(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
C08G 18/70
C08G 18/80

(45) 공고일자 2000년12월15일
(11) 등록번호 10-0276573
(24) 등록일자 2000년09월30일

(21) 출원번호	10-1994-0700451	(65) 공개번호	특1994-0702199
(22) 출원일자	1994년02월15일	(43) 공개일자	1994년07월28일
번역문제출일자	1994년02월15일		
(86) 국제출원번호	PCT/CH 93/00152	(87) 국제공개번호	WO 93/25599
(86) 국제출원일자	1993년06월11일	(87) 국제공개일자	1993년12월23일
(81) 지정국	EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 리히텐슈타인 사이프러스 독일 덴마크 스페인 핀랜드 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투칼 스웨덴 국내특허 : 캐나다 일본 대한민국 미국		
(30) 우선권주장	1883/92-0 1992년06월15일 스위스(CH)		

(73) 특허권자 엡뇌터 아게
스위스 젬파크-슈 티온인두슈트리게비트랑크
(72) 발명자 아벤트,토마스,페.
스위스연방, 체하-9100 세인트갈렌, 산드라인스트라쎄8
(74) 대리인 나영환, 이상섭

심사관 : 조성신

(54) 반응성 고온용융물을 제조하기 위한 방법 및 혼합물

요약

본 발명은 고온-용융 접착제로서 특허 유용한 반응성 용융물을 제조하는 하기 방법에 관한 것이다 :

a) 40℃ 이상의 온도에서 액체가 되는 적당한 용융성 히드록시-작용성 또는 아미노-작용성 중합체 또는 중합체 믹스(A)를,

b) 분말형 고체의 표면 탈활성화된 폴리이소시아네이트(B) 또는 저휘발성 담체액중의 상기 폴리이소시아네이트 헌탁액과 혼합하되,

c) 정적 믹서내에서 40℃ 이상의 온도하에 거의 화학량론적 비율로 하여 생성된 혼합물이 부분영역을 지니며, 이로써(2) 고형 이소시아네이트(B)와 탈활성화제(C)에 대한 (1)중합체(A)의 비가 전체 믹스내에서 이들 기제 또는 이들의 혼합물의 평균비와 다르게 하며,

d) 이어서 상기 미균질한 혼합물을 의도된 용도에 적당한 형태로 압축한 후 혼합물의 연화점이하로 냉각시킴으로써 고형화한다.

이들 예비 성형되거나 가능한 비-성형된 고체 반응성 용융물은 실온에서 저장되어 그 잠재적 열-반응성을 보유할 수 있다.

명세서

[발명의 명칭]

반응성 고온 용융물을 제조하기 위한 방법 및 혼합물

[발명의 상세한 설명]

고체 또는 가요성 물질을 무용매 접착, 밀봉 및 코팅하기 위해 고온-용융물을 사용하는 방법은 최근 당해 기술분야에 공지되어 있으며, 이는 생태학적인 이유상 바람직하다. 필요 조건에 따르면, 다양한 열가소성 중합체, 예를 들어 다른것들 중에서도 폴리에틸렌, 에틸렌과 비닐 아세테이트의 공중합체, 에틸렌과 아크릴 에스테르 또는 메타크릴 에스테르의 공중합체, 폴리아크릴레이트 또는 폴리메타크릴레이트, α-올레핀의 중합체 또는 공중합체, 스티렌과 이소프렌 또는 부타디엔의 공중합체, 폴리아미드 및 공중합아미드, 폴리에스테르 또는 공중합에스테르, 열가소성 폴리우레탄 및 에폭시 수지가 현재 제제중에 사용된다.

연화점 근처 및 연화점 이상의 온도에서의 고온-용융물 또는 고온-용융물 접착제의 열가소성은, 용매에 대한 접착제의 내성과 함께 아직 해결되지 않은 문제점이다. 연화점 부근에서는 결합의 열적 변형에 대한 저항성이 상당히 저하되며, 융점을 초과하면, 고온-용융 접착제는 강도가 손실되어 접착제 결합이 파손될 수 있다.

예로서, 텍스타일 용도를 위한 고온-용융 분말 또는 필름을 들 수 있는데: 이것들은, 가능한 최저 온도에서 결합 강도가 높아야 하고(적용 시간의 단축, 텍스타일 섬유에 대한 손상의 제거, 누설 또는 "오프셋"

의 제거) ; 그러나, 그 결합은 이어지는 조작 및 처리 과정(압축, 다림질, 성형, 성형된 형태 또는 마네킨 상태로 건조)과 관련된 고온을 지탱해야 한다. 여기에서 접착제 결합은 접착제의 연화점과 동일하거나 이보다 몇배 높은 온도에 적용되거나, 또는 이전에 적용된 결합온도에 적용된다. 결합된 텍스타일 제품의 치수 안정성은 이들 처리에 의해 저해된다.

고온-용융 접착제가 드라이 크리닝에 사용되는 것과 같은 용매에 적용되거나, 초과적 세척 온도하에서는 동일한 비바람직한 효과, 즉 접착제 결합의 파손이 발생할 것이다.

고온-용융물 및 고온-용융 접착제가 접착제 결합의 열가소성 및 용해도를 감소 또는 제거시킨다는 것과 관련된 실험은 여러번 시행되었다. 따라서, 수분 반응성 이소시아네이트 또는 실란기는 중합체내로 도입되었다. 가교결합된 열경화성 중합체는 용융 접착제의 도포 후 수분의 영향 결과로서 수반될 것이다. 단점은, 이들 시스템이 도포 온도 이하의 온도에서 수분이 추출된 상태로 저장되어야 한다는 것이다. 고온 경화 시스템에서, 가교결합된 열경화성 중합체는 열반응성 가교결합제, 차폐된 이소시아네이트를 지닌 히드록시-작용성 또는 아미노-작용성 중합체의 과산화물을 지닌 작용성 중합체, 및 디시안디아미드를 지닌 고체 에폭시 수지등으로부터 유발될 것이다. 설명된 반응성 고온-용융 접착제와 관련된 단점은, 가교결합 온도가 130 내지 140℃ 이상이라는 점이다. 실제 반응시간은 여전히 고온이어야 하는데, 이로인해 다양한, 열-민감성 기재의 사용이 금지된다.

비-반응성, 수분 반응성 또는 열 반응성의 고온-용융물의 조성물, 그 잇점 및 단점은 전문가에게 공지되어 있으며, 기술문헌 및 특허 명세서, 예를 들어 알.조단의, "Klebstoff-Monographen"의 "Schmelzklebstoffe", (Vol.4a(1985), 4b(1986), 4c(1987)), "Schmeltzhaftklebstoffe" (Vol. 6a (1990))(힌터 발드너(Munich) 출판)에 기재되어 있다.

본 발명의 목적은, 그것들이 공지되어 있는 단점을 피하는 것이며, 특히,

- 예비-성형되거나 또는 기재의 표면에 적용될 수 있고,

- 이어서 냉각을 통해 고체화되고,

- 임의의 바람직한 기간후, 결합이 필요한 경우 열을 적용함으로써 기재상에 다시 용융될 수 있으며,

- 이어서, 온도상승에 따라 비가역적으로 가교결합될 수 있는 고온-용융물을 제조하는 것이다.

