 바람직하고, 이들을 단독으로 또는 2종 이상을 혼합하여 사용하는 것이 가능하다.

본 발명에서 실리콘 수성 에멀전 이형제와 이형액 중의 콜로이달 실리카와 구상 실리콘수지의 평균입경은 0.001~100 μ m가 바람직하는데, 0.001 μ m 미만은 제조가 매우 어렵고, 100 μ m를 초과하는 것은 에멀전의 안정성 및 도포 후의 표면 평활성이 충분하지 않다는 문제점이 있을 수 있다.

본 발명의 실리콘 수성 에멀전 이형액은 폴리에스터, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리염화비닐, 나일론 등과 같은 소재의 플라스틱 필름, 크라프트지, 부직포, 천 등 위에 직접 도포될 수 있으며, 전체 고형분 함량이 2.5~20중량% 범위가 되는 것이 바람직하다.

상기 기재는 기재와 이형층 사이에 강한 화학결합을 위하여 코로나처리 등 표면처리가 수행된 후 이형제를 도포할 수 있으며, 기재의 두께는 20~1500 μ m범위가 바람직하다. 또한, 상기 기재의 이형층 형성 표면에 통상의 화학적 결합을 강화하는 공지의 프라이머층과 같은 화학처리층이 미리 형성될 수 있다. 이때 이형층의 두께는 5 μ m이하(더욱 바람직하게는 3 μ m이하)가 바람직하다.

이하에서 본 발명을 실시예 및 비교예들을 좀더 구체적으로 설명하나, 이들에 의해 본 발명의 범위가 국한되는 것은 아니다.

[합성예 1]

비닐변성 콜로이달 실리카의 제조는 100중량부의 콜로이달 실리카(실리카 고형분 30중량%, 평균입자크기 7nm)를 상온에서 강하게 교반하면서 10중량부의 알릴트리메톡시실란을 상온에서 1시간 동안에 걸쳐 적하한 후 2시간을 유지하였다. 그 후 온도를 80 $^{\circ}$ C로 승온시키고, 6시간 동안 유지 반응시켜 비닐변성 콜로이달 실리카를 수득하였다.

[합성예 2]

질소도입구, 교반기 및 온도계를 부착한 3구플라스크에서, 질소분위기에서 100중량부의 콜로이달 실리카(실리카 고형분 30중량%, 평균입자크기 15nm)를 넣고, 강하게 교반하면서 5중량부의 γ -아미노프로필트리메톡시실란을 적하한 후 2시간 동안 유지하였다. 그 후 온도를 80 $^{\circ}$ C로 승온시킨 상태에서 6시간 유지 반응시켜 아민변성 콜로이달 실리카를 제조하였다. 반응 혼합물의 온도를 상온으로 냉각하고 강하게 교반하면서 5중량부의 비닐아세트산을 첨가하여 비닐변성 콜로이달 실리카를 수득하였다.

[합성예 3]

질소도입구, 교반기 및 온도계를 부착한 3구플라스크에서, 질소분위기에서 100중량부의 콜로이달 실리카(실리카 고형분 30 중량%, 평균입자크기 7nm)를 넣고 상온에서 강하게 교반하면서 50중량부의 N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]폴리에틸렌이민 하이드로클로라이드(30% 수용액)를 첨가하여 용해한 후, 온도를 60 $^{\circ}$ C로 승온시킨 상태에서 8시간 동안 유지반응시켰다. 반응 혼합물을 상온으로 냉각하고 5중량부의 아크릴산을 첨가하여 최종 비닐변성 콜로이달 실리카를 수득하였다.

[실시예 1]

350g의 메틸비닐폴리실록산(비닐말단 폴리실록산, 분자량 780)과 70g의 메틸수소폴리실록산(130cSt)을 반응기에 넣고 호모믹서를 이용하여 2,000rpm에서 교반 혼합한 후, 5g의 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(부가몰수 9), 5g의 폴리옥시에틸렌라우릴에테르(부가몰수 23) 및 100g의 물을 가한 후 6,000rpm 으로 교반하며 반응시키고, 점도가 크게 증가하면 2,000rpm으로 교반시켰다. 이 반응혼합물에 270g의 물을 가하고 고압 호모믹서로 처리한 후 200g의 증류수로 희석하여 수성 에멀전을 수득하였다.

