



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0087713
 (43) 공개일자 2010년08월05일

(51) Int. Cl.
B32B 27/08 (2006.01) *B32B 7/12* (2006.01)
C08G 18/70 (2006.01) *B42D 15/02* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2010-7010426
 (22) 출원일자(국제출원일자) 2008년10월31일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2010년05월12일
 (86) 국제출원번호 PCT/EP2008/009194
 (87) 국제공개번호 WO 2009/062602
 국제공개일자 2009년05월22일
 (30) 우선권주장
 10 2007 054 046.0 2007년11월13일 독일(DE)

(71) 출원인
바이엘 머티리얼사이언스 아게
 독일, 51368 레버쿠젠, 카이저-빌헬름 알레
 (72) 발명자
푸트라이너, 하인츠
 독일 47800 크레펠트 베텔스트라쎄 39
뷔호너, 외르크
 독일 51467 베르기쉬 글라트바흐 임 플라켄브루흐
 41
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
양영준, 위혜숙

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 신분 증명서를 위한 잠재-반응성 접착제

(57) 요약

본 발명은 열가소성 물질인 층(A), 저장-안정한 잠재-반응성 접착제로부터 제조된 층(B) 및 열가소성 물질인 층(C)을 포함하는 신분 증명서에 관한 것이다.

(72) 발명자

예실다크, 메흐메트-센기즈

독일 51377 레버쿠젠 프리드리히스트라쎄 8아

메이어, 클라우스

독일 41539 도르마겐 카밀렌스트라쎄 40

크라우스, 하랄트

독일 51371 레버쿠젠 오이렌캠프 13

특허청구의 범위

청구항 1

열가소성 물질인 층(A), 안정한 잠재-반응성 접착제로부터 제조된 층(B) 및 열가소성 물질인 층(C)을 갖는 신분 증명서.

청구항 2

제1항에 있어서, 접착제가 30 °C 초과인 용점 또는 연화점을 갖는 디이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트 및 이소시아네이트-반응성 중합체를 함유하는 수성 분산액을 함유함을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 3

제2항에 있어서, 접착제가 2000 mPas 이상의 점도를 갖는 수성 분산액을 함유함을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 4

제2항에 있어서, 이소시아네이트-반응성 중합체가, TMA를 사용하여 측정 시, +110 °C 미만, 바람직하게는 +90 °C 미만의 온도에서 부분적으로 또는 완전히 결정분해되는 중합체쇄의 결정화에 의해 합성된 폴리우레탄임을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 5

제1항에 있어서, 디이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트가 TDI 또는 IPDI의 이량체화 생성물, 삼량체화 생성물 및 우레아 유도체로 이루어진 군에서 선택됨을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 6

제1항에 있어서, 제1항에 따르는 분산액을 결합될 기재에 도포하고, 이어서 이것을 건조시킨 후, 건조된 접착성 층을 65 °C 초과인 온도, 바람직하게는 80 °C 초과 110 °C 미만의 온도로 단시간 동안, 바람직하게는 5분 미만 동안 가열함으로써 결정분해시키고, 이것을 결정분해된 상태로 접합될 기재에 접합시킴으로써, 결합된 접합부를 제조함을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 7

제1항에 있어서, 층(A) 및 층(C)의 열가소성 물질이 폴리카르보네이트, 폴리메틸 메타크릴레이트(PMMA), 스티렌을 갖는 중합체 또는 공중합체, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리스티렌(PS) 또는 폴리스티렌 아크릴로니트릴(SAN), 투명 열가소성 폴리우레탄, 및 폴리올레핀, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리프로필렌 유형 또는 고리형 올레핀을 기재로 하는 폴리올레핀(예를 들면 토파스(TOPAS, 등록상표), 토파스 어드밴스드 폴리머스(Topas Advanced Polymers)), 테레프탈산의 중축합물 또는 공중축합물, 예를 들면 바람직하게는 폴리에틸렌 또는 코폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET 또는 CoPET) 또는 글리콜-개질된 PET(PETG), 폴리에틸렌 글리콜 나프테네이트(PEN), 투명 폴리술폰(PSU)으로 이루어진 군에서 서로 독립적으로 선택됨을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 8

제1항에 있어서, 층(A) 및 층(C)의 열가소성 물질이 폴리카르보네이트, 테레프탈산의 중축합물 또는 공중축합물, 예를 들면 바람직하게는 폴리에틸렌 또는 코폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET 또는 CoPET) 또는 글리콜-개질된 PET(PETG)로 이루어진 군에서 서로 독립적으로 선택됨을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 9

(i) 이소시아네이트-반응성 중합체를 갖는 실질적으로 수성인 분산액 또는 용액을 수-현탁된 표면-불활성화된 폴리이소시아네이트와 혼합하는 단계;

(ii) 단계(i)에서 제조된 혼합물을 층(C)에 도포하는 단계;

(iii) 디이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트의 반응 온도보다 낮은 온도에서, 단계(i)에서 제조된 혼합물로부터 물을 제거하여 층(B)을 형성하는 단계;

(iv) 층(C)을, 단계(iii)에서 제조된 층(B)에 적용하는 단계를 포함하는, 제1항에 따르는 신분 증명서를 제조하는 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 이소시아네이트의 반응 온도보다 낮은 온도에서 물을 제거함으로써, 이렇게 수득된 실질적으로 건조한 고체형 층이 폴리이소시아네이트 및 중합체의 반응 온도보다 낮은 온도에서 잠재적으로 반응성이도록 함을 특징으로 하는 방법.

청구항 11

신분 증명서를 제조하기 위한 안정한 잠재-반응성 접착제의 용도.

청구항 12

제1항에 있어서, 전자 부품을 함유함을 특징으로 하는 신분 증명서.

청구항 13

제12항에 있어서, 전자 부품이 집적회로임을 특징으로 하는 신분 증명서.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 열가소성 물질인 층(A), 안정한 잠재-반응성 접착제로부터 제조된 층(B) 및 열가소성 물질인 층(C)을 갖는 신분 증명서에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 폴리카르보네이트(PC)-기재의 신분 증명서(ID 증명서)의 제조에 있어서, 복잡한 (전자) 부품 및 회절성 구조물 (특히 홀로그램)은, 이것들이 가요성 있게 포장되지 않으면, 적층 공정 동안에 파괴된다는 문제가 발생한다. 지금까지는, 이러한 문제를, 부품의 바로 근처에 충전된 공동을 형성하거나 열탄성/열가소성 완충층(예를 들면 열가소성 폴리우레탄, TPU)을 사용함으로써, 회피해 왔다. 이러한 "연질" 삽입물은 적층 동안에 기계적 응력을 감소시키려는 것이다. 이러한 물질들의 화학적으로 상이한 본질로 인해, 이것들은 원칙적으로는 이물질이며, 따라서 고-보안성 증명서에서 약점이 된다.

