

(19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. <i>C08G 18/10</i> (2006.01)	(45) 공고일자 2006년04월25일 (11) 등록번호 10-0573044 (24) 등록일자 2006년04월14일
--	--

(21) 출원번호	10-2002-7017101	(65) 공개번호	10-2003-0010723
(22) 출원일자	2002년12월14일	(43) 공개일자	2003년02월05일
번역문 제출일자	2002년12월14일		
(86) 국제출원번호	PCT/US2001/018441	(87) 국제공개번호	WO 2001/96435
국제출원일자	2001년06월07일	국제공개일자	2001년12월20일

(81) 지정국 국내특허 : 아랍에미리트, 오스트리아, 오스트레일리아, 브라질, 캐나다, 스위스, 중국, 콜롬비아, 독일, 덴마크, 스페인, 핀란드, 영국, 인도네시아, 이스라엘, 인도, 아이슬란드, 일본, 북한, 대한민국, 노르웨이, 뉴질랜드, 폴란드, 포르투갈, 러시아, 스웨덴, 싱가포르, 터키,

(30) 우선권주장 09/593,913 2000년06월14일 미국(US)

(73) 특허권자 에이존 유에스에이 인코포레이티드
 미합중국 49004-3506 미시간 칼라마주 라빈로오드 2204

(72) 발명자 프리랜드제러드스콧
 미국미시간49065로턴투엔티세컨드스트리트75460

 도일제임스이
 미국미시간49083리치랜드코터스리지로드9181

(74) 대리인 황광현

심사관 : 하승규

(54) 액상 MD I 프리폴리머와 이의 경화제 및 이들로부터 생성된 우레탄 엘라스토머

요약

본 발명은 실온캐스팅에 적합하고 실온경화시 고성능이고 수축이 적은 우레탄 엘라스토머를 생산하는 액체안정성 MDI 프리폴리머와 액체안정성 큐리티브계, 프리폴리머와 큐리티브, 엘라스토머 자체, 그리고 단일유니트 또는 키트로서 제공되는 별도포장의 프리폴리머 성분과 그 상보적인 큐리티브 성분에 관한 것이다

색인어

프리폴리머, 큐리티브, 엘라스토머

명세서

기술분야

본 발명은 고기능성 우레탄 엘라스토머를 실온에서 생성하기에 적합한 액상 MDI 프리폴리머 및 이의 경화제, 그리고 이들의 혼합 생성물인 우레탄 엘라스토머에 관한 것이다.

배경기술

삭제

많은 프리폴리머와 많은 경화제를 나타내고 있는 종래 기술을 검색하였으나, 프리폴리머와 경화제 모두가 액체 또는 반액체이고 실온에서 안정하며 또한 실온에서 경화가 이루어질 수 있는 것으로서 현저히 낮은 수축특성을 갖는 엘라스토머와 같은 고성능 우레탄 엘라스토머의 생산을 위하여 특히 실온캐스팅에 적합한 것은 없었으며, TDI가 전무하고 프리폴리머의 이소시아네이트 제공성분으로서 MDI에만 의존하는 계통은 더욱 찾아 볼 수 없었다.

발명의 목적

본 발명의 목적은 실온에서 성형하기에 적합하고 실온에서 경화시켜서 고기능성 우레탄 프리폴리머를 생성하기에 적합한 액상 MDI 프리폴리머 및 액상 안정성 경화제, 그리고 이들의 반응 생성물인 우레탄 엘라스토머를 제공할 뿐만 아니라 프리폴리머와 이의 보조 경화제를 분리포장되어 있으나 단일 유니트 또는 키트의 형태로 함께 포장되는 상업적인 조합물을 제공하는 것이다. 본 발명의 다른 목적들이 이후 명백하게 될 것이다.

발명의 요약

본 발명은 다음의 성분 물질 또는 이들의 화합물을 포함한다. 본 발명의 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(room-temperature liquid stable prepolymer, P)는 (a) 메틸렌 디페닐이소시아네이트 또는 메틸렌 디페닐이소시아네이트의 프리폴리머 및 적어도 21%의 NCO 잔기를 가진 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올, (b) 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜과, (c) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올 또는 폴리옥시프로필렌 트리올의 반응생성물이고, 이러한 성분의 중량비는 (a)가 약 32-72%, (b)가 약 22-52%, (c)가 약 6-15%이며, NCO잔기의 비율은 약 6-18중량%이고, 프리폴리머(P)의 점도는 실온에서 약 1200-26000cps으로 실온에서 경화 및 캐스팅이 가능하여 고기능성의 우레탄 엘라스토머를 생산할 수 있다.

또한, 본 발명의 프리폴리머(P)에서 NCO 잔기의 비율이 약 11.5-13.5중량%이고, 실온에서 약 3500-5000cps의 점도를 가질 수 있다.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (a)가 메틸렌 디페닐이소시아네이트일 수 있다.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (c)는 약 1300-2000 당량을 갖는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올 또는 약 1300-2000 당량을 갖는 폴리옥시프로필렌 트리올일 수 있다.

삭제

이러한 프리폴리머(P)에 있어서 (a)가 액상 우레토닌-변성 메틸렌 디페닐이소시아네이트일 수 있다.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (b)가 약 500 당량을 갖는다.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (b)가 약 1000 당량을 가질 수 있다.

삭제

삭제

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (a)가 약 500-1000 당량을 갖는 메틸렌 디페닐이소시아네이트와 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜의 미리 제조한 반응생성물로 이루어질 수 있다.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (a)가 약 500-1000 당량을 갖는 메틸렌 디페닐이소시아네이트와 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올의 미리 제조한 반응생성물로서 이루어질 수 있다.

본 발명에 있어서, 프리폴리머(P)는 근사 화학양론적 당량의 액상 경화제에 의하여 실온에서 경화가능하며, 여기에서, 액상 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 가진 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제(degassing aid) 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이다.

본 발명에 있어서, 프리폴리머(P)는 근사 화학양론적 당량의 액상 경화제에 의하여 실온에서 경화되며, 여기에서, 액상 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이다.

이러한 경화된 프리폴리머에 있어서, 성분(4)와 성분(5)의 양이 각각 10-20 및 5-15중량%일 수 있다.

이러한 프리폴리머(P)는 근사 화학양론적 당량의 경화제에 의하여 실온에서 경화가능하며, 여기에서, 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이며, 이들 성분을 혼합하여 실온에서 7일 동안 경화시킨 후 다음의 특성을 갖는 경화된 우레탄 엘라스토머를 생산할 수 있다 :

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1300-2700 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 250-700%

다이 C 인열강도 (ASTM Method D-695) 약 140-400 pli

스플릿(split) 인열강도 (ASTM Method D-1938) 약 20-100 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 45-65%

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 70-95

겔 시간 (25℃) 약 14-40분.

이러한 프리폴리머(P)에 있어서, 프리폴리머(P)에서 NCO 잔기의 비율이 약 11.5-13.5%이고 프리폴리머(P)가 실온에서 약 3500-5000 cps의 점도를 가지며 근사 화학양론적 당량의 액상 경화제에 의하여 실온에서 경화되는 바, 여기에서, 액상 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%를 이루고 실온에서 점도가 약 300-50000 cps이며, 이들 성분을 혼합하여 실온에서 7일 동안 경화시킨 후 다음의 특성을 갖는 경화된 우레탄 엘라스토머를 생산할 수 있다 :

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1300-2700 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 250-700%

다이 C 인열강도 (ASTM Method D-695) 약 140-400 pli

스플릿 인열강도 (ASTM Method D-1938) 약 20-100 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 45-65%.