놀랍게도, 현재까지 공지된 단점을 지니지 않고 고온 용융물 또는 용융접착제의 적용분야를 상당히 확장시킨, 벌크 또는 예비성형된 상태로 적용된 반응성 고온-용융물 및 기재의 고체 혼합물을 실온에서 제조하는 방법이 밝혀졌다.

본 발명에 따르면, 경화 작업은 특히 독립항에 따라 해결된다. 본 발명은 하기 a)~d)의 단계를 포함하는 특히 바람직한 방법으로 수행될 수 있다 :

a) 40℃ 이상, 특히 55℃ 이상의 온도에서 액체 상태로 전환되며, 히드록실기 또는 아미노기와 같은 이소시아네이트에 반응성인 기를 가진, 적당한 용융성의 열가소성 중합체 또는 중합체 혼합물 A를 제공하는 단계 ;

b) 상기 중합체 또는 중합체 혼합물 A를 2개 이상의 이소시아네이트기를 가진 분말 형태의 표면 탈활성화된 고체 이소시아네이트 B 또는 표면이 고비점 담체액중의 탈활성화제 C로 처리된 분말 형태의 고체 디- 또는 폴리이소시아네이트 B의 현탁액 또는 분산액과 혼합하는 단계 ;

c) 거의 화학량론적 비로 40℃ 이상의 온도에서 비균질하게 하여 (2) 고체 이소시아네이트 B와 탈활성화제 C에 대한 (1) 중합체 A의 비를 다르게 하는데, 즉 전체 기제 혼합물에 걸쳐 이들 물질 또는 물질 혼합물의 평균비 이상 또는 이하로 하는 단계;

d) 상기 비균질한 혼합물을 의도된 용도중 하나에 적당한 형태로 적용시킨후 연화점이하로 상기 혼합물을 냉각시킴으로써 고체화하는 단계.

필요에 따라, 이들 예비-성형되거나, 또는 비-성형된 고체 반응성 고온-용융물은 실온에서 저장 안정성을 띠며 잠재적 열-반응성을 보유한다. 임의의 기간후, 이것들은 기제와 예비-적용된 고온-용융물 또는 고온-용융 접착제로 이루어진 다층을 가열함으로써 다시 액체로 제조되어, 연결된 후, "활성화 온도" 이상의 온도로 상승시킴으로써 비가역적으로 가교결합될 수 있다. 이들 고온-용융물은 목재, 플라스틱, 금속, 유리, 텍스타일, 합성 부직물, 카드보드, 종이, 필름, 호일등의 결합, 밀봉, 적층 또는 피복의 목적으로 사용된다.

히드록실기 또는 아미노기를 지닌 중합체 반응 시스템 및 분말 형태의 탈활성화된 고체의 이소시아네이트는 유럽특허 제62 780호, 유럽 특허 제100 507호,독일특허 제32 30 757호, 독일특허 제34 03 499호, 독일특허 제34 03 500호와 기술문헌, 예를들면 블럼, 알. : 슈프, 에이지의「Prog. Org. Coat. 1990, 18(3), S. 275-288」에 공지되어 있다.

기재된 방법에서는, 아민에 의해 표면이 탈활성화된, 액체 폴리올 또는 폴리아민과 고체 이소시아네이트의 균일한 혼합물이 제조되는데, 이는 실온에서는 반응하지 않는다. 일명 "활성화 온도", 또는 반응온도, 즉 55℃ 이상, 바람직하게는 80℃ 이상을 초과하는 지점에서, 고체 이소시아네이트와 중합체의 작용기 사이의 반응이 시작될 것이고, 필요에 따라 촉매에 의해 가속화될 것이다. 이 반응은 가교 결합된, 고분자량의 폴리우레탄 또는 폴리우레아를 생성시킬 것이다.

(최소)온도가 주지된 "활성화 온도"로서, 이 온도에서는 우레탄 또는 우레아기의 형성하에 탈활성화된 이소시아네이트와 히드록실, 또는 히드록실 또는 아미노기를 포함하는 중합체와의 반응을 통해 고온-용융물의 점도가 증가하기 시작한다. 이 온도는, 명명된 성분들간의 발열반응이 개시됨에 따라, 예를 들어 열분석법(예, DSC:Differential Scanning Calorimetry)을 사용하여 확인될 수 있다.

그 중에서도 독일 특허 제32 30 757호에는, 연화점이 45℃ 내지 65℃ 이내인 고체 폴리올을 탈활성화된

고체 이소시아네이트와 혼합하는 방법이 제안되어 있다. 혼합물을 균질화하여 탈기시킨 후, 용융물을 고체화하여 적당한 분쇄 방법을 통해 과립 상태로 하였다. 실온에서의 저장시 안정한 반응 혼합물은 적당한 시간에 약 70 내지 100℃로 가열된 용융물로 전이될 수 있다. 용융 후에는, 열충격에 의해 점성의 용융물이 100 내지 120℃에서 고체화될 것이다.

본 발명에 따라 본문중에 게재된, 비균질한 잠재적 반응성의 고온-용융물의 생성을 위한 연속 방법과 하나 이상의 기제 표면을 지닌 영구적인 내열성 결합을 이루기 위한 그 용도와 관련된 지시사항은 이 특허에는 수록되어 있지 않다,

성분들은 하기와 같다 :

- 작용성 이소시아네이트 반응기를 지닌 열가소성 중합체에 대한 중합체 A ;

- 고체의 디- 또는 폴리이소시아네이트에 대한 이소시아네이트 B ;

- 함께 탈활성화 전위를 형성하는 결합된 탈활성화제 C' 및 비결합된 탈활성화제 C"를 포함하는 탈활성화제 C ;

- 분자량이 500 이하인 고체 또는 액체 이소시아네이트 반응 화합물에 대한 가교결합 또는 쇄 연장 성분 D ;

- 이소시아네이트 비-반응성 유기 또는 무기 화합물에 대한 첨가제 E.

실온에서 고체이고, 융점 또는 연화점이 40℃ 이상인 중합체 A로는, 하기의 것들이 본 발명의 방법을 수행하는데 적당하다 :

히드록시-작용성 또는 아미노-작용성, 지방족 또는 방향족 폴리에스테르, 폴리카프롤락톤, 폴리카르보네이트, 폴리아세탈, 폴리아크릴레이트, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리에테르, 폴리티오에테르 ;

스티렌 또는 α-메틸스티렌과 알릴알콜의 공중합체, 에틸렌 또는 α-올레핀과 히드록시에틸- 또는 히드록시프로필-아크릴레이트 또는 -메타크릴레이트의 저분자량 공중합체, 및 에틸-아크릴레이트, 부틸아크릴레이트, 에틸메타크릴레이트, 부틸메타크릴레이트와 같은 히드록시-작용기에 불활성인 다른 단량체;

에틸렌, α-올레핀의 공중합체 또는 에틸렌, α-올레핀의 공중합체, 또는 에틸렌, α-올레핀과비닐아세테이트, 에틸-, 부틸-아크릴레이트 또는-메타크릴레이트의 공중합체상의 히드록시에틸- 또는 히드록시프로필-아크릴레이트, -메타크릴레이트, 알릴알콜, 아미노알킬- 및 머캡토알킬-알콕시실란의 그라프트 반응에 따른 그라프트 중합체, 40℃ 이상에서는 액체이고 이 온도 이하에서는 고체인, 에틸렌과 비닐아세테이트, 지방산의 히드록시 포함 유도체의 공중합체의 가수분해산물, 저- 또는 고분자량의 폴리올 또는 디아민과 디- 또는 폴리이소시아네이트의 반응을 통해 수득된히드록시- 또는 아미노-작용성 예비중합체.