[0003] 전자 부품, 특히 집적회로(IC 또는 칩)를 폴리카르보네이트(PC)-기재의 증명서에 도입시키는 경우, 얇아진 반도체 구조물을 사용하면, 적층 동안에 부품들이 너무 일찍 파괴되는 문제가 일어난다. 개별 필름층들을 적층시킴으로써 PC 스마트 카드를 제작하는 잘 공지된 공정에서는, PC 필름을 칩 바로 위에 놓는다. 산업에서 확립된 공정에서는, 제조된 카드 구조물에 열과 압력을 동시에 가함으로써 카드 구조물을 압축시켜 "준-모놀리식(quasi-monolithic)" 블록을 형성한다. PC의 특정한 열전달계수는 이것이 즉시 연화되지 않음을 의미하기 때문에, 칩을 증가된 압력에 직접 노출시키면 대부분의 경우에는 기계적 파괴가 초래된다.

[0004] 자기-접착성 필름을 전자 부품에 도포한다면, 원하는 요소들을 서로 결합시켜 카드를 형성하는 것이 완전히 가능할 것이다. 그러나, 대체로, 이러한 접착성 층은 카드 구조물에 있어서 약점이 되는데, 수증기 및 공기가 카드의 가장자리를 통해 내부로 쉽게 확산하여 후속적인 층분리를 초래할 수 있다. 기타 환경적인 영향, 특히 온도(변동)도 카드를 쪼개지게 하여 쓸모없게 만들 수 있다.

[0005] 잠재-반응성 접착제는 예를 들면 EP-A-0 922 720으로부터 그 자체로 공지되어 있다. 원칙적으로는 잠재-반응성 접착제 내에는 두 가지의 고체상이, 예를 들면 두 가지 유형의 결정 형태의 두 가지 물질의 혼합물로서 존재하는데, 따라서 이 물질들은 실온 또는 정상적인 환경 조건에서는 서로 반응하지 않는다. 이 물질들은 예를 들면 가열에 의해 활성화될 때에만 서로 화학반응을 한다.

[0006] DE 31 12 054, DE 32 28 723 및 DE 32 28 724에서는, 150 μm 이하의 입경을 갖는 분말상 미립자상 고체형 폴리이소시아네이트가 표면 불활성화된다. 표면 코팅이란, 폴리이소시아네이트가 이것의 이소시아네이트 함량 및

반응성을 그대로 유지하여, 심지어는 물 또는 수성 용매에서도 안정한 1-성분 시스템을 형성함을 의미한다.

- [0007] DE 32 28 724 및 DE 32 30 757에서는, 표면-불활성화된 분말상 디이소시아네이트를, 폴리올 및 작용기를 함유하는 수성 분산액 중합체와 혼합하여, 안정한 반응성 페이스트를 형성한다. 이러한 수-함유 페이스트를 140 °C, 즉 폴리이소시아네이트의 반응 온도보다 높은 온도로 가열하면, 이러한 두 성분들은 가교하여, 용이하게 발포되는 가요성 코팅을 형성한다.
- [0008] 미립자상 표면-불활성화된 이소시아네이트의 안정한 분산액을 제조하는 공정이 DE 35 17 333에 기술되어 있다. 그 결과의 안정한 분산액은 가교제로서 적합하다.
- [0009] 직물 안료 인쇄 페이스트 및 염욕에서 표면-불활성화된 고체형 미립자상 폴리이소시아네이트의 수성 분산액을 가교제로서 사용하는 것이 DE 35 29 530에 기술되어 있다. 도포 공정을 수행한 후, 직물 안료 인쇄 페이스트 및 염욕을 뜨거운 공기 또는 증기를 사용하여 직물에 고착시킨다.
- [0100] 그러나 이러한 문헌에 기술된 시스템의 단점은, 많은 용도에서 경제적인 이유나 논리적인 이유로 바람직하게 보이는, 도포 및 경화 또는 가교 단계들의 개별적인 수행을 할 수가 없다는 사실이다.
- [0111] 따라서, 안정한 잠재-반응성 층 또는 분말을 갖는 잠재-반응성 접착제를 갖는 기재는, 상응하는 장치가 존재하는 곳에서 도포되고, 예정가능한 기간 동안 저장된 후, 가공이 수행되는 곳으로 운반되어, 추가의 중간체 또는 최종 제품을 제조하는 가능성을 열 것이다.
- [0112] 안정한 잠재-반응성 물질 또는 층은 WO 93/25599에 기술되어 있다. 이는 40 °C보다 높은 용점을 갖는 이소시아네이트-반응성 중합체 및 표면-불활성화된 폴리이소시아네이트로 이루어진다. 이러한 혼합물을 제조하기 위해서, 성분들을, 중합체의 연화점보다 실질적으로 높은 온도에서 용융시킨다. 이러한 물질을 제조하고 도포하기 위한 장치의 비용과 에너지 비용은 상당하다. 또한, 안정성 및 가공을 위해서, 80 °C를 초과하는 가교 온도를 갖는 표면-불활성화된 폴리이소시아네이트만이 이러한 시스템에서 사용될 수 있다. 더욱이, 도포에 의해 성분들의 선택적이고 제어된 불균질 혼합이 제공된다. 그러나 여기에는 힘든 공정 단계가 요구된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0113] 따라서 본 발명의 기저에 깔려있는 목적은 개선된 보안 특성을 갖는 신규한 신분 증명서 및 이것의 제조 방법을 제공하는 것이다. 특히 층분리 특성이 개선되어야 한다.

과제의 해결 수단

- [0114] 이러한 목적은, 본 발명에 따라, 열가소성 물질인 층(A), 안정한 잠재-반응성 접착제로부터 제조된 층(B) 및 열가소성 물질인 층(C)을 갖는 신분 증명서에 의해 달성된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0115] 본 발명의 문맥상, "신분 증명서"란 칩, 사진, 생체인식 데이터 등과 같은 보안 요소를 갖는 다층의 평탄한 증명서를 가리킨다. 이러한 보안 요소는 가시적일 수 있거나, 적어도 외부로부터 탐지될 수 있다. 신분 증명서의 크기는 통상적으로 수표보증카드의 크기와 여권의 크기의 중간 크기이다. 신분 증명서는, 예를 들면 종이 또는 판지 요소도 함유하는 여권 내의 플라스틱 신분 증명서와 같은, 다중(multi-part) 증명서의 일부일 수도 있다.
- [0116] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 접착제가, 30 °C 초과 용점 또는 연화점을 갖는 디이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트 및 이소시아네이트-반응성 중합체를 함유하는 수성 분산액을 함유함을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다.
- [0117] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 접착제가 2000 mPas 이상의 점도를 갖는 수성 분산액을 함유함을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다.
- [0118] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 이소시아네이트-반응성 중합체가, 열기계적 분석(TMA)을 사용하여 측정 시, +110 °C 미만, 바람직하게는 +90 °C 미만의 온도에서 부분적으로 또는 완전히 결정분해되는(decrystallise) 중합체쇄의 결정화에 의해 합성된 폴리우레탄임을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다. TMA를 사용한 분석

은 ISO 11359의 3부 "침투 온도의 결정(Determination of penetration temperature)"과 유사하게 수행된다.

