(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년03월12일
(11) 등록번호 10-2227872
(24) 등록일자 2021년03월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08F 2/22 (2006.01) *C08F 220/06* (2006.01)
C08F 220/14 (2006.01) *C08F 220/20* (2006.01)
C08J 3/24 (2006.01) *C08K 5/14* (2006.01)
C08K 5/17 (2006.01) *C08K 5/315* (2006.01)
C08K 5/541 (2006.01) *C09D 133/06* (2006.01)
C09D 133/10 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08F 2/22 (2013.01)
C08F 220/06 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-7012483
(22) 출원일자(국제) 2014년10월29일
심사청구일자 2019년08월06일
(85) 번역문제출일자 2016년05월12일
(65) 공개번호 10-2016-0106551
(43) 공개일자 2016년09월12일
(86) 국제출원번호 PCT/US2014/062984
(87) 국제공개번호 WO 2015/066227
국제공개일자 2015년05월07일
(30) 우선권주장
61/896,733 2013년10월29일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP2003529648 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
얼리젼스 코포레이션
미국 60085 일리노이주 워키겐 워키겐 로드 1500
(72) 발명자
홀권 다이엘 엘
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
메이어 안드레
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
양영준, 김윤기

전체 청구항 수 : 총 75 항 심사관 : 하승규

(54) 발명의 명칭 **친수성/소수성 수성 중합체 에멀젼 및 이와 관련된 제품 및 방법**

(57) 요 약

본원에서는 1종 이상의 수용성 단량체 및 1종 이상의 수불용성 단량체로부터 공중합체 에멀젼을 제조하기 위한 방법이 개시된다. 일부 실시양태에서, 1종 이상의 계면활성제 및 안정화제가 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 공정에서 사용되는 단량체는, 총 단량체 중량을 기준으로 적어도 50%의 수용성 단량체 및 적어도 10%의 수불용성 단량체를 포함한다. 적어도 1종의 수용성 단량체와 적어도 1종의 수불용성 단량체의 반응 생성물로부터 형성된 공중합체 에멀젼 및 이러한 에멀젼으로 코팅된 물품 및 이러한 에멀젼으로부터 제조된 코팅 배합물뿐만 아니라 이러한 물품의 제조 및 코팅 방법이 또한 개시된다.

(52) CPC특허분류
C08F 220/14 (2013.01)
C08F 220/20 (2013.01)
C08J 3/24 (2013.01)
C08K 5/14 (2013.01)
C08K 5/17 (2013.01)
C08K 5/315 (2013.01)
C08K 5/541 (2013.01)
C09D 133/066 (2013.01)
C09D 133/10 (2013.01)

(72) 발명자
리 소우 퐁
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
메이어스 마이클
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
콥 데니스
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
웡 웨이 정
미국 60085 일리노이주 워키겐 워키겐 로드 1500 카디날 헬스 인크 내
로우 치이 이
미국 60085 일리노이주 워키겐 워키겐 로드 1500 카디날 헬스 인크 내
왕 시핑
미국 60085 일리노이주 워키겐 워키겐 로드 1500 카디날 헬스 인크 내
후 시아오추안
미국 91203 캘리포니아주 글렌데일 구드 애비뉴 207 애브리 데니슨 코포레이션 내
총 추앙 심
미국 60085 일리노이주 워키겐 워키겐 로드 1500 카디날 헬스 인크 내

명 세 서

청구범위

청구항 1

수용성 단량체 혼합물과 수불용성 단량체 혼합물을 합하여 단량체 혼합물을 형성하며,

여기서 단량체 혼합물은 총 단량체 혼합물 중량의 중량 퍼센트로서 측정 시에 적어도 50%의 수용성 단량체 및 적어도 10%의 수불용성 단량체를 포함하고,

여기서, 단량체 혼합물은 수용성 단량체로서 메타크릴산과, 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 수불용성 단량체를 포함하는 것인 단계,

및 단량체 혼합물을 공중합시켜 공중합체 에멀젼을 형성하는 단계를 포함하는,

공중합체 에멀젼을 제조하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 수용성 단량체가 총 단량체 중량의 약 50% 내지 약 97%를 차지하는 것인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 수용성 단량체가 총 단량체 중량의 적어도 60%를 차지하는 것인 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 수용성 단량체가 총 단량체 중량의 적어도 75%를 차지하는 것인 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 수불용성 단량체가 총 단량체 중량의 적어도 15%를 차지하는 것인 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 수불용성 단량체가 총 단량체 중량의 적어도 25%를 차지하는 것인 방법.

청구항 7

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항 및 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트 및 4-히드록시부틸 아크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

청구항 8

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항 및 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 10

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수용성 단량체가 약 97%의 순도 수준을 갖는 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 14

제9항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 15

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 2-에틸헥실 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 16

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 라우릴 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 17

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 메틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 18

제1항, 제2항, 제3항, 제4항, 제5항, 제6항 및 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트로 이루어진 것인 방법.

청구항 19

삭제

청구항 20

제1항에 있어서, 메타크릴산이 방법에 사용된 단량체의 총 중량의 약 1% 내지 5%인 방법.

청구항 21

제1항에 있어서, 메타크릴산이 방법에 사용된 단량체의 총 중량의 약 3%인 방법.

청구항 22

제1항에 있어서, 가교제를 공중합체 에멀젼에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 23

제22항에 있어서, 가교제가 포름알데히드, 멜라민 포름알데히드, 금속 염, 아지리딘, 이소시아네이트, 디크로메이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

청구항 24

제22항에 있어서, 가교제가 다관능성 아지리딘 액체를 포함하는 것인 방법.

청구항 25

제22항에 있어서, 가교제가 카르보디이미드 화합물을 포함하는 것인 방법.

청구항 26

제22항에 있어서, 가교제가 멜라민 포름알데히드를 포함하는 것인 방법.

청구항 27

제22항에 있어서, 가교제가 폴리아미드-에피클로로히드린-유형 수지를 포함하는 것인 방법.

청구항 28

제1항에 있어서, 활성제를 단량체 혼합물에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 29

제1항에 있어서, 계면활성제를 단량체 혼합물에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 30

제29항에 있어서, 계면활성제가 소듐 라우릴 에테르 술페이트인 방법.

청구항 31

제1항에 있어서, 개시제를 단량체 혼합물에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 32

제31항에 있어서, 개시제가 과황산암모늄, 과황산칼륨, 과황산나트륨, 과산화수소, tert-부틸 히드로퍼옥시드, 아조 화합물, 과황산나트륨과 메타중아황산나트륨, 과산화수소와 제1철 이온, 술파이트 이온, 비술파이트 이온 또는 아스코르브산, 히드로퍼옥시드와 술폭실레이트, 및 tert-부틸 히드로퍼옥시드와 소듐 포름알데히드 술폭실레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

청구항 33

제32항에 있어서, 개시제가 tert-부틸 히드로퍼옥시드인 방법.

청구항 34

제1항에 있어서, 안정화제를 단량체 혼합물에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 35

제34항에 있어서, 안정화제가 폴리비닐 알콜인 방법.

청구항 36

제1항에 있어서, 계면활성제, 개시제 및 안정화제를 단량체 혼합물에 투입하는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 37

제36항에 있어서, 먼저 계면활성제, 개시제 및 안정화제와 수불용성 단량체를 합함으로써 계면활성제, 개시제 및 안정화제를 단량체 혼합물에 투입하는 것인 방법.

청구항 38

제1항에 있어서, 단량체 혼합물을 약 50℃ 내지 약 60℃의 온도에서 유지하는 것인 방법.

청구항 39

제1항에 있어서, 단량체 혼합물의 온도를 약 55℃의 온도에서 유지하는 것인 방법.

청구항 40

제1항에 있어서, 단량체 혼합물을 약 6.0 이상의 pH에서 유지하는 것인 방법.

청구항 41

제1항에 있어서, 단량체 혼합물을 약 6.0 내지 약 7.0의 pH에서 유지하는 것인 방법.

청구항 42

제1항에 있어서, 수용성 단량체와 수불용성 단량체를 동시에 합함으로써 수행하는 것인 방법.

청구항 43

단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 동시에 합하여 에멀젼을 형성하며,

여기서 단량체 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 50 중량%의 수용성 단량체를 포함하고, 예비-에멀젼 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 10 중량%의 수불용성 단량체를 포함하며,

여기서, 예비-에멀젼 공급물은 수용성 단량체로서 메타크릴산과, 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 수불용성 단량체를 포함하는 것인 단계를 포함하는,

공중합체 에멀젼을 제조하는 방법.

청구항 44

제43항에 있어서, 단량체 공급물이 탈이온수를 추가로 포함하고, 예비-에멀젼 공급물이 탈이온수, 계면활성제 및 안정화제를 추가로 포함하는 것인 방법.

청구항 45

제44항에 있어서, 계면활성제가 소듐 라우릴 에테르 술페이트이고, 안정화제가 폴리비닐 알콜인 방법.

청구항 46

제43항, 제44항 및 제45항 중 어느 한 항에 있어서, 단량체 공급물의 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 47

제43항, 제44항 및 제45항 중 어느 한 항에 있어서, 단량체 공급물의 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트로 이루어진 것인 방법.

청구항 48

제45항에 있어서, 단량체 공급물의 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트로 이루어진 것인 방법.

청구항 49

제43항, 제44항, 제45항 및 제48항 중 어느 한 항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물의 수불용성 단량체가 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트 또는 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 50

제43항, 제44항, 제45항 및 제48항 중 어느 한 항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물의 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 51

제48항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물의 수불용성 단량체가 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 52

제48항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 메타크릴산을 포함하는 것인 방법.

청구항 53

제52항에 있어서, 메타크릴산이 방법에 사용된 단량체의 총 중량의 약 3%인 방법.

청구항 54

제43항에 있어서,

안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하는 단계;

반응기의 내용물을 약 55℃의 온도 및 약 6.0 초과의 pH에서 유지하는 단계;

약 6%의 단량체 공급물 및 약 6%의 예비-에멀젼 공급물을 반응기에 투입하고, 반응기 내의 온도 및 pH를 약 10분 동안 유지하는 단계;

활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 속도로 반응기에 투입하며, 여기서 활성제 공급물은 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 것인 단계;

단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 일정한 속도로 반응기에 투입하는 단계; 및

단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 공급물을 반응기에 투입하고, 반응기 내의 온도 및 pH를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시키는 단계

인 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 55

제54항에 있어서, 단량체 공급물이 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하고, 계면활성제가 소듐 라우릴 에테르 술페이트이고, 안정화제가 폴리비닐 알콜이고, 개시제가 tert-부틸 히드록시드인 방법.

청구항 56

제55항에 있어서, 개시제가 살생물제를 추가로 포함하는 것인 방법.

청구항 57

제55항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 메타크릴산을 포함하는 것인 방법.

청구항 58

제55항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 메타크릴레이트 및 메타크릴산을 포함하는 것인 방법.

청구항 59

제55항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메타크릴산 및 메틸 메타크릴산을 포함하는 것인 방법.

청구항 60

제55항에 있어서, 가교제를 에멀젼에 첨가하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 61

제60항에 있어서, 가교제가 다관능성 아지리딘 액체, 카르보디이미드 화합물, 티타늄 아세틸아세토네이트, 폴리아미드-에피클로로히드린-유형 수지 및 멜라민-포름알데히드 수지로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

청구항 62

단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 동시에 합하여 에멀젼을 형성하며,

여기서 단량체 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 50 중량%의 수용성 단량체를 포함하고, 예비-에멀젼 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 10 중량%의 수불용성 단량체를 포함하며

여기서, 예비-에멀전 공급물은 수용성 단량체로서 메타크릴산과, 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 수불용성 단량체를 포함하는 것인 단계를 포함하는,

공중합체 에멀젼을 제조하는 방법이며,

안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하는 단계;

반응기 내용물을 약 55℃의 온도 및 약 6.0 초과의 pH에서 유지하는 단계;

약 6%의 단량체 공급물 및 약 6%의 예비-에멀젼 공급물을 반응기에 투입하고, 반응기 내의 온도 및 pH를 약 10분 동안 유지하는 단계;

활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 속도로 반응기에 투입하며, 여기서 활성제 공급물은 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 것인 단계;

단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 일정한 속도로 반응기에 투입하는 단계; 및

단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 공급물을 반응기에 투입하고, 반응기 내의 온도 및 pH를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시키는 단계

를 추가로 포함하는,

공중합체 에멀젼을 제조하는 방법.