이전에 언급된 중합체 혼합물도 또한 사용될 수 있다. 중합체 분자당 작용기의 수는 평균 1.5 내지 6이고, 바람직하게는 1.8 내지 4이며, 분자량은 400내지 25,000이다.

중합체의 융점 또는 연화점, 고체화점은 40℃ 이상, 바람직하게는 55℃ 이상이다. 중합체의 융점 또는 연화점의 최상한치는 표면 탈활성화된 이소시아네이트의 "활성화 온도 또는 반응 온도"이다.

중합체 성분 A의 비율은 총 결합제의 40중량% 이상에 달하는 것이 바람직하다.

분자량이 62 내지 500이고 작용가가 2 내지 4인, 저분자량의 지방족 또는 방향족, 히드록시-작용성 또는 아미노-작용성 가교결합 또는 쇄 연장제 D를 혼합물중에 사용할 수 있다. 조건은, 이것들이 40℃ 이상의 온도에서 고체이거나, 또는 고온 용융물중 중합체의 연화점이 40℃ 이하로 하강되지 않는 정도이다.

고온-용융물중에 가교결합제 및 쇄 연장제로서 사용될 수 있거나, 또는 히드록시- 또는 아미노-작용성 예비중합체의 제조를 위해 사용될 수 있는 저분자량의 폴리올 또는 폴리아민은, 예를 들어 에탄디올, 프로판디올, 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리클, 부탄디올, 헥산디올, 데칸디올, 네오펜틸글리콜, 1,4-시클로헥산디-메탄올, 히드로퀴논-디(2-히드록시에틸) 에테르, 2,2,4-트리메틸-1,3-펜탄디올, 비스페놀A-에톡실레이트, 비스페놀 A-프로폭실레이트, 트리스히드록시에틸이소시아뉴레이트, 펜타에리트라이트, N, N-비스(2-히드록시프로필) 아닐린, 트리에탄올아민, N,N'-비스(히드록시에틸)- 피페라진, 3,5-디에틸-2,4- 및 -2,6-디아미노톨루올, 2,4'- 및 4,4'-디페닐메탄-디아민, 3,3'-디메틸-4,4'-디아미노-디페닐메탄, 4,4'-디아미노-디페닐에테르 또는 -설파이드, 4,4'-디아미노-디시클로헥실메탄이다.

유기 이소시아네이트 B로는, 주로 실온에서 고체인 지방족, 시클로지방족 및 방향족의 다작용성 이소시아네이트가 고려된다. 다작용성 이소시아네이트가 실온에서 액체인 한, 이것들은 화학반응에 의해 실온에서 고체인 폴리이소시아네이트로 전환된다. 하기의 것들은 반응 생성물의 예로서 명명될 수 있다 : 에스테르-, 우레아-, 비우렛-, 알로파닛-, 카르보디이미드-, 우렛디온-, 우레탄-, 또는 이소시안 우레이트기를 포함한 디- 또는 폴리이소시아네이트.

고체 이소시아네이트는 활성화 온도이하의 온도에서 작용성 중합체 중에 불용성이거나 고비점의 현탁액 용매중에 불용성일 것이다.

하기의 것들은 의도된 용도에 특히 적당한 것으로 입증된 것이다.

- 우렛디온기를 지닌, 이중합된 2,4- 및 2,6 디이소시아나토-톨루엔 또는 2,4'- 및 4,4'-디이소시아나토-디페닐메탄,

- 1,5-나프탈린-디이소시아네이트, 비-톨루일렌-디이소시아네이트 또는 3,3'-디멘틸-4,4'-디페닐-디이소시아네이트,

- 1,6-헥산-디이소시아네이트, 1-이소시아나토-3,3,5-트리메틸-5- 이소시아나토 -메틸-시클로헥산, 디메틸크실릴렌- 및 테트라 메틸크실릴렌- 디이소시아네이트, 2,4'-,4,4'-디이소시아나토-디페닐메탄, 2,4 및 2,6- 디이소시아나토-톨루엔을 기초로 한 우레탄, 우레아, 우렛디온-, 이소시아뉴레이트기를 지닌 변성

디- 또는 폴리이소시아네이트,

- 4,4'-디이소시아나토-3,3'-디메틸-디페닐우레아,

- 디이소시아네이트와 트리메틸올프로판 또는 다른 단쇄 플리올 또는 폴리아미드의 반응 생성물.

분말형 고체 이소시아네이트의 혼합물도 또한 사용할 수 있다.

고온-용융 접착제의 저장 및 처리동안 또는 이후에 분말형 고체 이소시아네이트와 작용성 중합체, 폴리올, 폴리아민과 액체 중합체사이의 비조절된 자발적인 반응을 막기위해, 분말형 고체 이소시아네이트의 표면을 탈활성화한다.

탈활성화제는, 이것이 화학 반응을 통해 이소시아네이트 입자의 표면에 결합되도록 선택되고, 이러한 방식을 통해 폴리이소시아네이트 입자와 다른 반응성 성분, 즉 히드록시- 및 아미노-작용성 중합체 및 저분자량의 작용성 가교결합제 또는 쇄 연장제간의 불활성층에 의해 상이 분리된다.

고체 이소시아네이트의 이소시아네이트기를 탈활성화시키고자, 0.1 내지 25당량%, 특히 0.2 내지 12당량%의 고체 이소시아네이트의 유용한 이소시아네이트기를 탈활성화제 C와 반응시킨다. 안정한 고온-용융물을 수득하기 위해서는, 반응시 항상 과량의 탈활성화제를 사용해야 한다. 이 "비결합된(유리) 탈활성화제 C"는 표면 "결합된" 또는 "반응된 탈활성화제 C"와 함께 "탈활성화 전위"를 형성한다. 유리 탈활성화제 C"는, 표면 탈활성화가 탈활성화제 C'로 개시되어 2단계에 걸쳐 이루어진다는 점에서 결합된 탈활성화제 C'와 다를 수 있다. 결합된 탈활성화제 C'에 대한 유리 탈활성화제 C"의 비는 0.1 내지 10일 수 있다.

탈활성화제의 적정농도는 반응성 고온 용융물의 의도된 용도 및 고체 이소시아네이트의 입자 크기에 따라 실험적으로 결정되어야 한다. 평균 입자 크기는 탈활성화제의 바람직한 농도를 지시해 주며, 입자 크기가 보다 작고 이에 따라 표면적이 보다 큰 입자는 탈활성화 아민이 보다 많이 요구된다.

인용된 문헌(불럼, 알. ; 슈프, 에이치의, 「Prog. Org. Coat, 1990, 18(3), 275-288」) 및 상기 인용된 특허에는 탈활성화제의 적정농도의 결정에 대한 지시사항이 기재되어 있다,

고체 폴리이소시아네이트 B는 1차 및 2차 지방족 아민, 디- 또는 폴리아민, 히드라진 유도체, 아미딘 및 구아니딘과의 반응을 통해 탈활성화된다. 부가의 탈활성화제는 상기 언급된 특허 명세서에 나열되어 있다.

