

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl.	(45) 공고일자	2006년10월16일
<i>C09J 9/00</i> (2006.01)	(11) 등록번호	10-0634137
<i>C09J 109/00</i> (2006.01)	(24) 등록일자	2006년10월09일

(21) 출원번호 10-2005-0092899 (65) 공개번호
(22) 출원일자 2005년10월04일 (43) 공개일자

(73) 특허권자	경상대학교산학협력단 경상남도 진주시 가좌동 900
(72) 발명자	이기창 경상남도 진주시 주악동 럭키한주아파트 7동 1502호 이상윤 경상남도 고성군 회화면 배둔리 한창빌라 303호
(74) 대리인	이세진

(56) 선행기술조사문헌
KR1020040030405 A
KR1020040083215 A
* 심사관에 의하여 인용된 문헌

심사관 : 홍상표

(54) 멜라민 수지를 이용한 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제의 제조방법

요약

본 발명은 점액상태의 끈적끈적한 고분자 접착비드에 상온에서 끈적임이 없는 외부물질, 이른바 멜라민-포르말린의 가교 반응 등에 의해 생성되는 고분자막으로 캡슐화함으로써 분말상태를 이루도록 하고, 그로 인해 사용시에 외벽에 적절한 압력을 가해 붕괴시켜 내부 물질이 점접착력을 나타내도록 함으로써 보관, 이동, 작업성, 점접착 효율성 등에서 편리한 새로운 개념의 점착제를 제공하는데 그 목적이 있다.

대표도

도 2

색인어

접착비드, 멜라민, 포르말린, 고분자막, 캡슐

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 현탁 중합법에 의해 제조된 고분자 접착비드를 촬영한 사진이다.

도 2(A) 내지 도 2(E)는 실시예 1 내지 2와 비교예 1 내지 3에 의해 제조된 캡슐형 접착제에서 캡슐의 형태를 촬영한 사진이다.

도 3은 고분자 접착비드와 본 발명에 따른 접착비드-캡슐 접착제의 온도에 따른 형태변화를 나타낸 사진이다.

도 4는 기존의 용액상태의 접착제와 본 발명에 따른 캡슐형 접착제로 다공질체인 활성탄의 접착을 수행한 결과를 나타낸 도면이다.

도 5는 도 4에서 제조한 활성탄 시트 표면의 SEM 사진이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 멜라민 수지를 이용하여 고분자 접착비드를 캡슐화한 접착제에 관한 것이다.

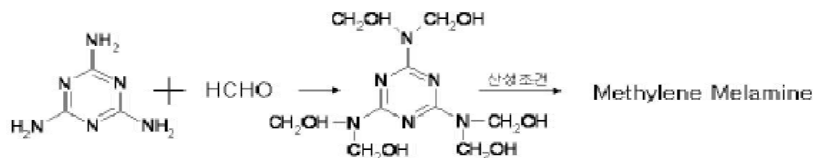
대부분의 고무계 점접착제는 상온에서 점도가 큰 액체상으로 유리전이온도는 -20 내지 -60°C 에 이른다. 이런 점액 상태의 점접착제는 주로 용기에 담아 밀봉하여 보관하며, 사용함에 있어서 고점도와 끈적거림에 의해 점착 작업성이 더디고 원활하지 못한 문제점이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 이러한 불편한 점을 해소하기 위하여 점액상태의 끈적끈적한 고분자 접착비드에 상온에서 끈적임이 없는 외부 물질, 이른 바 멜라민-포르말린의 가교반응 등에 의해 생성되는 고분자막으로 캡슐화함으로써 분말상태를 이루도록 하고, 그로 인해 사용 시에 외벽에 적절한 압력을 가해 붕괴시켜 내부 물질이 점접착력을 나타내도록 함으로써 보관, 이동, 작업성, 점접착 효율성 등에서 편리한 새로운 개념의 접착제를 제공하는데 그 목적이 있는 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 캡슐형태의 접착제는 입자 안정제인 도데실벤젠술포산 나트륨염을 증류수에 용해한 후 멜라민과 포르말린을 부가하고, 60 내지 70°C 에서 20 내지 40 분간 교반하고, 여기에 고분자 접착비드를 첨가하고 산성조건 하에서 다음 반응식과 같이 멜라민과 포르말린의 가교반응을 통해서 고분자 접착비드를 캡슐화시키는 구성으로 이루어진 것을 특징으로 한다.



