



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년11월14일
 (11) 등록번호 10-1675452
 (24) 등록일자 2016년11월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C09J 4/00 (2006.01) C09J 11/06 (2006.01)
 C09J 133/06 (2006.01)
 (52) CPC특허분류
 C09J 4/00 (2013.01)
 C09J 11/06 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2015-0115124
 (22) 출원일자 2015년08월17일
 심사청구일자 2015년08월17일
 (56) 선행기술조사문헌
 JP07102228 A*
 KR1020060073805 A*
 KR1020090008702 A*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 태영화학공업 주식회사
 경기도 양주시 남면 휴암로284번길 403-79
 (72) 발명자
 백승진
 서울특별시 강남구 인주로30길 56, 비동 2806호
 (도곡동, 타워팰리스)
 (74) 대리인
 특허법인 웰

전체 청구항 수 : 총 9 항

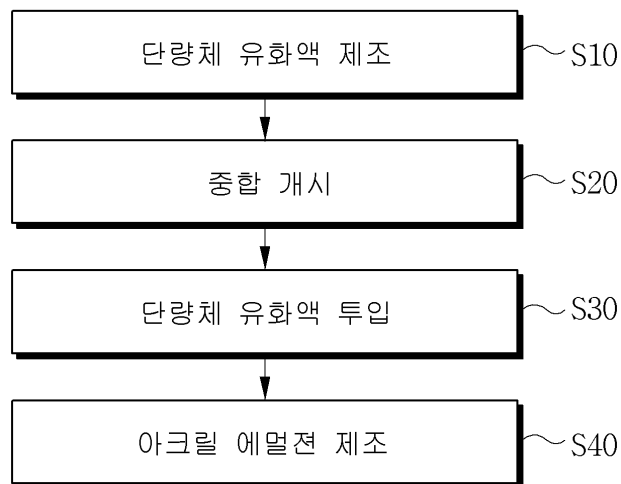
심사관 : 김란

(54) 발명의 명칭 **내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법**

(57) 요약

저온(-20℃)에서도 점착력이 저하되지 않고 점착제의 벗겨짐 발생이 없는 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법에 관한 것으로, 증류수, 부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타크릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하는 단량체 조성물, 음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제를 포함하는 구성을 마련하여, 상온(25℃) 대비 저온(-20℃) 점착력 감소율을 개선할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류
C09J 133/06 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

증류수,

부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타크릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하는 단량체 조성물,

음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제를 포함하는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제.

청구항 2

제1항에서,

상기 음이온성 유화제는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 또는 알파올레핀술포산소다이고, 상기 비이온성 유화제는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 인 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제.

청구항 3

제1항에서,

상기 음이온성 유화제는 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2~3 중량부를 포함하고, 상기 비이온성 유화제는 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2~4 중량부를 포함하는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제.

청구항 4

제1항에서,

상기 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 30 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 40 중량%, 에틸아크릴레이트 10 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 4 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고,

상기 음이온성 유화제로서 알파올레핀술포산소다를 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2.5 중량부 포함하고, 상기 비이온성 유화제로서 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르를 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 3 중량부 포함하는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제.

청구항 5

(a) 용기에 증류수를 넣고, 음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제 넣어 교반한 후, 단량체 조성물을 낙하 투입하여 단량체 유화액을 제조하는 단계,

(b) 가열 장치가 마련된 반응기에 증류수를 넣고 승온하여 교반하고, 과황산암모늄의 용액을 첨가하여 중합을 개시하고, 상기 단량체 유화액을 투입하는 단계,

(c) 상기 단계 (b)의 종료 후, 승온하고 숙성 중합하여 아크릴 에멀전을 제조는 단계를 포함하고,

상기 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타크릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법.

청구항 6

제5항에서,

상기 과황산암모늄의 용액은 증류수 5 중량부에 과황산암모늄 0.5 중량부를 녹인 것을 특징으로 하는 아크릴 에

멸전 점착제의 제조방법.

청구항 7

제5항에서,

상기 단계 (a)에서 교반은 500rpm의 교반 속도로 10분간 실행하고,

상기 단량체 조성물은 20분간 낙하 투입되는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법.