청구항 63

제62항에 있어서, 단량체 공급물이 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하고, 계면활성제가 소듐 라우릴 에테르 술페이트이고, 안정화제가 폴리비닐 알콜이고, 개시제가 tert-부틸 히드록시드이고, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트 및 메타크릴산을 포함하는 것인 방법.

청구항 64

제62항에 있어서, 단량체 공급물이 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 포함하고, 계면활성제가 소듐 라우릴 에테르 술페이트이고, 안정화제가 폴리비닐 알콜이고, 개시제가 tert-부틸 히드록시드이고, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메타크릴산 및 메틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 65

제63항 또는 제64항에 있어서, 가교제를 에멀젼에 첨가하는 단계를 추가로 포함하고, 여기서 가교제는 다관능성 아지리딘 액체, 카르보디이미드 화합물, 및 폴리아미드-에피클로로히드린-유형 수지로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 방법.

청구항 66

제62항에 있어서, 가교제를 에멀젼에 첨가하는 단계를 추가로 포함하고, 여기서 가교제는 멜라민-포름알데히드 수지를 포함하는 것인 방법.

청구항 67

단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 동시에 합하여 에멀젼을 형성하며,

여기서 단량체 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 약 75 중량%의 수용성 단량체를 포함하고, 예비-에멀젼 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 약 3 중량% 이상의 수불용성 단량체를 포함하며,

여기서, 예비-에멀젼 공급물은 수용성 단량체로서 메타크릴산과, 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상의 수불용성 단량체를 포함하는 것인 단계를 포함하는,

공중합체 에멀젼을 제조하는 방법.

청구항 68

제67항에 있어서, 수용성 단량체가 2-히드록시에틸 메타크릴레이트인 방법.

청구항 69

제67항 또는 제68항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 2-에틸헥실 아크릴레이트, 메타크릴산 및 메틸 메타크릴레이트를 포함하는 것인 방법.

청구항 70

제69항에 있어서, 예비-에멀젼 공급물이 약 9 중량% 내지 약 19 중량%의 2-에틸헥실 아크릴레이트, 약 1.5 중량% 내지 약 6 중량%의 메타크릴산 및 약 3 중량% 내지 약 12 중량%의 메틸 메타크릴레이트를 포함하며, 여기서 상기 백분율은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하는 것인 방법.

청구항 71

제67항에 있어서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 75%를 차지하고, 2-에틸헥실 아크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 14%를 차지하고, 메틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 8%를 차지하고, 메타크릴산이 총 단량체 중량의 약 3%를 차지하고, 여기서 총 단량체 중량은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 나타내는 방법.

청구항 72

제67항에 있어서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 75%를 차지하고, 2-에틸헥실 아크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 19%를 차지하고, 메틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 3%를 차지하고, 메타크릴산이 총 단량체 중량의 약 3%를 차지하고, 여기서 총 단량체 중량은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 나타내는 방법.

청구항 73

제67항에 있어서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 75%를 차지하고, 2-에틸헥실 아크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 11.75%를 차지하고, 메틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 11.75%를 차지하고, 메타크릴산이 총 단량체 중량의 약 1.5%를 차지하고, 여기서 총 단량체 중량은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 나타내는 방법.

청구항 74

제67항에 있어서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 75%를 차지하고, 2-에틸헥실 아크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 10.3%를 차지하고, 메틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 10.3%를 차지하고, 메타크릴산이 총 단량체 중량의 약 4.5%를 차지하며, 여기서 총 단량체 중량은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 나타내는 것인 방법.

청구항 75

제41항에 있어서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 75%를 차지하고, 2-에틸헥실 아크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 9.5%를 차지하고, 메틸 메타크릴레이트가 총 단량체 중량의 약 9.5%를 차지하고, 메타크릴산이 총 단량체 중량의 약 6%를 차지하며, 여기서 총 단량체 중량은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 나타내는 것인 방법.

청구항 76

제67항, 제68항, 제71항 내지 제75항 중 어느 한 항에 있어서,

안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하고, 약 55℃의 온도로 가열하는 단계;

단량체 공급물의 일부 및 예비-에멀젼 공급물의 일부를 반응기에 투입하여 온도가 약 55℃에서 평형을 이루게 하는 단계;

활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 대략 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 점진적인 속도로 반응기에 투입하며, 여기서 활성제 공급물은 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 것인 단계;

단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 일정한 속도로 반응기에 투입하는 단계;

활성제 공급물을 투입하자마자, 약 30분 동안 가열하는 단계;

단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 공급물을 반응기에 투입하고, 온도를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시키는 단계;

온도를 냉각시키고, 1종 이상의 살생물제를 첨가하는 단계

인 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 77

제69항에 있어서,

안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하고, 약 55℃의 온도로 가열하는 단계;

단량체 공급물의 일부 및 예비-에멀젼 공급물의 일부를 반응기에 투입하여 온도가 약 55℃에서 평형을 이루게 하는 단계;

활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 대략 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 점진적인 속도로 반응기에 투입하며, 여기서 활성제 공급물은 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 것인 단계;

단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 일정한 속도로 반응기에 투입하는 단계;

활성제 공급물을 투입하자마자, 약 30분 동안 가열하는 단계;

단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 공급물을 반응기에 투입하고, 온도를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시키는 단계;

온도를 냉각시키고, 1종 이상의 살생물제를 첨가하는 단계

인 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 78

제70항에 있어서,

안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하고, 약 55℃의 온도로 가열하는 단계;

단량체 공급물의 일부 및 예비-에멀젼 공급물의 일부를 반응기에 투입하여 온도가 약 55℃에서 평형을 이루게

하는 단계;

활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 대략 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 점진적인 속도로 반응기에 투입하며, 여기서 활성제 공급물은 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 것인 단계;

단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 일정한 속도로 반응기에 투입하는 단계;

활성제 공급물을 투입하자마자, 약 30분 동안 가열하는 단계;

단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 공급물을 반응기에 투입하고, 온도를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시키는 단계;

온도를 냉각시키고, 1종 이상의 살생물제를 첨가하는 단계

인 추가의 단계를 포함하는 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] <관련 출원의 상호 참조>

[0002] 본 출원은, 그 전문이 본원에 참조로 포함되는, 2013년 10월 29일에 출원된 미국 가출원 제61/896,733호의 이익을 주장한다.

[0003] 물품을 코팅하는 데 사용되는 공중합체 에멀젼으로부터 제조되는 코팅 배합물 및 이러한 물품의 제조 및 코팅 방법이 개시된다.

배 경 기 술

[0004] 의료용 물품, 예컨대 장갑 및 다른 탄성 물품은, 종종 이의 사용 동안에 액체 및 유체와 접촉한다. 이러한 물품은 사용자의 피부와 외부 환경 사이에 장벽을 형성한다. 의료용 장갑, 예컨대 검진용 장갑 및 수술용 장갑은 의료 환경에서 사용되는 물품의 예이고, 이는 전염병의 확산을 최소화하는 데 있어서 중요한 역할을 한다. 이러한 물품은 전문 의료인에 의해 흔히 사용된다. 그러므로, 장갑과 같은 의료용 물품은 사용자에게 효과적인 장벽을 제공하면서도 적절한 수준의 편안함을 제공하는 것이 중요하다. 특히 코팅된 물품은 이상적으로 평활하고 점착성(tacky)을 갖지 않고, 바람직하게는 박편화 제거되지 않는 코팅을 갖는다. 관련 기술분야에서는 이러한 물품 및 이러한 물품의 제조 방법이 필요하다.

[0005] 코팅, 예컨대 고무 장갑의 바람직한 특징을 향상하기 위한 코팅이 제품에서 사용되어 왔다. 이전의 코팅, 예컨대 각각 마치 본원에 전체가 제시된 것처럼 그 전문이 포함되는, 미국 특허 제4,548,844호; 제4,575,476호; 제6,242,042호; 제6,706,313호; 제7,179415호; 제6,772,443호; 제7,032,251호; 제6,706,836호; 제6,743,880호; 제7,019,067호; 제6,653,427호; 제6,828,399호; 제6,284,856호; 및 제5,993,923호에 개시된 코팅이 개발되었다. 본원에서 인용된 모든 참조 문헌은 그 전문이 참조로 포함된다.

발명의 내용

[0006] 공중합체 에멀젼의 신규하고 유용한 제조가 제공된다. 한 실시양태에서, 적어도 1종의 수용성 단량체와 적어도 1종의 수불용성 단량체를 합하고 공중합시킴으로써 공중합체 에멀젼을 형성하는 방법이며, 여기서 공정에서 사용되는 단량체는 총 단량체 중량을 기준으로 측정 시에 적어도 50 중량%의 수용성 단량체 및 적어도 10 중량%의 수불용성 단량체로 구성되는 것인, 공중합체 에멀젼을 형성하는 방법이 제공된다.

[0007] 또 다른 실시양태에서, 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 동시에 합하여 에멀젼을 형성하며, 여기서 단량체 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 50 중량%의 수용성 단량체를 포함하고, 예비-에멀젼 공급물은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하여 적어도 10 중량%의 수불용성 단량체를 포함하는 것인 단계를 포함하는, 공중합체 에멀젼을 제조하는 방법이 제공된다.

[0008] 그 밖의 또 다른 실시양태에서, 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 동시에 합하여 단량체 혼합물을 형성함으로써 공중합체 에멀젼을 제조하는 방법이며, 여기서 단량체 공급물은 적어도 50 중량%의 수용성 단량체를 포함하고, 예비-에멀젼 공급물은 적어도 10 중량%의 수불용성 단량체를 포함하고, 여기서 이러한 백분율은 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물의 총 단량체 중량을 기준으로 하는 것인, 공중합체 에멀젼을 제조하는 방법이 제공된다. 상기 방법에서는 안정화제, 계면활성제, 개시제 및 탈이온수를 포함하는 초기 충전물을 반응기에 투입하고, 교반하고, 반응기 내용물을 약 55℃ 및 약 6.0 초과의 pH에서 유지할 것이 추가로 요구된다. 상기 방법은 또한 약 6%의 단량체 공급물 및 약 6%의 예비-에멀젼 공급물을 반응기에 투입하고, 온도 및 pH를 약 10분 동안 유지한 후에 활성제 공급물을 반응기에 투입하는 것을 포함한다. 탈이온수 및 소듐 히드록시메탄술피네이트를 포함하는 활성제 공급물을, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 동시에 또는 고갈된 후에 활성제 공급물의 내용물이 고갈되게 하는 속도로 투입한다. 나머지 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을, 약 4.5시간의 기간에 걸쳐 나머지 내용물이 완전히 공급되도록 하는 일정한 속도로, 반응기에 투입한다. 이어서, 단량체 공급물, 예비-에멀젼 공급물 및 활성제 공급물을 반응기에 완전히 투입한 후에, 제2 개시제를 포함하는 후-공급물을 반응기에 투입하고, 온도 및 pH를 약 1시간 동안 유지하여 중합을 완결시킨다.

[0009] 그 밖의 또 다른 실시양태에서, 적어도 1종의 수용성 단량체 및 적어도 1종의 수불용성 단량체를 포함하는 코팅을 포함하는 물품 및 그의 제조 방법이 제공된다. 이러한 물품의 제조 방법이 또한 제공된다.

[0010] 본 명세서에 포함되고 이의 일부를 구성하는 첨부된 도면은 하나 이상의 실시양태를 도시하고, 설명과 함께, 공중합체 에멀젼의 원리 및 관련 제조 및 사용 방법을 설명하는 역할을 한다.