이와 같은 본 발명을 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다.

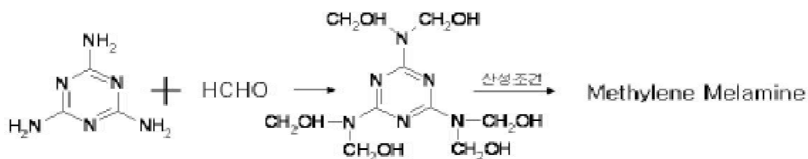
본 발명에서 사용하는 고분자 접착비드는 다음과 같은 방법으로 제조된다. 즉, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 스티렌, 아크릴산을 단량체로 하고, 개시제, 유화제, 분산제를 사용하여 질소 기류 하에서 70°C 에서 4시간 동안 반응시켜서 30 내지 $100 \mu\text{m}$ 의 크기를 갖는 점액상태의 고분자 접착비드를 제조한다. 상기의 현탁중합법에 의해 제조된 고분자 접착비드를 촬영한 사진은 도 1과 같다.

이와 같은 고분자 접착비드를 고분자 막으로 캡슐화한 캡슐형태의 접착제는 먼저 입자 안정제로서 도데실벤젠술포산 나트륨염을 증류수에 대해 0.5 내지 1 중량% 정도로 용해한다. 만일 안정제를 1 중량%를 초과하거나 0.5 중량% 미만으로 할 경우에는 분산제에 의한 포말 형성으로 캡슐화를 저해하게 되므로 상기의 비율로 하는 것이 바람직하다.

다음에 상기 용액에 멜라민과 포르말린수지를 물 비율로 1 : 1.7 내지 1 : 2.5의 비율, 바람직하게는 1 : 1.9의 비율로 부가하고, 60 내지 70℃에서 400 내지 600 rpm의 속도로 20 내지 40분간 교반한 다음, 실온에서 냉각한 후, 위에서 제조한 고분자 접착비드를 첨가한다.

여기서, 고분자 접착비드의 첨가량은 멜라민과 포르말린 수지 20 내지 25중량%에 대해 75 내지 80중량%로 첨가하는 것이 가장 바람직하다. 만일 멜라민과 포르말린 수지를 20중량% 미만으로 사용할 경우에는 캡슐형성이 효율이 매우 낮아지게 되고, 표면의 두께가 낮아 상온에서는 형태가 유지되나, 60℃에서 건조할 경우 외벽이 붕괴되는 현상이 나타나 좋지 않게 된다. 반대로 25중량%를 초과할 경우에는 외벽이 너무 두꺼워져 프레스에 의한 접착가공시 내부 물질의 접착효율이 낮아지게 되어 바람직하지 못하게 된다.

다음에 이들을 400 내지 600 rpm으로 교반하면서 0.2N HCl을 부가하여 pH를 산성조건인 4로 맞추고, 다음 반응식과 같이 멜라민과 포르말린의 가교반응을 이루게 한 다음에 50 내지 70℃에서 3 내지 5시간 동안 반응시키면 고분자 막의 두께가 약 3 내지 15 μ m 정도인 캡슐 타입의 접착제가 제조되게 된다.



이와 같은 본 발명을 실시예 및 비교예에 의거하여 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다.

