



등록특허 10-2596111



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년10월31일
(11) 등록번호 10-2596111
(24) 등록일자 2023년10월26일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/12 (2006.01) *C08L 23/08* (2006.01)
C09D 123/06 (2006.01) *C09J 9/00* (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C08J 3/124 (2021.05)
C08L 23/0869 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-7004688
- (22) 출원일자(국제) 2015년09월17일
심사청구일자 2020년09월10일
- (85) 번역문제출일자 2017년02월20일
- (65) 공개번호 10-2017-0063531
- (43) 공개일자 2017년06월08일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2015/050636
- (87) 국제공개번호 WO 2016/044562
국제공개일자 2016년03월24일

(30) 우선권주장
62/052,745 2014년09월19일 미국(US)
14/843,051 2015년09월02일 미국(US)

(56) 선행기술조사문현

JP03108515 A

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 조혜진

(54) 발명의 명칭 점탄성 고체를 위한 고성능 안티-블로킹 처리

(57) 요 약

고체의 표면에 적용되는 경우, 점탄성 고체의 블로킹을 감소, 자연 또는 방지하는 데 효과적인 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 안티-블로킹 조성물이 개시되고 있다. 또한, 점탄성 고체의 블로킹을 감소, 자연 또는 방지하는 방법들, 및 블로킹에 대해 저항성인 점탄성 고체인 상기 방법들의 생성물들이 개시되고 있다.

(52) CPC특허분류

C09D 123/06 (2013.01)

C09J 9/005 (2013.01)

C09J 2301/302 (2020.08)

(72) 발명자

브라운, 맨프라이드

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

쥘러, 마크 리차드

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

디커프, 마크

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

제이블런, 마이클

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

레오트사코스, 죠지

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

빅, 라케쉬

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

나제미안, 크리스티나

미국 뉴저지 07950 모리스 플레이스 테이버 로드
115 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 지적
재산--특허 서비스 앤/에스 4디3

(56) 선행기술조사문현

JP61293233 A

KR1020080094770 A

EP00115307 A2*

US20070087189 A1

JP2009084489 A*

JP03047887 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

폴리에틸렌 단독중합체, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체, 에틸렌-아크릴산 공중합체 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 왁스; 및

안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 0.5 내지 10.0 중량%의 양으로 존재하는 계면활성제, 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 0.2 내지 5.0 중량%의 양으로 존재하는 수용성 중합체성 물질, 및 습윤제로부터 선택된 물질들 중 적어도 하나

를 포함하는 안티-블로킹 조성물로서,

안티-블로킹 조성물은 수계 에멀젼의 형태로 존재하며, 적어도 하나의 왁스는 에멀젼의 전체 중량을 기준으로 하여 수계 에멀젼의 20 중량% 내지 50 중량%로 포함되며, 0.1 마이크론 내지 50 마이크론의 평균 입자 크기 및 1000 내지 15000 달톤의 중량 평균 분자량을 가지며,

상기 습윤제는 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 0.05 내지 0.50 중량%로 존재하며; 안티-블로킹 조성물은 점탄성 고체의 표면을 처리하기 위해 사용되며; 그리고 상기 점탄성 고체는 고온 용융 접착제, 고온 용융 압력-민감성 접착제, 고온 용융 페인트 또는 열가소성 엘라스토머인, 안티-블로킹 조성물.

청구항 2

a) 제조 후 점탄성 고체의 표면을 제1항의 안티-블로킹 조성물로 처리하는 단계; 및

b) 건조시키는 단계;

를 포함하며,

이에 의해 상기 안티-블로킹 조성물의 성분들로 코팅된 점탄성 고체를 제공하는,

점탄성 고체의 블로킹을 감소시키는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 왁스는 폴리에틸렌 단독중합체, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체, 에틸렌-아크릴산 공중합체, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 안티-블로킹 조성물은 수성 에멀젼의 형태로 존재하는 방법.

청구항 5

제2항의 방법의 생성물인, 블로킹에 대한 저항성을 갖는 코팅된 점탄성 고체로서,

상기 점탄성 고체의 표면은

폴리에틸렌 단독중합체, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체, 에틸렌-아크릴산 공중합체, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 안티-블로킹 왁스, 및

- i. 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 0.5 내지 10.0 중량%의 양으로 존재하는 계면활성제,
 - ii. 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 0.2 내지 5.0 중량%의 양으로 존재하는 수용성 중합체성 물질 및
 - iii. 습윤제
- 중 하나 이상으로 코팅되고,
상기 코팅된 점탄성 고체의 용융된 상태는 상응하는 코팅되지 않은 점탄성 고체의 열적 및 물리적 안정성을 보유하는 코팅된 점탄성 고체.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 우선권 주장

이 출원은 2014년 9월 19일자로 출원된 미국 가출원 62,052,745의 이익을 청구하고 있다.

[0003] 기술 분야

본 개시내용은 미립자 고체들로서 상업적으로 공급되는 점탄성 물질들의 분야에 관한 것이다. 특히, 특정한 온

도 및 압력 조건들 하에서 벌크 점탄성 고체들이 응집되거나(agglomerate) 또는 블로킹되는(block) 경향은 그들의 저장 및 물질 취급 성질들에 영향을 미친다. 이러한 블로킹을 방지하는 것은 산업계 차원에서의 목표이다.

배경 기술

[0005] 배경

[0006] 매일(day-to-day), 물질들은 통상적으로 고체, 액체 또는 기체로서 묘사되지만, 많은 상업적으로 중요한 제품들은 이상적인 고체의 것들과 이상적인 액체의 것들 사이의 중간인 특성들을 가지고 있다. 이들은 물리적 특성들이 다소 온도 의존적인 "점탄성 물질"이라고 지칭되며; 이들은 점탄성 고체들(고체-유사 거동(solid-like behavior)이 우세한 것(dominate)) 또는 점탄성 액체들(액체-유사 거동(liquid-like behavior)이 우세한 것)로서 묘사될 수 있다. 본 개시내용은 주변 조건들 하에서 점탄성 고체들인 물질들에 초점을 맞춘다.

[0007] 점탄성 고체들은 입자들, 플레이크들, 섬유들, 과립들, 로젠지들(lozenge), 환제들, 펠렛들(pellet), 향유들(pastille), 프릴들(prill), 스트링들(string), 로프들(rope), 필라멘트들, 트로키들(troche), 정제들, 또는 물질의 속성 및 이의 최종 용도에 의존하는 다른 형태들과 같은 광범위하게 다양한 물리적 형태로 제조되고 공급된다. 제조 도중, 용융된 또는 액체 물질은 일반적으로 주변 온도로 냉각시킴으로써 점탄성 고체로 전환된다. 생성된 점탄성 고체 생성물의 응집(agglomeration) 또는 블로킹(blocking)은 후속적인 취급, 처리, 저장 및 이송 도중에서의 공통적인 문제이다.

[0008] 다음과 같은 결과로 개별 입자들 사이에서 유의적인 압축력들이 발생될 수 있다:

1. 벌크 저장 또는 취급 시스템 내의 물질의 덩어리(mass).

2. 백(bag), 드럼(drum), 빙(bin) 또는 상자(box)와 같은 개별 포장 내의 물질의 덩어리.