- [0019] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 디이소시아네이트 또는 폴리이소시아네이트가 TDI 또는 IPDI의 이량체화 생성물, 삼량체화 생성물 및 우레아 유도체로 이루어진 군에서 선택됨을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다.
- [0020] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 특허청구범위의 제1항에 따르는 분산액을 결합될 기재에 도포하고, 이어서 이것을 건조시킨 후, 건조된 접착성 층을 65 °C 초과와 온도, 바람직하게는 80 °C 초과 110 °C 미만의 온도로 단 시간 동안, 바람직하게는 5분 미만 동안 가열함으로써 결정분해시키고, 이것을 결정분해된 상태로 결합될 기재에 접합시킴으로써, 결합된 접합부를 제조함을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다.
- [0021] 본 발명의 문맥상, "열가소성 물질"이란, 중합체쇄를 갖는 열가소성 물질, 예를 들면 폴리카르보네이트, 폴리메틸 메타크릴레이트(PMMA), 스티렌을 갖는 중합체 또는 공중합체, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리스티렌(PS) 또는 폴리스티렌 아크릴로니트릴(SAN), 투명 열가소성 폴리우레탄, 및 폴리올레핀, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리프로필렌 유형 또는 고리형 올레핀을 기재로 하는 폴리올레핀(예를 들면 토포스(TOPAS, 등록상표), 토포스 어드밴스드 폴리머스(Topas Advanced Polymers)), 테레프탈산의 중축합물 또는 공중축합물, 예를 들면 바람직하게는 폴리에틸렌 또는 코폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET 또는 CoPET) 또는 글리콜-개질된 PET(PETG), 폴리에틸렌 글리콜 나프테네이트(PEN), 투명 폴리술폰(PSU)을 가리킨다.
- [0022] 추가의 실시양태에서, 본 발명은, 층(A) 및 층(C)의 열가소성 물질이, 폴리카르보네이트, 테레프탈산의 중축합물 또는 공중축합물, 예를 들면 바람직하게는 폴리에틸렌 또는 코폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET 또는 CoPET) 또는 글리콜-개질된 PET(PETG)로 이루어진 군에서 서로 독립적으로 선택됨을 특징으로 하는 신분 증명서에 관한 것이다.
- [0023] 따라서, 하나 이상의 표면-불활성화된 폴리이소시아네이트 및 하나 이상의 분산 또는 용해된 이소시아네이트-반응성 중합체를 함유하는 실질적으로 수성인 분산액을 사용함으로써, 특히 하나 이상의 안정한 잠재-반응성 층을 갖는 고-보안성 ID 카드 용도를 위한 적층체를 제조할 수 있다.
- [0024] 본 발명은 또한
- [0025] (a) 하나 이상의 이소시아네이트-반응성 중합체로 이루어진 실질적으로 수성인 분산액 또는 용액과
- [0026] (b) 하나 이상의 실질적으로 수-현탁된 표면-불활성화된 고체형 미립자상 폴리이소시아네이트를 함께 혼합하고,
- [0027] (c) 임의로 이러한 혼합물을, 예정가능한 필름 두께로 기재에 도포하고,
- [0028] (d) 이소시아네이트의 반응 온도보다 낮은 온도에서 혼합물로부터 물을 제거하는,
- [0029] 하나 이상의 안정한 잠재-반응성 층을 갖는 적층체의 제조 방법을 제공하고, 이렇게 수득된 실질적으로 건조하고 무수성인 층 또는 물질은, 폴리이소시아네이트 및 중합체의 반응 온도보다 낮은 반응 온도에서 안정하고 잠재적으로 반응성이다.
- [0030] 놀랍게도, 물의 제거 및 혼합물의 건조를, 임의로 (i) 실온과 작용성 중합체의 연화점 사이의 온도 범위 또는 (ii) 중합체의 연화점보다 높은 온도 범위에서 수행할 수 있다는 것이 밝혀졌는데, 단 어떤 경우에도 표면-불활성화된 폴리이소시아네이트의 반응 온도는 초과되지 않음을 전제로 한다. 건조를 (i)에 따라 수행하는지 아니면 (ii)에 따라 수행하는지에 상관없이, 건조 후에는, 표면-불활성화된 고체형 미립자상 폴리이소시아네이트를, 변하지 않고 반응하지 않은 형태로서, 상당히 무수성인 중합체 또는 실질적으로 무수성인 층 또는 분말 내에 분배하고 함침시킨다. 중합체와, 현탁되고 불활성화된 이소시아네이트의 분산액, 현탁액 또는 용액을, 반응하지 않은 표면-불활성화된 미립자상 이소시아네이트가 현탁된, 가교되지 않은 중합체의 연속상으로 변환시킨다.
- [0031] (i)의 경우에는, 실온 또는 약간의 승온에서 저장될 수 있는 무수성의 건조한 잠재-반응성 필름 또는 잠재-반응성 분말이 생성된다. 중합체의 작용기와 표면-불활성화된 이소시아네이트의 반응성은 그대로 유지된다.
- [0032] (ii)의 경우에는, 물이 증발된 후에, 용융된 시스템이 생성된다. 필름으로 이루어진 적층체의 결합을 예로 들 수 있다. 이 경우에도 역시, 표면-불활성화된 이소시아네이트는 변하지 않고 그것의 반응성을 그대로 유지한다. 결합은 처음에는 중합체의 열가소성 성질을 바탕으로 한다.
- [0033] 두 경우에서, 시스템은, 표면-불활성화된 이소시아네이트의 반응 온도가 초과되는 경우에만 가교하여 불용성 및 불용성이 된다. 이는 예정가능한 기간이 경과된 후에 일어난다.
- [0034] 특정 경우에는, 가교반응을 유발하기 위해서, 반응 온도를 단시간 동안만 초과시키는 것으로 충분하다. 불활성

화된 폴리소시아네이트의 반응 또는 증점 온도는 30 내지 180 °C, 바람직하게는 40 내지 150 °C의 범위의 온도여야 한다.