제조예 1 : 고분자 접착비드의 제조

2-에틸헥실 아크릴레이트(Yakuri Chem, Japan) 31.9g, 물 102.65g, 스티렌(Kanto Chem, Japan) 1.3g, 아크릴산(Junsei Chem, Japan) 1g을 단량체로 하고, 개시제로 2,2' -아조비스(이소부티로니트릴)(Fluka, Germany) 0.1g, 유화제로 Triton X-100(Sigma-Aldrich Co., U.S.A) 4.9g, 분산제로 Acrysol ASE-60(Rohm and Haas, U.S.A) 1.35g를 사용하여 질소 기류하에서 70℃에서 4시간 동안 반응시켜서 입자 범위가 30 내지 100 μ m인 점액상태의 고분자 접착비드를 제조하였다.

실시예 1

입자 안정제인 도데실벤젠설포산 나트륨염(SDBS, Junsei, Japan) 0.5중량%를 증류수 99.5중량%에 용해 한 후 멜라민수지(Acros organics, U.S.A)와 포르말린수지(Daejung Chem, Korea)를 1 : 1.9의 물 비율로 하여 부가하고, 65℃에서 500 rpm으로 30분간 교반하였다. 실온에서 냉각한 후 멜라민과 포르말린 수지 80중량%에 대해 제조예 1에서 제조한 고분자 접착비드 20중량%를 첨가하고, 500 rpm으로 교반하며, 0.2N HCl을 부가하여 pH 4로 맞추었다. 멜라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 이룬 후 60℃에서 4시간 동안 진행하여 캡슐형 접착제를 제조하였다. 제조된 캡슐형 접착제의 막의 두께는 3 내지 10 μ m 이었다.

실시예 2

입자 안정제인 도데실벤젠설포산 나트륨염(SDBS, Junsei, Japan) 0.5중량%를 증류수 99.5중량%에 용해 한 후 멜라민수지(Acros organics, U.S.A)와 포르말린수지(Daejung Chem, Korea)를 1 : 1.9의 물 비율로 하여 부가하고, 65℃에서 500 rpm으로 30분간 교반하였다. 실온에서 냉각한 후 멜라민과 포르말린 수지 20중량%에 대해 제조예 1에서 제조한 고분자 접착비드 80중량%를 첨가하고, 500 rpm으로 교반하며, 0.2N HCl을 부가하여 pH 4로 맞추었다. 멜라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 이룬 후 60℃에서 4시간 동안 진행하여 캡슐형 접착제를 제조하였다. 제조된 캡슐형 접착제의 막의 두께는 10 내지 15 μ m 이었다.

비교예 1

입자 안정제인 도데실벤젠설포산 나트륨염(SDBS, Junsei, Japan) 0.5중량%를 증류수 99.5중량%에 용해 한 후 멜라민수지(Acros organics, U.S.A)와 포르말린수지(Daejung Chem, Korea)를 1 : 1.9의 물 비율로 하여 부가하고, 65℃에서 500 rpm으로 30분간 교반하였다. 실온에서 냉각한 후 멜라민과 포르말린 수지 12중량%에 대해 제조예 1에서 제조한 고

분자 접착비드 88중량%를 첨가하고, 500 rpm으로 교반하며, 0.2N HCl을 부가하여 pH 4로 맞추었다. 펠라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 이룬 후 60℃에서 4시간 동안 진행하여 캡슐형 접착제를 제조하였다. 제조된 캡슐형 접착제의 막의 두께는 3 내지 5 μ m 이었다.

비교예 2

입자 안정제인 도데실벤젠술포산 나트륨염(SDBS, Junsei, Japan) 0.5중량%를 증류수 99.5중량%에 용해 한 후 펠라민수지(Acros organics, U.S.A)와 포르말린수지(Daejung Chem, Korea)를 1 : 1.9의 몰 비율로 하여 부가하고, 65℃에서 500 rpm으로 30분간 교반하였다. 실온에서 냉각한 후 펠라민과 포르말린 수지 15중량%에 대해 제조예 1에서 제조한 고분자 접착비드 85중량%를 첨가하고, 500 rpm으로 교반하며, 0.2N HCl을 부가하여 pH 4로 맞추었다. 펠라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 이룬 후 60℃에서 4시간 동안 진행하여 캡슐형 접착제를 제조하였다. 제조된 캡슐형 접착제의 막의 두께는 3 내지 8 μ m 이었다.