3. 팔레트(ballet) 또는 창고(warehouse)에서와 같이 제품의 백들 또는 기타 압축 가능한 용기들(container)을 서로의 최상부에 대해 적층시키는 것.

[0012] 이러한 조건 하에서, 개별 입자는 취급하기 쉽고, 공정이 자유롭고, 자유롭게 유동하는 미립자로부터 응집된 덩어리로 변환되어서, "블로킹된" 제품을 생성하는 경향이 있다. 효율성 감소 및 비용 증가는 이러한 응집의 직접적인 결과이다.

[0013] 블로킹은 증가된 온도뿐만 아니라 압축력의 기간 및 크기가 증가함에 따라 더욱 두드러지게 된다. 따라서, 저장 및 이송 도중에 온도-제어된 조건들을 사용하면, 문제는 최소화되지만, 생산자 및 최종 사용자에게는 비용이 증가한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0014] 간략한 요약

[0015] 본 개시내용은 접착제들 및 코팅들의 배합에 사용되는 광범위한 점탄성 고체들뿐만 아니라 추가로 배합된 제품들에서 마주치는 블로킹 문제들을 다룬다. 해당 점탄성의 원료의 예로는 비정질 폴리울레핀들, 로진들, 로진산들, 로진 에스테르들, 수소화된 로진 에스테르들, 글라이세롤로진 에스테르들, 수소화된 글라이세롤로진 에스테르들, 펜타에리트리톨로진 에스테르들, 수소화된 펜타에리트리톨로진 에스테르들, 말레이 개질된 로진들, 폐놀릭 개질된 로진들 및 다른 화학적으로 개질된 로진들, 지방족 및 지환족 탄화수소 수지들, 수소화된 지방족 수지들, 방향족 수지들, 수소화된 방향족 수지들, 테르펜 및 폴리테르펜 수지들, 테르펜-폐놀릭 수지들, 알파-메틸스타이렌 수지들, 알파-메틸스타이렌 폐놀릭 수지들 및 스타이렌 블록 공중합체들이 포함된다. 최종 제품들은 고온 용융 접착제, 고온 용융 압력 민감성 접착제, 고온 용융 페인트 및 열가소성 엘라스토머를 포함할 수 있지만 필수적으로 그에 국한되는 것은 아니다.

[0016] 본 개시내용의 하나의 양태는, 이러한 점탄성 고체의 표면에 적용될 때, 점탄성 고체의 블로킹을 자연 또는 방지하는 데 효과적인 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 안티-블로킹 조성물에 관한 것이다. 하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 수개 에멀젼 또는 분산물의 형태로 존재한다. 하나의 실시양태에서, 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 분산된 상은 에멀젼의 전체 중량을 기준으로 하여 약 20 중량% 내지 약 50 중량%의 에멀젼을 포함한다. 하나의 실시양태에서, 에멀젼 내의 평균 왁스 입자 크기는 약 100 나노미터 내지 약 50 마

이크론이다.

과제의 해결 수단

[0017]

하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 계면활성제, 수용성 중합체성 물질, 습윤제(침적 보조제) 또는 이들의 혼합물 중 적어도 하나를 추가로 포함한다. 계면활성제는 안정한 수계 에멀젼 또는 분산물을 제공하는 반면, 수용성 중합체성 물질은 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 점탄성 고체의 표면에 접착시키고, 저분자량 및 고분자량 물질들의 확산에 대한 유용한 장벽(barrier)을 제공한다. 습윤제/침적 보조제는 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 점탄성 고체 위에 접착시키는 것을 보조한다. 하나 이상의 계면활성제, 수용성 중합체성 물질 또는 습윤제를 개별적으로 또는 조합으로 첨가하는 것은 안티-블로킹 조성물이 적용되는 점탄성 고체의 용융된 상태의 열적 또는 물리적 안정성에 영향을 미치지 않는다. 하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.5 내지 약 10.0 중량%의 양으로 계면활성제를 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.2 내지 약 5.0 중량%의 양으로 수용성 중합체성 물질을 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.05 내지 약 0.50 중량%의 양으로 습윤제(침적 보조제)를 함유한다. 건조 중량의 관점에서, 왁스 또는 왁스들의 혼합물은 건조 성분들의 약 75 중량% 이상을 포함한다.

[0018]

본 개시내용의 하나 이상의 양태들에서 사용하기에 적합한 안티-블로킹 왁스들은, 폴리올레핀 단독중합체들, 산화된 폴리올레핀 단독중합체들, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체들, 에틸렌-아크릴레이트 공중합체들, 말레이 무수물-그래프트된 폴리올레핀들 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다. 일부 실시양태들에서, 폴리올레핀 단독중합체들은 폴리에틸렌 단독중합체들로부터 선택되고; 산화된 폴리올레핀 단독중합체들은 산화된 폴리에틸렌 단독중합체들로부터 선택되고; 에틸렌-아크릴레이트 공중합체들은 에틸렌-아크릴산 공중합체들로부터 선택되고; 말레이 무수물-그래프트된 폴리올레핀들은 말레이 무수물-그래프트된 폴리에틸렌들 및 말레이 무수물-그래프트된 폴리프로필렌들로부터 선택된다.

[0019]

안티-블로킹 왁스 또는 왁스들의 혼합물은 전형적으로 약 1000 내지 약 15000 달톤의 중량 평균 분자량을 갖는다. 일부 실시양태들에서, 중량 평균 분자량은 약 1000 내지 약 10000 달톤, 또는 약 3000 내지 약 7000 달톤 범위이다. 하나의 실시양태에서, 왁스의 중량 평균 분자량은 약 6000 달톤이다.

[0020]

본 개시내용의 또 다른 양태는, 점탄성 고체의 블로킹을 감소, 지연 또는 방지하는 방법으로서,

a) 제조 후 점탄성 고체의 표면을 상기 안티-블로킹 조성물로 처리하는 단계; 및

b) 건조시켜서 안티-블로킹 조성물로 코팅된 점탄성 고체를 생성하는 단계

를 포함하는 방법에 관한 것이다.

이 방법의 하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 수성 에멀젼의 형태로 존재한다. 또 다른 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 수성 분산물의 형태로 존재한다. 이를 방법을 집합적으로 에멀젼 표면 코팅 전략(Emulsion Surface Coating Strategy)이라고 지칭된다. 에멀젼에서의 평균 왁스 입자 크기는 약 100 나노미터 내지 약 50 마이크론이다.

이들 방법의 일부 실시양태들에서, 왁스 또는 왁스들의 혼합물은 폴리에틸렌 단독중합체들, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체들, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체들, 에틸렌-아크릴산 공중합체들, 말레이 무수물-그래프트된 폴리에틸렌, 말레이 무수물-그래프트된 폴리프로필렌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된다.