도면의 간단한 설명

[0011] 관련 기술분야의 통상의 기술자에게 제공되는 최상의 양태를 포함하는, 실시가능한 전체 개시 내용이, 첨부된 도면을 참조하는 명세서에서 제시된다.

도 1a는 가교제 없이 비교용 수용성 코팅으로 코팅된 수술용 장갑의 500배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 1b는 도 1a의 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 2a는 가교제가 함께 도포되고 비교용 수용성 코팅으로 코팅된 제2 수술용 장갑의 500배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 2b는 도 2a의 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 3a는 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅의 한 실시양태로 코팅된 수술용 장갑의 500배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 3b는 도 3a의 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 4a는 가교제가 함께 도포되고 비교용 용매계 코팅으로 코팅된 수술용 장갑의 200배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 4b는 도 3a의 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 5는 가교제가 함께 도포되고 비교용 용매계 코팅으로 코팅된 제2 수술용 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 6은 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅의 제2 실시양태로 코팅된 제2 수술용 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 7은 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 제3 수술용 장갑의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 8a는 산 프라이밍(priming) 없이 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅의 또 다른 실시양태로 코팅된 제4 수술용 장갑의 환자면(patient-side) (즉, 착용 시 장갑의 외부 면)의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 8b는 산 프라이밍되고 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅의 또 다른 실시양태로 코팅된 제5 수술용 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 9a는 도 8a의 장갑에 대한 접촉각 데이터의 그래프이다.

도 9b는 도 8b의 장갑에 대한 접촉각 데이터의 그래프이다.

도 10a는 장갑 뒤집기(turning) 공정을 사용하고 높은 농도의 염소를 갖는 도 8b의 장갑의 착용면(donning-side) (즉, 착용 시 사용자의 피부와 접촉하는 면)의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 10b는 장갑 뒤집기 공정을 사용하고 높은 농도의 염소를 갖는 도 8a의 장갑의 착용면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 11a는 도 10a의 장갑에 대한 접촉각 데이터의 그래프이다.

도 11b는 도 10b의 장갑에 대한 접촉각 데이터의 그래프이다.

도 12a는 산 프라이밍 없이 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅의 또 다른 실시양태로 코팅된 제6 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 12b는 산 프라이밍되고 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 제7 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 12c는 산 프라이밍 없이 코팅된 도 12a의 장갑의 착용면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 13a는 산 프라이밍 없이 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 제8 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 13b는 산 프라이밍 없이 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 도 13a의 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 14는 산 프라이밍 없이 가교제가 함께 도포되고 비교용 용매계 코팅으로 코팅된 장갑의 환자면의 1000배 확대배율의 주사전자현미경 이미지이다.

도 15a는 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 필름의 환자면의 주사전자현미경 이미지이다.

도 15b는 가교제가 함께 도포되고 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼 코팅으로 코팅된 필름의 환자면의 주사전자현미경 이미지이다.

도 15c는 가교제 없이 도포되고 비교용 용매계 코팅으로 코팅된 필름의 환자면의 주사전자현미경 이미지이다.

본 명세서 및 도면에서 참조부호를 반복적으로 사용한 것은 동일하거나 유사한 특징 또는 요소를 나타내고자 한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 이제 본원의 바람직한 실시양태가 상세하게 언급될 것이고, 이의 하나 이상의 예는 첨부된 도면에 도시되어 있다. 각각의 예는 공중합체 에멀젼 및 그의 제조 및 사용 방법을 제한하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것으로서 제공된다. 실제로, 관련 기술분야의 통상의 기술자라면 이의 범주 또는 개념에서 벗어나지 않게 개질 및 변경을 할 수 있다는 것을 명백하게 알 것이다. 예를 들어, 한 실시양태의 일부로서 예시 또는 기술된 특징은 또 다른 실시양태에서 사용됨으로써 그 밖의 추가의 실시양태를 형성할 수 있다. 따라서, 본원의 개시 내용은 첨부된 청구항 및 이의 등가물의 범주 내에 속하는 바와 같은 이러한 개질 및 변형을 포괄하고자 한다.

[0013] 본원에서 제공되는 중합체 에멀젼은 단량체의 혼합물의 반응 생성물인 아크릴성 에멀젼 공중합체이다. 본원에서 사용되는 바와 같은 용어 "단량체"는 넓은 의미에서는 요망되는 공중합체를 생성하는 데 사용되는 바와 같은 단량체 및 올리고머를 포함한다. 적어도 1종의 친수성 수용성 단량체와 적어도 1종의 소수성 수불용성 단량체를 공중합시킴으로써 중합체 에멀젼을 제조한다. 본원에서 사용되는 바와 같은 단량체 백분율은 총 (가용성 및 불용성) 단량체 중량의 중량 퍼센트를 기준으로 한다.

[0014] "단량체 공급물"이라고 언급되는 수용성 단량체 혼합물과 "예비-에멀젼 공급물"이라고 언급되는 수불용성 단량체 혼합물을 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 본원에서 상세하게 기술되는 바와 같이, 이들 공급물을 임의로 계면활성제 및 안정화제와 같은 다른 성분과 함께 합하여 중합체 에멀젼을 생성할 수 있다.

[0015] 에멀젼을 형성하는 데 사용되는 단량체 공급물은 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 4-히드록시부틸

아크릴레이트, 2-히드록시부틸 아크릴레이트, 또는 이의 혼합물을 포함할 수 있다. 이들 특정한 단량체는 수불용성 중합체를 형성하는 수용성 단량체이다. 2-히드록시에틸 메타크릴레이트는 일본 도쿄의 미쓰비시 레이온(Mitsubishi Rayon)으로부터 수득될 수 있고, 일부 실시양태에서, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트는 약 97% 이상의 순도를 가질 수 있다. 일부 실시양태에서, 적어도 약 40%의 수용성 단량체를 포함하는 단량체를 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 다른 실시양태에서, 적어도 약 50%의 수용성 단량체를 포함하는 단량체를 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 일부 실시양태에서, 75%를 포함하는 각각의 사잇값을 포함하여 약 50% 내지 약 90%의 수용성 단량체가 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 약 60% 내지 약 80%의 수용성 단량체가 사용될 수 있고, 다른 실시양태에서 약 72% 내지 약 80%의 수용성 단량체가 사용될 수 있다. 그 밖의 추가의 실시양태에서, 약 30% 내지 약 90%의 수용성 단량체가 사용될 수 있다. 구체적인 예시적인 실시양태가 하기 예에서 제공된다. 단량체 공급물은 또한 탈이온수를 포함할 수 있다.

[0016] 그 밖의 추가의 실시양태에서, 단량체 공급물은 4급 아민 (메트)아크릴레이트 단량체, 다른 히드록시-알킬 (메트)아크릴레이트 단량체, N-비닐 락탐 단량체, 에틸렌성 불포화 카르복실산 단량체, 및 이의 혼합물을 비제한적으로 포함하는 다른 수용성 단량체를 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 가요성, 양극성, 가교성, 가용성, 부착성, 또는 다른 요망되는 특성을 부여하기 위해 수용성 중합체를 초래하는 추가의 수용성 단량체를 단량체 공급물에 첨가할 수 있다. 일부 실시양태에서, 이러한 수용성 단량체는 2-히드록시에틸 아크릴레이트, 히드록시프로필 아크릴레이트, 히드록시프로필 메타크릴레이트 (제한된 수용성을 가짐), 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카프로락탐, 1-비닐-2-피페리돈, 1-비닐-5-메틸-2-피롤리돈, 아크릴아미드, 메타크릴아미드, N-이소부톡시메틸 아크릴아미드를 포함할 수 있다. 평균적으로 10개의 에틸렌 옥시드 단위체를 갖는 에톡실화 (메트)아크릴레이트 단량체, 예컨대 에톡실화 히드록시에틸메타크릴레이트는 일본 도쿄의 주오-구의 니폰 뉴카자이 캄파니 리미티드(Nippon Nyukazai Co., Ltd.)로부터 제품명 MA-100A로서 입수가능하다. 4급 아민 (메트)아크릴레이트, 예컨대 디메틸아미노에틸 아크릴레이트 메틸 클로라이드 4급은 미국 뉴저지주 올드 브리지의 씨피에스 케미칼 캄파니(CPS Chemical Co.)로부터 제품명 아젤펙스(Agelfex) FA1Q80MC로서 입수가능하다. 예를 들어, 이들 다른 단량체는 일부 실시양태에서 단량체 공급물 내의 수용성 단량체의 약 25 중량% 이하로 단량체 공급물 내에 존재할 수 있다. 일부 다른 실시양태에서, 이들 다른 단량체는 (단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 포함하는) 전체 에멀젼의 약 25 중량% 이하의 양으로 존재할 수 있다.

[0017] 예비-에멀젼 공급물은 적어도 1종의 수불용성 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 비제한적으로 예비-에멀젼 공급물에서 사용될 수 있는 수불용성 단량체는 메틸 아크릴레이트, 에틸 아크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 프로필 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 부틸 메타크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 라우릴 메타크릴레이트, 스테아릴 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 이소옥틸 아크릴레이트, 이소데실 아크릴레이트, 이소보르닐 아크릴레이트, 디메틸아미노에틸 메타크릴레이트, 스티렌, 비닐 에스테르 (예컨대 비닐 아세테이트, 비닐 부티레이트, 비닐 프로피오네이트, 비닐 이소부티레이트, 비닐 발레레이트, 및 비닐 베르시테이트), 디카르복실산의 디에스테르 (예컨대 디-2-에틸헥실 말레레이트, 디-옥틸 말레레이트, 디-에틸헥실 푸마레이트, 디-에틸 푸마레이트, 및 디-부틸 푸마레이트), 이소보르닐 아크릴레이트, 시클로헥실 아크릴레이트, 및 유사한 단량체를 포함한다. 예를 들어, 실시양태에서 사용될 수 있는 1종의 수불용성 단량체, 즉, 2-메타크릴로일옥시에틸 프탈산은 미쓰비시 레이온 캄파니 리미티드로부터 제품명 아크리에스테르(Acryester) PA로서 입수가능하다. 일부 실시양태에서, 적어도 약 10% 내지 약 50%의 수불용성 단량체를 포함하는 단량체를 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 다른 실시양태에서, 적어도 약 10% 내지 약 60% 또는 약 70%의 수불용성 단량체를 포함하는 단량체를 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다.

[0018] 추가로, 예비-에멀젼 공급물은 1종 초과의 수불용성 단량체, 예컨대 상기 불용성 단량체의 혼합물을 포함할 수 있다. 예를 들어, 한 실시양태에서, 2-에틸헥실 아크릴레이트와 메틸 메타크릴레이트 둘 다가 예비-에멀젼 공급물 내에 각각 약 11%로 포함될 수 있다. 다른 실시양태에서, 이들 양은 달라질 수 있다.

[0019] 일부 실시양태에서, 예비-에멀젼 공급물은 또한 메타크릴산을 단량체로서 포함할 수 있고, 여기서 메타크릴산은 수용성 단량체이다. 일부 실시양태에서, 수용성 단량체, 예컨대 2-히드록시에틸 아크릴레이트, 히드록시프로필 아크릴레이트, 히드록시프로필 메타크릴레이트 (제한된 수용성), 아크릴산, 메타크릴산, 이타콘산, N-비닐 피롤리돈, N-비닐 카프로락탐, 1-비닐-2-피페리돈, 1-비닐-5-메틸-2-피롤리돈, 아크릴아미드, 메타크릴아미드, N-이소부톡시메틸 아크릴아미드가 예비-에멀젼 공급물에 첨가될 수 있다. 상기에 명시된 바와 같이, 평균적으로 10개의 에틸렌 옥시드 단위체를 갖는 에톡실화 (메트)아크릴레이트, 예컨대 에톡실화 히드록시에틸메타크릴레이트는 일본 도쿄의 주오-구의 니폰 뉴카자이 캄파니 리미티드로부터 제품명 MA-100A로서 수득될 수 있다. 추가로, 4급 아민 (메트)아크릴레이트, 예컨대 디메틸아미노에틸 아크릴레이트 메틸 클로라이드 4급은 미국 뉴저지주 올

드 브리지의 씨피에스 케미칼 캄파니로부터 제품명 아젤렉스 FA1Q80MC로서 입수가능하다.