비교예 3

입자 안정제인 도데실벤젠술포산 나트륨염(SDBS, Junsei, Japan) 0.5중량%를 증류수 99.5중량%에 용해 한 후 펠라민수지(Acros organics, U.S.A)와 포르말린수지(Daejung Chem, Korea)를 1 : 1.9의 몰 비율로 하여 부가하고, 65℃에서 500 rpm으로 30분간 교반하였다. 실온에서 냉각한 후 펠라민과 포르말린 수지 33중량%에 대해 제조예 1에서 제조한 고분자 접착비드 67중량%를 첨가하고, 500 rpm으로 교반하며, 0.2N HCl을 부가하여 pH 4로 맞추었다. 펠라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 이룬 후 60℃에서 4시간 동안 진행하여 캡슐형 접착제를 제조하였다. 제조된 캡슐형 접착제의 막의 두께는 10 내지 20 μ m 이었다.

첨부 도면 중 도 2(A) 내지 도 2(E)는 실시예 1 내지 2와 비교예 1 내지 3에 의해 제조된 캡슐형 접착제에서 캡슐의 형태를 촬영한 사진이다. 도 2(A)(비교예 1)에 의하면, 펠라민수지와 포르말린 수지의 양이 적어 캡슐형성 효율이 매우 낮음을 알 수 있고, 도 2(B)(비교예 2)에 의하면, 펠라민수지와 포르말린 수지의 양이 비교예 1의 경우 보다는 많아 외벽형성은 이루어지고 표면두께가 낮아 상온에서는 형태가 유지되나, 60℃에서 건조할 경우 외벽이 붕괴되는 현상이 나타났음을 알 수 있다. 그리고 도 2(E)(비교예 3)에 의하면, 펠라민 수지와 포르말린 수지의 양이 과다하여 외벽이 너무 두꺼워 프레스에 의한 접착가공 시 내부물질의 접착효율이 낮아짐을 알 수 있었다.

반면에 도 2(C)(실시예 1)와 도 2(D)(실시예 2)는 펠라민수지와 포르말린 수지의 양이 적절하여 입자표면의 내구성이 우수하고, 70℃의 가열, 건조에도 형태가 유지되며, 내부 물질의 손실도 없음을 알 수 있었다.

첨부 도면 중 도 3은 고분자 접착비드와 본 발명에 따른 접착비드-캡슐 접착제의 온도에 따른 형태변화를 나타낸 사진이다. 도 3(a)는 제조예 1에서 제조한 수분산 상태의 고분자 접착비드를 보여주고 있으며, 도 3(b)와 도 3(c)는 각각 실온에서 현미경의 슬라이드글라스 위에 제조예 1에서 제조한 시료를 올려놓고 5분과 30분이 경과한 시점의 고분자 접착비드 간의 응집현상을 보여주고 있다. 대부분의 제조예 1에서 제조한 고분자 접착비드는 그 표면이 응집되었음을 알 수 있다.

반면에, 본 발명의 실시예 1과 실시예 2에서 제조된 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제는 반응 직후의 사진이 도 3(d)이며, 도 3(e)와 도 3(f)는 각각 60℃와 70℃에서 24시간 열처리한 후의 사진을 나타낸 것이다. 도 3(e)와 도 3(f)에 의하면 가열 후 24시간이 경과하여도 입자들의 응집이 일어나지 않았으며, 입자형태의 변화도 관찰되지 않았다.