이들 방법의 일부 실시양태들에서, 점탄성 고체는 고온 용융 접착제, 고온 용융 압력-민감성 접착제, 고온 용융 페인트 및 열가소성 엘라스토머로 이루어진 군으로부터 선택된다. 대안적으로, 점탄성 고체는 비정질 폴리올레핀들, 로진들, 로진 산들, 로진 에스테르들, 수소화된 로진 에스테르들, 글라이세롤 로진 에스테르들, 수소화된 글라이세롤 로진 에스테르들, 펜타에리트리톨 로진 에스테르들, 수소화된 펜타에리트리톨 로진 에스테르들, 말레이 개질된 로진들, 폐놀릭 개질된 로진들 및 다른 화학적으로 개질된 로진들, 지방족 및 지환족 탄화수소 수지들, 수소화된 지방족 수지들, 방향족 수지들, 수소화된 방향족 수지들, 테르펜 및 폴리테르펜 수지들, 테르펜-페놀릭 수지들, 알파-메틸스타이렌 수지들, 알파-메틸스타이렌 폐놀릭 수지들, 스타이렌 블록 공중합체들 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

이들 방법의 일부 실시양태들에서, 점탄성 고체는 입자들, 플레이크들, 섬유들, 과립들, 로젠틱들, 환제들, 펠렛들, 향유들, 프릴들, 스트링들, 로프들, 필라멘트들, 트로키들 또는 정제들의 형태로 존재한다.

[0028] 개시내용의 또 다른 양태는, 블로킹에 대해 저항성이이며, 점탄성 고체의 표면이 안티-블로킹 왁스 또는 왁스들의 혼합물, 및 계면활성제, 수용성 중합체성 물질 또는 습윤제(침적 보조제) 중 하나 이상으로 코팅되는 전술된 에멀젼 표면 코팅 전략에 의해 생성되는 점탄성 고체에 관한 것이다. 수용성 중합체성 물질은 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 점탄성 고체의 표면에 접착시키고, 저분자량 및 고분자량 물질들의 확산에 유용한 장벽을 제공한다. 안티-블로킹 왁스 에멀젼 또는 분산물에 대한 계면활성제, 수용성 중합체성 물질 또는 습윤제(침적 보조제) 중 하나 이상을 개별적으로 또는 조합하여 첨가하는 것, 및 에멀젼 또는 분산물로 점탄성 고체를 코팅하는 것은, 코팅된 점탄성 고체의 용융된 상태가 코팅되지 않은 점탄성 고체의 열적 및 물리적 안정성을 보유하는 것을 특징으로 하는 코팅된 고체를 제공한다. 달리 말하면, 안티-블로킹 왁스, 계면활성제, 수용성 중합체성 물질 및 습윤제는 개별적으로 또는 조합하여서, 안티-블로킹 조성물이 적용되는 점탄성 고체의 용융된 상태의 열적 또는 물리적 안정성에 영향을 미치지 않는다. 하나의 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.002 내지 약 0.25 중량%의 계면활성제를 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.001 내지 약 0.15 중량%의 수용성 중합체성 물질을 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.0002 내지 약 0.01 중량%의 습윤제/침적 보조제를 함유한다.

[0029] 이 요약은 상세한 설명에서 더 자세히 설명되는 단순화된 형태의 개념들의 선택을 소개하기 위해 제공된다. 이 요약은, 청구된 대상의 주요 특징들 또는 필수 특징들을 식별하기 위한 것도 아니며, 청구된 대상의 범위를 결정하는 데 보조로서 사용되고자 하는 것도 아니다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0030] 상세한 설명

[0031] 이하의 상세한 설명은 본질적으로 단지 예시적인 것이며, 본 발명의 대상 또는 본 발명의 대상의 적용 및 용도를 제한하고자 하는 것은 아니다. 더욱이, 앞선 배경 또는 다음의 상세한 설명에 제시된 이론에 구속되는 의도는 없다.

[0032] 점탄성 고체의 블로킹의 근본적인 기술적 원인을 이해하면, 블로킹에 대해 저항성인 점탄성 고체를 제공하는 데 사용할 수 있는 블로킹을 감소시키거나 또는 방지하는 예기치 않은 해결책이 나오게 된다. 점탄성 입자를 형성한 후, 안티-블로킹 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 안티-블로킹 조성물로 점탄성 미립자들의 표면을 처리한다(본원에서 "표면 코팅 전략(Surface Coating Strategy)" 또는 더욱 구체적으로 "에멀젼 표면 코팅 전략(Emulsion Surface Coating Strategy)"이라 지칭함). 안티-블로킹 왁스/왁스 혼합물은 점탄성 고체의 블로킹을 자연시키거나 또는 방지하고, 점탄성 고체의 처리는 목적하는 미립자 형태의 형성 후에, 그러나 제품을 백, 자루(sack), 드럼 또는 다른 용기로 포장하기 전에 제조 공정의 시점에서 수행된다.

[0033] 점탄성 고체들에 대한 현존의 에멀젼 처리는 그들의 용융된 및 고체 상태 모두에서 물질들의 특성을 손상시키는 것으로 알려져 있고; 특히, 열적 안정성 및 유동학적(rheological) 거동이 손상될 수 있다(compromise). 에멀젼 조성물들 및 분산 조성물들을 포함하는 본 발명의 안티-블로킹 조성물은, 처리된 물질의 열적 안정성 또는 유동학적 거동을 개질시키지 않으며, 조성물들은 미립자 표면의 효과적인 습윤을 용이하게 하는 성분들을 추가로 포함하며, 이에 의해 가수 분해 또는 산화에 취약한 물질들의 저장 안정성(shelf-stability)이 개선된다.

[0034] 에멀젼 조성물들로 미립자 점탄성 고체를 처리하는 것과 관련하여, 본 발명의 하나의 실시양태는 2개의 고온 용융 접착제들, Technomelt Supra 130 및 Technomelt Supra 145(Henkel, 뒤셀도르프, 독일로부터 입수 가능함)의 열적 안정성을 고려하였다. 에멀젼을 배합할 수 있는 다음 성분들의 사용은 접착제들의 열적 안정성을 손상시키지 않는 것으로 밝혀졌다(170 °C에서의 평가).

성분	유형
PE 단독중합체	왁스
산화된 고밀도 PE	왁스
에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체	왁스
산화된 저밀도 PE	왁스
에틸렌-아크릴산 공중합체	왁스
TAM-2 (상표명) 양이온성 계면활성제	계면활성제/습윤제
Tergitol (상표명) 15-S-12 비이온성 계면활성제	계면활성제/습윤제
Siltech (상표명) A008-UP 실리콘 폴리에테르	습윤제
Kuraray (상표명) Poval 25-88KL	수용성 폴리머
다이에틸아미노에탄올	pH 제어를 위한 염기
NH ₄ OH	pH 제어를 위한 염기
구연산	pH 제어를 위한 산
올레산	pH 제어를 위한 산

[0035]

[0036]

본 개시내용의 하나의 양태는, 이러한 점탄성 고체의 표면에 적용될 때, 점탄성 고체의 블로킹을 지연시키거나 또는 방지하는 데 효과적인 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 안티-블로킹 조성물에 관한 것이다. 특정의 바람직한 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 수계 에멀젼 또는 분산물의 형태로 존재한다. 에멀젼이 분산된 왁스 상 및 연속 수성 상을 함유하는 수중유적형 에멀젼인 경우, 분산물이 수성 매질에서 마이크론화된 왁스의 혼탁물인 경우. 하나의 실시양태에서, 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 포함하는 분산된 상은 안티-블로킹 조성물의 전체 중량을 기준으로 하여 에멀젼의 약 20 중량% 내지 약 50 중량%를 포함한다. 특정 바람직한 실시양태에서, 에멀젼 내의 평균 왁스 입자 크기는 약 100 나노미터 내지 약 50 마이크론이다. 하나의 실시양태에서 왁스 입자의 D₅₀은 약 500 나노미터 내지 약 25 마이크론이다. 또 다른 실시양태에서, 왁스 입자의 D₅₀은 약 750 나노미터 내지 약 15 마이크론이다. Microtrac (상표명) S3500 레이저 회절 입자 크기 분석기(Laser Diffraction Particle Size Analyzer)(Microtrac, Largo, 플로리다, 미국)를 사용하여 입자 크기를 결정한다.