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 70-95

겔 시간 (25℃) 약 14-40분.

이러한 경화된 프리폴리머에 있어서, 경화제의 성분(4)와 성분(5)의 양은 각각 10-20 및 5-15중량%일 수 있다.
이러한 경화제에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 13% 까지의 화학량론적 초과량으로 존재한다.

삭제

또한 이러한 경화제에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 2-7%의 화학량론 초과량으로 존재할 수 있다.
이러한 프리폴리머(P)에 있어서, (a), (b) 및 (c)의 중량비는 각각 약 54%, 약 36% 및 약 10%를 갖는다.

삭제

이러한 프리폴리머(P)는 근사 화학량론적 당량을 가진 경화제에 의하여 경화되는 바, 여기에서 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 11.5-13.5%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 약 54%, 약 13%, 약 10%, 약 15%, 약 8%, 약 0.005% 및 약 0.006%를 이룬다.

이러한 경화된 프리폴리머(P)에 있어서, 경화제가 실온에서 약 3000-5000 cps의 점도와 약 1.05-1.08의 비중을 갖는다.
이러한 경화제에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 13% 까지의 화학량론적 초과량으로 존재할 수 있다.

삭제

또한 이러한 경화제에 있어서는 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 2-7%의 화학량론적 초과량으로 존재할 수 있다.

이러한 경화 프리폴리머(P)는 성분물질을 혼합하여 실온에서 7일 동안 경화시킨 것으로 다음의 특성을 갖는다 :

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1550 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 500%

다이 C 인열강도 (ASTM Method D-695) 약 250 pli

스플릿 인열강도(ASTM Method D-1938) 약 45 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 55%

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 80

겔 시간 (25℃) 약 20-30분.

이러한 경화 프리폴리머(P)에 있어서, 탈기보조제는 실리콘 에멀전이다.

이러한 경화 프리폴리머(P)에 있어서, 촉매는 트리에틸렌 디아민과 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물이다.

삭제

또한 이러한 프리폴리머(P)에 있어서, 탈기보조제가 실리콘 에멀전이고 촉매가 트리에틸렌 디아민과 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물일 수 있다.

또한, 본 발명은 별도포장의 프리폴리머(P)와 별도포장의 경화제를 포함하는 키트를 제공하는 바, 여기에서 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이다.

이러한 키트에 있어서, 경화제는 실온에서 약 300-50000 cps의 점도와 약 1.02-1.15의 비중을 갖는다.

이러한 키트는 프리폴리머(P)에서의 잔기 NCO의 비율이 약 11.5-13.5중량%이고 실온에서의 점도가 3500-5000 cps인 별도포장의 프리폴리머(P)와 별도포장의 경화제를 포함하는 바, 여기에서 경화제는 본질적으로 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 6-18%의 NCO 잔기를 갖는 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제 및 (7) 우레탄촉매로 구성되고, 이들 각 성분의 상대중량비는 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 0-30%, 0-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이며, 실온에서 약 300-50000 cps의 점도를 갖는다.

이러한 키트에 있어서, 경화제의 성분(4)와 성분(5)의 양이 각각 10-20 및 5-15중량%이다.

이러한 키트에 있어서, 경화제는 본질적으로 각각 약 54%, 13%, 10%, 15%, 8%, 0.005% 및 0.006% 비율의 상기 언급된 성분으로 구성되고, 실온에서 점도가 약 3000-5000 cps이며 비중이 약 1.05-1.08이다.

삭제

이러한 키트에 있어서, 성분 (a), (b) 및 (c)의 중량비는 각각 약 54%, 약 36% 및 약 10%이다.

이러한 키트에 있어서, 탈기보조제는 실리콘 에멀전이고 촉매가 트리에틸렌 디아민과 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물일 수 있다.

삭제

발명의 일반적 기술 구성성분

삭제

A. 프리폴리머(P)

반응생성계의 프리폴리머에 사용된 폴리올 성분으로는 1000-6000 사이의 분자량을 가지고 약 2.0-3.0의 OH-관능기수를 갖는 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 또는 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌 또는 혼합형 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올이 있다. 대표적인 폴리올 성분으로서는 PTMEG 2000 또는 등가의 QO2000TM 또는 Terathane 2000TM과 같이 약 1000-2800 사이의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이 있다. 다른 제품으로서는 PTMEG 1000, Great Lakes QO1000TM, 또는 DuPont Terathane 1000TM을 포함한다. 추가적인 선택적 제품은 1000-2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올혼합물을 포함할 수 있다. 다른 성분의 예로는 Arch Poly-G 20-56TM, Arch Poly G 55-122TM, Bayer Multranol 3600TM, Lyondell Acclaim 2220TM, Dow Voranol 220-056TM 등을 들 수 있고 관련 분야의 숙련자들에게는 잘 알려진 다른 폴리올로서 약 4200-6000의 분자량을 가지고 약 3.0의 관능기수를 가지며 Lyondell Acclaim 6320TM과 같이 저급 불포화 폴리에테르를 포함하는 폴리에테르 트리올을 들 수 있다. 사용할 수 있는 또 다른 제품으로는 Arch Poly-G 85-28TM, Arch Poly G 30-28TM, Arch Poly-L 385-29TM 또는 Dow Voranol 230-027TM이 포함된다. 본 발명 분야의 숙련자들에게 잘 알려진 4200-6000의 분자량과 약 3.0의 작용가를 갖는 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올의 혼합물이 될 수 있다.

본 발명의 프리폴리머에 사용된 이소시아네이트 성분은 약 2.0-2.1의 관능기수를 갖는 디페닐메탄 디이소시아네이트이다. 프리폴리머는 Bayer의 Mondur MTM 또는 Huntsman의 Rubinate 44TM과 같은 순수 메틸렌 디페닐이소시아네이트

(MDI)를 기초로 하거나, MDI에 기초하여 미리 만들어진 이소시아네이트 말단기를 가진 프리폴리머와 분자량(MW) 1000-2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜(PTMEG)에 기초한다. 이들 프리폴리머의 예는 Bayer의 Mondur ME230TM 및 Huntsman의 Rubinate 1027TM을 포함하나 이로써 제한되는 것은 아니다. 사용하기에 적합한 다른 이소시아네이트 기능물질은 통상 Bayer의 Mondur CDTM, Huntsman의 Rubinate 1680TM 또는 Dow의 Isonate 2143LTM 등으로 알려진 우레토니민-변성 메틸렌 디페닐이소시아네이트를 포함한다. 본원 발명자들은 1000-2000 MW의 폴리옥시에틸렌/폴리옥시프로필렌 디올과 반응된 메틸렌 디페닐이소시아네이트에 기초하는 프리폴리머가 허용될 수 있는 것으로 평가하고 확인하였다. 이들 물질은 Dow의 Isonate 2181TM, Bayer의 Mondur MP210TM, Huntsman의 Rubinate 1209TM 및 Rubinate 1790TM과 같은 상표로 알려져 있다.