청구항 8

제5항에서,

상기 단계 (b)에서 승온은 80℃로 실행되고, 교반은 80rpm의 속도로 실행되고, 상기 단량체 유화액을 투입은 3 시간 동안 분할 투입되는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법.

청구항 9

제5항에서,

상기 단계 (c)에서 승온은 85℃로 실행되고, 숙성 중합은 2시간 동안 실행되는 것을 특징으로 하는 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법에 관한 것으로, 특히 저온(-20℃)에서도 점착력이 저하되지 않고 점착제의 벗겨짐 발생이 없는 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 최근 유기 용제형 점착제는 방출되는 휘발성 유기화합물로 인해 작업자 및 사용자에게 환경적인 측면에서 문제 점을 발생시키고 있어 수성 및 수용성 점착제로의 변화가 한창 진행 중이다. 그로 인해 최근 사용되고 있는 수성 점착제로는 주로 아크릴계 모노머의 유화중합으로 이루어진 아크릴계 에멀전이 사용되고 있다.

[0004] 새로운 환경 기준에도 부합하면서 작업성 향상을 위하여 수성 아크릴계 점착제가 널리 사용되기 시작하였다. 수성 아크릴 에멀전 점착제의 경우 용매를 이용한 점착제의 단점을 쉽게 극복할 수 있어 최근의 세계적인 환경 규제 문제를 해결할 수 있다. 특히 공업용, 사무용뿐 아니라 의료용으로 사용되는 점착제의 경우 잔류 용매가 인체에 해를 미칠 수 있어 더욱더 수용성 점착제의 가치가 증대되고 있다.

[0005] 그러나 수성 아크릴계 점착제는 상온에서는 점착력이 우수하지만 온도가 0℃ 이하로 내려가면 점착력이 감소되고, 점착제 벗겨짐이 발생하는 단점이 있다.

[0006] 즉, 아크릴 에멀전은 물에 불용인 모노머를 유화제 또는 계면활성제를 이용하여 물속에 모노머를 유화시킨 후 중합 개시제를 사용하여 라디칼 반응에 의해 유화 중합된 미립자의 상태이다. 아크릴 에멀전 점착제의 장점은 상온(25℃)에서 점착력이 우수하지만, 단점은 저온(-20℃)에서 점착력이 저하되는 문제가 있다.

[0008] 이러한 기술의 일 예가 하기 문헌 1 및 2 등에 개시되어 있다.

[0009] 예를 들어, 하기 특허문헌 1에는 2-EHA(2-ethylhexyl acrylate), BA(Butyl acrylate) 및 EA(Ethyl acrylate)로 구성된 주성분 아크릴 수지 모노머에 AAEM이 첨가하여 유화된 모노머에 아크릴아미드(Acrylamide) 및 아크릴산(Acrylic acid)를 첨가하는 프리 에멀전의 제조 단계, 상기 프리 에멀전에 산화 촉매로 APS(ammonium persulphate) 및 환원촉매로 SBS(Sodium bisulphate)를 첨가하는 아크릴 점착제의 합성 단계 및 상기 아크릴 점착제 100 중량부에 CR-라텍스, SBR-라텍스 및 NBR-라텍스로 구성된 군중에서 선택된 라텍스 100 내지 300 중량부를 첨가하여 수성 및 속건 기능을 갖게 하는 단계를 포함하는 수성 아크릴 에멀전 속건형 점착제의 제조방법에 대해 개시되어 있다.