[0020] 메타크릴산, 또는 다른 수용성 단량체의 양은 각각의 에멀젼 및 각각의 응용분야에 따라 달라질 수 있지만, (총 (가용성 및 불용성) 단량체 중량의 중량 퍼센트를 기준으로) 예시적인 양은 각각의 사잇값을 포함하여 약 0% 내지 약 25%를 포함할 수 있고, 다른 실시양태에서 상기 양은 각각의 사잇값을 포함하여 약 0% 내지 약 15%일 수 있다. 일부 실시양태에서, 이러한 양은 각각의 사잇값을 포함하여 약 0% 내지 약 10% 또는 약 1% 내지 약 10%일 수 있다. 다른 실시양태에서, 이러한 양은 총 단량체 중량의 약 10%일 수 있다. 그 밖의 다른 실시양태에서, 이러한 양은 각각의 사잇값을 포함하여 약 1 내지 5 %일 수 있다.

[0021] 예비-에멀젼 공급물은 수득된 중합체의 겔 함량을 증가시킬 수 있는 내부 가교제를 또한 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 내부 가교제는 적어도 1종의 다관능성 아크릴레이트 단량체를 포함할 수 있다. 이러한 다관능성 아크릴레이트 단량체는, 예를 들어, 폴리에틸렌 글리콜 디아크릴레이트, 헥산디올 디아크릴레이트, 트리메틸올 프로판 트리아크릴레이트, 펜타에리트리톨 트리아크릴레이트, 및 프로필렌 글리콜 디아크릴레이트를 포함할 수 있다. 내부 가교제는 예비-에멀젼 공급물의 약 0.1 내지 약 1.0 중량부로 첨가될 수 있다.

[0022] 예를 들어, 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 반응기에서 합함으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 일부 실시양태에서, 제1 단량체 혼합물을 반응기에 첨가하고, 적어도 부분적으로 반응시키고, 이어서 제2 단량체 혼합물을 천천히 투입하고, 반응시키는 순차적 중합을 사용할 수 있다. 일부 실시양태에서, 순차적 중합은 제1 단량체 공급물로 만들어진 코어 및 후속 단량체 공급물로 만들어진 쉘을 갖는 중합체를 초래할 수 있다. 순차적 중합의 예 및 추가의 개시 내용을, 각각 마치 본원에 전체가 제시된 것처럼 그 전문이 포함되는, 미국 특허 제6,706,836호 (실시예 26 및 27를 포함함), 제6,465,591호, 및 제6,828,399호 및 미국 공개 특허 출원 제2003/0144446호에서 찾을 수 있다.

[0023] 다른 실시양태에서, 제1 단량체 혼합물 및 제2 단량체 혼합물을 동시에 반응기에 투입하고, 반응시키는 동시 공급을 사용할 수 있다. 동시 공급을 사용하는 일부 실시양태에서, 초기에 제1 단량체 혼합물의 일부 및 제2 단량체 혼합물의 일부를 반응기에 제공할 수 있다. 그러나, 이러한 출발 물질이 후속적으로 및 동시에 반응기에 투입되는 단량체 공급물과 동일할 때, 수득된 중합체 에멀젼은 코어 및 쉘을 갖는다고 생각되지 않고 그 대신에 응집된 배합물을 갖는다. 본원에서 제공된 예는 동시 공급을 사용하는 특정한 실시양태에서 사용될 수 있는 변수를 제공한다. 상기 공정은 단지 2종의 단량체 혼합물을 사용하는 것으로 기술되었지만, 관련 기술분야의 통상의 기술자라면 일부 실시양태에서는 추가의 혼합물 및 공급물을 사용할 수 있다는 것을 용이하게 알 것이다.

[0024] 개시제, 예컨대 해리성 개시제, 산화환원 개시제, 또는 유용성 개시제가 또한 공정 동안에 첨가될 수 있다. 예를 들어, 이러한 개시제는 과황산염, 예컨대 과황산암모늄, 과황산칼륨 및 과황산나트륨, 과산화수소, tert-부틸 히드로퍼옥시드, 및 아조 화합물, 예컨대 4,4'-아조비스(4-시아노발레르산)을 포함할 수 있지만 이로 제한되지 않는다. 산화환원 개시제는 과황산염과 중황산염, 예컨대 과황산나트륨과 메타중아황산나트륨, 과산화수소와 제1철 이온, 술파이트 이온, 비술파이트 이온 또는 아스코르브산, 및 히드로퍼옥시드와 술폭실레이트, 예컨대 tert-부틸 히드로퍼옥시드와 소듐 포름알데히드 술폭실레이트를 포함하지만 이로 제한되지 않는다. 예를 들어, 이러한 유용성 개시제는 2,2'-아조비스 (이소부티로니트릴), 2,2'-아조비스(2-메틸부티로니트릴), 벤조일 퍼옥시드, 및 라우릴 퍼옥시드를 포함할 수 있지만 이로 제한되지 않는다. 본원의 개시 내용을 바탕으로, 본원에서 사용되기에 적합한 다른 개시제가 관련 기술분야의 통상의 기술자에게 공지되어 있다.

[0025] 중합체 에멀젼의 제조에 있어서, 계면활성제가 또한 본원에서 개시되는 방법에서 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 계면활성제는 소듐 라우릴 에테르 술페이트, 예컨대 미국 오하이오주 신시네티의 코그니스(Cognis) (바스프 그룹(BASF Group)의 자회사)로부터 입수가능한 디스포닐(Disponil) FES 77 (32%)일 수 있다. 계면활성제는 본원에서 예에서 명시되는 바와 같은 초기 충전 혼합물 내에 포함될 수 있다. 일부 실시양태에서, 계면활성제는 단량체의 중량에 대한 계면활성제의 건조 중량을 기준으로 약 0.5% 내지 약 5%의 양으로 첨가될 수 있다. 다른 실시양태에서, 계면활성제는 단량체의 중량에 대한 계면활성제의 건조 중량을 기준으로 약 0.1% 내지 약 10%의 양으로 첨가될 수 있다. 그 밖의 다른 실시양태에서, 이러한 계면활성제의 양은 약 0.2% 내지 약 5%일 수 있고, 다른 실시양태에서 계면활성제의 양은 약 0.5% 내지 약 2%일 수 있다. 본원의 개시 내용을 바탕으로, 본원에서 사용되기에 적합한 다른 계면활성제가 관련 기술분야의 통상의 기술자에게 공지되어 있다.

[0026] 추가로 예를 들어, 비제한적으로 본원에서 개시되는 실시양태에서 사용되기에 적합할 수 있는 다른 음이온성 계면활성제는 소듐 디옥틸 술포숙시네이트, 라우릴 술페이트, 옥틸 술페이트, 2-에틸헥실 술페이트, 라우르아민 옥시드, 데실 술페이트, 트리데실 술페이트, 코코에이트, 라우로일 사르코시네이트, 라우릴 술포숙시네이트, 선형 C_{10} 디페닐 옥시드 디술포네이트, 라우릴 술포숙시네이트, 라우릴 에테르 술페이트 (1 및 2 몰 에틸렌

옥시드), 미스트리스틸 술페이트, 올레에이트, 스테아레이트, 탈레이트, 리시놀레에이트, 세틸 술페이트를 포함한다.

[0027] 일부 실시양태에서, 비이온성 계면활성제가 음이온성 계면활성제와 함께 사용될 수 있다. 예를 들어, 비제한적으로 본원에서 개시되는 실시양태에서 사용될 수 있는 비이온성 계면활성제는 메틸 글루세트-10, PEG-20 메틸 글루코스 디스테아레이트, PEG-20 메틸 글루코스 세스퀴스테아레이트, C_{11-15} 파레트-20, 세테트-12, 도독시놀-12, 라우레트-15, PEG-20 피마자유, 폴리소르베이트 20, 스테아레트-20, 폴리옥시에틸렌-10 세틸 에테르, 폴리옥시에틸렌-10 스테아릴 에테르, 폴리옥시에틸렌-20 세틸 에테르, 폴리옥시에틸렌-10 올레일 에테르, 폴리옥시에틸렌-20 올레일 에테르, 에톡실화 노닐페놀, 에톡실화 옥틸페놀, 에톡실화 도데실페놀, 또는 3 내지 20개의 에틸렌 옥시드 모이어티를 포함하는 에톡실화 지방 (C_6-C_{22}) 알콜, 폴리옥시에틸렌-20 이소헥사데실 에테르, 폴리옥시에틸렌-23 글리세롤 라우레이트, 폴리옥시-에틸렌-20 글리세릴 스테아레이트, PPG-10 메틸 글루코스 에테르, PPG-20 메틸 글루코스 에테르, 폴리옥시에틸렌-20 소르비탄 모노에스테르, 폴리옥시에틸렌-80 피마자유, 폴리옥시에틸렌-15 트리데실 에테르, 폴리옥시에틸렌-6 트리데실 에테르, 라우레트-2, 라우레트-3, 라우레트-4, PEG-3 피마자유, PEG 600 디올레에이트, PEG 400 디올레에이트, 옥시에탄올, 2,6,8-트리메틸-4-노닐옥시폴리에틸렌, 옥시에탄올: 옥틸페녹시 폴리에톡시 에탄올, 노닐페녹시 폴리에톡시 에탄올, 및 2,6,8-트리메틸-4-노닐옥시폴리에틸렌 알킬렌옥시폴리에틸렌옥시에탄올을 포함한다.

[0028] 추가로, 안정화제가 또한 에멀젼의 형성 공정에서 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 적합한 안정화제는 폴리비닐 알콜, 예컨대 대만의 타이베이의 창 춘 페트로케미칼 캄파니 리미티드(Chang Chun Petrochemical Co., Ltd.)로부터의 BP-04 (15%) 등급 또는 미국 텍사스주 휴스턴의 쿠라레이 아메리카, 인크.(Kuraray America, Inc.)로부터의 모위올(Mowiol) 4-88을 포함한다. 일부 실시양태에서, 미국 델라웨어주 윌밍턴의 듀폰 케미칼(Dupont Chemical)로부터의 엘바놀(Elvanol) 51-03 및/또는 일본 오사카의 세키스이 스페셜티 케미칼 캄파니 리미티드(Sekisui Specialty Chemical Co., Ltd.)로부터의 셀볼(Selvol) 203이 안정화제로서 사용될 수 있다. 안정화제는 초기 충전물 혼합물 및/또는 예비-에멀젼 혼합물 내에 포함될 수 있다. 일부 실시양태에서, 안정화제는 단량체의 중량에 대한 안정화제의 건조 중량을 기준으로 약 1% 내지 약 10%의 양으로 첨가될 수 있다. 본원의 개시 내용을 바탕으로, 본원에서 사용되기에 적합한 다른 안정화제가 관련 기술분야의 통상의 기술자에게 공지되어 있다.