프리폴리머는 장점으로서 실온에서 약 1200-26000 cps의 점도를 갖는다. 특히, 프리폴리머에서 NCO 잔기의 비율은 11.5-13.5%인 것이 좋으며 점도는 3500-5000 cps인 것이 좋다.

B. 경화제(C)

경화제에 사용된 폴리올 성분으로는 2000-6000 사이의 분자량을 가지고 약 2.0-3.0의 OH-관능기수를 갖는 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌 또는 혼합된 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올이 있다. 대표적인 폴리올 성분으로는 Lyondell Acclaim 6320TM 및 Acclaim 2220TM과 같은 상업용으로서 2000-6000 사이의 분자량을 가지고 약 2.0-3.0의 관능기수를 갖는 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올과 디올이 있다. 사용될 수 있는 다른 제품으로는 Arch Poly-L 385-29TM, Poly-L 255-50TM, Poly-G 85-28TM, 30-28TM, 55-56TM, Dow Voranol 220-028TM 및 230-027TM을 포함한다. 또한 본 분야의 숙련자들에게 잘 알려진 2000-6000의 분자량과 약 2.0-3.0의 관능기수를 갖는 폴리옥시프로필렌, 폴리옥시에틸렌 또는 혼합된 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 및 트리올을 포함한다.

이러한 경화제는 약 300-50000 cps, 특히 4000-5000 cps의 실온에서의 점도를 가지며, 약 1.02-1.15, 특히 1.05-1.08의 비중을 갖는다.

가교제: 가교제 또는 사슬연장제는 약 50-250의 분자량과 약 2.0의 수산기 관능기수를 가지고 1,4-BDO 또는 MPDiol과 같이 약 25-125의 당량을 갖는다. 그 예로서는 부탄디올, 2-메틸-1,3 프로판디올, 트리메틸올프로판, 글리세린, 에틸렌 글리콜을 기저로 한 DEG(디에틸렌 글리콜) 및 TEG(트리에틸렌 글리콜)과 같은 가교제, 프로필렌을 기저로 한 DPG(디프로필렌 글리콜)과 같은 가교제, 또는 이들 성분의 화합물이나, 기타 본 분야의 숙련자들에게 잘 알려진 다른 가교제 등이 있을 수 있다.

촉매: 통상적으로 우레탄 생산에 사용되는 형태의 효과적인 우레탄/우레탄유도체촉매 또는 이들 형태의 촉매 화합물이 효과적인 폴리우레탄촉매량으로 사용될 수 있다. 특히 3차아민과 유기금속촉매가 적합하다. 적당한 촉매의 예로서는 디부틸틴 디라우레이트와 같이 주석을 포함하는 것, 비스무트 네오데카노에이트와 같이 비스무트를 포함하는 것, 또는 아연 옥토에이트와 같이 아연을 포함하는 것이 있다. 3차아민의 예로서는 트리에틸렌 디아민, 2,3-디메틸하이드로피리미딘과, N,N'-디몰폴리노에틸 에테르가 있다. 원하는 반응형태와 작업시간을 얻기 위하여 효과적인 양만큼의 촉매가 사용된다. 이러한 제품에 대하여 금속촉매가 좋으나 3차아민과 촉매 화합물 또한 허용될 수 있다. 대표적인 촉매와 촉매 조합물이 실시예에서 사용되었으며 부가적인 적당한 촉매에 대하여서는 본원 발명자들의 미국특허 제5,554,713호에 기술되어 있다.

경화제 내의 프리폴리머: 이미 정의된 바와 같은 실온 액상 안정성 프리폴리머(P)는 (a) 메틸렌 디페닐이소시아네이트 또는 메틸렌 디페닐이소시아네이트 프리폴리머와 적어도 2%의 NCO 잔기를 가진 약 500-1000 당량의 MDI와 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올, (b) 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜과, (c) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올 또는 폴리옥시프로필렌 트리올의 반응생성물이고, 프리폴리머(P)에서 각각의 중량비는 (a)가 약 32-72%, (b)가 약 22-52%, (c)가 약 7-15%이며, NCO 잔기의 비율은 약 6-18중량%이고, 프리폴리머(P)의 점도는 실온에서 약 1200-26000cps이다. 상업용 메틸렌 디이소시아네이트로서 순수 MDI 및 우레토니민-변성 MDI가 있다. 경화제내 프리폴리머(P)의 양은 경화제에 대하여 0-30중량%, 바람직하게는 10-20중량%, 특히 약 15-17중량%인 것이 좋다.

희석제: 적당한 우레탄-호환성 물질로서는 디옥틸프탈레이트, 디이소부틸프탈레이트, 아릴 벤질 프탈레이트와 같은 알킬프탈레이트, 이소부틸 이소부티레이트 또는 2,2,4-트리메틸-1,3 펜탄디올 디이소부티레이트와 같은 부티레이트, 트리페닐 포스페이트 또는 트리부틸 포스페이트와 같은 포스페이트와, 디옥틸아디페이트와 같은 아디페이트를 포함하나 이것만

으로 제한되는 것은 아니다. 다른 예로서는 디프로필렌 글리콜 디벤조에이트, 디에틸렌 글리콜 디벤조에이트, 디메틸 글루타레이트, 디메틸 아디페이트 및 디메틸 숙시네이트를 포함한다. 이와 같이, 희석제는 프탈레이트, 아디페이트 또는 디이소부틸프탈레이트 또는 이소부틸부티레이트와 같은 포스페이트를 기저로 한 희석제를 포함하는 다른 적당한 물질일 수 있으며, 바람직한 예로서는 Velsicol의 Benzoflex™ 988SG 또는 Solutia의 Santicizer™ 160 또는 261, 또는 기타 본 분야의 숙련자들에게 잘 알려진 다른 물질이 있을 수 있다. 경화제에서 희석제의 양은 경화제에 대하여 0-30중량%, 바람직하게는 5-15중량%, 가장 바람직하게는 약 7-9중량%이다.

탈기제: 이는 폴리우레탄 제품에서 기포를 제거하거나 기포의 형성을 줄이기 위하여 당해 산업분야에서 전형적으로 사용되는 탈기제이다. 표면장력제거제로서 실리콘을 함유하는 전형적인 물질이 사용될 수 있다. 이들 물질의 예로서는 OSI의 SAG 47™, Furane Products의 Airout™ 및 Ciba-Geigy의 X-Air™이 있다. 본 분야의 숙련자들에게 잘 알려진 다른 기포제거제가 사용될 수도 있다.

발명의 상세한 설명

다음의 실시예는 단순히 본 발명을 설명하기 위하여 제시된 것으로 본 발명이 이로써 제한되는 것은 아니다. 모든 경화제 실시예와 우레탄 생산실시예는 실온(약 77°F)에서 수행한다.

프리폴리머 처리과정

프리폴리머의 처리를 위한 전형적인 실시예는 다음과 같다.