[0010] 또 하기 특허문헌 2에는 물 30 ~ 50중량%, 유화제 0.5 ~ 1.5중량%, 2-에틸 헥실 아크릴레이트 모노머(2-Ethyl

hexyl acrylate monomer) 10 ~ 20중량%, 스티렌 모노머(Stylene monomer) 12 ~ 22중량%, 아크릴산 모노머 (Acryl acid monomer) 0.5 ~ 1.5중량%, N-메틸올 아크릴아미드 모노머(N-methylol acrylamide monomer) 1 ~ 3 중량%, 암모늄 퍼설파이트(Ammonium persulphate) 0.2 ~ 0.4중량%, 소듐 비설파이트(Sodium bisulphate) 0.1 ~ 0.3중량%, 암모니아수(Ammonium hydroxide water) 0.5 ~ 1.5중량%, 난연제 2 ~ 10중량%, 점도조절제 1 ~ 30중량%의 비율로 포함하는 수성 아크릴 에멀전 점착제 조성물에 대해 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1318340호(2013.10.08 등록)
- (특허문헌 0002) 대한민국 등록특허공보 제10-1329239호(2013.11.07 등록)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 그러나 상술한 바와 같은 종래의 기술에 의한 아크릴 에멀전 점착제는 상온(25℃) 상태 점착력 대비 저온(-20℃) 상태 점착력의 감소율이 30% 이상으로 되어 내한성이 문제로 되었다.
- [0015] 본 발명의 목적은 상술한 바와 같은 문제점을 해결하기 위해 이루어진 것으로서, 저온 점착력을 상승시켜 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제를 제공하는 것이다.
- [0016] 본 발명의 다른 목적은 저온에서도 점착제의 벗겨짐 현상을 방지할 수 있는 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0018] 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제는 증류수, 부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타트릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하는 단량체 조성물, 음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제에서, 상기 음이온성 유화제는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 또는 알파올레핀술포산소다이고, 상기 비이온성 유화제는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 인 것을 특징으로 한다.
- [0020] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제에서, 상기 음이온성 유화제는 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2~3 중량부를 포함하고, 상기 비이온성 유화제는 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2~4 중량부를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제에서, 상기 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 30 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 40 중량%, 에틸아크릴레이트 10 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타트릴레이트 4 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 상기 음이온성 유화제로서 알파올레핀술포산소다를 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 2.5 중량부 포함하고, 상기 비이온성 유화제로서 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르를 상기 단량체 조성물 100 중량부에 대해 3 중량부 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0022] 또한, 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법은 (a) 용기에 증류수를 넣고, 음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제 넣어 교반한 후, 단량체 조성물을 낙하 투입하여 단량체 유화액을 제조하는 단계, (b) 가열 장치가 마련된 반응기에 증류수를 넣고 승온하여 교반하고, 과황산암모늄의 용액을 첨가하여 중합을 개시하고, 상기 단량체 유화액을 투입하는 단계, (c) 상기 단계 (b)의 종료 후, 승온하고 숙성 중합하여 아크릴 에멀전을 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0023] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법에서, 상기 과황산암모늄의 용액은 증류수 5 중량부에 과황

산암모늄 0.5 중량부를 녹인 것을 특징으로 한다.

- [0024] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법에서, 상기 단계 (a)에서 교반은 500rpm의 교반 속도로 10분간 실행하고, 상기 단량체 조성물은 20분간 낙하 투입되는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법에서, 상기 단계 (b)에서 승온은 80℃로 실행되고, 교반은 80rpm의 속도로 실행되고, 상기 단량체 유화액을 투입은 3시간 동안 분할 투입되는 것을 특징으로 한다.
- [0026] 또 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조방법에서, 상기 단계 (c)에서 승온은 85℃로 실행되고, 숙성 중합은 2시간 동안 실행되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0028] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법에 의하면, 점착성 단량체의 유리전이 온도를 조절하고 2-에틸부틸아크릴레이트와 수산기 가교성 단량체 조성을 최적화하여 아크릴 에멀전 점착제의 상온(25℃) 대비 저온(-20℃) 점착력 감소율을 개선하는 효과가 얻어진다.
- [0029] 또, 본 발명에 따른 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법에 의하면, 상온 및 저온에서의 초기 점착력 및 상온 및 저온에서의 점착력을 만족하며, 저온에서 점착제의 벗겨짐 현상을 방지할 수 있다는 효과가 얻어진다.