- [0035] 증점 또는 반응 온도는, 중합체 내의 이소시아네이트의 표면-불활성화된 층이 용해되거나 기타 수단에 의해 파괴되는 온도이다. 폴리소시아네이트는 방출되어 중합체 내에 용해된다. 최종 경화가, 폴리소시아네이트의 확산 및 폴리소시아네이트와 중합체의 작용기의 반응에 의해, 점도 및 가교의 증가와 함께, 일어난다. 표면-불활성화된 폴리소시아네이트의 유형에 따라, 증점 및 반응 온도는 중합체의 연화점보다 높거나 낮다.
- [0036] 반응하지 않은 시스템의 안정성, 반응 온도 및 반응 과정은 폴리소시아네이트의 유형, 표면 안정화제의 유형 및 양, 작용성 중합체의 용해도 변수, 및 촉매, 가스제 및 기타 보조제에 의해 결정된다. 이것은 서론에서 언급된 특허 문헌에 광범위하게 기술되어 있다.
- [0037] 본 발명은 층 또는 분말을 갖는 기재에 대한 후-도포 기계 가공 단계를 제공한다. 이것은, 예를 들면 편칭, 크기에 맞게 절단, 굽힘, 절첩, 적층 등을 통해, 기재를 이것의 최종 형태로 기계 가공하는데 필요한 단계를 포함한다. 더욱이 놀랍게도, 본 발명에 따르는 필름 또는 분말을 이것의 가소성 상태에서 가공할 수 있다는 것이 입증되었다. 심지어는 수일 또는 수개월이 흐른 후에도, 중합체의 작용기와 표면-불활성화된 이소시아네이트의 반응이 개시되지 않게 하면서도, 층 또는 분말을 중합체의 연화점보다 높은 온도로 가열할 수 있다. 가소성 상태에서의 가공을 심지어는 가열과 냉각을 반복하면서 수행할 수 있다.
- [0038] 바람직한 실시양태에서, 필름 또는 분말은 안정한 잠재-반응성 접착제 시스템이다.
- [0039] 이러한 잠재-반응성 자기-접착성 필름을 전자 부품에 도포하는 경우, 원하는 요소를 서로 접합시켜 카드를 형성하는 것이 완전히 가능하다. 본 발명에 따르는 이러한 접착성 층은 카드 구조물 내에서 더 이상 약점을 나타내지 않는데, 왜냐하면 이것들은 수증기 및 공기가 카드 가장자리를 통해 내부로 확산하는 것을 더 이상 허용하지 않고, 따라서 후속적인 층분리를 더 이상 초래할 수 없다. 이러한 카드 구조물은 파괴되지 않고서는 더 이상 분리될 수 없다.
- [0040] 모든 디이소시아네이트 또는 폴리소시아네이트 또는 이것들의 혼합물은, 이것이 40 °C보다 높은 용점을 갖고 공지된 방법에 의해 200 μm 미만의 입자크기를 갖는 분말 형태로 변환될 수 있다는 전제 하에서, 본 발명에 따르는 공정을 위한 폴리소시아네이트로서 적합하다. 이것은 지방족, 지환족, 헤테로고리형 또는 방향족 폴리이소시아네이트일 수 있다. 하기의 것이 예로서 언급될 수 있다: 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트(MDI), 나프탈렌-1,5-디이소시아네이트(NDI), 3,3'-디메틸비페닐-4,4'-디이소시아네이트(TODI), 이량체성 1-메틸-2,4-페닐렌 디이소시아네이트(TDI-U), 3,3'-디이소시아네이트-4,4'-디메틸-N,N'-디페닐 우레아(TDIH), 2 몰의 1-메틸-2,4-페닐렌 디이소시아네이트와 1 몰의 1,2-에탄디올, 1,4-부탄디올, 1,4-시클로헥산 디메탄올 또는 에탄올아민의 첨가생성물, IPDI의 이소시아누레이드(IPDI-T).
- [0041] 언급된 첨가생성물은 수성 분산액이 아니더라도 본 발명에 따르는 이점을 나타낸다. 1-메틸-2,4-페닐렌 디이소시아네이트 및 1,4-부탄디올 또는 1,2-에탄디올로 이루어진 첨가생성물은 심지어는 고체형 및 액체형 용매-함유 또는 용매-비함유 시스템에서도 매우 유리한 성질을 갖는다. 이것은 90 °C 미만의 온도 범위인 낮은 경화 또는 가교 온도와 관련해서 모두 전술되어 있다. 따라서 이러한 혼합물의 용도는, 이것이 주로 물을 기재로 하는지 아니면 폴리올을 기재로 하는지에 상관없이, 온도-민감성 기재를 위한 코팅 및 결합에 매우 유리하다.
- [0042] 분말상 이소시아네이트를 불활성화제의 용액에 분산시키거나, 저-용점 폴리소시아네이트의 용융물을, 비-용해 액체형 분산제 중의 불활성화제의 용액에 혼입시키거나, 불활성화제 또는 이것의 용액을, 고체형 미립자상 이소시아네이트의 분산액에 첨가함으로써, 표면 안정화 반응을 다양한 방식으로 수행할 수 있다.
- [0043] 불활성화제의 농도는, 존재하는 총 이소시아네이트기에 대해, 0.1 내지 25 당량%, 바람직하게는 0.5 내지 8 당량%이어야 한다.
- [0044] 본 발명에 따르는 용도의 경우, 분말상 폴리소시아네이트의 입자크기를, 종종, 합성 후, 미세 분산액을 사용하거나 습식 그린딩 단계를 사용하여, 0.5 내지 20 μm의 범위의 입자크기로 조절해야 한다. 고속 혼합기, 회전자-고정자 유형의 분산 장치, 어트리션밀, 펄 및 샌드 밀, 볼 밀 및 그린딩 잭 밀이, 40 °C 미만의 온도에서, 이러한 목적에 적합하다. 폴리소시아네이트 및 용도에 따라서는, 그린딩을, 불활성화된 폴리소시아네이트 상에서, 불활성화제의 존재 하에서, 비-반응성 분산제 또는 물에서 후속적 불활성화와 함께, 수행한다. 그린딩된 표면-안정화된 폴리소시아네이트를 그린딩 분산액으로부터 분리하고 건조시킬 수 있다.
- [0045] 표면 불활성화 및 가교 반응을 제어하기 위해서, 촉매를 첨가할 수도 있다. 수용액 및 분산액에서의 가수분해

에 대해 내성을 갖고 후속적으로 열-활성화된 반응을 촉진하는 촉매가 바람직하다. 우레탄 촉매의 예는 유기 주석, 철, 납, 코발트, 비스무스, 안티모니, 아연 화합물 또는 이것들의 혼합물이다. 디부틸의 알킬 메르캅티드 화합물이 높은 가수분해 내성을 갖기 때문에 바람직하다.