교반장치가 있는 반응기에 100중량부의 상기 에멀전을 옮겨 300중량부의 증류수로 희석하고, 실온에서 교반하면서 5중량부의 염화백금산-올레핀착체 수분산액(고형분 20중량%)과, 상기 합성예 1에서 제조한 변성 콜로이달 실리카 10중량부를 첨가하고, 12시간 동안 교반하여 균일한 백탁 실리콘 수분산 에멀전 이형액을 제조하였다. 이 분산액을 105 $^{\circ}$ C로 3시간 건조시켜 불휘발분을 측정할 결과 불휘발분이 12중량%이었고, 분산액 중의 입자의 평균입경을 전자현미경을 이용하여 측정한 결과 0.1 μ m이었다.

상기와 같이 조성한 실리콘 수지를 적용할 이축연신 폴리에스터 필름의 제조는 통상의 방법에 따라 250℃~300℃의 압출 공정을 거쳐 100℃에서 종방향 5배, 횡방향 5배 연신을 행하였다. 이때 특정한 위치에서 코터를 통과하면서 단면 혹은 양면에 이형제를 도포한 후 200℃에서 20초간 20m/s의 풍속 조건하에서 열고정 과정을 거쳐 이형 필름을 제조하였다.

[실시예 2]

380g의 메틸비닐폴리실록산(비닐말단 폴리실록산, 분자량 780)과 40g의 메틸수소폴리실록산(점도 130cSt)를 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하여 이형필름을 제조하다.

[실시예 3]

400g의 메틸비닐폴리실록산(비닐말단 폴리실록산, 분자량 780)과 20g의 메틸수소폴리실록산(점도 130cSt)를 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하였다. 이 분산액을 실온에서 건조한 것은 탄성이 있는 백색 분말이고, 전자현미경으로 관찰한 결과 1μm의 구상이었다.

[실시예 4]

575중량부의 증류수를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[실시예 5]

200중량부의 증류수를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[실시예 6]

합성예 2에 의한 비닐변성 콜로이드 실리카를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[실시예 7]

합성예 3에 의한 비닐변성 콜로이드 실리카를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[실시예 8]

합성예 1에 의한 비닐변성 콜로이드 실리카를 10중량부 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[실시예 9]

합성예 1에 의한 비닐변성 콜로이드 실리카를 40중량부 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[비교예 1]

비닐변성 콜로이드 실리카를 사용하지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[비교예 2]

비닐변성시키지 않은 콜로이드 실리카(실리카 고형분 30중량%, 평균입자크기 7nm)를 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일하게 실시하였다.

[비교예 3]

변성 콜로이드 실리카를 사용하지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[비교예 4]

변성 콜로이드 실리카를 사용하지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일하게 실시하였다.

상기 실시예 및 비교예에서 제조된 이형필름들의 물성을 측정하여 하기 표1에 나타내었으며 측정방법은 하기 방법에 의해 측정하였다. 이때 박리력, 잔류접착율과 점착력 측정은 표면성 시험기(HEIDON 14DR)를 사용하였으며, -180° 벗김각도, 벗김속도 300mm/분, 샘플 크기 4cm×15cm, 박리력 측정크기는 100mm, 박리력 단위는 g/in 이며 측정값은 5회 측정하여 평균값을 산출하였다.

1. 박리력

- 시료 준비

① 실리콘 코팅된 측정용 샘플을 23℃, 65%RH 에서 24시간 보존

② 실리콘 코팅면에 표준 점착테이프(TESA7475) 를 붙인후 이 샘플을 60℃에서20g/cm²의 하중으로 20시간 압착

③ 23℃, 65%RH에서 3시간 방치후 물성 측정

- 측정 기기 : 표면성 시험기(HEIDON 14DR)

- 측정 방법 :

① 180°벗김각도, 벗김속도 300mm/분

② 샘플 크기 400mm×1500mm, 박리력 측정크기 100mm

- 측정 데이터 : 박리력 단위는 g/in 이며 측정값은 5회 측정하여 평균값 산출

2. 잔류점착율

- 시료 준비 :

① 실리콘 코팅된 측정용 샘플을 23℃, 65%RH 에서 24시간 보존

② 실리콘 코팅면에 표준 점착테이프(TESA7475) 를 붙인후 이 샘플을

60℃에서 20g/cm²의 하중으로 20시간 압착

③ 23℃, 65%RH에서 3시간 방치후 박리력 측정

④ 상기 박리력 측정하고 난 점착 테이프를 오염없도록 수거후 표면이

깨끗한 PET FILM면에 점착면을 2kg의 테이프 로라 (ASTMD-1000-55T) 에서 1회 왕복압착

⑤ 박리력 측정

- 측정 기기 : 표면성 시험기(HEIDON 14DR)