도면의 간단한 설명

- [0031] 도 1은 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조 과정을 설명하기 위한 공정도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0032] 본 발명의 상기 및 그 밖의 목적과 새로운 특징은 본 명세서의 기술 및 첨부 도면에 의해 더욱 명확하게 될 것이다.
- [0033] 종래의 아크릴 에멀전 점착제는 상온(25℃) 상태 점착력 대비 저온(-20℃) 상태 점착력의 감소율이 30% 이상 되어 내한성이 문제되었다. 본 발명은 이러한 문제점을 개선하기 위하여 연구한 결과, 점착성 단량체의 유리전이 온도를 조절하고 2-에틸부틸아크릴레이트와 수산기 가교성 단량체 조성을 최적화될 때 아크릴 에멀전 점착제의 상온(25℃) 대비 저온(-20℃) 점착력 감소율이 개선되었다.
- [0035] 이하, 본 발명에 따른 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제의 제조에 대해 도 1에 따라 설명한다.
- [0036] 도 1은 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제의 제조 과정을 설명하는 공정도이다.
- [0037] 먼저, 혼합 용기에 증류수 40 중량부를 넣고, 음이온성 유화제와 비이온성 유화제를 혼합한 유화제 넣어 후 500rpm의 교반 속도로 10분간 교반한 후, 단량체 조성물 100 중량부를 20분간 서서히 낙하 투입하여 단량체 유화액을 제조한다(S10).
- [0038] 상기 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 또는 알파올레핀술포산소다를 적용하고, 상기 비이온성 유화제는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르를 적용한다.
- [0039] 상기 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타크릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함한다.
- [0040] 상기 단량체 조성물의 각각의 특징은 하기 표 1과 같다.

표 1

구분	분자량(g/mole)	비 중	굴절률(20℃)	Tg(℃)	
단량체	부틸아크릴레이트	128.17	0.894	1.4187	-55
	2-에틸헥실아크릴레이트	184.28	0.885	1.4330	-65
	에틸아크릴레이트	100.11	0.919	1.4054	-22
	부틸메타크릴레이트	142.20	0.890	1.4240	22
	메틸메타크릴레이트	100.12	0.944	1.4118	105
	2-하이드록시에틸아크릴레이트	116.10	1.110	1.4469	-15
	N-메틸롤아크릴아마이드	101.11	1.185	1.4130	55
	아크릴 산	72.06	1.100	1.4224	106

[0041]

[0042]

다음에 상기 혼합 용기와 다른 가열 장치가 마련된 반응기에 환류 냉각기와 교반기, 온도계를 설치한 후 증류수 30 중량부를 넣고 80℃로 승온하여 80rpm의 교반 속도로 교반하고, 과황산암모늄의 용액을 첨가하여 중합을 개시한다(S20).

[0043]

상기 과황산암모늄의 용액은 증류수 5 중량부에 과황산암모늄 0.5 중량부를 녹인 용액의 5%인 것을 사용한다.

[0044]

이어서, 상기 단계 S20에서 중합의 개시를 확인한 후, 상기 단계 S10에서 마련된 단량체 유화액과 과황산암모늄의 용액을 3시간 동안 분할 투입한다(S30).

[0045]

상기 단계 S30의 종료 후, 85℃로 승온하고 2시간 동안 숙성 중합하여 아크릴 에멀전을 제조한다(S40).

[0047]

본 발명에 따른 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%와 수산기 가교성 단량체인 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2~3 중량%를 적용하는 경우, 품질 기준인 상온(25℃)에서 초기점착력(Ball Tack) : No. 6 이상일 것, 저온(-20℃)에서 초기 점착력(Ball Tack) : No. 3 이상일 것, 상온(25℃)에서 점착력 : 800 gf/25mm 이상일 것, 저온(-20℃)에서 점착력 : 700 gf/25mm 이상일 것, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐 발생이 없을 것을 만족한다.

[0048]

즉, 본 발명에 따른 아크릴 에멀전 점착제는 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 저온에서 초기 점착력 No. 3 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하고, 저온(-20℃)에서 점착력 700 gf/25mm 이상을 만족하며, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐 발생이 없었다.

[0049]

한편, 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 30~40 중량%이고, 수산기 가교성 단량체가 2 중량% 미만이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 저온에서 초기 점착력 No. 3 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온(-20℃)에서 점착력 700 gf/25mm 미만으로 되고, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.