하기의 것들이 바람직한 것으로 밝혀졌다 :

에틸렌디아민, 1,3-프로필렌디아민, 디에틸렌-트리아민, 트리에틸- 테트라아민, 2,5-디메틸피페라진, 3,3'-디메틸-4,4'- 디아미노디시클로헥실메탄, 메틸로난-디아민, 이소포론디아민, 4,4'-디아미노디시클로헥실메탄, 디아미노- 및 트리아미노-폴리프로필렌에테르(Jeffamine(상표명), 텍사코 겜. 컴패니), 폴리아미도아민(Euretek(상표명), 셔링 에이지, 베를린), 아미노알킬-알콕시실란 및 모노-, 디- 및 폴리아민의 혼합물.

고체의 표면 탈활성화된 이소시아네이트는 고전단 작용으로 인해 유발된 기계적 응력에 민감하다. 주로 계측 및 공급 펌프, 파이프내, 정적 믹서내 또는 닥터블레이드하에서 과다한 전단력을 통해, 반응상(폴리우레아로 주구성)을 분리하는 불활성층은 파괴될 수 있고, 이로써 고체 이소시아네이트의 표면이 노출된다. 조기반응이 될 수도 있다. 탈활성화제 C"가 존재함에 따라, 시스템은 "자체-구제적"이며 ; 탈활성화제 C"가 시스템중에 존재하는 한, 노출된 이소시아네이트 표면은 탈활성화 아민과 급속하고 우선적으로 반응할 것이며, 이에 따라 신규의 불활성 폴리우레아층이 자동적으로 형성된다.

탈활성화제 C"로서, 분자량이 450 이하인 저분자량의 아민 또는 폴리아민이, 고분자량의 폴리아민보다 고체 이소시아네이트의 손상된 표면상에 보다 급속히 확산되는 것으로 특히 입증되었다.

탈활성화 반응은 또한 불활성 경용매중에서 매스터 배치 처리중에 발생할 수 있다. 용매는 탈활성화 반응이 완료된 후, 필요에 따라 유리 탈활성화제 C"로서 작용하는 제2탈활성화제의 주입후에 제거될 수 있다.

전체 혼합물내에서, 반응성 고체 이소시아네이트 B의 이소시아네이트기대 중합체 A의 아미노- 및/또는 히드록실기, 탈활성화제 C, 및 저분자량의 쇄 연장제 또는 가교결합제 D의 합계의 관계는 0.5 내지 2, 바람직하게는 0.8 내지 1.5(당량 데이타)이다.

고체 이소시아네이트 B의 현탁액의 제조를 위한 액상은 고비점의 용매, 액체 또는 저융점의 가소제 또는 저융점의 저분자량 작용성 중합체 또는 수지일 수 있다. 중합체 A와 혼화성인, 언급된 저분자량의 히드록시-작용성 결합 연장제 및 가교결합제 D가 또한 특히 적당하다. 탈활성화 반응의 경우, 고체 이소시아네이트는 동시에 존재하는 탈활성화 아민과 우선적으로 반응한다.

탈활성화된 고체 이소시아네이트 현탁액의 제조를 위해 저분자량 및 저점도의 용매 또는 가소화제를 사용하는 것이 바람직할 수 있다 ; 파이프내에서 계측 및펌핑하는 동안 및 정적 믹서내에서 폴리올 성분을 혼합하는 동안, 현탁액의 점도,및 탈활성화된 이소시아네이트의 불활성 표면과 관련된 전단 응력은 작다.

필요에 따라 고체의 탈활성화된 이소시아네이트 현탁액 또는 분산액을 제조하기 위한 성분들의 이소시아네이트 작용기는 NC=/NH+OH비의 계산시 고려되어야 한다.

필요에 따라, 하기의 부가 첨가제 E가 첨가될 수 있다:

- 주성분이 유기금속인, 당업자에게 공지된 우레탄 촉매. 3차 아민은 반응성 고온-용융물의 개방 저장(open storage)동안 휘발될 수 있거나 또는 대기중의 이산화탄소와 반응할 수 있어서 그 유효성이 어느 정도 손실될 수 있다. 의도된 목적을 위한 유기금속은 유기주석(II), 주석(IV), 철-, 납-, 코발트-, 비스무스-, 안티몬-, 아연-, 및 마그네슘-화합물이다. 디아자비시클로운데켄 (DBU)과 디아자비시클로옥탄(Dabco)은 주로 유기산 또는 페놀에 의한 부분 또는 완전 중화이후 아민촉매로서 사용될 수 있다. 촉매는 대체로 총 조성물에 대해 0.001 내지 3중량%로 사용된다.

- 이소시아네이트 작용기가 없는 중합체, 소량의 용매, 가소제, 희석제 및 수지, 안료, 염료, 충전제, 발열성 규산, 카본블랙, 짧게 절단된 섬유, 분말 형태의 금속, 금속 산화물, 아철산염, 경 산화안정제, 정진균제(fungistatic) 또는 정균제, 유동학적 제제, 비-함몰제제(non-sag additives), 계면활성제, 및 접착제.

당해 기술분야에서는 고온 용융물에 상기 첨가제를 사용한다.

본 발명의 방법의 처음 실시 태양에서는, 제1도에 도시된 바와 같이 하기 성분(1,2)의 2-성분 코팅, 밀폐제 및 접착제를 처리하는데 통상적으로 사용되는 정적 믹서(3)가 장착된 완전 또는 부분 가열된 2성분 혼합기내에서 두성분을 비제어하에 비균질하게 혼합할 수 있다 :

1- 중합체 A ; 및

2- 여전히 과량의 탈활성화제 C"가 함유된, 담체액(2)중의 탈활성화된 고체 이소시아네이트 B의 현탁액.

이들 장치는 당업자에게 공지되어 있으며 시판되고 있다.

최근 당해 기술분야에서는 동적 혼합헤드대신에 2 또는 그 이상의 성분의 혼합을 위한 정적 믹서(3)가 사용된다, 의도된 용도를 위해서는, 주로 정적(튜브) 믹서(Sulzer AG, Winterthur, 스위스연방)가 바람직한 것으로 입증되었는데, 이것은 세로로 혼합하는 튜브내에 대향된 나선형 부재가 배치되어 있는, 이격 및 중첩 웨브 시스템, 및 Kenics(상표명) 정적 믹서 시스템(미국 특허 제3,286,992호) 또는 동등한 Statomix(상표명) 정적 믹서 시스템(MIXPAC 시스템스 아게, Rotkreuz, 스위스 연방)내에서 세로 및 방사상으로 혼합이 이루어진다. 부재는, 예를 들어 왼쪽으로 반회전하는 나선형 배플을 포함한다. 또한, 반회전의 우측 배플이 구비된 부재도 있다.

또한 상기 정적 믹서는 2개 이상의 부분적 유동, 예를 들어 촉매 용액 또는 안료 분산액의 제3의 개별 유동을 혼합할 수 있다.