프리폴리머 실시예 1 (P1)

깨끗한 유리반응기에 812 그램의 Rubinate 1027™을 넣어 약 1/2 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 덮었고(blanket) 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Rubinate 1027™은 2.0의 공칭(nominal) 관능기수를 가지고 평균분자량이 154인 NCO 말단기를 가진 이소시아네이트의 수율이 26.5 - 27.5%가 되도록 Rubinate 44™와 약 1000 분자량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜로부터 제조된 상업용 프리폴리머이다. 여기에, 546.2 그램의 Terathane 2000™을 질소 블랭킷(blanket)하에서 일정하게 교반하면서 가한다. Terathane 2000™은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이다. 이렇게 생성된 혼합물에 154 그램의 Acclaim 6320™을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 6320™은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 액체의 온도를 Thermowatch™ 온도측정기 및 제어장치로 모니터하면서 이들 성분이 약 10-15분 동안 균일하게 혼합될 수 있도록 한다. 성분을 첨가하는 순서는 특별히 정하여진 바는 없으나 일부의 성분들은 반응기에 첨가되기 전에 사전에 혼합된 형태로 있을 수 있다. 반응 플라스크의 외면에 가열맨틀을 씌우고 40%를 설정값으로 한 가변단권 변압기를 이용하여 플라스크를 가열하기 시작한다. Thermowatch™의 설정값을 177°F로 맞춘다. 온도가 177°F에 이를 때까지 반응성분의 온도를 모니터하고 프리폴리머를 생성하기 위한 시간조절을 시작한다. 반응액체의 온도가 177°F에 이른 1시간후에 NCO 측정을 위하여 액체의 샘플을 취한다. 프리폴리머의 %NCO 측정은 ASTM D2572에 따른다. 샘플 사이의 %NCO가 0.5% 이상 변하지 않고 이론값 %NCO가 0.2 포인트 이내가 될 때까지 약 1 시간 마다 %NCO 샘플링을 계속한다. 이 시점에 이르면 Hg 약 28인치의 진공상태에서 프리폴리머를 탈기하고 가열맨틀, 교반기 및 질소 블랭킷을 제거한 후 프리폴리머를 건조질소하의 밀폐용기에 옮긴다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜서 점도가 4100 cps이고 비중이 1.09인 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머를 처리하는 다른 실시예는 각 실시예에 기술한 특정한 조건의 차이를 제외하고는 동일한 처리방법을 이용하였다.

프리폴리머 실시예 2 (P2)

깨끗한 유리반응기에 486.1 그램의 Mondur CD™을 넣어 약 1/4 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 덮고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Mondur CD™은 2.10의 NCO 관능기수를 가지고 평균분자량이 142인 실온에서 액체상태인 이소시아네이트를 얻기 위한 상업용

우레토니민-변성 Mondur MTM이다. 여기에 406.2 그램의 Terathane 2000TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 가한다. Terathane 2000TM은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이다. 이렇게 생성된 혼합물에 108 그램의 Acclaim 6320TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 3 (P3)

깨끗한 유리반응기에 2861 그램의 RubinateTM 1027을 넣어 약 1 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. RubinateTM 1027은 2.0의 공칭 관능기수를 가지고 평균분자량이 154인 27%의 NCO 말단기를 가진 이소시아네이트의 수율이 27%가 되도록 RubinateTM 44와 약 1000 분자량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜로부터 제조된 상업용 프리폴리머이다. 여기에 888.4 그램의 TerathaneTM 2000을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 가한다. TerathaneTM 2000은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 디올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 250.6 그램의 AcclaimTM 6320을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 액체의 온도를 ThermowatchTM 온도측정기 및 제어장치로 모니터링하면서 이들 성분이 약 10-15분 동안 균일하게 혼합될 수 있도록 한다. 반응 플라스크의 외면에 가열맨틀을 씌우고 40%를 설정값으로 한 가변단권변압기를 이용하여 플라스크를 가열하기 시작한다. ThermowatchTM의 설정값을 177°F로 맞춘다. 온도가 177°F에 이를 때까지 반응성분의 온도를 모니터링하고 프리폴리머를 생성하기 위한 시간조절을 시작한다. 반응액체의 온도가 177°F에 이른 1시간 후에 NCO 측정을 위하여 액체의 샘플을 취한다. 프리폴리머의 %NCO 측정은 ASTMTM D2572에 따른다. 샘플 사이의 %NCO가 0.5% 이상 변하지 않고 이론값 %NCO가 0.2 포인트 이내가 될 때까지 거의 1 시간 마다 %NCO 샘플링을 계속한다. 이 시점에 이르면 Hg 약 28인치의 진공상태에서 프리폴리머를 탈기하고 가열맨틀, 교반기 및 질소 블랭킷을 제거한 후 프리폴리머를 건조질소하의 밀폐용기에 옮긴다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜서 점도가 1280 cps이고 비중이 1.119인 18% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 4 (P4)

깨끗한 유리반응기에 1310.3 그램의 RubinateTM 1027을 넣어 약 1 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. RubinateTM 1027은 2.0 공칭 관능기수를 가지고 평균분자량이 154인 NCO 말단기를 가진 이소시아네이트의 수율이 27%가 되도록 RubinateTM 44와 약 1000 분자량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜로부터 제조된 상업용 프리폴리머이다. 여기에 2099.4 그램의 TerathaneTM 2000을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 가한다. TerathaneTM 2000은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 디올이다. 이렇게 생성된 혼합물에, 590.2 그램의 AcclaimTM 6320을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 액체의 온도를 ThermowatchTM 온도측정기 및 제어장치로 모니터링하면서 이들 성분이 약 10-15분 동안 균일하게 혼합될 수 있도록 한다. 반응 플라스크의 외면에 가열맨틀을 씌우고 40%를 설정값으로 한 가변 단권변압기를 이용하여 플라스크를 가열하기 시작한다. ThermowatchTM의 설정값을 177°F로 맞춘다. 온도가 177°F에 이를 때까지 반응성분의 온도를 모니터링하고 프리폴리머 종료를 위한 시간조절을 시작한다. 반응액체의 온도가 177°F에 이른 1시간 후에 NCO 측정을 위하여 액체의 샘플을 취한다. 프리폴리머의 %NCO 측정은 ASTMTM D2572에 따른다. 샘플 사이의 %NCO가 0.5% 이상 변하지 않고 이론값 %NCO가 0.2 포인트 이내가 될 때까지 약 1 시간 마다 %NCO 샘플링을 계속한다. 이 시점에 이르면 Hg 약 28인치의 진공상태에서 프리폴리머를 탈기하고 가열맨틀, 교반기 및 질소 블랭킷을 제거한 후 프리폴리머를 건조질소하의 밀폐용기에 옮긴다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜서 점도가 26000 cps이고 비중이 1.06인 6.0% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 5 (P5)

깨끗한 유리반응기에 911 그램의 Mondur ME230TM을 넣어 약 1/2 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Mondur ME230TM은 2.0 공칭 관능기수 가지고 평균분자량이 182인 NCO 말단기를 가진 이소시아네이트의 수율이 27%가 되도록 Mondur MTM과 분자량이 약 1000인 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜로부터 제조된 상업용 프리폴리머이다. 여기에 436.3 그램의 Terathane 2000TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 가한다. Terathane 2000TM은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이다. 이렇게 생성된 혼합물에 153.3 그램의 Acclaim 6320TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 종결 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 6 (P6)

깨끗한 유리반응기에 462.48 그램의 용융된 Mondur MTM을 넣어 약 1/4 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Mondur MTM은 2.0 관능기수를 가지고 평균분자량이 250인 33.6의 %NCO를 갖는 Bayer Chemicals의 순수 메틸렌 디페닐이소시아네이트(MDI)이다. 여기에 486 그램의 Terathane 2000TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Terathane 2000TM은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이다. 이렇게 생성된 혼합물에, 114 그램의 Acclaim 6320TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 7 (P7)