[0050]

또 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 30~40 중량%이고, 수산기 가교성 단량체가 3 중량% 초과이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족 하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온에서 초기 점착력 No. 2 이하로 되고, 저온(-20℃)에서 점착력 700 gf/25mm 미만이며, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.

[0051]

또한, 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 30 중량% 미만이고, 수산기 가교성 단량체가 2 중량% 미만이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 저온에서 초기 점착력 No. 3 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온(-20℃)에서 점착력 600 gf/25mm 이하로 되고, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.

[0052]

단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 30 중량% 미만이고, 수산기 가교성 단량체가 2~3 중량%이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온에서 초기 점착력 No. 2 이하이고, 저온(-20℃)에서 점착력 700 gf/25mm 미만이며, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.

- [0053] 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 30 중량% 미만이고, 수산기 가교성 단량체가 3 중량% 초과이면, 상온에서 초기 점착력 No. 5 이하이고, 저온에서 초기 점착력 No. 3 이하이고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 미만이며, 저온(-20℃)에서 점착력 600 gf/25mm 이하이고, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.
- [0054] 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 40 중량% 초과이고, 수산기 가교성 단량체가 2 중량% 미만이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 저온에서 초기 점착력 No. 3 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온(-20℃)에서 점착력 600 gf/25mm 이하이고, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.
- [0055] 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 40 중량% 초과이고, 수산기 가교성 단량체가 2~3 중량% 이면, 상온에서 초기 점착력 No. 6 이상을 만족하고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 이상을 만족하지만, 저온에서 초기 점착력 No. 2 이하이고, 저온(-20℃)에서 점착력 700 gf/25mm 미만이며, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.
- [0056] 또한, 단량체 조성물 중에서 2-에틸헥실아크릴레이트가 40 중량% 초과이고, 수산기 가교성 단량체가 3 중량% 초과이면, 상온에서 초기 점착력 No. 5 이하이고, 저온에서 초기 점착력 No. 2 이하이고, 상온(25℃)에서 점착력 800 gf/25mm 미만이고, 저온(-20℃)에서 점착력 600 gf/25mm 이하이며, 저온(-20℃) 점착력 테스트시 벗겨짐이 발생하였다.
- [0058] 상술한 바와 같이, 본 발명은 단량체 조성물에 대해 각각의 성분의 배합비를 조합하여 수많은 실험을 거쳐 완성되었으나, 이하에서는 당업자가 용이하게 이해하고 실시할 수 있을 정도의 바람직한 실시 예 1~6 및 비교 예 1~9를 통하여 설명한다.
- [0059] 이하 본 발명에 따른 단량체 조성물 및 유화제의 구체적인 배합비에 대해서만 기술한다.
- [0060] 또한, 단량체는 중량%로 기술하며, 유화제의 중량부는 단량체 100 중량부에 대한 것으로 기재한다.
- [0061] [실시 예 1]
- [0062] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30 중량%, 에틸아크릴레이트 10 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르 황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0063] [실시 예 2]
- [0064] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 39 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30 중량%, 에틸아크릴레이트 20 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술폰산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0065] [실시 예 3]
- [0066] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 35 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 35 중량%, 에틸아크릴레이트 10 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르 황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0067] [실시 예 4]
- [0068] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 35 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 35 중량%, 에틸아크릴레이트 18 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술폰산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0069] [실시 예 5]

[0070] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 31 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 40 중량%, 에틸아크릴레이트 20 중량%, 메틸메타크릴레이트 3 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 2 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 3 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0071] [실시 예 6]

[0072] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 30 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 40 량%, 에틸아크릴레이트 10 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 4 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술포산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0074] [비교 예 1]

[0075] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 50 중량%, 에틸아크릴레이트 31 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 1 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0076] [비교 예 2]

[0077] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 50 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 10 중량%, 에틸아크릴레이트 21 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 1 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술포산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0078] [비교 예 3]

[0079] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 45 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 10 중량%, 에틸아크릴레이트 22 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 5 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0080] [비교 예 4]

[0081] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 20 중량%, 에틸아크릴레이트 30 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 1 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0082] [비교 예 5]

[0083] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 25 중량%, 에틸아크릴레이트 11 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 5 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

[0084] [비교 예 6]

[0085] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 20 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 50 중량%, 에틸아크릴레이트 18 중량%, 부틸메타크릴레이트 5 중량%, 메틸메타크릴레이트 3 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 1 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.