본 발명에 따르면, 정적 믹서는 성분들을 비균질적으로 혼합하고 부분역을 형성할 수 있는데, 이것은 그렇지 않다면 완전히 균일하게 혼합하는데 필요한 혼합부재의 수에 구애받지 않는다 : 여기에서 균질하다는 것은 부분면적이 1㎟인 영역중의 용해성, 혼화성, 혼합성 성분의 농도가 전체 혼합물내에서 평균값으로부터 2% 이상 벗어나지 않음을 의미한다.

완전히 균일한 상태는 아닌 압출물(4)은 정적 믹서의 말단부에서 생성된다. 이 압출물은 선택적으로 중합체 A함량이 풍부하거나, 또는 고체 이소시아네이트 B 및 탈활성화 아민 C의 함량이 풍부한 층들 또는 부분역들을 포함한다.

이소시아네이트 함량이 풍부한 층들중에 유리 달활성화제 C"가 과량 존재함에 따라, 저장 안정성이 우수한 예비-제조된 고온-용융물이 수득된다.

정적 나선형 부재 믹서로 혼합하기 위해서는, 20 내지 32개의 부재, 바람직하게는 24개 이상의 부재가 사용되어야 하고, 균질한 혼합물을 이루기 위해서는 12개 이상의 부재가 장착된 튜브 믹서(슐저 재단 제공)를 사용해야 하며, 성분들의 점도가 100 내지 1이상의 인자에 의해 조절되지 않아야 하는 조건하에서 이루어져야 함이 당업자에게 공지되어 있다.

본 발명에 따른 처리 과정에서는, 배플 믹서의 10 내지 22개, 바람직하게는 12 내지 18개의 부재가 정적 믹서의 튜브내에 사용된다. 일정한 유속하에, 이러한 부재의 수는 일반적으로 예를 들어 중합체 A중의 탈활성화 아민 C"의 균질한 분자 분산된 혼합물을 형성하는데 필요한 부재수의 약 50 내지 90%이다. 다른 종류의 정적 믹서가 사용되는 경우에는, 일반적으로 균질한 혼합물을 형성하는데 필요한 부재수의 단지 50 내지 80%가 사용된다.

한 성분에 안료 또는 염료를 첨가함으로써 정적 믹서의 말단에서 비-균질 혼합물이 가시화될 수 있다. 성분들의 다른 광학적 밀도를 통해 생성된 부분역이 가시화될 것이며, 이는 측정될 수 있다.

층의 두께, 또는 중합체 A함량이 높거나 고체 이소시아네이트 B함량 및 탈활성화 아민 C의 함량이 높은 부분역의 팽창도는 고체의, 탈활성화된 이소시아네이트 입자의 평균 입자크기에 해당하며, 기본적으로 최대 입자크기를 초과하지 않는 것이 바람직하다. 정적 믹서내의 혼합 부재의 적정수는 실험을 통해 결정되어야 하며, 성분 또는 혼합물의 점도, 및 유동학적 특성과 고온 용융물의 의도된 용도에 의해 결정된다.

"소수"의 혼합 부재로써 혼합이 이루어지는 경우에는, 정적 믹서내에서 압력 저하가 적은 것이 바람직할 것이다.

혼합 장치(제1도)에서, 정적 믹서(3), 파이프(5) 및 계측 장치(6)와 펌프(7)는 가열되고, 가열된 파이프, 계측 장치, 펌프 및 믹서의 온도는 이소시아네이트의 활성화 온도이하여야 한다.

생성된 생성물 스트림(4), 즉 액체 고온-용융물은 정적 믹서(3) 말단부의 다이(8)를 통해 배출되며, 다이의 단면에 의해 고체의, 비가교결합된 고온-용융물의 단면이 결정된다. 액체 고온-용융물은 기재상에, 예를 들어 코팅으로서 증착될 수 있으며, 필요에 따라 다이 및 적용법을 선택함으로써 액체 고온-용융물은 기재상에, 예를 들어 코팅으로서 증착될 수 있으며, 필요에 따라 다이 및 적용법을 선택함으로써 담체 또는 강화 물질의 측면상에 조각 형태의 비드, 프로파일 및 분말형 코팅으로서 증착될 수 있다. 다이로부터 배출된 후, 접착제는 주위공기를 통해, 접착제가 도포된 물품의 냉각 효과에 의해, 또는 냉각된 공기, 가스 또는 불활성액을 통해 냉각된다. 예를들어, 필름, 비드, 네트, 과립형태 또는 다양한 형태의 비지지된 반응성 고온-용융물은 비-점착성 표면 또는 박리제가 도포된 표면을 지지하는 벨트상에 비-가교결합된 액체 접착제를 적용함으로써 수득된다. 접착제를 냉각시킨 후, 이것을 담체 표면으로부터 분리할 수 있으며 도포하는 동안, 또는 도포 즉시 접착될 표면에 도포하여, 밀봉 또는 코팅할 수 있다.

분말 형태의 반응성 고온-용융물은, 비-점착성 표면이 있는 컨베이어 벨트상에 액체 혼합물을 압출시킨 후 그것의 융점 이하의 온도로 냉각시킴으로써 수득된다. 고체화한 후, 고온-용융 접착제는 벨트로부터 방출될 수 있으며, 공지된 방식,예를 들어 냉동 미분법으로 과립 또는 분말 형태로 한 후 필요에 따라 체

에 통과시킴으로써 바람직한 분획을 형성할 수 있다. 본 발명의 분말은, 공지된 적용 방법,예를 들어 분산 코팅, 분말형 코팅 또는 페이스트형 코팅법에 따라 텍스타일 섬유에 적당한 분말형의 반응성 고온-용융물로서 작용한다. 그러나, 이것들은 플라스틱 필름, 베니어, 종이, 금속호일, 시트 금속 및 담체 물질 또는 이와 유사한 물질의 접착, 및 예를 들어 분말 코팅과 같은 코팅을 위한 반응성 고온-용융 분말로서 사용될 수 있다.

본 발명의 방법의 또다른 실시 태양에서(제2도 및 제3도), 이동성 벨트(10), 가열될 수 있으며, 각각의 층을 위한 "도포 헤드" 아래에서 일정한 속도로 움직이는 비-점착성 표면이 있는 금속 벨트가 주로 사용된다. 본 발명의 혼합물은 하기 a)~c)의 방식으로 형성된다 :

a) 닥터 블레이드로써 접착제가 코팅된 이동성 컨베이어 벨트상에 3μ내지 200μ의 층두께로 용융 중합체 A(1)를 도포한다,

b) 분산 장치(13)를 통해 분말 형태(12)의 고체의 표면 탈활성화된 이소시아네이트 B, 또는 과량의 탈활성화 아민을 지닌 담체액 중의 탈활성화된 분말 현탁액 (2)의 형태로, 상기 분무 장치(13) 또는 닥터 블레이드(11)로써 분산시키는데, 이는 중합체 중량에 대해 사용된 이소시아네이트의 중량 또는 비율을 조절 및 계측할 수 있다 ;

c) 중합체 함량 및 이소시아네이트 함량이 풍부한 층을 포함하는 다층 코팅(14)의 두께가 바람직하게 될 때까지 단계 a) 및 b)를 장기간에 걸쳐 반복한다. 선택적으로, 중합체(a), 및 담체액 중의 탈활성화된 고체 이소시아네이트 B의 현탁액(b)의 액체 흐름을 동시에 소정의 비율로 다중 다이의 각 구멍을 통해 압출시킨다.