- [0046] 비록 촉매활성은 대기 중의 이산화탄소와의 반응에 의해 나쁜 영향을 받을 수 있지만, 3차 아민, 예를 들면 디메틸 벤질아민, 디아자비시클로옥타데칸 및 3차 아민 기재 상의 비-휘발성 폴리우레탄 발포제 촉매가 특수 목적을 위해 또는 금속 촉매와의 조합으로 사용될 수 있다.
- [0047] 촉매의 농도는 반응 시스템에 대해 0.001 내지 3 %, 바람직하게는 0.01 내지 1 %의 범위이다.
- [0048] 본 발명에 따르는 제제를 위한 수성 분산액은 바람직하게는 이소시아네이트-반응성 분산액 중합체로서 결정질 폴리에스테르 연결 세그먼트를 갖는 폴리우레탄 또는 폴리우레아 분산액을 함유한다. 열기계적 분석(TMA)에 의해 측정 시, 50 내지 120 °C의 온도에서 적어도 부분적으로 결정분해되는, 결정질 또는 부분 결정질 중합체쇄의 이소시아네이트-반응성 폴리우레탄 중합체의 분산액이 특히 바람직하다.
- [0049] 아크릴레이트 분산액 중합체도 임의로 언급될 수 있지만, 결정질 폴리에스테르 연결 세그먼트를 갖는 폴리우레탄 또는 폴리우레아 분산액 중합체에 중점이 맞춰진다.
- [0050] 이소시아네이트-반응성 작용기를 갖는 수용성 또는 수-분산성 유화액 또는 분산액 중합체는 본 발명에 따르는 폴리이소시아네이트의 반응 파트너로서 적합하다. 이것은 용액, 분산액 또는 현탁액에서 올레핀성 불포화 단량체의 중합에 의해 종래 기술에 따라 제조된다. 필름-형성 중합체는, 0.2 내지 15 %, 바람직하게는 1 내지 8 %의, 중합에 의해 혼입된, 히드록실, 아미노, 카르복실, 카르보아미드 기와 같은 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 단량체를 함유한다.
- [0051] 이러한 작용성 단량체의 예는 알릴 알콜, 히드록시에틸 또는 히드록시프로필 아크릴레이트 및 메타크릴레이트, 부탄디올 모노아크릴레이트, 에톡실화 또는 프로폭실화 아크릴레이트 또는 메타크릴레이트, N-메틸올 아크릴아미드, 3차-부틸 아미노에틸 메타크릴레이트, 아크릴산 및 메타크릴산, 말레산, 말레산 모노에스테르이다. 글리시딜 메타크릴레이트 및 알릴 글리시딜 에테르도 공중합될 수 있다. 이것은, 추가의 단계에서 아민 또는 아민 알콜, 예를 들면 에틸아민, 에틸헥실아민, 이소노닐아민, 아닐린, 툴루이딘, 자일리딘, 벤질아민, 에탄올아민, 3-아미노-1-프로판올, 1-아미노-2-프로판올, 5-아미노-1-펜탄올, 6-아미노-1-헥산올, 2-(2-아미노에톡시)에탄올로써 유도체화되어 2차 아민을 형성하는 에폭시기를 함유한다.
- [0052] 이러한 반응으로 인해, 중합체의 작용기와 이소시아네이트기의 반응성이 증가하고 물과의 부반응은 억제된다.
- [0053] 수용성 히드록시-작용성 결합제, 예를 들면 폴리비닐 알콜, 부분적으로 비누화된 폴리비닐 아세테이트, 히드록시에틸 셀룰로스, 히드록시프로필 셀룰로스, 및 수-분산성 히드록시-작용성 폴리에스테르, 히드록시-작용성 술폰폴리에스테르, 및 폴리우레탄 분산액, 카르복실 또는 히드록실 1차 또는 2차 아미노기를 갖는 폴리아미도아민의 분산액도 적합하다.
- [0054] 1 내지 100 nm의 입자크기를 갖는 수성 콜로이드성 분산액 또는 콜로이드성 용액이 마찬가지로, 콜로이드 밑에서, 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 열가소성 중합체로부터 제조될 수 있다. 그 예는 보다 고분자량의 고체형 에폭시 수지, 폴리에틸렌 비닐 알콜 및 폴리에틸렌 코-아크릴산을 포함한다.
- [0055] 추가의 불활성 또는 작용성 첨가제를, 결과물인 고-점도 페이스트 또는 저-점도 혼합물에 혼입 또는 분산시킬 수 있다. 작용성 첨가제는, 반응 온도보다 높은 온도에서 고체형 폴리이소시아네이트와 반응할 수 있는, 히드록시-작용성 또는 아미노-작용성 분말상 또는 액체형 저-분자량 내지 고-분자량 화합물을 포함한다. 화학양론적 비를 상응하게 조절해야 한다. 저-분자량 화합물은 40 내지 500 g/mol의 분자량을 갖는 화합물로서 이해되는 반면에, 고-분자량 화합물은 500 내지 10,000 g/mol의 분자량을 갖는 것으로서 이해된다. 언급될 수 있는 예는 저-분자량 내지 고-분자량 액체형 폴리올 및/또는 폴리아민, 고체형 다작용성 폴리올 및/또는 방향족 폴리아민을 포함한다. 그 예는 트리에탄올아민, 부탄디올, 트리메틸올 프로판, 에톡실화 비스페놀 A, 말단-에톡실화 폴리프로필렌 글리콜, 3,5-디에틸 툴루일렌-2,4- 및 2,6-디아민, 폴리테트라메틸렌 옥사이드 디-(p-아미노벤조에이트), 트리스-히드록시에틸 이소시아누레이트, 히드로퀴논 비스-히드록시에틸 에테르, 펜타에리트리톨, 4,4'-디아미노벤즈아닐리드, 4,4'-메틸렌 비스-(2,6-디에틸 아닐린)을 포함한다.
- [0056] 불활성 첨가제는 예를 들면 습윤제, 유기 또는 무기 증점제, 가소제, 충전제, 가소성 분말, 안료, 염료, 광안정화제, 노화안정화제, 부식방지제, 난연제, 발포제, 접착성 수지, 유기작용성 실란, 단점유 및 임의로 소량의 불활성 용매를 포함한다.