- [0086] [비교 예 7]
- [0087] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 26 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 45 중량%, 에틸아크릴레이트 20 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 1 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술폰산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0088] [비교 예 8]
- [0089] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 20 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 50 중량%, 에틸아크릴레이트 13 중량%, 부틸메타크릴레이트 5 중량%, 메틸메타크릴레이트 3 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 5 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌알킬아릴 에스테르 황산암모늄 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0090] [비교 예 9]
- [0091] 단량체 조성물은 부틸아크릴레이트 26 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 50 중량%, 부틸메타크릴레이트 10 중량%, 메틸메타크릴레이트 5 중량%, 2-하이드록시에틸아크릴레이트 5 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하고, 음이온성 유화제로는 알파올레핀술폰산소다 2.5 중량부와 비이온성 유화제로는 폴리옥시에틸렌옥틸페닐에테르 2.5 중량부를 포함시켜 아크릴 에멀전 점착제를 제조하였다.
- [0093] 상술한 실시 예 및 비교예 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제는 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름과 라벨지에 시험편을 제작하여 물성 테스트를 하였다.
- [0094] 상기 PET 필름은 점착제 도포면에 핀홀, 표면 거칠기 없을 것을 기준으로 하여 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제를 폴리에틸렌 필름 위에 건조두께 25 μ m로 도포한 후 챔버 온도 120 $^{\circ}$ C에서 5분간 건조하였다. 점착제가 도포된 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름을 이형지와 합지 한 후 24시간 숙성하여 점착력 테스트를 위한 폴리에틸렌 시험편을 제작하였다.
- [0095] 상기 라벨지는 점착제 도포면에 핀홀, 표면 거칠기 없을 것을 기준으로 하여 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제를 이형지위에 건조두께 20 μ m로 도포한 후 챔버 온도 120 $^{\circ}$ C에서 5분간 건조하였다. 점착제가 도포된 이형지를 라벨(label)지와 합지한 후 24시간 숙성하여 초기 점착력 테스트를 위한 라벨지 시험편을 제작하였다.
- [0096] 점착력은 상온(25 $^{\circ}$ C) 점착력, 저온(-20 $^{\circ}$ C) 점착력, 상온상태 대비 점착력 감소율을 구분하여 측정하였다.
- [0097] 상기 상온(25 $^{\circ}$ C) 점착력은 800 gf/25mm 이상을 기준으로 하며, 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제의 점착력 테스트는 KS T 1028 (점착테이프 및 점착 시트의 시험 방법)에 의한 방법으로 하였다.
- [0098] 이를 위해, 시험편은 폭 25mm, 길이 250mm 이상으로 제작하고, 시험판은 SUS 304를 사용하여 시험판에 시험편을 붙이고 2kg 압착 롤러로 300mm/min 속도로 1회 왕복 압착하였다. 25 $^{\circ}$ C에서 20분 방치 후 박리속도 300mm/min로 180 $^{\circ}$ 당겨 점착력을 측정하였다.
- [0099] 상기 저온(-20 $^{\circ}$ C) 점착력은 680 gf/25mm 이상을 기준으로 하며, 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제의 점착력 테스트는 KS T 1028 (점착테이프 및 점착 시트의 시험 방법)에 의한 방법으로 하였다.
- [0100] 이를 위해, 시험편은 폭 25mm, 길이 250mm 이상으로 제작하고, 시험판은 SUS 304를 사용하여 시험판에 시험편을 붙이고 2kg 압착 롤러로 300mm/min 속도로 1회 왕복 압착하였다. -20 $^{\circ}$ C에서 20분 방치 후 박리속도 300mm/min로 180 $^{\circ}$ 당겨 점착력을 측정하였다.
- [0101] 상기 상온상태 대비 점착력 감소율은 점착력 감소율 15% 이내를 기준으로 하여 다음과 같이 계산한다.
- [0102] 점착력 감소율(%)=(상온 점착력-저온 점착력) / 상온 점착력 x 100
- [0104] 저온(-20 $^{\circ}$ C) 경시 점착력(-20 $^{\circ}$ C x 24시간 방치)은 저온(-20 $^{\circ}$ C) 경시 점착력, 상온상태 대비 저온(-20 $^{\circ}$ C) 경시 점착력 감소율로 구분하여 측정하였다.
- [0105] 상기 저온(-20 $^{\circ}$ C) 경시 점착력은 600 gf/25mm 이상을 기준으로 하며, 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제의 점착력 테스트는 KS T 1028 (점착테이프 및 점착 시트의 시험 방법)에 의한 방법으로 하였다.
- [0106] 이를 위해, 시험편은 폭 25mm, 길이 250mm 이상으로 제작하고, 시험판은 SUS 304를 사용하여 시험판에 시험편을