여전히 액체 또는 페이스트 상태인 다층은 성형, 압착, 압축 또는 신장시킨 후 고체화할 수 있다.

d) 두께가 10μ내지 수㎜인 다층(14)은 액체 형태로 또는 냉각후 담체로 부터 방출된후, 공지된 방법에 의해 입도가 500μ 이하인 분말 또는 과립으로 감소될 수 있으며, 필요에 따라 체에 통과시켜 바람직한 분획을 형성한다. 다층은 또한 접착용도로 필름, 비드 또는 조각 형태, 또는 필요에 따라 한면에 적용된 담체물질에 의해 강화된 코팅 물질로서, 또는 다층내에 보유된 강화 물질 형태로 추가처리될 수 있다.

가열될 수 있는 구멍이 있는 다이(15) 또는 닥터 블레이드(11)는 중합체 A 및 이소시아네이트 B의 현탁액의 층화를 위한 "도포 헤드" 또는 도포 장치로 작용할 수 있다. 닥터 블레이드(11)는, 상기 층의 표면에 대해 일정한 간격이 유지될 수 있도록 조절될 수 있다. 액체 중합체 A 또는 현탁액 B는 펌프(7)로 계측되어, 구멍이 있는 다이(15)에 공급된 후 조각상에 압출된다. 닥터 블레이드를 사용할 경우, 중합체 A, 및 탈활성화된 이소시아네이트 B의 현탁액은 가열된 펌프 및 파이프(5)를 통해 공급되는데, 비드(16)의 회전이 닥터 블레이드 앞에서 이루어지도록 한다. 이전에 도포된 층의 중합체 표면은, 다음층의 도포(고체 이소시아네이트 현탁액) 또는 고체 이소시아네이트의 분산시에도 여전히 액체이거나 또는 점착성을 지녀야 한다.

이 다층중 다양한 층의 접착은 층내의 응집력과 동일하거나 그 이상일 것이다.

언급된 바와 같이, 본 발명의 고온-용융물은 밀봉제 비드, 프로파일, 조각,분말, 무담체 필름, 네트, 접착, 밀폐 또는 코팅 기재상의 밀봉제 비드 또는 분말로서, 필요에 따라 단면 또는 양면으로 담체 또는 강화 물질에 도포될 수 있다. 중합체의 융점 또는 연화점에 도달시, 이것들은 액체가 된다. 이러한 조건에서, 이것들은 기재의 표면 또는 접착면을 습윤시킬 수 있다. 중합체의 융점 또는 연화점 이상이어야 하는 탈활성화된 고체 이소시아네이트의 활성화 온도에 이르렀을 때, 이것들은 고분자량의 열경화성 폴리우레탄 또는 폴리우레아에 비가역적으로 가교 결합할 것이다.

고온 용융물 및/또는 기재(들)로 이루어진 시스템으로의 열전이는 가열된 공기, 가열된 가스와 같은 종래의 수단을 통해, 열 또는 적외선을 통해, 기재의 잔열 이용 또는 열 접촉을 통해, 또는 마이크로파로의 유도, 전기 가열, 마찰 또는 초음파를 통해 이루어질 수 있다.

유도, 마이크로파 또는 전기 가열로 생성된 열에 의한 가교 결합의 경우, 금속 충전제, 카본 블랙, 흑연, 금속 산화물 또는 아철산염을 고온 용융물에 첨가하는 것이 바람직한 것으로 입증되었다.

[실시예]

사용 물질:

중합체	연화점(℃)	히드록실값	당량(g)	비중
폴리카프롤락톤	55	37	1500	1.07
Capa 231 (a)				
폴리카프롤락톤	58	28	2000	1.07
Capa 240 (a)				
Dynacoll 7350 (b)	65	30	1866	1.19

이소시아네이트	% NCO	당량(g)	융점(℃)	작용가
Isonate M 143 (c)	29.4	143	〈 15	2.1-2.2
Desmodur TT (d)	24.1	174	〉 150	2.0-2.1
아민				
Laromin C 260 (e)	-	119.2	〈 0	2.0

촉매 UL-29 (f) 주석 (IV) - 유기 화합물

가소제 BBP 부틸벤질프탈레이트 (g), 액체

(a) 선형 폴리카프롤락톤 (인터록스 케미칼스 리미티드)

(b) 선형 폴리에스테르 (휼스 아게)

(c) 디페닐메탄디이소시아네이트 (다우 케미칼 컴패니)

(d) 톨루올디이소시아네이트-우렛디온, “디머스 TDI” (베이어 아게), 평균입자크기 12 μ

(e) 3,3′-디메틸-4,4′-디아모 도시클로헥시메탄(BASF AG)

(f) 윗코 켐., 코오포레이션

(g) 베이어 아게

[실시예 1]

성분 1 :

히드록시-작용성 중합체 A를 하기와 같이 제조했다 :

(1) Dynapol 7350 3732 g (2 당량)

(2) Isonate 143 143 g (1 당량)

(3) UL-29-용액, BBP 중의 10% 4 g

를 80℃ 에서 12 시간 동안, 3879 g의 중합체 A(1 당량)-(4)로 전환시켰다.

를 80℃에서 12시간 동안, 3879g의 중합체 A(1당량)-(4)로 전환시켰다.

성분 2 :

고체의, 탈활성화된 이소시아네이트 현탁액

(5) Laromin C 260 6.6 g (0.055 당량)

(6) 벤질부틸프탈레이트 374.4 g

(7) Desmodur TT 200.0 g (1.15 당량)

(8) 총 현탁액 B 581.0 g (1.095 당량)

상기 성분들을 2 성분 혼합 단위에서 70℃의 온도에서 가열된 기어 펌프를 통해 100부/성분 A 대 15부/성분 B의 혼합비로 계측한 후, 16개의 부재, 즉 한 튜브내에 배치된 대향 나선형 부재가 장착된 단열 처리된 정적 나선형 부재 믹서(직경, 10㎜)로 가열된 파이프를 통해 공급했다. (튜브 내부 직경 10㎜, 한 부재의 길이 10㎜).

연속 혼합된 고온-용융물을 비드 상태로 유리 보강 플라스틱(UP)의 직각 단면 표면에 적용시켰다. 상기 단면 및 주위 공기를 통해 냉각함에 따라 고온-용융물을 고체화하였다. 잠재적 반응성 고온-용융물은 4주 이상 동안 실온에서 저장할 수 있는데, 이는 70℃에서 4주 저장한 후에도, 고온-용융물이 여전히 용융 가능하고 점착성 표면을 지님을 의미한다.

7일 저장후, 잠재적 반응성 고온 용융물을 오븐내에서 80℃의 온도로 가열하여 액체로 제조한 후, 또 다른 UP단면에 대해 압착하였다. "샌드위치"의 온도를 115℃로 증가시켰다. 5분 이내에, 접착 연결 부분이 굳었으며, 추가로 30분동안 이 온도로 방치하였다.

연결된 "샌드위치"를 분해함으로써만이 접착 연결부를 실온에서 분리할 수 있었다. 연결부는 140℃의 온도를 지탱하며, 손상되지 않았다.