[0029] 끝으로, 가교제가 임의로 에멀젼의 제조에서 사용될 수 있다. 일부 실시양태에서, 가교제가, 공중합체에, 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로, 각각의 사잇값을 포함하여, 약 0 내지 약 15 %의 양으로 첨가될 수 있다. 일부 실시양태에서, 가교제는 공중합체의 건조 중량을 기준으로 약 0 내지 약 10 %의 양으로 첨가될 수 있다. 다른 실시양태에서, 공중합체의 건조 중량을 기준으로 약 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 또는 10 %이다. 적합한 가교제는 포름알데히드, 멜라민 포름알데히드, 금속 염, 아지리딘, 이소시아네이트, 디크로메이트, 및 유사한 가교제를 포함하지만 이로 제한되지 않는다. 추가의 가교제는 다관능성 아지리딘, 폴리아미드-에피클로로히드린-유형 수지, 또는 카르보디이미드 화합물을 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서 가교제로서 사용될 수 있는 예시적인 금속 염은, 비제한적으로 탄산암모늄지르코늄, 탄산암모늄아연, 아세트산알루미늄, 아세트산칼슘, 아세트산크롬, 아세트산아연, 아세트산지르코늄을 포함한다. 다른 실시양태에서, 가교제는 에멀젼의 제조에서 사용되지 않는다. 달리 본원에서 지시되지 않는 한, 가교제를 언급하는 데 사용된 백분율은 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 나타낸다. 일부 실시양태에서, 가교제는 멜라민 포름알데히드 또는 멜라민 포름알데히드를 포함하는 혼합물을 포함한다. 일부 실시양태에서, 가교제는 바람직하게는 약 1% 내지 약 10%, 더 바람직하게는 2% 내지 5%, 가장 바람직하게는 3% 내지 4%의 퍼센트 중량의 양으로 존재할 수 있다.

[0030] 상기에 명시된 바와 같이, 단량체 공급물 내의 수용성 단량체 또는 단량체들과 예비-에멀젼 공급물 내의 수불용성 단량체 또는 단량체들을 공중합시킴으로써 에멀젼을 제조할 수 있다. 하나의 예시적인 실시양태에서, 또한 제조 공정 동안에 초기 충전물 (또한 "반응기 충전물"이라고 언급됨), 촉매 공급물, 활성제 공급물, 및 후-첨가 공급물을 반응기에 투입함으로써 제조 공정을 수행할 수 있다.

[0031] 에멀젼을 제조하기 위한 예시적인 공정을 초기 충전물을 반응기에 투입함으로써 개시할 수 있다. 일부 실시양태에서, 초기 충전물은 탈이온수 및 1종 이상의 계면활성제를 포함할 수 있다. 계면활성제는 공중합될 단량체 또는 단량체의 군의 혼화성을 개선하도록 선택될 수 있다. 일부 실시양태에서, 소듐 라우릴 에테르 술페이트가 초기 충전물에서 계면활성제로서 사용될 수 있다.

[0032] 초기 충전물은 또한 안정화제, 예컨대 폴리비닐 알콜, 계면활성제, 예컨대 소듐 라우릴 에테르 술페이트, 개시

제, 예컨대 3급-부틸 히드로퍼옥시드, 활성제, 예컨대 소듐 히드록시메탄술피네이트 (미국 펜실배니아주 뉴턴 스퀘어의 브루게만 케미칼(Bruggemann Chemical)로부터 제품명 브루골라이트(Bruggolite) E01로서 입수가능함), 및 산소 소거제, 예컨대 소듐 아이언 에틸렌디아민테트라아세테이트 ("NaFe EDTA") (미국 조지아주 스와니의 수프림 리소시즈, 인크.(Supreme Resources, Inc.)로부터 입수가능함)를 포함할 수 있다. 이러한 초기 충전물을 반응기에 첨가할 수 있고, 적절한 속도, 예컨대 분당 80회로 교반을 개시하여 제조 공정을 시작할 수 있다. 반응기 내용물을 또한 약 50℃ 내지 약 60℃의 범위의 온도로 가열할 수 있다. 일부 실시양태에서, 반응기 내용물을 약 53℃ 내지 약 55℃의 범위에서 가열할 수 있다. 다른 실시양태에서, 반응기 내용물을 약 55℃로 가열할 수 있다.

[0033] 반응기의 내용물을 요망되는 온도로 가열한 후에, 단량체 공급물의 일부 및 예비-에멀젼 공급물의 일부를 반응기에 첨가할 수 있다. 일부 실시양태에서, 이러한 단계에서 반응기에 첨가되는 단량체 공급물 대 예비-에멀젼 공급물의 비는 약 2.5:1 내지 약 3.5:1일 수 있고, 일부 실시양태에서 상기 비는 약 3:1일 수 있다. 추가로, 각각의 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물의 중량 백분율의 약 5 내지 7 %인 초기 양의 공급물을 첨가할 수 있다.

[0034] 이들 초기 단량체 혼합물을 반응기에 첨가한 후에, 반응기에의 활성제 공급물의 첨가를 개시할 수 있다. 활성제 공급물은 소듐 히드록실메탄술피네이트, 예컨대 미국 펜실배니아주 뉴턴 스퀘어의 브루게만 케미칼로부터 입수가능한 브루골라이트 E01을 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 활성제 공급물을, 후속적으로 공급이 개시되는 단량체 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 동시에 또는 고갈된 후에 상기 내용물이 고갈되도록 하는 일정한 속도로, 공급할 수 있다. 일부 실시양태에서, 활성제 공급물은 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈된 지 약 30분 이내에, 예컨대 20분 후에 고갈될 수 있다.

[0035] 활성제 공급물의 공급의 개시 후에, 추가의 내용물을 첨가하지 않고서, 반응기 내용물의 교반을 짧은 기간 동안, 예컨대 10분 동안 지속할 수 있다. 이어서, 적합한 시간이 경과한 후에, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물을 반응기에 공급할 수 있다. 이들 공급물을 이의 내용물이 미리 결정된 시간이 끝날 즈음에 반응기에 완전히 첨가되도록 각각의 첨가 속도로 첨가할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시양태에서, 이들 공급물의 내용물을 약 4.5시간에 걸쳐 일정하게 첨가할 수 있다. 상기에 명시된 바와 같이, 활성제 공급물이 또한 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물이 고갈됨과 동시에 고갈되도록 하는 속도로 활성제 공급물을 공급한다.

[0036] 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물의 내용물을 반응기에 완전히 첨가한 후에, 반응기를 상기에 논의된 요망되는 온도에서 유지할 수 있다. 반응기 환경을 약 30분 동안 유지할 수 있고, 이어서 후-첨가 공급물을 반응기에 첨가할 수 있다. 후-첨가 공급물은 개시제, 예컨대 3급-부틸 히드로퍼옥시드 또는 살생물제, 예컨대 미국 코네티컷주 트럼벌의 토르 스페셜티즈, 인크.(Thor Specialties, Inc.)로부터 입수가능한 악티시드(Acticide) GA (염소화 및 비-염소화 이소티아졸리논과 2-브로모-2-니트로-1,3-프로판디올의 수성 블렌드)를 포함할 수 있다. 후-첨가 공급물을 투입한 후에, 반응 환경을 약 1시간 동안 유지할 수 있다.

[0037] 예를 들어, 범주를 제한하려는 의도 없이, 1종의 에멀젼의 예를, 표 1에 제시된 성분을 사용하여, 일부 실시양태에서는 언급된 순서대로 수행될 수 있는 하기 단계를 수행함으로써, 형성할 수 있다:

[0038] 1. 초기 충전물을 반응기에 첨가하고, 80 RPM에서 교반하는 단계;

[0039] 2. 반응기 내용물을 55℃로 가열하고, 유지하는 단계;

[0040] 3. 단량체, 촉매 및 활성제 공급물을 제조하는 단계;

[0041] 4. 반응기의 이전의 내용물이 55℃에 도달할 때 하기 내용물을 반응기에 첨가하는 단계:

[0042] 단량체 공급물: 13.7 lb

[0043] 예비-에멀젼 공급물: 4.7 lb;

[0044] 5. 활성제 공급물의 공급을 개시하는 단계 (t=0);

[0045] 6. 10분 후에 (t=10), 예비-에멀젼, 단량체, 및 촉매 공급물을 270분에 걸쳐 투입하기 시작하는 단계;

[0046] 7. 반응기 내용물을 55℃에서 유지하는 단계;

[0047] 8. 예비-에멀젼이 공급물로부터 고갈된 후에, 탱크를 세척하고, 이와 동시에 탈이온수로 세정하는 단계;

[0048] 9. 활성제 공급물을 완전히 첨가한 후에 (~t=300); 30분 동안 교반하면서 환경을 유지하는 단계; 및

[0049] 10. 전술된 30분의 기간 후에 (~t=330), 후-첨가 공급물을 첨가하고, 반응기 내용물을 약 55℃에서 1시간 동안 유지하는 단계 (~t=390까지).

[0050] <표 1>

배치 크기			600 lb
초기 충전물	부	총 %	배치
BP-04 (15%) 폴리비닐 알콜	8.12	0.0203	12.2
디스포닐 FES 77 (32%)	0.08	0.0002	0.12
NaFe EDTA	0.01	0.0000	0.01
t-부틸 히드로퍼옥시드	0.10	0.0002	0.14
탈이온수	56.16	0.1402	84.1
반응기 충전물 총	***64.46***		***96.55***
단량체 공급물			
탈이온수	140.09	0.3497	209.8
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	75.00	0.1872	112.3
공급물 총	***215.09***		***322.2***
예비 에멀젼 (초기 탱크)			
탈이온수	7.92	0.0198	11.9
디스포닐 FES 77 (32%)	3.56	0.0089	5.3
폴리비닐 알콜 (BP-04 (15%))	8.12	0.0203	12.2
2-에틸헥실 아크릴레이트	11.00	0.0275	16.5
메틸 메타크릴레이트	11.00	0.0275	16.5
메타크릴산	3.00	0.0075	4.5
수산화암모늄 (19%)	2.25	0.0056	3.37
예비-에멀젼 총	***46.84***		***70.2***
촉매 공급물			
탈이온수	16.28	0.0406	24.4
t-부틸 히드로퍼옥시드	0.38	0.0009	0.57
촉매 총	***16.66***		***25.0***
활성제 공급물			
탈이온수	14.05	0.0351	21.0
브루골라이트 E01	0.28	0.0007	0.42
활성제 총	***14.32***		***21.5***
후-첨가물 공급물			
t-부틸 히드로퍼옥시드	0.20	0.0005	0.30
살생물제 (악티시드 GA)	0.11	0.0003	0.17
탈이온수	1.98	0.0049	2.97
세정수			
탈이온수	4.21	0.0105	6.3
희석			
탈이온수	36.69	0.0916	55.0
총	400.56	1.000	600.0

[0051]

[0052] 표 1의 성분을 사용하는 상기 절차를 바탕으로, 공급 속도 정보가 하기와 같이 요약될 수 있다:

단량체	속도 1	속도 2
중량(lb)	13.7	308.5
시간(min)		270
속도(lb/min)		1.14

촉매	속도 1
중량(lb)	25.0
시간(min)	270
속도(lb/min)	0.09

예비-에멀젼	속도 1	속도 2
중량(lb)	4.7	65.5
시간(min)		270
속도(lb/min)		0.24

활성제	속도 1
중량(lb)	21.5
시간(min)	300
속도(lb/min)	0.07

[0053]

[0054] 두 번째로 예를 들어, 에멀젼을 또한 하기 표 2에 제시된 성분을 사용하여 하기 단계를 수행함으로써 제조하였

다:

[0055] 1. 반응기 충전물을 반응기에 첨가하고; 반응기 내용물을 교반하고, 55℃ 욕을 사용하여 53 내지 55℃로 가열하는 단계;

[0056] 2. 단량체 공급물 35.2 g 및 예비-에멀젼 공급물 11.1 g을 반응기에 첨가하는 단계;

[0057] 3. 활성제 공급물의 공급을, 이를 300분 내에 고갈시키는 속도, 즉, 0.17 g/min (51.0 g)으로 개시하는 단계;

[0058] 4. 시스템을 10분 동안 유지하고, 이어서 단량체 공급물 및 예비-에멀젼 공급물의 공급을, 이를 270분 내에 고갈시키는 속도, 즉, 각각 1.90 g/min (512.8 g) 및 0.57 g/min (154.7 g)으로 개시하는 단계;

[0059] 5. 시스템 내의 반응 환경을 30분 동안 유지하는 단계;

[0060] 6. 활성제 공급물의 내용물을 완전히 첨가한 후에 후-첨가 공급물을 첨가하는 단계; 및

[0061] 7. 반응 환경을 약 1시간 동안 유지하고, 이어서 냉각시키는 단계.