붙이고 2kg 압착 롤러로 300mm/min 속도로 1회 왕복 압착하였다. -20℃에서 24시간 방치 후 박리속도 300mm/min 로 180° 당겨 점착력을 측정하였다.

[0107] 상기 상온상태 대비 저온(-20℃) 경시 점착력 감소율은 저온(-20℃) 경시 점착력 감소율 25% 이내를 기준으로 하여 다음과 같이 계산한다.

[0108] 저온(-20℃) 경시 점착력 감소율(%)=(상온 점착력- 저온(-20℃) 경시 점착력) / 상온 점착력 x 100

[0110] 초기 점착력(볼 시험법)은 상온(25℃) 초기 점착력과 저온(-20℃) 초기 점착력을 구분하여 측정하였다.

[0111] 상기 상온(25℃) 초기 점착력은 볼 번호 6 이상을 기준으로 하며, 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제의 초기 점착력 테스트는 KS T 1028 (점착테이프 및 점착 시트의 시험 방법)에 의한 방법으로 하였다.

[0112] 이를 위해, 시험편은 폭 10mm 이상, 길이 250mm 이상으로 제작하며, 볼 텍(Ball Tack) 시험 장치의 경사각은 30°, 경사판은 플라스틱판이고, 보조주행로 길이는 100mm이며 보조 주행로에 투명한 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름을 붙이며, 점착면 주행로 길이도 100mm로 하였다. 상온(25℃)에 방치 한 라벨지 시편을 폴리에틸렌 뒷면에 붙이고, 보조주행로에 맨 위에서 볼을 굴리고, 볼이 점착면 주행로 거리 100mm에 가장 가까운 곳에서 5초 이상 정지한 볼 번호를 초기 점착력 측정으로 하였다.

[0113] 상기 저온(-20℃) 초기 점착력은 볼 번호 3 이상을 기준으로 하며, 본 발명에 따라 제조된 아크릴 에멀전 점착제의 초기 점착력 테스트는 KS T 1028 (점착테이프 및 점착 시트의 시험 방법)에 의한 방법으로 하였다.

[0114] 이를 위해, 시험편은 폭 10mm 이상, 길이 250mm 이상으로 제작하고, 볼 텍 시험 장치의 경사각은 30°, 경사판은 플라스틱판이고, 보조주행로 길이는 100mm이며 보조 주행로에 투명한 폴리에틸렌테레프탈레이트 필름을 붙이고, 점착면 주행로 길이도 100mm로 하였다. 또 저온(-20℃)에 20분 방치 한 라벨지 시편을 폴리에틸렌 뒷면에 붙이고, 보조주행로에 맨 위에서 볼을 굴리고, 볼이 점착면 주행로 거리 100mm에 가장 가까운 곳에서 5초 이상 정지한 볼 번호를 초기 점착력 측정으로 하였다.

[0115] 상술한 바와 같은 테스트 조건에 따라 실시 예 1 내지 6에 의한 결과는 하기 표 2와 같다.