[0037]

누적 입자 크기 분포의 중간(median) 직경 또는 중간 값으로도 알려진 D₅₀ 값에서, 입자들의 50 %는 명시된 값보다 작고, 입자들의 50 %는 명시된 값보다 크다. 예를 들어, D₅₀ = 5 마이크론인 경우, 샘플에서 입자들의 50 %

는 5 마이크론보다 크고, 50 %는 5 마이크론보다 작다. 입자 분석기의 사용을 포함하지만 이에 한정되지 않는, D_{50} 값을 결정하는 임의의 방법이 본 기술 분야에서 사용될 수 있다.

[0038] 하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 계면활성제 또는 계면활성제들의 혼합물, 수용성 중합체성 물질 또는 수용성 중합체성 물질들의 혼합물, 및 습윤제(침적 보조제) 또는 습윤제들/침적 보조제들의 혼합물의 적어도 하나를 추가로 포함한다. 계면활성제 또는 계면활성제들의 혼합물은 안정한 수계 조성물을 제공한다. 수용성 중합체성 물질 또는 수용성 중합체의 혼합물은 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 점탄성 고체의 표면에 접착시키고, 저분자량 및 고분자량 물질들의 진입(ingress) 또는 방출(egress)에 대항하는 효과적인 장벽을 제공하며, 이로 인해 코팅된 점탄성 고체의 저장 안정성의 개선이 용이하게 된다. 습윤제(또는 침적 보조제), 또는 습윤제들/침적 보조제들의 혼합물은 점탄성 고체 위에 왁스 또는 왁스들의 혼합물의 침적을 돋는다. 이들 안티-블로킹 조성물 성분은 개별적으로 또는 조합으로, 안티-블로킹 조성물이 용융 전에 적용되어 있는 점탄성 고체의 용융된 상태의 열적 또는 물리적 안정성에 영향을 미치지 않는다. 하나의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 전체 조성물을 기준으로 하여 약 0.5 내지 약 10.0 중량%의 계면활성제를 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 전체 조성물을 기준으로 하여 약 0.2 내지 약 5.0 중량%의 수용성 중합체성 물질을 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 전체 조성물을 기준으로 하여 약 0.05 내지 약 0.50 중량%의 습윤제/침적 보조제를 함유한다. 추가의 실시양태에서, 안티-블로킹 조성물은 전체 조성물 기준으로 하여 약 1.0 내지 약 5.0 중량%의 계면활성제, 약 0.5 내지 약 2.0 중량%의 수용성 중합체성 물질 및 약 0.05 내지 약 0.25 중량%의 습윤제/침적 보조제를 포함한다. 건조 중량의 관점에서, 왁스 또는 왁스들의 혼합물은 건조 성분들의 약 75 중량% 이상을 포함한다.

[0039] 적합한 왁스들은 폴리올레핀 단독중합체들, 산화된 폴리올레핀 단독중합체들, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체들, 에틸렌-아크릴레이트 공중합체들, 말레이 무수물-그래프트된 폴리올레핀들 및 이들의 혼합물들로 이루어진 군으로부터 선택된다. 바람직한 실시양태에서, 폴리올레핀 단독중합체들은 폴리에틸렌 단독중합체들로부터 선택되고; 산화된 폴리올레핀 단독중합체들은 산화된 폴리에틸렌 단독중합체들로부터 선택되고; 에틸렌-아크릴레이트 공중합체들은 에틸렌-아크릴산 공중합체들로부터 선택되고; 말레이 무수물-그래프트된 폴리올레핀들은 말레이 무수물-그래프트된 폴리에틸렌들 및 말레이 무수물-그래프트된 폴리프로필렌들로부터 선택된다.

[0040] 폴리에틸렌 단독중합체들, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체들, 폴리프로필렌 단독중합체들, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체들 및 에틸렌-아크릴산 공중합체들은 표면 코팅(표면 코팅 전략)에 사용되는 에멀젼 및 분산물에서 특히 유용한 왁스들이다. 말레이 무수물-그래프트된 폴리에틸렌들 및 말레이 무수물-그래프트된 폴리프로필렌들도 또한 유용하다.

[0041] 왁스 또는 왁스들의 혼합물은 전형적으로 약 1000 내지 약 15000 달톤의 중량 평균 분자량을 갖는다. 하나의 실시양태에서, 중량 평균 분자량은 약 1000 내지 약 10000 달톤 범위이다. 또 다른 실시양태에서, 중량 평균 분자량은 약 3000 내지 약 7000 달톤 범위이다. 하나의 실시양태에서, 왁스의 중량 평균 분자량은 약 6000 달톤이다.

[0042] 개시내용의 또 다른 양태는, 미립자 점탄성 고체의 표면을 상기 안티-블로킹 조성물로 코팅하는 단계를 포함하는, 점탄성 고체의 블로킹을 감소시키거나, 지연시키거나 또는 방지하는 방법에 관한 것이다. 이어서, 코팅된 안티-블로킹 고체는 건조되며, 이로 인해 안티-블로킹 조성물 성분들로 표면-코팅된 점탄성 고체가 제공된다. 이 유화 표면 코팅 전략에서, 처리 단계는 미립자 점탄성 고체 또는 점탄성 고체 물품의 표면을 액체 조성물로 처리하여서 점탄성 고체에 대한 안티 블로킹 처리의 연속 코팅을 제공하는 단계를 포함할 수 있다. 하나의 실시양태에서, 건조 단계는, 처리된 점탄성 고체 물품의 표면에 또는 처리된 미립자 고체를 통해 공기와 같은 건조 가스를 통과시키거나 통과시키지 않고서, 열(점탄성 고체의 용융점 또는 연화점 미만) 및/또는 진공을 적용하면서 건조시키는 단계를 포함할 수 있다. 이러한 공정들은, 코어가 안티-블로킹 코팅에 의해 실질적으로 덮인 점탄성 고체인 물품 또는 미립자 고체를 제공한다. 본원에 사용된 바와 같이, 용어 "실질적으로"는 절반보다 크거나 또는 50 % 초과, 바람직하게는 적어도 약 75 %, 더욱 바람직하게는 적어도 약 85 %, 더욱더 바람직하게는 적어도 약 95 %, 가장 바람직하게는 본질적으로 100 %를 나타낸다.