첨부 도면 중 도 4는 기존의 용액상태의 접착제와 본 발명에 따른 캡슐형 접착제로 다공질체인 활성탄의 접착을 수행한 결과를 나타낸 도면으로서 도 4(A)에 의하면, 기존의 접착제에 의해 활성탄을 접착시켰을 때, 접착제가 다공질체의 구멍을 막아 다공성을 유지하기 어려움을 알았으며, 도 4(B)와 같이 본 발명의 캡슐형 접착제를 사용한 경우에는 다공성이 유지되었으며, 고분자 접착비드들이 다공질체인 활성탄을 부분적으로 묶는 역할을 수행하여 원하는 형태를 지닌 활성탄 시트를 제조할 수 있음을 알 수 있었다.

첨부도면 중 도 5는 도 4에서 제조한 활성탄 시트의 표면의 SEM 사진으로서 본 발명에 따른 캡슐형 접착제를 사용한 경우 그 표면이 다공질체를 보임을 알 수 있었다.

발명의 효과

본 발명에 따른 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제는 입자표면의 내구성이 우수하고, 70℃의 가열, 건조에서도 형태가 유지되며, 내부 물질의 손실도 없는 효과가 있다.

이에 따라 본 발명에 따른 캡슐형 접착제는 실온에서 분말상태로서 보관, 이동할 수 있으며, 작업성도 편리하고, 점접착 효율성 면에서도 유용한 새로운 개념의 접착제로 사용될 수 있다.

본 발명에 따른 캡슐형 접착제를 이용하여 다공성 물질인 활성탄의 접착을 통해 원하는 형태의 다공성을 지닌 활성탄 시트를 제조할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

입자 안정제인 도데실벤젠술폰산 나트륨염을 증류수에 대해 0.5 내지 1중량%정도로 용해한 후 상기 용액에 멜라민과 포르말린 수지를 몰 비율로 1 : 1.7 내지 1 : 2.5로 혼합하여 부가하고, 60 내지 70℃에서 20 내지 40분간 교반하고, 여기에 고분자 접착비드를 첨가한 후 산성조건 하에서 멜라민수지와 포르말린수지의 가교반응을 통해서 고분자 접착비드를 3 내지 15 μ m의 크기로 캡슐화하여서 제조되는 것을 특징으로 하는 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제의 제조방법.

청구항 2.

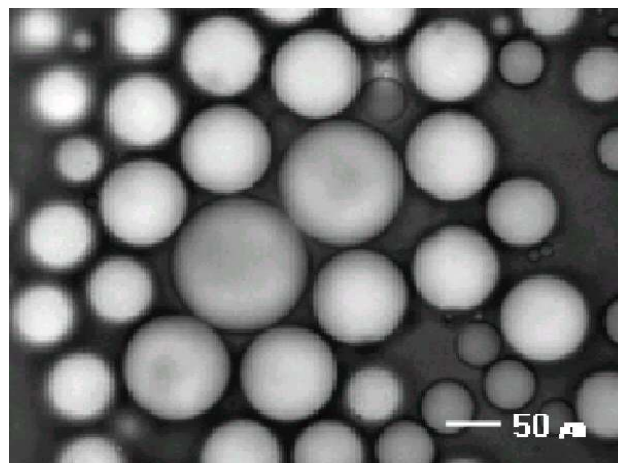
제 1항에 있어서, 상기 고분자 접착비드의 첨가량은 멜라민과 포르말린 수지 20 내지 25중량%에 대해 75 내지 80중량%로 첨가하는 것을 특징으로 하는 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제의 제조방법.

청구항 3.