- [0057] 본 발명의 이점은, 수성 분산액의 도포가, 가교 반응, 즉 최종 경화와 분리되어 있다는 것에 있다. 이러한 방식으로, 예를 들면, 접착성 필름을 한 곳에서 목재, 유리 또는 기타 기재 또는 지지체 상에 도포할 수 있고, 이렇게 예비제작된 제품을 또다른 곳에서 저장 및/또는 선적 및 경화시켜 최종 제품을 제조할 수 있다.
- [0058] 본 발명에 따르는 공정 및 상응하는 제품의 용도의 추가의 이점은 분산 매체로서 물을 사용한다는데에 있다. 분산액의 제조를 위한 에너지 소모율은 낮다. 유기 용매의 구성비율이 최소인데, 이는 환경보호라는 관점에서 매우 유리한 경과를 초래한다.
- [0059] 수성 중합체 분산액을 출발점으로서 사용하는 경우, 추가의 이점은, 40 내지 150 °C의 범위의 용점을 갖는 표면-불활성화된 폴리소시아네이트를 문제없이 혼입시킬 수도 있다는 사실에 있다. 가교 온도는 35 내지 90 °C의 범위일 수 있다. 이러한 낮은 가교 온도에서, 심지어는 온도-민감성 기재들조차도 열 노출 하에서 이러한 1-성분 시스템으로써 결합시킬 수 있다.
- [0060] 수성 현탁액, 분산액 또는 용액으로부터 취득된 층 또는 분말을 수개월 동안 저장할 수 있다. 그러나, 실온 또는 약간의 승온에서의 저장 기간은, 폴리소시아네이트를 위한 고체형 필름의 용액 특성에 따라 상이하하다. 무수성의 가교되지 않은 상태에서의 본 발명에 따르는 시스템을 위한 저장 기간은 표면-불활성화되지 않은 동일한 폴리소시아네이트를 갖는 동일한 혼합물의 저장 기간의 3배 이상이고, 통상적으로는 10배를 초과한다. +2 °C에서, 본 발명에 따르는 층 또는 분말은 6개월 이상 동안, 실온에서는 1개월 이상 동안 안정하지만, 본 발명에 따라 가공될 수 있다. "잠재-반응성"이라는 용어는, 표면-불활성화된 폴리소시아네이트 및 이소시아네이트-반응성 중합체가 실질적으로 가교되지 않은 상태로 존재하는, 실질적으로 무수성인 층 또는 분말 상태를 가리킨다.
- [0061] 열가소성 가공 및 가교를 위한 열은 바람직하게는 대류열 또는 복사열에 의해 공급될 수 있다. 표면-불활성화된 미립자상 폴리소시아네이트와 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 분산된 또는 수용성 중합체의 안정한 수성 현탁액, 분산액 또는 용액을, 결합 또는 코팅될 기재의 표면에, 특히 솔질, 분무, 원자화, 나이프 도포, 흡송 도포, 붓기, 침지, 압출 또는 롤러 도포 또는 인쇄를 통해, 도포할 수 있다.
- [0062] 본 발명에 따르는 적층체에 적합한 기재는 열가소성 물질, 예를 들면 디페놀을 기재로 하는 폴리카르보네이트 또는 코폴리카르보네이트, 폴리아크릴레이트 또는 코폴리아크릴레이트 및 폴리메타크릴레이트 또는 코폴리메타크릴레이트, 예를 들면 바람직하게는 폴리메틸 메타크릴레이트(PMMA), 스티렌을 갖는 중합체 또는 공중합체, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리스티렌(PS) 또는 폴리스티렌 아크릴로니트릴(SAN), 투명 열가소성 폴리우레탄, 및 폴리올레핀, 예를 들면 바람직하게는 투명 폴리프로필렌 유형 또는 고리형 올레핀을 기재로 하는 폴리올레핀 (예를 들면 토파스, 토파스 어드밴스드 폴리머스), 테레프탈산의 중축합물 또는 공중축합물, 예를 들면 바람직하게는 폴리에틸렌 또는 코폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET 또는 CoPET) 또는 글리콜-개질된 PET(PETG), 폴리에틸렌 글리콜 나프테네이트(PEN), 투명 폴리술폰(PSU)이다.
- [0063] 기재들을 결합시키는 경우, 하기 방식들 중 하나로 수행할 수 있다:
- [0064] 1. 결합될 표면들을 실온에서 접합시키고, 중합체의 연화점보다 높지만 반응 온도보다는 낮은 온도로 온도를 상승시킨 후, 실온으로 냉각시킴으로써 가압 결합한다. 잠재적으로 반응성인 결합이 형성된다. 이러한 결합을, 심지어는 중합체의 가소성 및 열가소성 범위 내에서도, 추가로 가공하고 성형할 수 있다. 온도를 증점 또는 반응 온도보다 높은 온도로 상승시키면 결합은 자신의 최종 가교된 상태를 달성한다.
- [0065] 2. 결합될 표면들을 실온에서 접합시키고, 중합체의 연화점보다 높은 온도로 온도를 상승시킴으로써 가압 결합시켜, 습윤되어 반대편 표면과 결합하는 균질 접착성 필름을 형성하고, 온도를 증점 또는 반응 온도보다 높은 온도로 상승시켜 최종적으로 가교시킨다.
- [0066] 3. 온도를 중합체의 연화점보다 높은 온도로 상승시킴으로써, 결합될 코팅된 표면을 열가소성 상태로 만들고, 제 2 기재와 접합시키고, 압력을 가하면서 온도를 증점 또는 반응 온도보다 높은 온도로 상승시킨다. 시스템이 열가소성 상태에 있는 동안 추가의 가공 단계를 임의로 수행할 수 있다.
- [0067] 공정의 두번째 실시양태에서는, 표면-불활성화된 미립자상 폴리소시아네이트와 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 분산된 또는 수용성 중합체의 안정한 수성 분산액을, 양쪽 면에서 접착을 달성할 수 있는 잠재-반응성 접착성 필름, 접착성 테이프, 접착성 부직물 또는 접착성 직물의 형태로 만든다. 필름 또는 테이프와 같은, 배킹을 갖지 않는(backing-free) 형태를 만들기 위해서는, 본 발명에 따르는 분산액을 비-접착성 배킹 테이프 또는 박리지에 도포하고, 실온 또는 중합체의 연화점 이하의 온도에서 물을 휘발시킨다. 냉각시킨 후, 접착성 필름

을 배킹으로부터 떼어내고 사용 전까지 배킹 없이 저장할 수 있다. 또다르게는, 접착성 필름을 배킹지와 함께 저장할 수 있다.

- [0068] 접착성 부직물 또는 직물의 경우, 반응성 분산액을 분무, 원자화, 나이프 도포, 붓기, 침지, 패딩, 롤러 도포 또는 인쇄를 통해 도포하고, 물을 실온 또는 중합체의 연화점 이하의 온도에서 휘발시키고, 잠재적으로 열-반응성인 접착성 층을 갖거나 그것으로써 함침된 접착성 부직물 또는 직물을 사용 전까지 저장한다.
- [0069] 배킹을 갖지 않는 접착성 필름, 접착성 테이프, 접착성 부직물 또는 직물을 기재들 사이의 접착성 층으로서 사용한다. 접착성 필름, 부직물 또는 직물을, 가소성 상태로서 기재 표면의 한 면에 도포하거나 소결시킬 수도 있다. 이러한 적층체를 최종적으로 제 2 기재 표면에 결합시키기 전까지는 실온에서 저장할 수 있다.
- [0070] 공정의 세번째 실시양태에서는, 표면-불활성화된 미립자상 폴리이소시아네이트와 이소시아네이트-반응성 기를 갖는 분산된 또는 수용성 중합체의 안정한 수성 분산액을 잠재-반응성 분말의 형태로 만든다. 분말을 잠재-반응성 접착제로서 또는 분말 코팅과 같이 코팅 목적을 위해 사용할 수 있다.
- [0071] 본 발명에 따르는 분산액으로부터 분말을 제조하기 위해서, 이것을 분무 건조 탑에서 분무할 수 있다. 아래로부터 유입된 공기의 온도를 중합체의 연화점과 표면-블로킹된 폴리이소시아네이트의 반응 온도보다 낮은 온도로 유지해야 한다.
- [0072] 또다르게는, 본 발명에 따르는 분산액을, 접착성 표면을 갖는 순환 벨트의 비-접착성 표면 상에 분무하거나, 인쇄 공정을 통해 도포할 수 있다. 물을 휘발시킨 후, 건조된 입자를 테이프로부터 긁어내고, 임의로 체에 걸러서 분급하고, 사용 전까지 저장한다.
- [0073] 잠재-반응성 분말을, 임의로 저온에서, 그윈딩 공정을 통해, 배킹을 갖지 않는 필름 또는 테이프로부터 제조할 수도 있다. 이것을 열-반응성 가교성 접착제 또는 코팅 분말로서 사용한다. 도포 장치 및 방법은 종래 기술의 것이며, 해당 분야의 숙련자에게 공지되어 있다.
- [0074] 본 발명에 따르는 공정에 의해 제조된, 예비제작된 잠재-반응성 층을, 바람직하게는 예를 들면 금속, 플라스틱, 유리, 목재, 목재 복합체, 카드, 필름, 합성 평탄 물질, 직물과 같은 가요성 또는 고체형 기재를 위한 고온-내성 결합된 접합부로서 사용한다.
- [0075] 분말 코팅을 위한 도포 방법을 사용하여, 본 발명에 따라 제조된 반응성 코팅 분말을 가공할 수도 있다. 폴리이소시아네이트의 선택에 따라, 가교 온도는, 플라스틱, 직물 및 목재와 같은 열-민감성 기재가 열손상 없이 코팅될 수 있을 정도로 낮을 수 있다. 이러한 공정은 또한 코팅 분말로 하여금 단지 소결되게 하거나 기재 상에서 용융되어 폐쇄된 층을 형성하게 한다. 이어서 임의로 추가의 기계적 또는 열가공 단계 후에, 완전한 가교 후속적인 열처리 공정에서 일어난다.
- [0076] <실시예>
- [0077] (A) 사용된 상업적 제품:
- [0078] 디스퍼콜(Dispercoll, 등록상표) U 53
- [0079] 독일 레버쿠젠 51368 소재의 바이엘 머티리얼사이언스 아게(Bayer MaterialScience AG)의 폴리우레탄 분산액; 고체 함량 약 40 중량%; 선형 폴리우레탄 쇠로 이루어진 이소시아네이트-반응성 중합체. 분산액을 건조시키고 필름을 23 °C로 냉각시킨 후에, 중합체는 결정화된다. 열기계적 분석(TMA)을 사용하여 측정해 보면, 필름은 +65 °C 미만의 온도에서 대부분 결정분해된다.
- [0080] 데스모두르(Desmodur, 등록상표) DN
- [0081] 용매를 함유하지 않는 친수성으로 개질된 가교제인, HDI 삼량체를 기재로 하는 이소시아네이트. NCO 함량 약 20 %, 23 °C에서의 점도 약 1200 mPas.
- [0082] 디스퍼콜 BL XP 2514
- [0083] 약 40 %의 고체 함량을 갖는, 물 중의 표면-불활성화된 TDI 우레트디온(TDI 이량체)의 현탁액
- [0084] 디스퍼콜 U VP KA 8755
- [0085] 독일 레버쿠젠 51368 소재의 바이엘 머티리얼사이언스 아게의 폴리우레탄 분산액; 고체 함량 약 40 중량%; 선형 폴리우레탄 쇠로 이루어진 이소시아네이트-반응성 중합체. 분산액을 건조시키고 필름을 23 °C로 냉각시킨