[0043] 안티-블로킹 왁스 또는 왁스 혼합물은 바람직하게는 폴리에틸렌 단독중합체들, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체들, 에틸렌-바이닐 아세테이트 공중합체들, 에틸렌-아크릴산 공중합체들, 말레이 무수물-그래프트된 폴리에틸렌, 말레이 무수물-그래프트된 폴리프로필렌 및 이들의 혼합물들로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0044] 점탄성 고체는 바람직하게는 고온 용융 접착제, 고온 용융 압력-민감성 접착제, 고온 용융 페인트 및 열가소성 엘라스토머들로 이루어진 군으로부터 선택된다. 대안적으로, 점탄성 고체는 비정질 폴리올레핀들, 로진들, 로

진 산들, 로진 에스테르들, 수소화된 로진 에스테르들, 글라이세롤 로진 에스테르들, 펜타에리트리톨 로진 에스테르들, 수소화된 펜타에리트리톨 로진 에스테르들, 말레익 개질된 로진들, 폐놀릭 개질된 로진들 및 다른 화학적으로 개질된 로진들, 지방족 및 지환족 탄화수소 수지들, 수소화된 지방족 수지들, 수소화된 방향족 수지들, 테르펜 및 폴리테르펜 수지들, 테르펜-폐놀릭 수지들, 알파-메틸스타이렌 수지들, 알파-메틸스타이렌 폐놀릭 수지들, 스타이렌 블록 공중합체들 및 이들의 혼합물을 포함한다.

[0045] 점탄성 고체는 바람직하게는 입자들, 플레이크들, 섬유들, 과립들, 로젠지들, 환제들, 펠렛들, 향유들, 프릴들, 스트링들, 로프들, 필라멘트들, 트로키들 또는 정체들 또는 이들의 조합의 형태로 존재한다.

[0046] 에멀젼 표면 코팅 전략에 있어서, 안티-블로킹 왁스 또는 왁스들의 혼합물의 혼입 수준은, 점탄성 고체 100.00부 중 40 %의 고체를 함유하는 에멀젼 약 0.2 부만큼 낮을 수 있으며, 이는 점탄성 고체 100.0 부 중 약 0.08부의 고체이다. 아마도, 상한선은 비용 및/또는 기술 요건들에 의해 제한될 것이다.

[0047] 개시내용의 또 다른 양태는, 에멀젼 표면 코팅 전략의 산물인, 블로킹에 대해 저항성인 점탄성 고체에 관한 것이다며, 여기서 점탄성 고체의 표면이 안티-블로킹 왁스 또는 왁스들의 혼합물, 및 계면활성제 또는 계면활성제들의 혼합물, 수용성 중합체성 물질 또는 수용성 중합체성 물질들의 혼합물, 또는 습윤제(침적 보조제) 또는 습윤제들/침적 보조제들의 혼합물 중 하나 이상으로 코팅된다. 수용성 중합체성 물질 또는 수용성 중합체의 혼합물은 왁스 또는 왁스들의 혼합물을 점탄성 고체의 표면에 접착시키고, 저분자량 및 고분자량 물질들의 진입 또는 방출에 대항하는 효과적인 장벽을 제공한다. 계면활성제 또는 계면활성제들의 혼합물, 수용성 중합체성 물질 또는 수용성 중합체성 물질의 혼합물, 및 습윤제(침적 보조제) 또는 습윤제들/침적 보조제들의 혼합물은 개별적으로 또는 조합하여 용융시 코팅된 점탄성 고체의 열적 또는 물리적 안정성에 영향을 미치지 않는다. 하나의 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.002 내지 약 0.25 중량%의 계면활성제를 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.001 내지 약 0.15 중량%의 수용성 중합체성 물질을 함유한다. 또 다른 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.0002 내지 약 0.01 중량%의 습윤제/침적 보조제를 함유한다. 추가의 실시양태에서, 코팅된 점탄성 고체는 전체 중량을 기준으로 하여 약 0.004 내지 약 0.125 중량%의 계면활성제, 약 0.002 내지 약 0.08 중량%의 수용성 중합체성 물질 및 약 0.0002 내지 약 0.05 중량%의 습윤제/침적 보조제를 함유한다.

예시적 실시예

[0049] 본 개시내용은 이후 하기 비제한적 실시예들에 의해 예시된다. 첨부된 청구범위에 정의된 이 개시내용의 범위를 벗어나지 않으면서 다양한 변화 및 개질이 다음의 실시예들 및 공정들에 적용될 수 있다는 것을 알아야 한다. 따라서, 하기 실시예들은 단지 예시적인 것으로 해석되어야 하며 어떤 의미로도 제한적이지 않아야 한다는 점에 유의해야 한다.

실시예 1: 점탄성 고체들의 목적하지 않는 블로킹

[0051] 다수의 펠렛화된 점탄성 고체가 저장 및 이송 중에 블로킹되는 경향을 평가하였다. 고려된 제품들은 다음과 같다.

[0052] a. 스타이렌-뷰타디엔-스타이렌 블록 공중합체 Calprene 401(Dynasol, 스페인).

[0053] b. 스타이렌-뷰타디엔-스타이렌 블록 공중합체 Calprene 540(Dynasol, 스페인).

[0054] c. 스타이렌-뷰타디엔-스타이렌 블록 공중합체 Solprene 4318(Dynasol, 스페인).

[0055] d. 고온 용융 접착제 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일).

[0056] e. 고온 용융 접착제 Technomelt Supra 145(Henkel, 독일).

[0057] f. 열가소성 엘라스토머 Marfran E CST1381(Franceschetti, 이탈리아).

[0058] 각각의 경우에, 용기가 평평한 원형 기저부 및 직선형 측면을 갖는, 실리콘 코팅된 이형 라이너(실리콘 코팅된 표면이 가장 안쪽으로 있음)로 라이닝되어 있는 최상부-개방된(open topped) 플라스틱 용기에 펠렛화된 제품 100 g을 배치하였다. 선택된 용기는 대략 직경 6.5 cm 및 높이 10.0 cm를 가졌다. 이어서, 실리콘 코팅된 이형 라이너의 보호 디스크를 펠렛들의 상부에 놓았다(그들에 대항하여 코팅된 표면을 가짐). 그 다음, 치수들이 용기의 것과 잘 일치하는 2 kg의 실험실 추를, 실리콘 코팅된 이형 라이너의 최상부 디스크 상단에 조심스럽게 배치하여서, 재현 가능한 압축력을 제공하였다(실제 적층된 백 또는 자루 내에서 경험된 것을 모의시험함). 그 다음, 가중된 용기를 제어된 기간 동안 40 °C로 설정된 실험실 오븐에 배치하였다. 다양한 시험 시간 후에 평

가할 수 있도록 충분한 샘플들을 준비하였다. 목적하는 시간이 경과한 후에, 용기를 오븐에서 꺼내고, 실리콘 코팅된 이형 라이너의 보호 디스크로 추를 즉시 제거하였다. 이어서, 용기를 뒤집고, 펠렛들을 배출하는 것이 용이한 지를 관찰하였다. 펠렛들의 자발적인 유동이 요구되거나, 또는 적어도 용기의 기저부에만 가벼운 노크(knock)를 하면 이러한 유동이 가능해야 하며; 이것은 자유-유동으로서 기재된다. 그러나, 개별적인 펠렛들이 응집된 덩어리를 형성했지만, 용이하게 봉괴되어서 자유-유동 덩어리를 제공할 수 없는 경우. 제품이 블로킹되었다고 칭한다.