[실시예 2]

성분 1

히드록시-작용성 중합체를 다음과 같이 제조했다 :

(1) Capa 240 4500 g (2.25 당량)

(2) Isonate 143 179 g (1.25 당량)

(3) UL-29-용액 (BBP 중 10%) 5 g

을 2 시간 동안 80℃ 에서 4684 g의 중합체 A(1 당량)-(4)로 전환시켰다

(융점, 58℃).

성분 2

탈활성화된 고체 이소시아네이트 현탁액 :

(5) 벤질부틸프탈레이트 341.4 g

(6) Laromin C 260 8.6 g (0.072 당량)

를 혼합한 후,

(7) Desmodur TT 200.0 g (1.15 당량)

을 주입하여 균일하게 분포시킴에 따라,

(8) 고체 이소시아네이트 B 550.0 g (1.078 당량)의 현탁액이

생성되었다.

상기 성분들을 2성분 혼합 단위에서 70℃의 온도하에 가열된 기어 펌프를 통해 100부/성분 A 대 12부/성분 B의 혼합비로 계측한 후, 16개의 부재, 즉 한 튜브내에 배치된 대향 나선형 부재가 장착된 단열 처리된 정적 나선형 부재 믹서(믹스팩 에이지, 로트크레우즈, 스위스연방)로 가열된 파이프를 통해 공급했다(튜브 내부 직경 13㎜, 한 부재의 길이 13㎜).

연속 혼합된 고온-용융물을 두께가 3㎜인 층의 강철 컨베이어 벨트상에서 구멍이 있는 다이를 통해 압출시켜, 냉각부를 통과시킨 후 상기 밴드로부터 분리한 후 ㎝ 단위 크기 조각으로 절단하였다. 완전히 냉각시킨 후, 조각들을 분말 미분기에서 미분하여, 드라이 아이스로 냉각시켰다. 500μ이상의 입자 크기를 미분기를 통해 재순환시킨 후, 분말의 융점은 56℃, 활성화 온도는 98℃로 측정되었다.

[실시예 3]

히드록시-작용성 예비중합체는 다음과 같이 제조했다 :

(1) Capa 240 4500 g (2.25 당량)

(2) Isonate 143 179 g (1.25 당량)

(3) UL-29-용액, (BBP 중 10%) 5 g

를 2 시간 동안 80℃ 에서 4684 g의 중합체 A(1 당량)-(4)로 전환시켰다.

고체의, 탈활성화된 이소시아네이트 현탁액 :

(5) Capa 231 500 g (0.33 당량) 및

(6) Laromin C 260 8 g (0.067 당량)

를 65℃ 에서 혼합한 후

(7) Desmodur TT 260 g (1.49 당량)

를 주입한 후 균일하게 분포시킴에 따라, 고체 이소시아네이트 B 768(1.097 당량)-(8)의 현탁액이 생성되었다(융점, 50℃ 이상).

70℃의 가열된 닥터 블레이드를 사용하여 100μ또는 106g/㎡, 총 800μ또는 848g/㎡의 8층으로, 70℃의 비-점착성 강철 벨트에 히드록시-작용성 예비 중합체를 적용시켰다. 각 중합체 층의 액체 표면을 각 경우 18.7μ또는 19.86g/㎡의 현탁액(8)의 7층(총량 139g/㎡)에 대해 즉시 층화하였다. 현탁액층들은 70℃로 가열된 닥터 블레이드를 포함하는 7개의 도포 헤드로부터 적용하였다. 최상단층에는 현탁액을 코팅하지 않았다.

벨트의 말단부에서, 냉각부로부터 통과시킨 후 벨트로부터 "다층"을 분리한 후 cm 크기의 조각으로 감소시켰다. 완전히 냉각시킨 후, 조각들을 분말 미분기에서 미분하여, 드라이아이스로 냉각시켰다. 500μ이상의 입자 크기는 미분기로 재순환시켰다.

섬유에 대한 분말 코팅의 실험의 경우, 분말 실시예 2 및 3에서는 입자 크기 범위가 80 내지 300μ였다. 면직물상에 코팅 중량이 약 30g/㎡가 되도록 분말을 분산시켰다. 90초동안 140℃의 고온 공기 오븐내에서 섬유 표면상에 분말들을 소결시켰다. 이들 코팅된 섬유는 4주 이상 동안 실온에서 저장될 수 있다. 상기 분말로 코팅된 섬유는 2바의 압력하의 압착기내에서 170℃의 온도로 20초 동안 미처리된 섬유로 라미네이팅한 후, 공기 순환 오븐내에서 3분 동안 160℃로 부가처리하였다.

7일 후, 샘플을 1시간 동안 끓는 물로 세척하고, 건조시킨 후, 박리내성을 측정하였다 :

DIN 54310의 샘플 크기	끓이기 전/후, 드라이크리닝후의 2.5 cm 당 박리 강도		
	끓이기 전	끓이기 후	드라이크리닝후
실시예 2의 분말	1170	910	1157
실시예 3의 분말	950	810	835

실험을 통해, 열안정성 가교 결합이 이루어짐이 입증되었다 : 융점이 56℃인 반응성 분말은 활성화 온도가 초과된 후 열경화성의 화학적 안정성 폴리우레탄으로 변형되었다.

본 발명은 상술된 설명 및 첨부된 도면에 국한되지 않고 그 변경 및 조절이 가능하며, 하기 청구 범위 및 이것의 다양한 조합물에 의해 한정된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

(A) 40℃ 이상의 융점을 가지므로 실온에서 고체이고 이소시아네이트와 반응하는 작용기를 보유한 하나 이상의 열가소성 중합체,

(B) 고체 열가소성 중합체 중에 현탁되고 열가소성 중합체의 융점에 비해 높은 융점을 가진 하나 이상의 분말형 고체 폴리이소시아네이트,

(C) 고체 폴리이소시아네이트 중의 표면 이소시아네이트기와 반응하는 하나 이상의 탈활성화제를 포함하는 실온에서 저장-안정성을 가진 반응성 물질의 혼합물로서, 상기 혼합물은 상기 중합체(A)를 주성분으로 함유하는 제1층 및 상기 제1층들 사이에 상기 폴리이소시아네이트(B) 및 상기 탈활성화제(C)를 주성분으로 함유하는 제2층을 포함하며, 탈활성화제의 제1부분(C')은 이소시아네이트 입자의 표면에 결합되어 있고 탈활성화제의 제2부분(C")은 혼합물 중에서 비결합되어 있는 혼합물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 혼합물이 접착제, 코팅 또는 플라스틱 기술 분야에 공지된 저분자량 가교제 또는 쇄 연장제, 및/또는 가교성 촉매를 현탁 또는 고체 분산시키기 위한 비반응성 수지 또는 중합체, 가소제, 충전제, 안료, 용매, 염료 또는 다른 보조 물질 및/또는 담체 및/또는 안정화 물질과 같은 담체액의 첨가제를 추가로 함유하는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 3

제1항에 있어서, 약 0.1 내지 25당량%의 탈활성화된 이소시아네이트기를 보유한 혼합물로서, 유리된 비결합 탈활성화제(C") 대 결합 탈활성화제(C')의 비가 0.1 내지 10인 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 4