후에, 중합체는 결정화된다. 열기계적 분석을 사용하여 측정해 보면, 필름은 +65 °C 미만의 온도에서 대부분 결정분해된다.

- [0086] 보르치(Borchi, 등록상표) 겔 L 75 N
- [0087] 비-이온성 액체형 지방족 폴리우레탄-기계의 증점제: 23 °C에서의 점도: > 9000 mPas; 비-휘발성 성분: 약 50 중량%.
- [0088] 아쿠아 프레스(Aqua Press, 등록상표) ME
- [0089] 프렐(Proell)의 상업적인 유백색 분산액
- [0090] 보르치 겔 ALA
- [0091] 음이온성 아크릴레이트-기계의 증점제의 수용액: 20 °C에서의 점도(브룩필드(Brookfield), LVT, 액체 비중계 IV, 6 rpm): 25,000 내지 60,000 mPas; 비-휘발성 성분: 약 10 중량%.
- [0092] 디스퍼콜 실험실용 제품 크라우(KRAU) 2756 K-1
- [0093] 독일 레버쿠젠 51368 소재의 바이엘 머터리얼사이언스 아게의 폴리우레탄 분산액; 고체 함량 약 45 중량%; 선형 폴리우레탄 쇠로 이루어진 이소시아네이트-반응성 중합체.
- [0094] 분산액을 건조시키고 필름을 23 °C로 냉각시킨 후에, 중합체는 부분적으로 결정화된다. 열기계적 분석을 사용하여 측정해 보면, 필름은 +65 °C 미만의 온도에서 대부분 결정분해된다.
- [0095] ISO 11359의 3부 "침투 온도의 결정"과 유사하게, TMA를 사용하여 측정을 수행하였다.
- [0096] (B) 저장 조건:
- [0097] 저장 A
- [0098] 실온에서 분산액을 도포하고, 실온에서 필름 상에서 증발을 수행하여 많은 물을 제거하고, 최대 3시간 후에 즉시, 결합될 표면들을 90 °C 또는 120 °C에서(물체의 온도) 적층시키고 가교 반응을 유발한다. 정상적인 조건에서 24 시간 동안 냉각 및 저장한다.
- [0099] 저장 B
- [0100] 실온에서 분산액을 도포하고, 실온에서 필름 상에서 증발을 수행하여 많은 물을 제거하고, 정상적인 조건에서 1 일 동안 저장한 후, 90 °C 또는 120 °C에서(물체의 온도) 적층시키고 가교 반응을 유발한다. 정상적인 조건에서 24 시간 동안 냉각 및 저장한다.
- [0101] 저장 C
- [0102] 실온에서 분산액을 도포하고, 실온에서 필름 상에서 증발을 수행하여 많은 물을 제거하고, 정상적인 조건에서 7 일 동안 저장한 후, 90 °C 또는 120 °C에서(물체의 온도) 적층시키고 가교 반응을 유발한다. 정상적인 조건에서 24 시간 동안 냉각 및 저장한다.
- [0103] 저장 D
- [0104] 필름에 도포하고, 실온에서 증발을 수행하여 많은 물을 제거한다. 접착성 층으로써 코팅된 표면을 21 일 동안 공기 중에 노출시킨다. 90 °C 또는 120 °C에서(물체의 온도) 적층시키고 가교 반응을 유발한다. 정상적인 조건에서 24 시간 동안 냉각 및 저장한다.
- [0105] (C) 샘플 제조 및 시험 방법
- [0106] DIN 53 357에 의해 정의된 분리 시험에 따르는, 두 개의 필름 사이의 결합의 접착 강도의 시험
- [0107] 두 개의 필름으로 이루어진, $200 \times 50 \times 0.15 \text{ mm}^3$ 의 견본을 겹쳐서 단일 층으로 만들고 가압 결합하였다(적층시켰다). 필름을 약 40 mm의 길이 만큼 분리시킴으로써, 인장 시험기의 클램프에서 조여질 수 있는, 두 개의 혀 모양 가장자리를 만들었다. 결합될 표면은 약 $160 \times 50 \text{ mm}^2$ 으로 측정되었다. 결합의 강도를 120 °C에서 측정하였다.
- [0108] 다른 또는 상이한 시험 조건 또는 시험이 상술된다.

[0109] (D) 반응성 접착성 분산액의 도포 및 시험

[0110] 사용된 접착성 분산액:

[0111] 접착성 분산액의 제조. 일반적 설명:

[0112] 증점제를 사용하여 우선 디스퍼콜 U 분산액의 점도를 증가시킨다.