- 측정 방법 : ① 180°벗김각도, 벗김속도 300mm/분

② 샘플 크기 400mm×1500mm, 박리력 측정크기 100mm

- 데이터

이형박리력을 측정한 후의 점착테이프 박리력

잔류 점착률(%) = ----- × 100

PET 필름에 대한 새 점착 테이프의 박리력

3. 점착제의 점착력변화

- 시료 준비 :

① 실리콘 코팅된 폴리에스터 필름을 7일간 60℃, 70%RH 조건하 순환오븐(Covection oven, Heraeus사, 모델 HC 4033)을 사용하여 에이징

② 23℃, 65%RH에서 3시간 방치후 실리콘 코팅면에

표준접착테이프(TEESA7475)를 붙인후 박리력 측정

- 측정 기기 : 표면성 시험기(HEIDON 14DR)

- 측정 방법 :

- ① 180°벗김각도, 벗김속도 300mm/분
- ② 샘플 크기 4cm×15cm, 박리력 측정크기 100mm

- 데이터

(에이징 전 박리력 - 에이징후 박리력)

$$\text{박리력 변화(\%)} = \frac{\text{에이징 전 박리력} - \text{에이징후 박리력}}{\text{에이징 전 박리력}} \times 100$$

에이징 전 박리력

4. 내용매성

- 시료 준비 :

- ① 실리콘 코팅된 시료를 상온(25℃)에서 3시간 방치후 사용
- ② 메틸에틸케톤, 아세톤을 각각 면봉에 묻혀 코팅층을 일정한 힘으로 10회 왕복 문지른 후 물성 측정

- 측정 방법 : 전자현미경 (Hitachi 모델 S2000-150) 3,000 배율로 확인

- 데이터 :

- ① ◎(우수) : 전체적으로 지워지거나 벗겨진 부분이 없음
- ② △(보통) : 지워지고 벗겨진 부분이 다수 나타남
- ③ ×(불량) : 심각한 벗겨짐이 있어 뚜렷이 지워진 부분이 나타남.

[표 1]

	이형액 조성부							박리력 (평균± 편차)		잔류 접착율(%)	AGING 후(재외의) 접착력 변화(%)	내용매성
	(A)	(B)	(C)	(D)	(E)	(F)	(G)	1일	7일			
실시예 1	35	7	3.18	0	1	3	375	5.2± 0.4	6.1± 0.7	89	11.0	◎
실시예 2	38	4	3.18	0	1	3	375	5.3± 0.2	6.4± 0.4	95.3	9.5	◎
실시예 3	40	2	3.18	0	1	3	375	7.1± 0.3	7.5± 0.5	88.2	18	○
실시예 4	38	4	3.18	0	1	3	375	5.4± 0.3	6.4± 0.4	93.8	22	◎
실시예 5	38	4	3.18	0	1	3	275	6.1± 0.3	7.7± 0.5	92.4	33	◎
실시예 6	38	4	4.0	0	1	3	373	5.3± 0.4	6.4± 0.5	94.7	23	◎
실시예 7	38	4	2.91	0	1	3	375	6.5± 0.3	8.1± 0.5	93.2	35	◎
실시예 8	38	4	1.59	0	1	3	368	7.3± 0.4	8.7± 0.7	88.0	25	○
실시예 9	38	4	6.36	0	1	3	388	8.9± 0.5	9.7± 0.8	90.3	15	◎
비교예 1	38	4	0	0	1	1	361	7.1± 1.2	13.4± 1.9	83.5	92	△
비교예 2	38	4	0	2.5	1	3	376	7.9± 1.7	18.7± 2.4	85.0	140	×
비교예 3	35	7	0	0	1	1	361	6.1± 1.4	17.5± 5.7	82.3	220	△
비교예 4	40	2	0	0	1	1	361	7.1± 1.9	23.4± 6.3	81.3	270.5	△

(A): 비닐폴리실록산

- (B): 하이드로폴리실록산
- (C): 비닐변성 콜로이드실리카
- (D): 변성시키지 않은 콜로이드 실리카
- (E): 백금킬레이트 촉매
- (F): 계면활성제
- (G) 물

발명의 효과

상기 실시예 및 비교예에서 확인되듯이 본 발명에 따른 이형필름은 비닐변성 콜로이드 실리카를 포함하는 실리콘 수성 에멀전 이형제를 사용하여 인-라인 제조 공정을 거쳐 유해한 유기용제의 휘발 없이 이형필름의 제조가 가능하며, 또한 이렇게 제조되어진 실리콘 이형 필름은 기재와 이형층의 접착력이 우수할 뿐만 아니라 피점착제와의 박리력이 우수한 특성을 지닌다.