깨끗한 유리반응기에 486.1 그램의 Mondur CDTM을 넣어 약 1/4 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Mondur CDTM은 약 2.10의 NCO 관능기수를 가지고 분자량이 약 142이며 실온에서 액체상태인 이소시아네이트를 얻기 위한 상업용 우레토닌-변성 Mondur MTM이다. 여기에 406 그램의 Acclaim 2220TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 2220TM은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 저급 불포화 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 108.1 그램의 Acclaim 6320TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

프리폴리머 실시예 8 (P8)

깨끗한 유리반응기에 537 그램의 Rubinate 1027TM을 넣어 약 1/4 갤론의 프리폴리머의 실험적인 혼합물을 준비한다. 건조된 질소가스를 사용하여 준비된 액체 혼합물을 넣고 기계적인 혼합장치를 이용하여 조심스럽게 교반혼합한다. Rubinate 1027TM은 약 2.0의 공칭 관능기수를 가지고 평균분자량이 약 154인 NCO 말단기를 가진 이소시아네이트의 수율이 29.5%가 되도록 Rubinate 44TM과 분자량 약 1000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜로부터 제조된 상업용 프리폴리머이다. 여기에 361.1 그램의 Terathane 2000TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 가한다. Terathane 2000TM은 공칭 관능기수가 2.0인 분자량 2000의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜이다. 이렇게 생성된 혼합물에 101.9 그램의 Poly-G 30-28TM을 질소 블랭킷하에서 일정하게 교반하면서 혼합한다. Poly-G 30-28TM은 6000의 분자량과 3.0의 공칭 관능기수를 갖는 트리올이다. 이 프리폴리머를 실온에서 하룻밤 냉각시켜 12.5% NCO 프리폴리머를 얻는다.

경화제 배치 제조 과정

경화제의 제조공정은 다음과 같다.

경화제 실시예 1 (C1)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 0.2 그램의 SAG 47TM(실리콘 에멀전)을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.18 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 혼합한다. 비스무트 네오데카노에이트는 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Shepherd Chemicals의 폴리우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 2 (C2)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 2.60 그램의 KE9362TM을 가한다. KE9362TM는 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 트리에틸렌디아민 내의 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘과 Rhein-Chemie의 디프로필렌 글리콜 혼합물로 구성된 특허된 폴리우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 3 (C3)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.160 그램의 BiCat 8TM을 가한다. BiCat 8TM은 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Shepherd Chemicals의 폴리우레탄 촉매이고 비스무트 네오데카노에이트와 아연 네오데카노에이트가 동일하게 혼합된 혼합물로 구성된다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 4 (C4)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포파괴

피 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로, 1.52 그램의 Toyrvat F-10TM을 가한다. Toyrvat F-10TM는 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Tosoh Chemicals의 디메틸이미다졸-함유 폴리우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 5 (C5)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포 파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 실리콘 에멀전 탈기제이다. 끝으로, 0.80 그램의 TD-33TM을 가한다. TD-33TM은 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Texaco 또는 Focus Chemicals의 트리에틸렌 디아민 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 6 (C6)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포 파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.80 그램의 SUL-4TM을 가한다. SUL-4TM은 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 CKWitco의 디부틸주석 디라우레이트 금속촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 7 (C7)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Lyondell Acclaim 2220TM을 넣어 약 1-갤론의 경화제의 실험적인 혼합물을 준비한다. Acclaim 2220TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Acclaim 6320TM을 가한다. Acclaim 6320TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포 파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.32 그램의 TD-33TM과 1.0 그램의 KE 9362TM을 가한다. TD-33TM은 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Texaco Chemicals의 트리에틸렌 디아민 촉매이고 KE 9362TM은 Rhein-Chemie의 트리에틸렌디아민 내의 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘과 디프로필렌 글리콜 혼합물로 구성되는 특허된 폴리우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 8 (C8)

깨끗한 1-갤론 용기에 2800 그램의 Poly-G 55-56TM을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 경화제의 혼합물을 준비한다. Poly-G 55-56TM은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 600 그램의 Poly-G 85-29TM을 가한다. Poly-G 85-29TM은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 600 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAG 47TM을 첨가한다. SAG 47TM은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.32 그램의 TD-33TM과 1.0 그램의 KE 9362TM을 가한다. TD-33TM은 폴리우레탄을 경화시키기 위하여 사용되는 Texaco Chemicals의 트리에틸렌 디아민 촉매이고 KE 9362TM은 Rhein-Chemie의 2,3-디메틸테트라하이드로피리미딘으로 구성되는 특허된 폴리우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 550 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 9 (C9)

깨끗한 1-갤론 용기에 2153.6 그램의 AcclaimTM 2220을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 혼합물을 준비한다. AcclaimTM 2220은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 523.2 그램의 AcclaimTM 6320을 가한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 400 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 이들 성분을 용기 내에서 균일하게 교반하면서 615.3 그램의 프리폴리머 P1을 가한다. 이 혼합물을 경화제와 프리폴리머 사이의 반응을 용이하게 종료하기 위하여 약 3시간 동안 80℃의 온도로 가열한다. 여기에 또한 307.6 그램의 SanticizerTM 160을 첨가한다. SanticizerTM 160은 상업용 알킬 벤질 프탈레이트이다. 여기에 0.2 그램의 SAGTM 47이 첨가한다. SAGTM 47은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로, 0.2 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 가한다. 비스무트 네오데카노에이트 20%는 Shepherd Chemicals의 상업용 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 3980 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 10 (C10)

깨끗한 1-갤론 용기에 1400 그램의 AcclaimTM 2220을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 혼합물을 준비한다. AcclaimTM 2220은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 560 그램의 AcclaimTM 6320을 가한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 840 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 용기내에 균일하게 혼합된 이들 성분을 일정하게 교반하면서 1200 그램의 프리폴리머 P1을 가한다. 이 혼합물을 경화제와 프리폴리머 사이의 반응을 용이하게 종료하기 위하여 약 3시간 동안 80℃의 온도로 가열한다. 여기에 0.2 그램의 SAGTM 47을 첨가한다. SAGTM 47은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.2 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 가한다. 비스무트 네오데카노에이트 20%는 Shepherd Chemicals의 상업용 우레탄 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 50,000 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 11 (C11)

깨끗한 1-갤론 용기에 2332.8 그램의 AcclaimTM 2220을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 혼합물을 준비한다. AcclaimTM 2220은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 566.8 그램의 AcclaimTM 6320을 가한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 생성된 혼합물에 433.2 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 용기내에 균일하게 혼합된 이들 성분을 일정하게 교반하면서 666.4 그램의 프리폴리머 P1을 가한다. 이

혼합물은 경화제와 프리폴리머 사이의 반응을 용이하게 종료하기 위하여 약 3시간 동안 80℃의 온도로 가열한다. 여기에 또한 0.2 그램의 SAGTM 47을 첨가한다. SAGTM 47은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.2 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 가한다. 비스무트 네오데카노에이트 20%는 Shepherd Chemicals의 상업용 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 3,100 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 12 (C12)

깨끗한 1-갤론 용기에 2153.6 그램의 AcclaimTM 2220을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 혼합물을 준비한다. AcclaimTM 2220은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 523.2 그램의 AcclaimTM 6320을 가한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 혼합된 생성물에 400 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 용기내에 균일하게 혼합된 이들 성분을 일정하게 교반하면서 615.2 그램의 프리폴리머 P4를 가한다. 이 혼합물을 경화제와 프리폴리머 사이의 반응을 용이하게 종료하기 위하여 약 3시간 동안 80℃의 온도로 가열한다. 여기에 또한 307.6 그램의 SanticizerTM 160을 첨가한다. SanticizerTM 160은 상업용 알킬 벤질 프탈레이트이다. 여기에 0.2 그램의 SAGTM 47을 첨가한다. SAGTM 47은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.2 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 가한다. 비스무트 네오데카노에이트 20%는 Shepherd Chemicals의 상업용 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 26000 cps가 되게 한다.