[0062] <표 2>

반응기 충전물	중량 (그램)
모위올 4-88 (15%)	28.9
디스포닐 FES 77(32%)	0.28
NaFe EDTA	0.02
TBHP 70	0.28
탈이온수	197.3
반응기 충전물 총	226.8
#1 단량체 공급물	
탈이온수	279.6
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	267.0
TBHP 70	1.41
단량체 공급물 총	548.0
#2 예비-에멀젼 공급물	
탈이온수	28.2
디스포닐 FES 77 (32%)	12.7
모위올 4/88 (15%)	28.9
NH_3 (30%)	7.0
2-에틸헥실 아크릴레이트	78.3
메타크릴산	10.7
에멀젼 공급물 총	165.8

#3 활성제 공급물	
탈이온수	50.0
브루콜라이트 E01	0.99
활성제 공급물 총	51.0
후-첨가물 공급물	
TBHP 70	0.71
악티시드 GA	0.40
탈이온수	7.05
희석	
탈이온수	425.00
총	1424.8

[0063]

[0064] 상기 설명 및 예에 의해 제시된 바와 같이, 50% 초과의 수용성 단량체 및 적어도 10%의 수불용성 단량체를 포함하는 총 단량체 양을 갖도록 제조된 수성 에멀젼이 제공될 수 있다. 일부 실시양태에서, 수용성 단량체는, 각각의 사잇값을 포함하여, 공정에서 사용된 총 단량체의 약 50% 내지 약 90%를 차지할 수 있다. 다른 실시양태

에서, 수용성 단량체는 총 단량체 함량의 약 75%를 차지할 수 있다. 추가로, 에멀젼을 약 10% 이상의 수불용성 단량체를 사용하여 형성할 수 있다. 일부 실시양태에서, 1종 이상의 수용성 단량체는, 각각의 사잇값을 포함하여, 공정에서 사용된 총 단량체의 약 10% 내지 약 50%를 차지할 수 있다. 일부 실시양태에서, 다수의 상이한 가용성 및/또는 불용성 단량체들이 단량체 내용물의 일부로서 사용될 수 있다. 에멀젼이 코팅으로서 사용되는 실시양태에서, 수용성 단량체(들)는 바람직한 착용 특징을 제공할 수 있는 히드로겔 속성을 코팅에 부여할 수 있고, 수불용성 단량체(들)는 다른 바람직한 특성 및 성능 특징을 코팅에 제공할 수 있다. 그러므로, 수용성 및 수불용성 단량체 비율은 특정한 응용분야에서 요망되는 특징을 초래하도록 달라질 수 있다.

[0065] 수용성 공중합체 코팅, 용매계 공중합체 코팅, 및 공중합체 에멀젼 코팅의 샘플 상에서 시험을 수행하였고, 여기서 중합체 에멀젼을 본원에서 개시되는 절차에 따라 제조하였다. 샘플을 명시된 단량체 비를 사용하여 제조하였다. 각각의 샘플을 위한 성분이 하기에 규정된 바와 같이 개질되었다는 것을 제외하고는 표 2의 성분에 대해 상기에 제시된 절차를 사용하여 에멀젼 샘플을 제조하였다.

[0066] <표 3>

샘플 참조번호	중합체 기재	HEMA/EHA/MAA
1	물	60/30(HBA)/10
2	물	60/30(HBA)/10
3	물	90/0/10
4	물	90/0/10
5	물	97/0/3
6 (90% 샘플 3 - 10%샘플 2)	물	87/3(HBA)/10
7 (90% 샘플 3 - 10%샘플 2)	물	87/3(HBA)/10
8	용매	68/23/9
9	용매	93/5/2
10	용매	95/5/0
11	용매	75/25/0
12	에멀젼	75/22/3
13	에멀젼	75/22/3
14	에멀젼	75/22/3
15	에멀젼	75/22(EHMA)/3
16	에멀젼	75/22(EHMA)/3
17	에멀젼	75/22(LM)/3
18	에멀젼	75/22(LM)/3 와 실리카
19	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/11/11/3)
20	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/14/8/3)
21	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/17/6/3)
22	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/19/3/3)
23	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75:11.8:11.8:1.5)
24	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/10.3/10.3/4.5)
25	에멀젼	(HEMA/EHA/MMA/MAA: 75/9.5/9.5/6.0)

[0067]

[0068] 상기에 및 본원에서 사용되는 바와 같은 용어 HEMA는 2-히드록시에틸 메타크릴레이트를 나타내고, EHA는 2-에틸

헥실 아크릴레이트를 나타내고, HBA는 4-히드록시부틸 아크릴레이트를 나타내고, MAA는 메타크릴산을 나타내고, EHMA는 2-에틸헥실 메타크릴레이트를 나타내고, LM은 라우릴 메타크릴레이트를 나타내고, MMA는 메틸 메타크릴레이트를 나타낸다. 추가로, 상기에 언급된 가교제는 다관능성 아지리딘인 2% XC113 (중국 상하이의 상하이 질첸 캄파니 리미티드(Shanghai Zealchen Co. Ltd.)로부터 입수가능함), 티타늄 아세틸아세토네이트인 0.5% 타이조르(Tyzor) AA (미국 델라웨어주 윌밍턴의 듀폰으로부터 입수가능함), 수용성 폴리아미드-에피클로로히드린-유형 수지인 2% 폴리컵(Polycup) 172 (미국 오하이오주 콜럼버스의 애쉬랜드(Ashland)로부터 입수가능함), 및 카르보디이미드 화합물인 2% 카르보딜라이트(Carbodilite) E-02 (일본 지바의 니신보 케미칼 인크.(Nissinbo Chemical Inc.)로부터 입수가능함)이다. 가교제의 양은 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 한다.

[0069] 평가되는 비교용 샘플을 하기 일반적 절차에 따라 하기에 명시되는 대략적 변수를 사용하여 제조하였다:

[0070] <표 4>

샘플 1 및 2		
반응기 충전물	**그램**	**절차**
탈이온수	485.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 약 74 내지 75℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 3. 10 분 후, 단량체 공급물의 공급을 3.33 g/min 으로 개시한다 (3 시간). 4. 단량체 공급물을 공급한 후, 30 분을 기다리고, 이어서 쿡-오프 #1 의 첨가를 0.84 g/min 으로 개시한다 (1 시간). 5. 쿡-오프 #1 을 첨가한 지 약 30 분 후에 쿡-오프 #2 의 첨가를 0.84 g/min 으로 개시한다 (1 시간). 6. 필요에 따라 희석수를 첨가한다. 7. 쿡-오프 #2 를 완전히 첨가한 후, 약 30 분을 기다리고, 이어서 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
초기 개시제		
탈이온수	15.0	
과황산나트륨 (1.0% BOM)	3.0	
단량체 공급물		
2-히드록시메틸 메타크릴레이트	180.0	
4-히드록시부틸 아크릴레이트	90.0	
메타크릴산	30.0	
탈이온수	285.0	
수산화암모늄	14.0	
쿡-오프(cook-off)#1		
탈이온수	50.0	
과황산나트륨	0.30	
쿡-오프 #2		
탈이온수	50.0	
메타중아황산나트륨	0.30	
총	1202.6	

[0071]

[0072] <표 5>

샘플 3 및 4		
반응기 충전물	**그램**	**절차**
탈이온수	727.5	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 74 내지 75℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 3. 10 분 후, 단량체 공급물의 공급을 5.27 g/min 으로 개시한다 (3 시간). 4. 단량체 공급물을 공급한 후, 30 분을 기다리고, 이어서 쿡-오프 #1 을 첨가한다. 5. 1 시간 후, 쿡-오프 #2 를 첨가한다. 6. 1 시간 후, 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
초기 개시제		
탈이온수	22.5	
과황산나트륨 (0.5% BOM)	2.25	
단량체 공급물		
2-히드록시메틸 메타크릴레이트	405	
메타크릴산	45.0	
탈이온수	477.5	
수산화암모늄	21.0	
쿡-오프 #1		
탈이온수	50.0	
과황산나트륨	0.5	
쿡-오프 #2		
탈이온수	50.0	
메타중아황산나트륨	0.5	
총	1801.7	

[0073]

[0074] <표 6>

샘플 5		
반응기 충전물	**그램**	**절차**
탈이온수	565.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 74 내지 75℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기에 첨가한다. 3. 초기 개시제를 첨가한 후에 10 분을 기다리고, 이어서 단량체 공급물의 공급을 3.29 g/min 으로 개시하고 (592g) (3 시간) N_2를 중단시킨다. 4. 단량체 공급물을 첨가한 후, 1 시간을 기다리고, 이어서 쿡-오프 #1 을 첨가한다. 5. 쿡-오프 #1 을 첨가한 후, 1 시간을 기다리고, 이어서 쿡-오프 #2 를 첨가한다. 6. 쿡-오프 #2 를 첨가한 지 1 시간 후, 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
초기 개시제		
탈이온수	15.0	
과황산나트륨	3.0	
단량체 공급물		
2-HEMA (산 에스테르스(San Esters))	291.0	
메타크릴산	9.0	
탈이온수	283.0	
수산화암모늄 (19%)	12.0	
쿡-오프 #1		
탈이온수	10.00	
과황산나트륨	0.30	
쿡-오프 #2		
탈이온수	10.00	
메타중아황산나트륨	.30	
악티시드 GA	1.40	
총	1200.0	

[0075]

[0076] <표 7>

샘플 8		
단량체 혼합물	**그램**	**절차**
2-히드록시에틸 메타크릴레이트 (산 에스테르)	204.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 74 내지 75℃로 가열한다. (샘플 8 의 경우에, 반응 온도는 약 70℃ 내지 약 76℃로 변동하지만 주로 명시된 74 내지 75 ℃의 범위에서 유지된다) 약 15 내지 30 분을 기다린다.
2-에틸헥실 아크릴레이트	69.0	
메타크릴산	27.0	
에탄올	204.0	
에틸 아세테이트	69.0	
메탄올	27.0	2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 첨가 후에 N_2를 제거한다.
		3. "킥 오프(kick off)"후, 10 분을 기다리고 단량체 공급물의 공급을 3.33 g/min 으로 개시한다 (599g) (3 시간). 샘플 8 의 경우에, 초기 개시제를 첨가한 지 약 30 분 후에 단량체 공급물의 공급을 개시한다.
반응기 충전물		
단량체 혼합물	150.0	
		4. 필요에 따라 용매 공급물의 공급을 개시한다: (2 시간) = 2.28 g/min (273g). 샘플 8 의 경우에, 용매 공급물의 공급을 단량체 공급물의 공급을 개시한 지 약 2.5 시간 후에 개시하고 약 45 분 동안 지속하고, 이어서 약 15 분 후에 다시 개시한다.
초기 개시제		
바조 64 (0.1% BOM)	0.08	
에탄올	10.00	
		5. 단량체 공급물을 공급한 후, 약 15 내지 30 분을 기다리고, 이어서 쿡-오프 공급물의 공급을 0.34g/min 으로 개시한다 (41g). 1 시간을 기다리고, 이어서 4%로 희석하고, 냉각 및 배출을 개시한다.
단량체 공급물		
단량체 혼합물	450.0	
바조 64 (0.1% BOM)	0.23	
		본원에서 사용되는 바와 같은 "킥 오프"는 반응 또는 중합이 시작할 때를 나타내고, 이는 반응 온도의 상승 또는 반응물이 비등하기 시작함에 따른 반응기 내에서의 기포의 발생 또는 점도의 증가 또는 공기의 포획에 의해 드러난다.
용매 공급물		
에탄올	204	
에틸 아세테이트	69	
쿡-오프 공급물		
바조 64	1.0	
에탄올	40.00	
최종 희석		
이소프로필 알콜	75.70	
총	1000.0	

주: 바조 64 는 미국 델라웨어주 윌밍턴의 듀폰으로부터 입수가능한 2,2'-아조비스(2-메틸프로피오니트릴)이다.