[0059] 특정 조건 하에서 3 시간 및 3 일 에이징(ageing) 후 제품들의 거동을 고려하였으며; 표 1을 참조한다.

표 1

점탄성 고체	관찰	
	3 시간	3 일
Calprene 401	자유-유동	블로킹됨
Calprene 540	자유-유동	블로킹됨
Solprene 4318	자유-유동	블로킹됨
Technomelt Supra 130	블로킹됨	블로킹됨
Technomelt Supra 145	자유-유동	자유-유동
Marfran E CST1381	블로킹됨	블로킹됨

[0061] 결과에서는, 펠렛화된 점탄성 고체들이 사용하기 전에 그들의 포장 내에서 블로킹하게 되는 경향은, 3 시간 이내에 2 개의 제품이 실패하고, 3 일 후에 1 개의 제품만이 자유-유동으로 남아 있는 것으로 예시된다. 그 다음, 빠르게 블로킹하는 Technomelt Supra 130 고온 용융 접착제의 취약성(susceptibility)은 후속 실시예들에서 예시된 바와 같이 제품 개발 속도를 높이기 위해 활용되었다.

[0062] 실시예 2: 수성 단독중합체 분산물들의 제조 및 고온 용융 접착제의 처리

[0063] 마이크론화된 폴리에틸렌 왁스의 수성 분산물들을 제조하고, 고온 용융 접착제를 처리하는 데 사용하였으며, 이어서 그의 블로킹 경향이 결정되었다.

[0064] 합성 폴리에틸렌 왁스(드롭 지점: 126 °C, 밀도: 0.96 g/cm³)의 마이크론화된 샘플들을 6 마이크론 및 18 마이크론의 평균 입자 크기로 제조하였다. 이 마이크론화된 왁스들을 폴리바이닐 알코올, 비이온성 계면활성제 및 아이소프로필 알코올의 수용액 중에 고전단 혼합으로 분산시켰다. 선택된 폴리바이닐 알코올은 Poval 25-88KL(Kuraray Europe, 독일)이고, 비이온성 계면활성제는 Tergitol 15-S-5(Dow Chemical, 미국)이었다. 그들의 배합은 표 2에 기재되어 있다.

표 2

[0065]

표 2: 마이크론화된 폴리에틸렌 왁스 분산물

성분	중량(%)
마이크론화된 폴리에틸렌 왁스	20.0
Poval 25-88KL	1.5
Tergitol 15-S-5	1.0
물	73.5
아이소프로필 알코올	4.00

[0066]

그 다음, 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 왁스 분산물들로 처리하였다.

[0067]

접착제 펠렛들(500g)을 청량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 충분한 왁스 분산물을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서, 0.2 % 및 0.5 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 각각 5.0 g 및 12.5 g의 왁스 분산물과 동일한 것이다. 페인트 캔들을 밀봉시킨 후, 펠렛들의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러(bottle roller) 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 붓고(decant), 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0068]

그들의 블로킹 경향은 실시예 1에서 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 3에 기록된다.

표 3

[0069]

표 3: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간)

합성 폴리에틸렌 왁스	처리 수준(%)	
평균 입자 크기 (마이크론)	0.2	0.5
6	자유-유동	자유-유동
18	자유-유동	자유-유동

[0070]

처리된 접착제 펠렛은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

[0071]

실시예 3: 수성 단독중합체 분산물들의 제조 및 고온 용융 접착제의 처리

[0072]

마이크론화된 폴리에틸렌 왁스들의 수성 분산물들을 제조하고, 고온 용융 접착제를 처리하는 데 사용하였으며,

이어서 그의 블로킹 경향이 결정되었다.

[0073]

합성 폴리에틸렌 왁스(드롭 지점: 126 °C, 밀도: 0.96 g/cm³)의 마이크론화된 샘플을 18 마이크론의 평균 입경으로 제조하였다. 이어서, 마이크론화된 왁스를 폴리바이닐 알코올의 수용액 중에 고전단 혼합으로 분산시켰으며, 아이소프로필 알코올 및 임의로 실리콘 글라이콜이 포함된다. 선택된 폴리바이닐 알코올은 Poval 25-88KL(Kuraray Europe, 독일)이고, 실리콘 글라이콜은 Silsurf A0008UP(Siltech Corporation, 캐나다)이었다. 그들의 배합은 표 4에 기재되어 있다.

표 4

[0074]

표 4: 마이크론화된 폴리에틸렌 왁스 분산물

성분	중량(%)	
	분산물 A	분산물 B
마이크론화된 폴리에틸렌 왁스	20.00	20.00
Poval 25-88KL	1.25	1.25
Silsurf A0008UP	0.00	1.00
물	74.75	73.75
아이소프로필 알코올	4.00	4.00

[0075]

그 다음, 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 왁스 분산물들로 처리하였다.

[0076]

접착제 펠렛들(500g)을 청량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 충분한 왁스 분산물을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서, 0.2 % 및 0.5 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 각각 5.0 g 및 12.5 g의 왁스 분산물과 동일한 것이다. 페인트 캔들을 밀봉시킨 후, 펠렛들의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 붓고, 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0077]

그들의 블로킹 경향은 실시예 1에 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 5에 기록된다.

표 5

[0078]

표 5: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간)

처리	처리 수준(%)	
	0.2	0.5
분산물 A	자유-유동	자유-유동

분산물 B	자유-유동	자유-유동
-------	-------	-------

[0079] 처리된 접착제 펠렛은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

[0080] 실시예 4: 수성 산화된 단독중합체 분산물들의 제조 및 고온 용융 접착제의 처리

[0081] 마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스들의 수성 분산물을 제조하고, 고온 용융 접착제를 처리하는 데 사용하였으며, 이어서 그의 블로킹 경향이 결정되었다.

[0082] 합성 산화된 폴리에틸렌 왁스(드롭 지점: 137 °C, 밀도: 0.99 g/cm³)의 마이크론화된 샘플을 12 마이크론 및 45 마이크론의 평균 입자 크기로 제조하였다. 이 마이크론화된 왁스는 폴리바이닐 알코올, 비이온성 계면활성제 및 아이소프로필 알코올의 수용액 중에 고전단 혼합으로 분산시켰다. 선택된 폴리바이닐 알코올은 GohsenX T-330H(Nippon Gohsei, 일본)이고, 비이온성 계면활성제는 Tergitol 15-S-5(Dow Chemical, 미국)이었다. 그들의 배합은 표 6에 기재되어 있다.

표 6

[0083]

표 6: 마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스 분산물

성분	중량(%)
마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스	20.00
GohsenX T-330H	1.5
Tergitol 15-S-5	1.0
물	73.5
아이소프로필 알코올	4.00

[0084] 그 다음, 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 왁스 분산물들로 처리하였다.

[0085] 접착제 펠렛들(500g)을 칭량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 충분한 왁스 분산물을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서, 0.5 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 12.5g의 왁스 분산물과 동일한 것이다. 페인트 캔들을 밀봉시킨 후, 펠렛들의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 놓고, 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0086] 그들의 블로킹 경향은 실시예 1에 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 7에 기록된다.