경화제 실시예 13 (C13)

깨끗한 1-갤론 용기에 2153.6 그램의 AcclaimTM 2220을 넣어 약 1-갤론의 실험적인 혼합물을 준비한다. AcclaimTM 2220은 약 2000의 분자량과 약 2.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 디올이다. 여기에 523.2 그램의 AcclaimTM 6320을 가한다. AcclaimTM 6320은 약 6000의 분자량과 약 3.0의 관능기수를 갖는 상업용 저급 불포화 폴리옥시에틸렌 말단기를 가진 폴리옥시프로필렌 폴리에테르 트리올이다. 이렇게 혼합된 생성물에 400 그램의 1,4-부탄디올을 가한다. 1,4-부탄디올은 2.0의 공칭 관능기수를 갖는 분자량 90의 디올 가교제이다. 용기내에 균일하게 혼합된 이들 성분을 일정하게 교반하면서 615.2 그램의 프리폴리머 P3를 가한다. 이 혼합물은 경화제와 프리폴리머 사이의 반응을 용이하게 종료하기 위하여 약 3시간 동안 80℃의 온도로 가열한다. 여기에 또한 307.6 그램의 SanticizerTM 160을 첨가한다. SanticizerTM 160은 상업용 알킬 벤질 프탈레이트이다. 여기에 0.2 그램의 SAGTM 47을 첨가한다. SAGTM 47은 우레탄 산업분야에서 기포파괴 및 분산을 위하여 통상적으로 사용되는 상업용 탈기제이다. 끝으로 0.2 그램의 비스무트 네오데카노에이트 20%를 가한다. 비스무트 네오데카노에이트 20%는 Shepherd Chemicals의 상업용 촉매이다. 이들 성분을 균일하게 혼합하여 Hg 약 28인치의 진공하에 탈기한다. 이 경화제 혼합물을 질소 블랭킷하의 밀폐된 용기에 옮겨 점도가 2160 cps가 되게 한다.

엘라스토머 성형 과정

프리폴리머와 경화제 성분으로부터 폴리우레탄 제품을 성형하기 위한 과정의 실시에는 다음과 같으며, 본 분야의 숙련자가 이해할 수 있도록 여러 수치를 적용한 일반적인 성형 과정의 실시예로서 제시된 것이다.

프리폴리머를 적당한 용기 내에 계량주입하고 용해된 가스를 제거하기 위하여 약 28인치의 Hg 진공하에 탈기한다. 프리폴리머의 중량을 기초하여 경화제의 중량을 계산하고 경화제를 약 28인치의 Hg 진공하에 탈기한다. 경화제의 중량은 프리폴리머와 경화제가 근사 화학량론적인 당량을 이루도록, 바람직하게는 프리폴리머가 13% 이상 초과하지 않도록, 특히 화학량론적 초과량이 2-7%가 되도록 계산한다. 프리폴리머 당량 대 경화제 당량의 이러한 비율을 기준으로 하여 이 기준율은 일반적으로 1.0-1.13/1.0이며 가장 바람직하게는 1.02-1.07/1.0이다. 그리고 경화제를 프리폴리머에 첨가하고 실온(약 77°F)에서 균일하게 혼합한다. 그리고 이 혼합물을 혼합하는 중에 갇힌 공기를 제거하기 위하여 약 28인치의 Hg 진공하에 탈기한다. 탈기된 혼합물을 몰드 측면으로 원하는 지점까지 서서히 부어서 주입한다. 시편판넬을 얻기위해 즉, 0.080인치 두께의 두 시편판넬을 얻기 위하여 분할판을 몰드 내에 삽입한다. 완성된 우레탄 제품에 불필요한 응력이 가하여지지 않도록

록 몰드로부터 분리되는 지점까지 이러한 물질이 반응되도록 한다. 그리고 이 시편을 몰드에 주입된 시간으로부터 최소 일주일간 실온에서 경화될 수 있도록 한다. 이때에 시편들을 0.080인치 두께의 판넬로부터 절단하고 각각 ASTM 시험방법에 따라서 시험하여 그 결과를 기록한다.

다음의 표에 있어서 점도는 cps 단위의 실온에서의 점도이고 겔 시간은 25℃ 온도에서의 시간이다.

실시예의 결과와 특성

실시에 제품의 결과와 물리적인 특성은 다음과 같다.

	실시예 A	실시예 B	실시예 C	실시예 D	실시예 E	실시예 F	실시예 G	실시예 H
경화제 실시예	P1	P2	P1	P1	P5	P6	P7	P1
%NCO	12.64	12.47	12.8	12.8	12.43	12.52	12.52	12.64
액체@실온	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
액상	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
경화제 실시예	C7	C7	C13	C12	C7	C7	C7	C1
점도	550	550	2160	26000	550	550	550	550
액상	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
혼합비 경화제 /100 프리폴리머	69.8	68.8	129.48	109.12	68.6	72.6	69.1	70.5
인장강도 psi (ASTM D-412)	2281	2170	1339	1589	1673	1848.2	1846	2150.6
연신율 % (ASTM D-412)	683.5	373	401	458	661.2	539.1	696.9	535.3
다이 C 인열강도 pli (ASTM D-624)	276	281	289	246	377.4	219	250	285.4
스플릿 인열강도 pli (ASTM D-1938)	65.2	54	54	41	95.1	55.3	74	44.7
쇼어 A 경도 (ASTM D-2240)	84	83	82	82	79	73	82	85
%반발율 (ASTM D-2632)	58	53	53	59	60	46	55	57
겔 시간	26분	25분	22분	18분	30분	32분	28분	28분

	실시예 I	실시예 J	실시예 K	실시예 L	실시예 M	실시예 N	실시예 O	실시예 P	실시예 Q
프리폴리머 실시예	P1	P1	P1	P1	P1	P1	P1	P1	P1
%NCO	12.64	12.64	12.64	12.64	12.64	12.52	12.8	12.8	12.8
액체@실온	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
액상	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
경화제 실시예	C2	C3	C4	C5	C6	C8	C9	C10	C11
점도	550	550	550	550	550	550	3,980	50,000	3,100
액상	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
혼합비 경화제 /100 프리폴리머	70.5	70.5	70.5	70.5	70.5	69.5	125	67.8	66.83
인장강도 psi (ASTM D-412)	2700	2082.4	2286	1764.4	2163.4	2146	1400	2208	1643
연신율 % (ASTM D-412)	512.3	592.4	687.7	629.3	515.7	601.6	535	519	430
다이 C 인열 pli (ASTM D-624)	302.2	324.9	255.5	278.3	240.7	273.5	223	342	261
스플릿 인열강도 pli	80.2	54.5	66.2	65	50.3	79.2	47.5	89	50

(ASTM D-1938)									
쇼어 A 경도 (ASTM D-2240)	84	86	84	84	86	83	80	94	85
%반발율 (ASTM D-2632)	55	57	57	55	58	54	56	54	54
겔 시간	21분	27분	28분	28분	27분	26분	27분	30분	29분

경화된 폴리우레탄 엘라스토머 제품

다음은 폴리우레탄 엘라스토머 제품의 전형적인 주입방법의 실시예이다.