	중량부
디스퍼콜® U 53	100
보르치겔® ALA	2

[0113]

[0114] 이어서 5 내지 10 중량부의 불활성화된 폴리소시아네이트를, 교반하면서, 100 중량부의 디스퍼콜 U 53에 첨가하여, 하기 수성 현탁액을 제공하였다:

[0115] 하기와 같이 고속 혼합기에서, 상술된 폴리소시아네이트를 사용하여, 반응성 분산액 접착제를 제조하였다.

실시에 1(비교실시예; 본 발명에 따르지 않음)	
	중량부
디스퍼콜® U 53	100
보르치겔® ALA	2

실시에 2(본 발명에 따름)	
	중량부
디스퍼콜® U 53	100
보르치겔® ALA	2
테스모두르® DN	5

실시에 3(본 발명에 따름)	
	중량부
디스퍼콜® U 53	100
보르치겔® ALA	2
디스퍼콜® BL XP 2514	10

실시에 4	
	중량부
디스퍼콜® U 53	100
보르치겔® ALA	2
IPDI 삼량체 배합물(제파민(Jeffamine) T-403의 3 당량% 아미노기)	20

[0116]

[0117] 실시예 5(비교실시예; 본 발명에 따르지 않음)

[0118] 독일 바이센부르크 소재의 프윙 카계의 아쿠아 프레스 상업적 수성 1-성분 커플링제.

[0119] 실시예 6

[0120] 실시예 1 내지 5에서 수득된 접착성 혼합물을, 나선형 나이프를 사용하여, 두께가 150 μm인 마크로폴(Makrofol, 등록상표) ID 6-2(양쪽 면 상에 텍스처를 갖는 폴리카르보네이트 필름, 바이엘 머터리얼사이언스 아게, 신분증

전용, 6 면: 조도 R_{3z} 약 9 μm; 2 면: R_{3z} 약 4 μm;)에, 100 μm의 습윤 필름 두께로 도포하였다. 필름을 정상적인 조건에서 건조시켰다.

[0121] 상술된 저장 A 내지 C 후에, 각각의 코팅된 필름을, 코팅되지 않은 마크로폴 ID 6-2, 150 μm 필름에 적층시키고, (C)에 기술된 바와 같이 시험하였다. 적층을 90 °C 및 120 °C에서 2 kp/cm²의 기계적 압력 하에서 수행하였다(가압 결합).

[0122] 이어서 분리 시험을 사용하여, 저장 A 내지 C(저장 기간) 및 온도의 함수로서의 결합의 기계적 강도를 시험하였다.

실시예		저장	적층 온도	평균 N/cm
실시예 1	본 발명에 따르지 않음	A	90	1.03
실시예 1	본 발명에 따르지 않음	B	90	0.46
실시예 1	본 발명에 따르지 않음	C	90	1.38
실시예 1	본 발명에 따르지 않음	A	120	0.80
실시예 1	본 발명에 따르지 않음	B	120	0.88

[0123]

실시예 1	본 발명에 따르지 않음	C	120	0.66
실시예 2	본 발명에 따름	A	90	8.67
실시예 2	본 발명에 따름	B	90	6.54
실시예 2	본 발명에 따름	C	90	2.64
실시예 2	본 발명에 따름	A	120	4.95
실시예 2	본 발명에 따름	B	120	3.21
실시예 2	본 발명에 따름	C	120	2.51
실시예 3	본 발명에 따름	A	90	11.57
실시예 3	본 발명에 따름	B	90	13.24
실시예 3	본 발명에 따름	C	90	13.42
실시예 3	본 발명에 따름	A	120	10.48
실시예 3	본 발명에 따름	B	120	17.90
실시예 3	본 발명에 따름	C	120	14.77
실시예 4	본 발명에 따름	A	90	3.52
실시예 4	본 발명에 따름	B	90	5.84
실시예 4	본 발명에 따름	C	90	5.99
실시예 4	본 발명에 따름	A	120	3.28
실시예 4	본 발명에 따름	B	120	4.26
실시예 4	본 발명에 따름	C	120	2.59
실시예 5	본 발명에 따르지 않음	A*	90	1.54
실시예 5	본 발명에 따르지 않음	A*	120	0.93

[0124]

[0125] * 최초 강도 조차도 존재하지 않기 때문에, 추가의 저장이 필요 없었다.

[0126] 실시예 3에서 수득된 가장 우수한 시스템을 사용하여, 코팅된 필름의 저장 안정성에 관한 추가의 시험을 수행하였다.

실시예 7	
	중량부
디스퍼콜® VP KA 8755	700
보르치겔® L 75 N	7
디스퍼콜® BL XP 2514	70

실시예 8	
	중량부
크라우 2756 K-1	700
보르치겔® L 75 N	7
디스퍼콜® BL XP 2514	70

[0127]

[0128] 실시예 7 내지 8에서 수득된 접착성 혼합물을, 나선형 나이프를 사용하여, 두께가 250 μm인 마크로폴 ID 1-1(양

쪽 면이 매끄러운 폴리카르보네이트 필름, 바이엘 머터리얼사이언스 아게, 신분증 전용)에, 50 μm 의 습윤 필름 두께로 도포하였다. 필름을 50 $^{\circ}\text{C}$ 에서 진공 건조함에서 건조시켰다.

[0129] 상술된 저장 A 및 D 후에, 각각의 코팅된 필름을, 코팅되지 않은 마크로폴 ID 1-1, 250 μm 필름에 적층시키고, (C)에 기술된 바와 같이 시험하였다. 적층을 120 $^{\circ}\text{C}$ 및 135 $^{\circ}\text{C}$ 에서 2 kp/cm^2 의 기계적 압력 하에서 수행하였다 (가압 결합).

[0130] 이어서 분리 시험을 사용하여, 저장 A 및 D(저장 기간) 및 온도의 함수로서의 결합의 기계적 강도를 시험하였다.

실시예		저장	적층 온도	평균 N/cm
실시예 7	본 발명에 따름	A	120	31.30
실시예 7	본 발명에 따름	D	120	71.04
실시예 7	본 발명에 따름	A	135	73.59
실시예 7	본 발명에 따름	D	135	140.41
실시예 8	본 발명에 따름	A	120	55.82
실시예 8	본 발명에 따름	D	120	63.36
실시예 8	본 발명에 따름	A	135	38.87
실시예 8	본 발명에 따름	D	135	95.02

[0131]

[0132] 심지어는 21 일 동안 저장한 후에도, 실시예 7 및 8에 따르는 접착성 조성물을 갖는 적층체는 여전히 매우 견고하게 결합된 접합부를 가짐을 특징으로 하였다. 120 $^{\circ}\text{C}$ 에서보다 135 $^{\circ}\text{C}$ 의 활성화 온도에서 훨씬 더 우수한 결합이 달성되었다.

[0133] 분리 시험 후, 결합된 필름의 표면들은, 이러한 표면을 더 이상 사용할 수 없을 정도로, 심하게 손상되었다. 따라서, 본 발명에 따르는 실시예에서 사용된 접착제를 사용하면, 보안성 카드에서의 사용이라는 실질적인 목표가 달성되고, 결합된 층들을 손상 없이는 열분리할 수 없다.