표 7

[0087]

표 7: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간)

합성 산화된 폴리에틸렌 왁스 평균 입자 크기(마이크론)	관찰
12	자유-유동
45	자유-유동

[0088] 처리된 접착제 펠렛들은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

[0089] 실시예 5: 수성 산화된 단독중합체 분산물들의 제조 및 고온 용융 접착제의 처리

[0090] 마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스들의 수성 분산물들을 제조하고, 고온 용융 접착제의 처리에 사용하였으며, 이어서 그의 블로킹 경향이 결정되었다.

[0091] 합성 산화된 폴리에틸렌 왁스(드롭 지점: 137 °C, 밀도: 0.99 g/cm³)의 마이크론화된 샘플을 12 마이크론의 평균 입자 크기로 제조하였다. 마이크론화된 왁스를 실리콘 글라이콜 및 아이소프로필 알코올의 수용액 중에 고전단 혼합으로 분산시키고, 선택된 실리콘 글라이콜은 Silsurf A0008UP(Siltech Corporation, 캐나다)이었다. 그의 배합은 표 8에 기재되어 있다.

표 8

[0092]

표 8: 마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스 분산물

성분	중량(%)
마이크론화된 산화된 폴리에틸렌 왁스	20.00
Silsurf A0008UP	0.25
물	75.75
아이소프로필 알코올	4.00

[0093] 그 다음, 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 왁스 분산물들로 처리하였다.

[0094] 접착제 펠렛들(500g)을 청량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 충분한 왁스 분산물을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서, 0.2 % 및 0.5 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 각각 5.0 g 및 12.5 g의 왁스 분산물과 동일한 것이다. 페인트 캔들을 밀봉시킨 후, 펠렛들의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 붓고, 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0095] 블로킹 경향은 실시예 1에서 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 9에 기록된다.

표 9

[0096]

표 9: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간 및 3 일)

처리 수준(%)	관찰	
	3 시간	3 일
0.2	자유-유동	자유-유동
0.5	자유-유동	자유-유동

[0097]

처리된 접착제 펠렛은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미 처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

[0098]

실시예 6: 단독중합체 및 공중합체의 제어된 입자 크기의 왁스 에멀젼들의 제조

[0099]

실시예 2, 3, 4 및 5는, 이후 다른 성분과 함께 물에 분산되는, 제어된 입자 크기의 마이크론화된 왁스의 초기 제조를 기재하고 있다. 이 실시예는, 휘발성 유기 염기와 결합된 폴리에틸렌 단독중합체 및 에틸렌 아크릴산 공중합체 왁스의 유화(emulsification)를 통해 제어된 입자 크기의 제품을 제조하는 것을 예시하며, 이것은 그의 비누 및 물로의 공중합체의 동일반응계 변환에 영향을 미친다.

[0100]

샘플들은 폴리에틸렌 단독중합체(드롭 지점: 101 °C, 밀도: 0.91 g/cm³), 에틸렌 아크릴산 공중합체(드롭 지점: 92 °C, 밀도: 0.94 g/cm³, 산가: 120 mgKOH/g), 2-다이메틸아미노에탄올 및 물을 표 10에 기재된 배합에 따라 제조하였다.

표 10

[0101]

표 10: 혼합된 단독중합체-공중합체 에멀젼

성분	중량(%)	
	에멀젼 A	에멀젼 B
폴리에틸렌 단독중합체	8.0	8.0
에틸렌 아크릴산 공중합체	32.0	32.0
2-다이메틸아미노에탄올	1.4	1.2
물	58.6	58.8

[0102]

에멀젼은 직접 공정(direct process) 또는 희석 공정에 의해 제조될 수 있다.

[0103] 직접 공정이 사용되는 경우, 모든 성분들(폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌 아크릴산 공중합체, 2-다이메틸아미노에탄올 및 모든 물)을 적절한 스테인레스 강 고압 반응기에 채운 후, 이를 견고하게 밀봉시킨다. 고전단 혼합으로, 배합물은 110 °C로 가열한다. 이 온도는 연속 고전단 혼합으로 30 분 더 유지한다. 그 다음, 혼합 속도는 감소시키고, 저전단 혼합 조건으로 하고, 생성물을 실온으로 냉각시킨다.

[0104] 희석 공정을 위하여, 폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌 아크릴산 공중합체, 2-다이메틸아미노에탄올 및 전체 물의 45 %를 먼저 스테인레스 강 고압 반응기에 넣고 밀봉시킨다. 고전단 혼합과 함께, 반응기의 내용물을 110 °C로 가열하고, 이 온도에서 30 분 동안 유지한다. 물의 나머지, 즉 전체 물의 55 %를 반응기 내에 주입한다. 95 °C와 110 °C 사이의 제품 온도를 고전단 혼합으로 유지하는 것은, 혼합 속도를 감소시키기 전에 10 분 동안 계속되며, 저전단 혼합 조건으로 하고, 제품을 실온으로 냉각시킨다.

[0105] 생성된 에멀젼들의 입자 크기 분포는 Microtrac S3500 레이저 회절 입도 분석기(Microtrac, 미국)를 사용하여 측정하였고, 50 백분위(percentile) 값을 기록하였다. 에멀젼 둘다에서 바람직하고 제어된 입자 크기가 달성되었으며; 에멀젼 A는 9.9 마이크론이고, 에멀젼 B는 12.7 마이크론이다.

실시예 7: 산화된 단독중합체 및 공중합체의 제어된 입자 크기의 왁스 에멀젼들의 제조

[0107] 실시예 2, 3, 4 및 5는, 다른 성분과 함께 물에 분산하게 되는, 제어된 입자 크기의 마이크론화된 왁스의 초기 제조를 기재한다. 이 실시예는 산화된 폴리에틸렌 단독중합체 및 휘발성 유기 염기와 결합된 에틸렌 아크릴산 공중합체의 혼합물의 유화를 통해 제어된 입자 크기의 제품의 제조를 예시하며, 이것은 그의 비누 및 물로의 공중합체의 동일반응계 변환에 영향을 미친다.

[0108] 이 경우, 산화된 폴리에틸렌 단독중합체(드롭 지점: 108 °C, 밀도: 0.93 g/cm³), 에틸렌 아크릴산 공중합체(드롭 지점: 92 °C, 밀도: 0.94 g/cm³, 산가: 120 mgKOH/g), 2-다이메틸아미노에탄올 및 물을 표 11에 기재된 제제에 따라 제조하였다.

표 11

[0109]

표 11: 혼합된 산화된 단독중합체-공중합체 에멀젼

성분	종량(%)	
	에멀젼 X	에멀젼 Y
산화된 폴리에틸렌 단독중합체	22.50	22.50
에틸렌 아크릴산 공중합체	7.50	7.50
2-다이메틸아미노에탄올	1.80	1.35
물(제 1 부분)	23.65	23.65
물(제 2 부분)	45.00	45.00

[0110] 에멀젼은 희석 과정을 통해 제조되었으며, 여기서 물 수용액은 2 부분으로 나누어진다.

[0111] 산화된 폴리에틸렌 단독중합체, 에틸렌 아크릴산 공중합체, 2-다이메틸아미노에탄올 및 물의 첫 번째 부분인 물(제 1 부분)을 먼저 스테인레스 강 고압 반응기 내에 채운 후, 견고하게 밀봉시킨다. 고전단 혼합으로 반응기의 내용물을 110 °C로 가열하고, 이 온도에서 30 분 동안 유지한다. 나머지 물인 물(제 2 부분)을 반응기 내에 주입한다. 95 °C와 110 °C 사이의 온도를 고전단 혼합으로 유지하는 것은, 혼합 속도를 감소시키기 전에 10 분

더 계속하며, 저전단 혼합 조건으로 하고, 제품을 실온으로 냉각시킨다.