이러한 주입과정을 진행하기 전에 주입과 관련된 각각의 모든 계수를 확인한다. 프리폴리머의 NCO비율, 성분온도, 각 성분의 적절한 탈기상태, 몰드온도 및 장치의 혼합능력을 체크한다. 선택된 프리폴리머와 경화제를 이용하여 사용될 성분의 정확한 비율을 계산하고 확인한다. 몰드가 정확히 조립되어 모든 인서트와 일체의 부품이 정확히 다루어지고 정확히 배치되어 결합되었는지를 확인한다.

계량기를 이용하는 경우, 각 성분의 사출에 대한 적시를 맞추고 정확한 성분비율을 측정토록 장치를 조절한다. 정확한 공정이 이루어질 수 있도록 엘라스토머가 주입되는 공정속도와 온도에서 수 회에 걸쳐 비율을 측정하고 기록한다. 장치에 제품을 위한 충분한 재료가 주입될 수 있는 지를 확인하고 장치를 작동시킨다. 완전한 혼합, 공기 및 습기의 오염상태, 정확한 겔 시간을 확인하기 위하여 소량의 샘플을 주입한다. 장치에 재료가 충분히 채워졌는지 확인한다. 제품의 생산이 용이하고 효과적으로 이루어질 수 있도록 몰드를 정렬한다. 요구된 공정조건을 이루는데 필요한 조절을 시행하고 공기유입가능성을 최소화하면서 몰드를 채우기 시작한다. 정확한 충전높이까지 몰드를 채운다.

수동주입인 경우, 혼합 전에 혼합기구와 치수 정확도를 확인한다. 제품의 생산이 용이하고 효과적으로 이루어질 수 있도록 몰드를 정렬한다. 정확한 양의 성분을 계량하여 붓고 제품에 공기가 거의 주입되지 않게 하면서 완전히 혼합한다. 시간이 허용되면 발포가 형성되어 재료가 넘쳐 흐르는 문제가 일어날 가능성을 최소화하기 위해 28-30인치의 Hg 진공하에서 혼합물을 탈기한다. 공기의 유입가능성을 최소화하면서 탈기된 혼합물을 옮겨서 몰드에 주입한다. 정확한 충전높이까지 몰드에 주입한다.

이러한 과정은 본 발명의 프리폴리머와 경화제 성분을 이용하여 산업용 타이어, 진동 보울 라이닝, 스포킷과 커플링, 가스킷, 스케이드보드 휠, 및 기타 고기능성 폴리우레탄 엘라스토머를 필요로 하는 다양한 분야의 제품을 만들도록 여러 폴리우레탄 엘라스토머 제품을 실온에서 생산할 수 있도록 한다.

이러한 제품의 수요자/사용자의 편의를 위하여, 선택된 프리폴리머와 미리 계산된 양의 경화제를 별도로 포장하는 것이 바람직할 수 있으나 단일유닛 또는 키트로서 함께 판매하는 것도 바람직하다.

본 발명은 상기 언급된 실시예에 한정되는 것은 아니며 다양한 수정 또는 변경이 있을 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

다음의 (a),(b), 및 (c)를 반응시켜 생성시킨 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P) :

(a) 메틸렌 디페닐이소시아네이트 또는 메틸렌 디페닐이소시아네이트의 프리폴리머와 최소한 21%의 NCO 잔기를 포함하고 있는 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올의 혼합물,

(b) 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜, 및

(c) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올 또는 폴리옥시프로필렌 트리올,

프리폴리머(P)에서의 중량비는 (a)가 약 32-72%, (b)가 약 22-52%, (c)가 약 6-15%이며 프리폴리머(P)에서의 NCO 잔기의 비율은 약 6-18%중량%이고, 실온에서의 점도는 약 1200-26000cps이며, 실온에서 프리폴리머(P)를 실온에서 액상인 경화제로 경화시키고 캐스팅하여 우레탄 엘라스토머를 생성함.

청구항 2.

제1항에 있어서, 프리폴리머(P)에서의 NCO의 잔기 비율이 약 11.5-13.5 중량%이고 프리폴리머(P)가 실온에서 약 3500-5000cps의 점도를 가진 프리폴리머(P).

청구항 3.

제1항에 있어서, (a)가 메틸렌 디페닐이소시아네이트로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 4.

제1항에 있어서, (c)가 약 1300-2000 당량을 가진 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 5.

제1항에 있어서, (a)가 우레토니민-변성 메틸렌 디페닐이소시아네이트로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 6.

제1항에 있어서, (b)가 약 500 당량을 가진 프리폴리머(P).

청구항 7.

제1항에 있어서, (b)가 약 1000 당량을 가진 프리폴리머(P).

청구항 8.

제1항에 있어서, (a)가 메틸렌 디페닐이소시아네이트와 약 500-1000 당량을 가진 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜의 미리 제조한 반응 생성물로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 9.

제1항에 있어서, (a)가 메틸렌 디페닐이소시아네이트와 약 500-1000 당량을 가진 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올의 미리 제조한 반응 생성물로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 10.

제1항에 있어서, 실온에서 액상인 경화제는 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 제1항에 기재된 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제, 및 (7) 우레탄 촉매로 구성되되, 이들 각 성분의 상대중량비가 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 10-30%, 5-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 11.

삭제

청구항 12.

삭제

청구항 13.

제1항에 있어서, 실온에서 액상인 경화제가 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125의 당량을 갖는 사슬연장제, (4) 제1항에 기재된 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제, 및 (7) 우레탄 촉매로 구성되되, 이들 각 성분의 상대중량%가 각각 30-90%, 3-20%, 5-30%, 10-30%, 5-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%이며, 이 경화제와 혼합하여 실온에서 7일 동안 경화시킨 후 다음의 특성을 갖는 경화된 우레탄 엘라스토머를 형성할 수 있도록 한 프리폴리머(P) :

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1300-2700 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 250-700%

다이 C 인열강도(ASTM Method D-695) 약 140-400 pli

스플릿 인열강도 (ASTM Method D-1938) 약 20-100 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 45-65%

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 70-95

겔 시간 (25℃) 약 14-40분.

청구항 14.

삭제

청구항 15.

삭제

청구항 16.

삭제

청구항 17.

삭제

청구항 18.

제2항에 있어서, (a), (b) 및 (c)의 중량비가 각각 약 54%, 약 36% 및 약 10%로 이루어진 프리폴리머(P).

청구항 19.

삭제

청구항 20.

삭제

청구항 21.

삭제

청구항 22.

삭제

청구항 23.

삭제

청구항 24.

삭제

청구항 25.

삭제

청구항 26.

삭제

청구항 27.

삭제

청구항 28.