제1항에 있어서, 이소시아네이트(B)가 비결합된 탈활성화제(C")가 아닌 다른 탈활성화제(C')로 예비-처리되는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 5

제1항에 있어서, 탈활성화제(C), (C'), (C")가 각각 1차 또는 2차 아민인 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 6

제1항에 있어서, 결합된 탈활성화제(C')가 분자량이 450 이상인 고분자량의 아민이고, 비결합된 탈활성화제(C")는 분자량이 450 이하의 아민인 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 층의 두께가 폴리이소시아네이트 분말(B)의 입도에 실질적으로 상응하는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 제1층에서 열가소성 중합체(A) 대 이소시아네이트(B) 및 탈활성화제(C)의 비가 혼합물 전체의 평균비 보다 10% 이상 더 큰 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 층의 두께가 폴리이소시아네이트 분말(B)의 최대 입도를 초과하지 않는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 혼합물이 중합체(A)를 주성분으로 함유하는 제1층 및 탈활성화제(C)와 혼합된 이소시아네이트(B)를 주성분으로 함유하는 제2층을 보유하고, 상기 층은 가교제 및 쇄 연장제(D) 및 첨가제(E)를 선택적으로 함유하며 열가소성 중합체의 층은 거의 탈활성화제(C)가 없거나 탈활성화제(C)의 반응성기를 20당량% 이하로 함유하는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 11

(A) 40℃ 이상의 융점을 가지므로 실온에서 고체이고 이소시아네이트와 반응하는 작용기를 보유한 하나 이상의 열가소성 중합체,

(B) 고체 열가소성 중합체 중에 현탁되고 열가소성 중합체의 융점에 비해 높은 융점을 가진 하나 이상의 분말형 고체 폴리이소시아네이트,

(C) 고체 폴리이소시아네이트 중의 표면 이소시아네이트기와 반응하는 하나 이상의 탈활성화제를 포함하는 실온에서 저장 안정성을 가진 반응성 물질의 혼합물을 제조하는 방법으로서, 폴리이소시아네이트(B)를 상기 탈활성화제(C)와 예비 혼합하여 탈활성화시킨 후, 폴리이소시아네이트 및 탈활성화제의 예비 혼합물을 중합체의 융점 이상이지만 탈활성화된 폴리이소시아네이트의 융점 이하인 온도에서 층에서 가온에 의해 액체 상태로 된 중합체(A)와 혼합하고, 생성된 혼합물이 중합체(A)를 주성분으로 함유하는 제1층 및 상기 제1층들 사이에 탈활성화된 폴리이소시아네이트 및 비결합된 탈활성화제(C")를 주성분으로 함유하는 제2층을 포함하도록 한 다음, 혼합물을 냉각하여 상기 층 구조로 고체화시키는 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 상기 예비 혼합물을 정적 믹서(static mixer) 내에서 비균질 혼합물로 혼합시키는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제11항에 있어서, 상기 이소시아네이트(B)를 탈활성화제(C")가 아닌 다른 탈활성화제(C')로 예비 처리하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

제11항에 있어서, 상기 탈활성화제(C)로서 1차 또는 2차 아민을 사용하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15

제11항에 있어서, 결합된 탈활성화제(C')는 분자량이 450 이상인 고분자량 아민이고, 비결합된 탈활성화제(C")는 분자량이 450 이하의 아민인 방법.

청구항 16

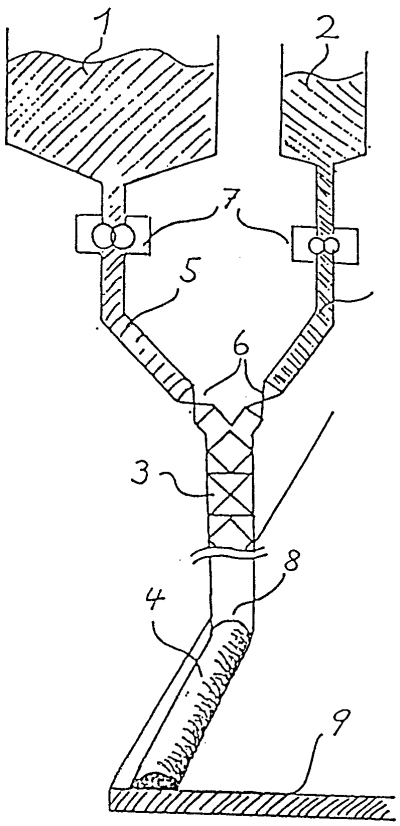
제11항에 있어서, 탈활성화제(C')가 분말 형태의 이소시아네이트(B)의 표면과 반응하고, 비결합된 탈활성화제(C")가 탈활성화된 이소시아네이트에 첨가되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17

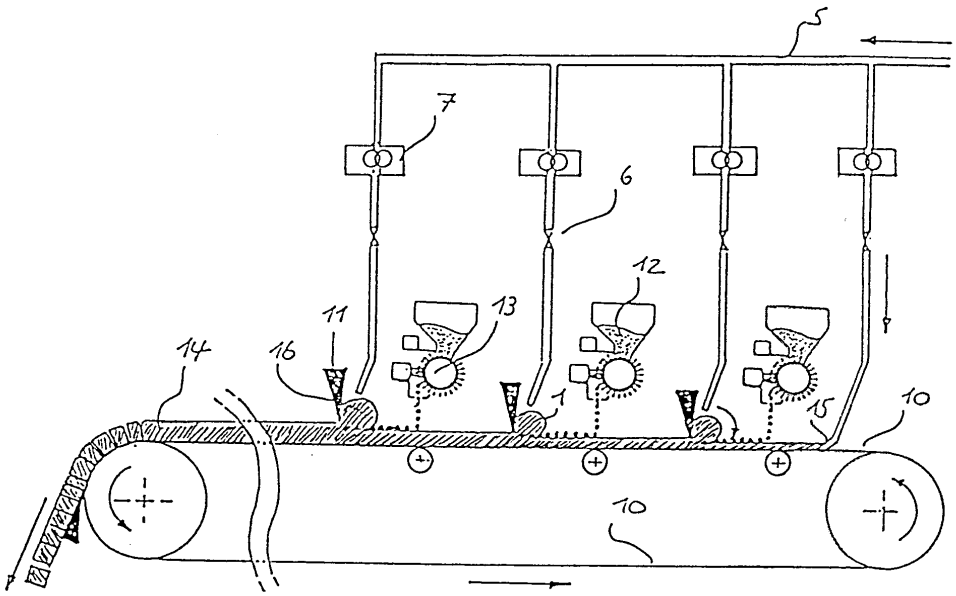
제11항에 있어서, 물질 또는 예비 혼합물 (A) 내지 (C), (C'), (C") 각각을, 필요한 경우에는 접착제, 코팅 또는 플라스틱 기술 분야에서 공지된 가교제 및 쇄 연장제(D), 가소제, 촉매, 충전제, 안료, 용매, 염료 또는 다른 보조 물질(E) 및/또는 안정화 물질의 첨가제와 함께 담체 물질에 도포한 후, 냉각을 통해 이를 고체화시키는 것을 특징으로 하는 방법.

도면

도면1



도면2



도면3