[0077]

[0078] <표 8>

샘플 9		
단량체 혼합물	**그램**	**절차**
2-히드록시에틸 메타크릴레이트 (산 에스테르)	279.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 74 내지 75℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 3. "킥 오프" 기포 발생이 관찰된 후, 10 분을 기다리고 단량체 공급물의 공급을 2.50 g/min 으로 개시한다 (450.2g) (3 시간). 샘플 9 의 경우에, 초기 개시제를 첨가한 지 약 30 분 후에 단량체 공급물의 공급을 개시한다. 4. 필요에 따라 용매 공급물의 공급을 2.28 g/min 으로 개시한다: (273g) (2 시간). 샘플 9 의 경우에, 용매 공급물의 공급을 단량체의 공급을 개시한 지 약 2.5 시간 후에 개시하고 약 1.5 시간 동안 실행하고, 이어서 약 1.5 시간 후에 다시 개시하여 쿡-오프가 개시된 후에 나머지 용매 공급물을 첨가한다. 5. 단량체 공급물을 공급한 후, 30 분을 기다리고 (샘플 9 의 경우에 약 1 시간을 기다림), 이어서 쿡-오프 공급물의 공급을 0.34g/min 으로 개시한다 (41g) (2 시간). 쿡-오프 공급물을 첨가한 후에 1 시간을 기다리고 (샘플 9 의 경우에 약 30 분), 이어서 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
2-에틸헥실 아크릴레이트	15.0	
메타크릴산	6.0	
메탄올	231.0	
에틸 아세테이트	69.0	
반응기 충전물		
단량체 혼합물	150.0	
초기 개시제		
바조 64 (0.1% BOM)	0.08	
에틸 아세테이트	10.0	
단량체 공급물		
단량체 혼합물	450.0	
바조 64 (0.1% BOM)	0.23	
용매 공급물		
에탄올	204	
에틸 아세테이트	69	
쿡-오프 공급물		
바조 64	1.0	
에틸 아세테이트	20.0	
에탄올	20.0	
최종 희석		
이소프로필 알콜	75.70	
에탄올	200.0	
총	1200	

[0079]

[0080] <표 9>

샘플 10		
단량체 혼합물	**그램**	**절차**
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	285.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 68 내지 70℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 3. "킥 오프" 후, 10 분을 기다리고, 이어서 단량체 공급물의 공급 (N_2 사용)을 3.96 g/min 으로 개시한다 (713.2g) (3 시간). 4. 단량체 공급물을 첨가한 후, 30 분을 기다리고, 이어서 쿡-오프 공급물의 공급을 0.34 g/min 으로 개시한다 (41g) (2 시간). 5. 쿡-오프 공급물을 첨가한 후에 1 시간 동안 정치시키고, 이어서 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
2-에틸헥실 아크릴레이트 EHA	15.0	
메탄올	240.0	
에탄올	270.0	
에틸 아세테이트	140.0	
반응기 충전물		
단량체 혼합물 (75g 단량체)	240.0	
초기 개시제		
바조 64 (0.1% BOM)	0.08	
에틸 아세테이트	10.00	
단량체 공급물		
단량체 혼합물	710.0	
바조 64 (0.1% BOM)	0.22	
쿡-오프 공급물		
바조 64	1.0	
에틸 아세테이트	20.0	
에탄올	20.0	
총	1001.3	

[0081]

[0082] <표 10>

샘플 11		
단량체 혼합물	**그램**	**절차**
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	225.0	1. 반응기 충전물을 첨가하고 N_2 퍼지를 사용하여 68 내지 70℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 초기 개시제를 가열된 반응기 충전물에 첨가한다. 3. 킥 오프 후, 10 분을 기다리고, 이어서 단량체 공급물의 공급 (N_2 사용)을 3.96 g/min 으로 개시한다 (713.2g) (3 시간). 4. 단량체 공급물을 첨가한 후, 30 분을 기다리고, 이어서 쿡-오프 공급물의 공급을 0.34 g/min 으로 개시한다 (41g) (2 시간). 5. 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
2 에틸헥실 아크릴레이트	75.0	
메탄올	240.0	
에탄올	270.0	
에틸 아세테이트	140.0	
반응기 충전물		
단량체 혼합물 (75g 단량체)	240.0	
초기 개시제		
바조 64 (0.1% BOM)	0.08	
에틸 아세테이트	10.00	
단량체 공급물		
단량체 혼합물	710.0	
바조 64 (0.1% BOM)	0.22	
쿡-오프 공급물		
바조 64	1.0	
에틸 아세테이트	20.0	
에탄올	20.0	
총	1001.3	

[0083]

[0084] <표 11>

샘플 12, 13, 및 14		
반응기 충전물	그램	절차
모위올 4/88 (15%)	28.9	1. 반응기 충전물을 첨가하고 55℃ 욕을 사용하여 53 내지 55 ℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 단량체 공급물 35.2g 및 예비-에멀젼 11.1g 을 첨가한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 3. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min 으로 개시한다 (51.0g) (300 분). 4. 15 분 후, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼의 공급을 개시한다. 단량체 공급물을 1.90 g/min 으로 공급하고 (512.89g) (270 분), 예비-에멀젼을 0.57 g/min 으로 공급한다 (154.7g) (270 분). 5. 활성제 공급물을 첨가한 후에 30 분을 기다리고, 이어서 후-첨가물을 첨가한다. 이어서, 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
디스포닐 FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
탈이온수	197.3	
단량체 공급물		
탈이온수	279.6	
HEMA	267.0	
TBHP 70	1.41	
예비-에멀젼		
탈이온수	28.2	
디스포닐 FES 77 (32%)	12.7	
모위올 4/88 (15%)	28.9	
NH_3 (30%)	7.0	
에틸헥실 아크릴레이트	78.3	
메타크릴산	10.7	
활성제 공급물		
탈이온수	50.0	
브루골라이트 E01	0.99	
후-첨가물		
TBHP 70	0.71	
악티시드 GA	2 방울	
탈이온수	7.05	
탈이온수	425	
총	1425	

[0085]

[0086] <표 12>

샘플 15 및 16		
반응기 충전물	그램	절차
모위올 4/88 (15%)	28.9	1. 반응기 충전물을 첨가하고 55℃ 욕을 사용하여 53 내지 55 ℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 단량체 공급물 35.2g 및 예비-에멀젼 11.1g 을 첨가한다. 3. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min 으로 개시한다 (51.0g) (300 분). 4. 10 분 후, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼의 공급을 개시한다. 단량체 공급물을 2.93 g/min 으로 공급하고 (792.4g) (270 분), 예비-에멀젼을 0.57 g/min 으로 공급한다 (154.7g) (270 분). 단량체 공급물 및 예비-에멀젼을 첨가한 후, 희석으로부터 탈이온수 10g 을 첨가한다. 5. 활성제 공급물을 첨가한 후에 30 분을 기다리고, 이어서 후-첨가물을 첨가한다. 후-첨가물을 첨가한 후에 1 시간을 기다리고, 이어서, 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
디스포닐 FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
탈이온수	197.3	
단량체 공급물		
탈이온수	559.2	
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	267.0	
TBHP 70	1.4	
예비-에멀젼		
탈이온수	28.2	
디스포닐 FES 77 (32%)	12.7	
모위올 4/88 (15%)	28.9	
NH_3 (19%)	7.0	
2-에틸헥실 메타크릴레이트	78.3	
메타크릴산	10.7	
활성제 공급물		
탈이온수	50.0	
브루골라이트 E01	1.0	
후-첨가물		
TBHP 70	0.71	
악티시드 GA	0.40	
탈이온수	7.05	
희석		
탈이온수	135.6	
총	1425.0	

[0087]

[0088] <표 13>

샘플 17 및 18		
반응기 충전물	그램	절차
모위올 4/88 (15%)	28.9	1. 반응기 충전물을 첨가하고 55℃ 욕을 사용하여 53 내지 55 ℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 단량체 공급물 35.2g 및 예비-에멀젼 11.1g 을 첨가한다. 3. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min 으로 개시한다 (51.0g) (300 분). 4. 10 분 후, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼의 공급을 개시한다. 단량체 공급물을 2.93 g/min 으로 공급하고 (792.4g) (270 분), 예비-에멀젼을 0.57 g/min 으로 공급한다 (154.7g) (270 분). 5. 활성제 공급물을 첨가한 후에 30 분을 기다리고, 이어서 후-첨가물을 첨가한다. 후-첨가물을 첨가한 후에 1 시간을 기다리고, 이어서 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
디스포닐 FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
탈이온수	197.3	
단량체 공급물		
탈이온수	559.2	
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	267.0	
TBHP 70	1.41	
예비-에멀젼		
탈이온수	28.2	
디스포닐 FES 77 (32%)	12.7	
모위올 4/88 (15%)	28.9	
NH_3 (19%)	7.0	
라우릴 메타크릴레이트 (LM)	78.3	
메타크릴산	10.7	
활성제 공급물		
탈이온수	50.0	
브루골라이트 E01	0.99	
후-첨가물		
TBHP 70	0.71	
악티시드 GA	0.40	
탈이온수	7.05	
희석		
탈이온수	135.6	
총	1425.0	

[0089]

[0090] <표 14>

샘플 19		
반응기 충전물	그램	절차
모위올 4/88 (15%)	28.9	1. 반응기 충전물을 첨가하고 55℃ 욕을 사용하여 53 내지 55 ℃로 가열한다. 약 15 내지 30 분을 기다린다. 2. 단량체 공급물 35.2g 및 예비-에멀젼 11.1g 을 첨가한다. 3. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min 으로 개시한다 (51.0g) (300 분). 4. 10 분 후, 단량체 공급물 및 예비-에멀젼의 공급을 개시하고, 이때 단량체 공급물을 2.90 g/min 으로 공급하고 (792.4g) (270 분), 예비-에멀젼을 0.57 g/min 으로 공급한다 (154.7g) (270 분). 5. 활성제 공급물을 첨가한 후에 30 분을 기다리고, 이어서 후-첨가물을 첨가한다. 1 시간을 기다리고, 이어서 4%로 희석하고 냉각 및 배출을 개시한다.
디스포닐 FES 77(32%)	0.28	
NaFe EDTA	0.02	
TBHP 70	0.28	
탈이온수	197.3	
단량체 공급물		
탈이온수	559.2	
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	267.0	
TBHP 70	1.41	
예비-에멀젼		
탈이온수	28.2	
디스포닐 FES 77 (32%)	12.7	
모위올 4/88 (15%)	28.9	
NH_3 (19%)	7.0	
2-EHA	39.2	
메틸 메타크릴레이트	39.2	
메타크릴산	10.7	
활성제 공급물		
탈이온수	50.0	
브루골라이트 E01	0.99	
후-첨가물		
TBHP 70	0.71	
악티시드 GA	0.40	
탈이온수	7.05	
세정수		
탈이온수	15.00	
희석		
탈이온수	130.60	
총	1425.0	

[0091]

[0092] 평가되는 에멀젼 샘플 20, 21 및 22를 하기 일반적 절차에 따라 하기 표 15에 명시되는 대략적 변수를 사용하여 제조하였다:

[0093] 1. 반응기 초기 충전물을 첨가하고, 배치를 55℃로 가열한다;

[0094] 2. 예비-에멀젼 1.1그램 및 단량체 공급물 68.8그램을 반응기에 첨가한다;

[0095] 3. 배치를 정치시켜 배치 온도가 55℃로 평형을 이루도록 한다;

[0096] 4. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min으로 15분 동안 개시한다;

[0097] 5. 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 270분 동안 동시에 공급한다;

[0098] 6. 활성제 공급물을 공급한 후에, 배치를 30분 동안 쿠킹한다;

[0099] 7. 후-첨가물을 첨가하고, 또 한번 60분 동안 정치시킨다;

[0100] 8. 배치를 냉각시키고 살생물제를 첨가하고, 세정하고, 희석한다.