표 2

구 분			실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	
테스트 결 과	점착력 (gf/25mm)	상온(25℃)	기준 800 gf/25mm 이상	860	810	880	830	880	890
		저온(-20℃)	680 gf/25mm 이상	750	700	790	720	790	800
		상온(25℃)상태 대비 점착력 감소율(%)	점착력 감소율 15% 이내	12.8	13.6	10.2	13.3	10.2	10.1
	저온(-20℃) 경시변화	저온(-20℃) 경시점착력	600 gf/25mm 이상	680	660	730	650	770	770
		상온(25℃)상태 대비 저온(-20℃)경시점착력 감소율(%)	저온(-20℃)경시점착력 감소율 25% 이내	20.9	18.5	17.0	21.7	12.5	13.5
	초기점착력 (볼 시험법)	상온(25℃)	볼 번호 6 이상	No. 6	No. 6	No. 8	No. 7	No. 6	No. 7
		저온(-20℃)	볼 번호 3 이상	No. 3	No. 3	No. 4	No. 3	No. 4	No. 4
	저온(-20℃) 점착력 테스트시 점착제 벗겨짐 발생		벗겨짐 無	無	無	無	無	無	無
	Tg(℃)			-40.9	-43.6	-41.5	-44.0	-46.4	-42.7

[0116]

[0117] 또 상술한 바와 같은 테스트 조건에 따라 비교 예 1 내지 9에 의한 결과는 하기 표 3과 같다.

표 3

구분			비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5	비교예 6	비교예 7	비교예 8	비교예 9	
테스트 결과	점착력 (gf/25mm)	상온(25℃)	기준 800 gf/25mm 이상	830	900	770	840	750	820	890	760	790
		저온(-20℃)	680 gf/25mm 이상	550	600	530	530	550	580	600	550	520
		상온(25℃)상태 대비 점착력 감소율(%)	점착력 감소율 15% 이내	33.7	33.3	31.2	36.9	26.7	29.3	32.6	27.6	34.2
	저온(-20℃) 경시변화	저온(-20℃) 경시점착력	600 gf/25mm 이상	500	580	540	520	530	570	520	540	500
		상온(25℃)상태 대비 저온(-20℃)경시점착력 감소율(%)	저온(-20℃)경시점착력 감소율 25% 이내	39.8	35.6	29.9	38.1	29.3	30.5	41.6	28.9	36.7
	초기점착력 (불 시험법)	상온(25℃)	불 번호 6 이상	No. 8	No. 7	No. 5	No. 6	No. 4	No. 7	No. 6	No. 5	No. 5
		저온(-20℃)	불 번호 3 이상	No. 3	No. 4	No. 3	No. 3	No. 2	No. 4	No. 4	No. 2	No. 2
	저온(-20℃) 점착력 테스트시 점착제 벗겨짐 발생		벗겨짐 없음	有	無	無	有	無	有	有	無	有
	Tg(℃)			-30.4	-35.2	-33.2	-39.2	-37.9	-46.2	-46.1	-45.5	-47.5

[0118]

[0119]

상기 테스트 결과에서 알 수 있는 바와 같이, 부틸아크릴레이트 30~40 중량%, 2-에틸헥실아크릴레이트 30~40 중량%, 에틸아크릴레이트 10~20 중량%, 부틸메타크릴레이트 0~10 중량%, 메틸메타크릴레이트 3~5 중량%, 2-하이드록시에틸 2~3 중량%, N-메틸롤아크릴아마이드 1~2 중량%와 아크릴산 2 중량%를 포함하는 단량체 조성물을 포함하는 본 발명에 의해, 아크릴 에멀전 점착제의 단점인 저온(-20℃)에서의 점착력 저하의 문제를 해결할 수 있었다.

[0121]

이상 본 발명자에 의해서 이루어진 발명을 상기 실시 예에 따라 구체적으로 설명하였지만, 본 발명은 상기 실시 예에 한정되는 것은 아니고 그 요지를 이탈하지 않는 범위에서 여러 가지로 변경 가능한 것은 물론이다.

산업상 이용가능성

[0123]

본 발명에 따른 내한성이 우수한 아크릴 에멀전 점착제 및 그 제조방법을 사용하는 것에 의해 저온(-20℃)에서의 점착력 저하의 문제를 해결할 수 있다.

도면

도면1