[0112] 생성된 에멀젼들의 입자 크기 분포는 Microtrac S3500 레이저 회절 입도 분석기(Microtrac, 미국)를 사용하여 측정하였고, 50 백분위 값을 기록하였다. 에멀젼 둘다에서 바람직하고 제어된 입자 크기가 달성되었으며; 에멀젼 X의 경우 100 나노미터이고, 에멀젼 Y의 경우 150 나노미터이다.

실시예 8: 혼합된 단독중합체-공중합체 에멀젼(에멀젼 B)의 성능 특성

[0114] 이 실시예는 배합, 제조 및 입자 크기 특성이 실시예 6에서 기재되어 있는 에멀젼 B의 성능 특성을 고려한다. 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 이 에멀젼으로 처리하였다.

[0115] 접착제 펠렛들(500 g)을 칭량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 목적하는 에멀젼을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서, 0.2 % 및 0.5 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 각각 2.50g 및 6.25g의 에멀젼과 동일한 것이다. 페인트 캔들을 밀봉시킨 후, 펠렛들의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 붓고, 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0116] 그들의 블로킹 경향은 실시예 1에서 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 12에 기록된다.

표 12

표 12: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간)	
처리 수준(%)	관찰
0.2	자유-유동
0.5	자유-유동

[0118] 처리된 접착제 펠렛은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미 처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

실시예 9: 혼합된 산화된 단독중합체-공중합체 에멀젼(에멀젼 X)의 성능 특성

[0120] 이 실시예는, 배합, 제조 및 입자 크기 특성이 실시예 7에 기재되어 있는 에멀젼 X 및 에멀젼 Y의 성능 특성을 고려한다. 고온 용융 접착제인 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)을 이 에멀젼으로 처리하였다.

[0121] 접착제 펠렛들(500 g)을 칭량하여서 에폭시 라이닝된 페인트 캔 내에 넣고, 목적하는 에멀젼을 첨가하여 목적하는 처리 수준을 얻었다. 이 실시예에서 0.2 %의 처리 수준이 적용되었으며, 이는 에멀젼 3.33 g과 동일한 것이다. 페인트 캔을 밀봉시키고, 펠렛의 표면에 대한 처리의 균일한 분포를 보장하기 위해 15 분 동안 보틀 롤러 위에 배치하였다. 그 후, 펠렛들을 실리콘 코팅된 이형 라이너 위에 붓고, 임의의 유의적인 접촉을 피하도록 분포시키고, 주변 실험실 조건들 하에서 밤새도록 건조시켰다.

[0122] 그들의 블로킹 경향은 실시예 1에서 기재된 방법에 따라 결정되었다. 결과들은 표 13에 기록된다.

표 13

표 13: Technomelt Supra 130의 블로킹 경향(에이징: 3 시간)	
에멀젼	관찰

X	자유-유동
Y	자유-유동

[0124] 처리된 접착제 펠렛은 자유-유동성을 유지하는 것으로 밝혀진 반면, 실시예 1에서 동일한 시험 조건 하에서 미처리된 것들의 블로킹이 기록된다.

실시예 10: 미처리 및 처리된 고온 용융 접착제의 용융 안정성

[0125] 고온 용융 접착제의 표면 처리가 최종 사용 조건 하에서 그의 가공 특성을 손상시켜서는 안되기 때문에, 미처리 및 처리된 제품의 용융 특성을 이해하는 것이 중요하다. 상업적으로 사용하는 동안 겪었던 조건들을 모방하기 위해 용융 접착 샘플들을 170 °C(공기 중)에서 7 일 동안 에이징시켰다. 이들의 용융 특성을 평가한 후, 미처리된 대조군에 대한 차이점들을 기록하였다.

[0126] 이 실시예에서, 처리된 샘플들을 산화된 폴리에틸렌 왁스 분산물(실시예 5에 따름) 및 실시예 6에 따라 혼합된 단독중합체-공중합체 에멀젼인 에멀젼 B로 제조한 처리된 및 미처리된 Technomelt Supra 130(Henkel, 독일)의 용융 안정성을 평가하였다. 0.2 % 및 0.5 %의 처리 수준을 갖는 펠렛들이 고려되었다.

[0127] 각각의 경우에 접착제 펠렛들(100 g)을 깨끗한 알루미늄 호일 접시에 배치하였다. 그 다음, 두 번째 깨끗한 알루미늄 호일 접시를 첫 번째 접시 위로 뒤집고, 3 개 또는 4 개의 종이 클립들로 고정하고, 제품에 대해 외부 오염이 발생하지 않도록 보호한다. 접시들을 170 °C에서 7 일 동안 평형 상태의 실험실 오븐에 배치하였다. 샘플들을 예정된 시간에 오븐에서 꺼내고, 덮는 접시들을 제거하여서 용융된 접착제의 평가를 허용하였다.

[0128] 먼저, 젤 및 침전물의 존재 뿐만 아니라 색상 변화를 포함한 벌크 및 표면 외관에 대한 시각적인 평가가 수행되었다. 그 다음, 유동 특성은, 샘플이 매끄럽게 유동할 수 있게 보장하도록 정성적으로 평가하였다(임의의 표면 스키닝(skinning) 또는 결화로 방해받지 않음). 전반적인 결론인 PASS 또는 FAIL이 이를 관찰로부터 결정되었다. 결과들은 표 14에 기록된다.

표 14

처리 수준(%)	처리	
	산화된 폴리에틸렌 왁스 분산물 (실시예 5에 따름)	단독중합체-공중합체 에멀젼; 에멀젼 B (실시예 6에 따름)
0.0(대조군)	PASS	PASS
0.2	PASS	PASS
0.5	PASS	PASS

[0129] 비록 처리된 접착성 펠렛들로 일부 향상된 색 전개가 나타났지만, 다른 모든 관점에서 처리된 제품들의 용융 특성은 대조군의 것과 차별화될 수 없었다. 따라서, 고온 용융 접착제의 가공 특성은 적용된 표면 처리와는 무관

하다.

[0132]

본 발명의 대상의 전술한 상세한 설명에서 적어도 하나의 예시적인 실시양태가 제시되었지만, 많은 변형들이 존재한다는 것을 이해해야 한다. 예시적인 실시양태 또는 예시적인 실시양태들은 단지 예들일 뿐이며, 본 발명의 대상의 범위, 적용 또는 구성을 어떤 식으로든 제한하려는 의도는 아니라는 것을 이해해야 한다. 오히려, 전술한 상세한 설명은 당업자에게 본 발명의 대상의 예시적인 실시양태를 구현하기 위한 편리한 로드맵을 제공할 것이다. 첨부된 청구범위에 기재된 본 발명의 대상의 범위를 벗어나지 않으면서 예시적인 실시양태에서 기재된 요소들의 기능 및 배열에 대해 다양한 변화들이 가능할 수 있음을 이해해야 한다.