삭제

청구항 29.

삭제

청구항 30.

삭제

청구항 31.

삭제

청구항 32.

삭제

청구항 33.

삭제

청구항 34.

다음의 (a),(b) 및 (c)를 반응시켜 생성시킨 프리폴리머(P)를 다음의 (1) 내지 (7)의 성분으로 구성된 화학량론적 당량의 경화제로 실온에서 경화시킨 우레탄 엘라스토머 :

상기 프리폴리머는

(a) 메틸렌 디페닐이소시아네이트 또는 메틸렌 디페닐이소시아네이트의 프리폴리머, 및 최소한 21%의 NCO 잔기를 가진 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜 또는 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 디올 또는 트리올의 혼합물,

(b) 약 500-1000 당량의 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜, 및

(C) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/폴리옥시에틸렌 트리올 또는 폴리옥시프로필렌 트리올을 반응시켜 생성시킨 것이고,

프리폴리머(P)에서의 각 성분의 중량%는 (a)가 약 32-72%, (b)가 약 22-52%, (c)가 6-15%이고 프리폴리머(P)에서의 NCO 잔기의 비율이 약 6-18중량%이며 ; 상기 경화제는

(1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올,

(2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올,

(3) 약 25-125 당량의 사슬연장제,

(4) 6-18%의 NCO 잔기를 가진 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P),

(5) 희석제,

(6) 탈기보조제, 및

(7) 우레탄 촉매로 이루어지고 이들 각각의 상대 중량%는 30-90%, 3-20%, 5-30%, 10-30%, 5-15%, 0.001-0.05% 및 0.01-0.5%의 비율을 갖는다.

청구항 35.

제34항에 있어서, 프리폴리머(P)에서의 NCO 잔기의 비율은 약 11.5-13.5 중량%를 이루고, 이 프리폴리머는 약 550-50000cps의 실온 점도를 가지고 있으며, 반응물을 혼합하여 실온에서 7일동안 경화시켜 된 다음의 특성을 가진 우레탄 엘라스토머:

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1300-2700 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 250-700%

다이 C 인열강도 (ASTM Method D-695) 약 140-400 pli

스플릿 인열강도 (ASTM Method D-1938) 약 20-100 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 45-65%

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 70-95

겔 시간 (25℃) 약 14-40분.

청구항 36.

제35항에 있어서, NCO 잔기의 비율은 약 11.5-13.5 중량%를 이루고, 프리폴리머(P)는 약 3500-5000cps의 실온 점도를 가지고 있으며, 경화제 성분의 (4) 및 (5)는 각각 10-20, 5-15 중량%를 이루고 있는 우레탄 엘라스토머.

청구항 37.

제35항에 있어서, 경화제 성분의 (4) 및 (5)가 각각 10-20, 5-15 중량%를 이루고 있는 우레탄 엘라스토머.

청구항 38.

제35항에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 2 내지 13%의 화학량론적 초과량을 가진 우레탄 엘라스토머.

청구항 39.

제38항에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 2-7%의 화학량론적 초과량을 가진 우레탄 엘라스토머.

청구항 40.

제34항에 있어서, 안정성 프리폴리머(P)의 성분 (a),(b), 및 (c)가 각각 약 54%, 36%, 10%의 중량%로 이루어진 우레탄 엘라스토머.

청구항 41.

제40항에 있어서, 안정성 화학량론적 당량의 경화제가 (1) 약 1000-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 디올, (2) 약 1300-2000 당량의 폴리옥시프로필렌/-폴리옥시에틸렌 트리올, (3) 약 25-125 당량의 사슬연장제, (4) 11.5-13.5%의 NCO 잔기를 가진 실온에서 액상인 안정성 프리폴리머(P), (5) 희석제, (6) 탈기보조제, 및 (7) 우레탄 촉매로 이루어지고, 각각의 성분비가 약 54%, 13%, 10%, 15%, 8%, 0.005% 및 0.006%를 이루는 우레탄 엘라스토머.

청구항 42.

제41항에 있어서, 경화제가 약 3000-5000cps의 실온 점도 및 약 1.05-1.08의 비중을 갖는 우레탄 엘라스토머.

청구항 43.

제42항에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 2 내지 13%의 화학량론적 초과량을 가진 우레탄 엘라스토머.

청구항 44.

제43항에 있어서, 프리폴리머(P)가 경화제에 대하여 약 2-7%의 화학량론적 초과량을 가진 우레탄 엘라스토머.

청구항 45.

제 44항에 있어서, 반응물을 혼합하여 실온에서 7일동안 경화시켜 다음의 특성을 가진 우레탄 엘라스토머:

인장강도 (ASTM Method D-412) 약 1550 psi

연신율 (ASTM Method D-412) 약 500%

다이 C 인열강도(ASTM Method D-695) 약 250 pli

스플릿 인열강도 (ASTM Method D-1938) 약 45 pli

반발율 (ASTM Method D-2632) 약 55%

쇼어 A 경도 (ASTM Method D-2240) 약 80

겔 시간 (25℃) 약 20-30분.

청구항 46.

제45항에 있어서, 탈기보조제가 실리콘 에멀전으로 이루어진 우레탄 엘라스토머.

청구항 47.

제45항에 있어서, 촉매가 트리에틸렌 디아민, 및 2,3-디메틸테트라히드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물로 이루어진 우레탄 엘라스토머.

청구항 48.

제45항에 있어서, 탈기보조제가 실리콘에멀전으로 이루어지고, 촉매는 트리에틸렌 디아민 및 2,3-디메틸테트라히드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물로 이루어진 우레탄 엘라스토머.

청구항 49.

제34항의 프리폴리머(P) 및 제34항의 액상 경화제를 각각 개별적으로 포장한 것을 포함하고 있는 키트.

청구항 50.

제49항에 있어서, 개별적으로 포장된 액상 경화제는 실온에서 약 300-50000 cps의 점도를 갖고, 약 1.02-1.15의 비중을 가진 키트.

청구항 51.

제49항에 있어서, 프리폴리머(P)에서의 NCO 잔기의 비율이 약 11.5-13.5 중량%를 이루고, 프리폴리머(P)는 실온에서 약 3500-5000cps의 점도를 가진 키트.

청구항 52.

제51항에 있어서, 개별적으로 포장된 액상 경화제의 성분(4) 및 (5)가 각각 10-20 및 5-15 중량%로 이루어진 키트.

청구항 53.

제51항에 있어서, 개별적으로 포장된 액상 경화제의 성분(1),(2),(3),(4),

(5),(6), 및 (7)의 중량%가 각각 54%, 13%, 10%, 15%, 8%, 0.05%, 및 0.006%를 이루고 있으며, 경화제가 실온에서 약 3000-5000cps의 점도를 갖고 약 1.05-1.08의 비중을 가진 키트.

청구항 54.

제53항에 있어서, 프리폴리머(P)에서의 성분 (a),(b) 및 (c)의 중량%가 각각 약 54%, 36%, 및 10%로 이루어진 키트.

청구항 55.

제53항에 있어서, 개별적으로 포장된 액상 경화제의 탈기보조제는 실리콘 에멀전으로 이루어지고, 촉매는 트리에틸렌 디아민 및 2,3-디메틸테트라히드로피리미딘 또는 비스무트 네오데카노에이트의 혼합물로 이루어진 키트.