이와 같이 본 발명에 의해 제조된 이형 필름은 접착라벨, 벗김라벨스티커, 양면 테이프 등의 다양한 분야에 적용시킬 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

고형분 10~40중량%를 함유하는 비닐변성 콜로이드 실리카 분산액 1~10중량%, 고형분 12~25중량%를 함유하는 백금킬레이트 촉매 분산액 0.1~5중량% 및 고형분 30~60중량%를 함유하는 폴리실록산 수분산 실리콘 에멀전을 잔량으로 구성하는 것을 특징으로 하는 실리콘 수성 에멀전 이형제.

청구항 2.

고형분 10~40중량%를 함유하는 비닐변성 콜로이드 실리카 분산액 1~10중량%, 고형분 12~25중량%를 함유하는 백금킬레이트 촉매 분산액 0.1~5중량% 및 고형분 30~60중량%를 함유하는 폴리실록산 수분산 실리콘 에멀전으로 구성된 이형제를 물에 분산시켜 상기 이형제의 고형분 2.5~30중량%를 함유하는 것을 특징으로 하는 실리콘 수성 에멀전 이형액.

청구항 3.

제2항에 있어서, 상기 비닐변성 콜로이드 실리카가 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 알릴트리메톡시실란, 알릴트리에톡시실란, 3-(트리메톡시실릴)프로필아크릴레이트, 3-(트리에톡시실릴)프로필아크릴레이트, 3-(트리메톡시실릴)프로필메타크릴레이트, 3-(트리에톡시실릴)프로필메타크릴레이트 및 N-[3-(트리메톡시실릴)프로필]-N'-(4-비닐벤질)에틸렌디아민하이드로클로라이드로 이루어진 군에서 선택되는 단독 또는 이들의 2종 이상의 혼합형태인 비닐알콕시실란 및 콜로이드 실리카와의 반응에 의하여 제조된 것을 특징으로 하는 상기 실리콘 수성 에멀전 이형액.

청구항 4.

제2항에 있어서, 상기 비닐변성 콜로이드 실리카가 γ -아미노프로필트리메톡시실란, γ -아미노프로필트리에톡시실란, γ -아미노프로필메틸디메톡시실란, γ -아미노프로필디메틸에톡시실란, N-페닐- γ -아미노프로필트리메톡시실란, N-페닐- γ -아미노프로필트리에톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필트리메톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필트리에톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필메틸디메톡시실란, N- β -(아미노에틸)- γ -아미노프로필디메틸에톡시실란, N'-[3-(트리메톡시실릴)프로필]디에틸렌트리아민 및 N-[4-(트리메톡시실릴)부틸]에틸렌디아민으로 이루어진 군에서 선택되는 단독 또는 이들의 2종 이상의 혼합형태인 아민을 포함하는 유기실란 및 콜로이드 실리카와의 반응하여 아민변성 콜로이드 실리카를 제조하고, 상기 아민변성 콜로이드 실리카와 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, 비닐아세트산 및 비닐프로피온산으로 이루어진 군에서 선택되는 단독 또는 이들의 2종 이상의 혼합형태인 카르복실기를 함유하는 비닐단량체와의 반응에 의하여 제조된 것을 특징으로 하는 상기 실리콘 수성 에멀전 이형액.

청구항 5.
삭제

청구항 6.

제2항에 있어서, 상기 백금킬레이트 촉매 분산액이 백금 담지 카본, 백금 담지 실리카, 염화 백금산, 백금-올레핀 착체, 백금-알코올 착체, 백금-아민 착체 및 백금 배위화합물로 이루어진 군에서 선택되는 어느 하나의 백금킬레이트 촉매가 물에 분산되어 제조된 것을 특징으로 하는 상기 실리콘 수성 에멀전 이형액.

청구항 7.

제2항의 실리콘 수성 에멀전 이형액을 폴리에스터 필름에 도포 및 건조시켜 이형층이 형성된 것을 특징으로 하는 이형필름.

도면

도면1