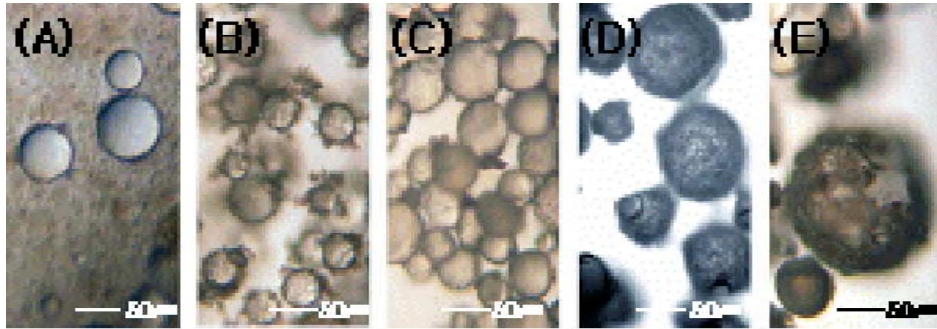
제 1항에 있어서, 상기 가교반응은 수지용액에 고분자 접착비드를 첨가하고, 이들을 400 내지 600 rpm으로 교반하면서 0.2N HCl을 부가하여 pH를 4로 맞춘 후에 50 내지 70℃에서 3 내지 5시간 동안 반응시켜서 되는 것을 특징으로 하는 고분자 접착비드의 캡슐형 접착제의 제조방법.

도면

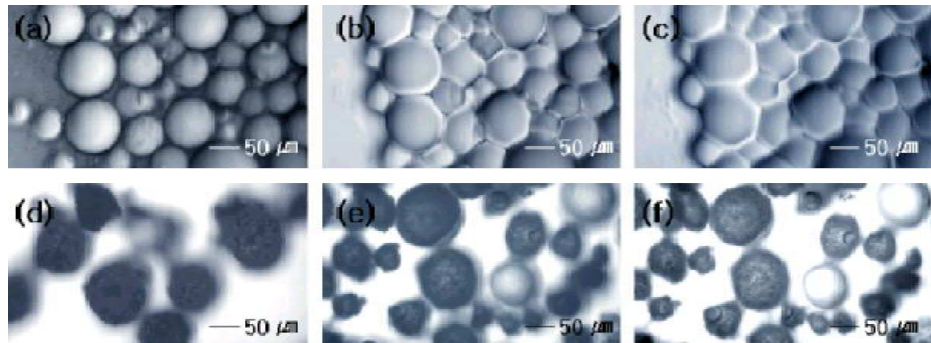
도면1



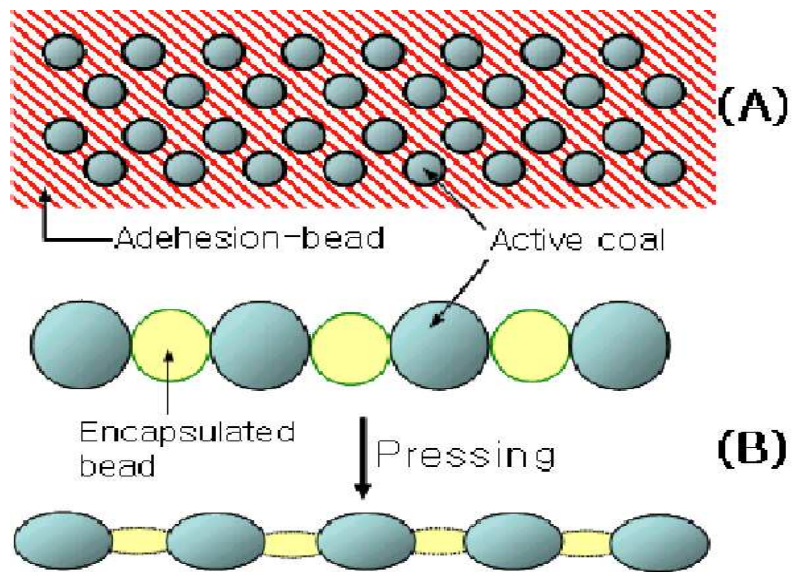
도면2



도면3



도면4



도면5