[0101] <표 15>

	샘플 20	샘플 21	샘플 22
반응기 초기 충전물	충전물 (그램)	충전물 (그램)	충전물 (그램)
BP-04 (15%)	34.3	34.3	34.3
NaFe EDTA	0.02	0.02	0.02
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
탈이온수	190.5	190.5	190.5
단량체 공급물			
탈이온수	547.0	547.0	547.0
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	262.0	262.0	262.0
t-BHP, 70%	0.83	0.83	0.83
예비-에멀젼			
탈이온수	21.5	21.5	21.5
디스포닐 FES 77 (32%)	15.2	15.2	15.2
BP-04 (15%)	34.3	34.3	34.3
암모니아, 19%	16.0	16.0	16.0
2-에틸헥실 아크릴레이트	48.1	57.8	67.4
메틸 메타크릴레이트	28.9	19.3	9.6
메타크릴산	10.5	10.5	10.5
활성제 공급물, 고체			
탈이온수	49.6	49.6	49.6
브루골라이트 E01	1.00	1.00	1.00
후-첨가물			
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
탈이온수	2.00	2.00	2.00
브루골라이트 E01	0.19	0.19	0.19
NaFe EDTA	0.01	0.01	0.01
탈이온수	5.00	5.00	5.00
살생물제			
악티시드 GA	0.40	0.40	0.40
탈이온수	6.90	6.90	6.90
세정수			
탈이온수	14.70	14.70	14.70
희석			
탈이온수	110.70	110.70	110.70
총계	**1400.1**	**1400.2**	**1400.1**

[0102]

[0103] 추가로, 일부 실시양태에서, 코팅의 건조 착용 성능은 단량체 공급물 및/또는 예비-에멀젼 공급물 내의 산 단량체, 예컨대 메타크릴산에 의해 추가로 개선될 수 있다. 예를 들어, 평가되는 에멀젼 샘플 23, 24 및 25를 하기 표 16을 바탕으로 하기 일반적 절차에 따라 하기에 명시되는 대략적 변수를 사용하여 제조하였다:

[0104] 1. 반응기 초기 충전물을 첨가하고, 배치를 55℃로 가열한다;

[0105] 2. 예비-에멀젼 1.1그램 및 단량체 공급물 68.8그램을 반응기에 첨가한다;

[0106] 3. 배치를 정치시켜 배치 온도가 55℃로 평형을 이루도록 한다;

[0107] 4. 활성제 공급물의 공급을 0.17 g/min으로 15분 동안 개시한다;

[0108] 5. 단량체 공급물과 예비-에멀젼 공급물을 270분 동안 동시에 공급한다;

[0109] 6. 활성제 공급물을 공급한 후에, 배치를 30분 동안 쿠킹한다;

[0110] 7. 후-첨가물을 첨가하고, 배치를 또 한번 60분 동안 정치시킨다;

[0111] 8. 배치를 냉각시키고 살생물제를 첨가하고, 세정하고, 희석한다.

[0112] <표 16>

	샘플 23	샘플 24	샘플 25
반응기 초기 충전물	충전물 (그램)	충전물 (그램)	충전물 (그램)
BP-04 (15%)	33.7	33.7	33.7
NaFe EDTA	0.02	0.02	0.02
t-BHP, 70%	0.20	0.20	0.20
탈이온수	191.1	191.1	191.1
단량체 공급물			
탈이온수	547.0	547.0	547.0
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	262.0	262.0	262.0
t-BHP, 70%	0.83	0.83	0.83
예비-에멀젼			
탈이온수	34.1	18.0	10.0
디스포닐 FES 77 (32%)	15.2	15.2	15.2
BP-04 (15%)	33.7	33.7	33.7
암모니아, 19%	8.0	24.0	32.0
2-에틸헥실 아크릴레이트	41.1	35.9	33.3
메틸 메타크릴레이트	41.1	35.9	33.3
메타크릴산	5.3	15.8	21.0
활성제 공급물			
탈이온수	49.6	49.6	49.6
브루골라이트 E01	1.00	1.00	1.00
후-첨가물			
t-BHP, 70%	0.40	0.40	0.40
탈이온수	1.80	1.80	1.80
브루골라이트 E01	0.19	0.19	0.19
NaFe EDTA	0.01	0.01	0.01
탈이온수	5.00	5.00	5.00
살생물제			
악티시드 GA	0.40	0.40	0.40
탈이온수	6.90	6.90	6.90
세정수			
탈이온수	10.60	10.60	10.60
희석			
탈이온수	180.70	180.70	180.70
총계	**1470.0**	**1470.0**	**1400.1**

[0113]

[0114] 고무 또는 라텍스 장갑에 대한 실시양태에서, 장갑은 착용 능력, 즉, 장갑이 피부 표면에서 최소의 마찰을 일으키면서 미끄러져 끼워지고 벗겨지는 능력을 요구할 수 있다. 따라서, 장갑의 내부에 도포되는 가요성 비점착성 장갑 코팅은 블로킹(blocking)을 최소화하고 과도한 마찰을 일으키지 않고 달라붙지 않고서 장갑의 습윤 또는 건조 착용을 허용하기에 유용할 수 있다. 따라서, 이들 및/또는 다른 사항에 대해, 라텍스 필름을 샘플 코팅으로 코팅함으로써, 상기 코팅 샘플의 비교 시험을 수행하였는데, 여기서 하나의 샘플 코팅을 각각의 필름에 코팅하였다. 필름에의 도포를 수행하기 전에, 용매계 코팅 샘플을 메탄올과 에틸 아세테이트의 혼합물을 사용하여 약 4%의 총 고체 농도로 희석했고 에멀젼 및 수용성 코팅을 탈이온수를 사용하여 약 4%의 총 고체 농도로 희석하였다. 이어서, 가교제를 갖는 것으로 명시된 샘플의 경우에, 명시된 가교제를 공중합체에 첨가하였다. 이어서 중합체 용액을 표준 침지 절차를 사용하여 라텍스 필름에 코팅하였다. 후속적으로, 임의의 분말을 제거하고

표면 점착성을 감소시키기 위해, 코팅된 필름을 약 100 ppm의 염소 농도로 염소화시켰다.

[0115] 샘플의 건조 정적 및 동적 마찰 계수 ("COF")를 결정하고 또한 접착성(stickiness) 및 평활성(smoothness)의 수준을 결정하기 위해 샘플을 시험하였다. 그 결과가 하기에 용매계 중합체 코팅의 경우에 표 17, 수용성 중합체 코팅의 경우에 표 18, 및 중합체 에멀젼의 경우에 표 19에 기록되어 있다.

[0116] <표 17>

	샘플 8	샘플 9	샘플 10	샘플 11
	용매	용매	용매	용매
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	68	93	95	75
2-에틸헥실 아크릴레이트	23	5	5	25
메타크릴산	9	2		
4-히드록시부틸 아크릴레이트				
2-에틸헥실 메타크릴레이트				
라우릴 메타크릴레이트				
메틸 메타크릴레이트				
총	100	100	100	100
첨가된 가교제	2% XC113	2% XC113	0.5% 타이조르AA	0.5% 타이조르AA
시험 데이터				
COF - 정적	0.09	0.10	0.03	0.08
COF - 동적	0.07	0.09	0.03	0.07
접착성 - 형성	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성
접착성 -염소화	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성
평활성 - 형성	평활함	평활함	평활함	평활함
평활성 -염소화	평활함	평활함	평활함	평활함

[0117]

[0118] <표 18>

	샘플 1	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	샘플 6	샘플 7
	수용성	수용성	수용성	수용성	수용성	수용성	수용성
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	60	60	90	90	97	87	87
2-에틸헥실 아크릴레이트							
메타크릴 산	10	10	10	10	3	10	10
4-히드록시부틸 아크릴레이트	30	30				3	3
2-에틸헥실 메타크릴레이트							
메틸 메타크릴레이트							
총	100	100	100	100	100	100	100
첨가된 가교제	N/A	2% 폴리컵 172	N/A	2% 폴리컵 172	2% 폴리컵 172	2% 폴리컵 172	2% XC113
시험 데이터							
COF - 정적	2.23	N/R	2.18	N/R	0.18	N/R	0.62
COF – 동적	0.69	N/R	0.6	N/R	0.48	N/R	0.46
접착성 – 형성	점착성	점착성	점착성	점착성	비점착성	점착성	비점착성
접착성 –염소화	점착성	점착성	점착성	점착성	비점착성	점착성	비점착성
평활성 – 형성	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함
평활성 –염소화	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함

[0119]

[0120] <표 19>

	샘플 12	샘플 13	샘플 14	샘플 15	샘플 16	샘플 17	샘플 19	샘플 18
	에멀젼	에멀젼	에멀젼	에멀젼	에멀젼	에멀젼	에멀젼	에멀젼
2-히드록시에틸 메타크릴레이트	75	75	75	75	75	75	75	75
2-에틸헥실 아크릴레이트	22	22	22				11	
메타크릴 산	3	3	3	3	3	3	3	3
4-히드록시부틸 아크릴레이트								
2-에틸헥실 메타크릴레이트				22	22			
라우릴 메타크릴레이트						22		22
메틸 메타크릴레이트							11	
총	100	100	100	100	100	100	100	100
첨가된 가교제	N/A	2% 폴리컵 172	2% 카르브 E-02	2% 폴리컵 172	2% 카르브 E-02	2% 폴리컵 172	2% 카르브 E-02	2% 폴리컵 172
시험 데이터								
COF-정적	0.97	0.39	1.5	0.69	0.74	형성 수준에서 점착성	0.05	0.74
COF-동적	0.95	0.45	1.45	1.02	0.82		0.12	0.5
접착성 - 형성	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성	점착성	비점착성	비점착성
접착성 -염소화	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성	비점착성	염소화되지 않음	비점착성	비점착성
평활성 - 형성	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함		덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함
평활성 -염소화	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함		덜 울퉁불퉁함	덜 울퉁불퉁함

[0121]

[0122] 하기 표 20 내지 23은 HEMA/EHA/MMA/MAA (75/11/11/3)를 함유하는 중합체 에멀젼인 샘플 A 내지 G에 대한 마찰 계수 ("COF")를 시험하는 추가의 실험의 결과를 보여준다. 코팅은 % 총 고체 함량 (TSC)을 가리키고, 사이멜(CYMEL)® 373은 미국 뉴저지주 우드랜드 파크의 사이텍 인더스트리즈(Cytec Industries)로부터 입수가능한 메틸화 멜라민-포름알데히드 가교제를 가리킨다.

[0123] <표 20>

샘플	A				B			
코팅 TSC (%)	4.0				4.0			
사이멜® 373 (%)	4.0				3.5			
산 프라이밍 (HCl%)	0				0			
마찰 계수 (COF)	착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락	
샘플	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적
평균	0.04	0.04	0.08	0.09	0.04	0.06	0.08	0.09
표준 편차	0.01	0.01	0.07	0.09	0.01	0.01	0.00	0.01
염소화 (비노화) 장갑의 물리적 특성								
인장 강도 (kg/cm²)	280				281			
응력 300 % (kg/cm²)	17				15			
응력 500 % (kg/cm²)	49				38			
극한 신율 %	845				885			
분말 함량								
분말 함량 (mg/장갑)	시험하지 않음				1.22			
관찰결과								
코팅 균일성	적당함				적당함			
* 코팅 박편화의 정도	4				4			

[0124]

[0125] <표 21>

샘플	C				D			
코팅 TSC (%)	4.0				4.0			
사이멜® 373 (%)	3.5				3.5			
산 프라이밍 (HCl%)	0.03				1.5			
마찰 계수 (COF)	착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락	
샘플	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적
평균	0.03	0.04	0.06	0.08	0.02	0.03	0.04	0.08
표준 편차	0.01	0.01	0.02	0.02	0.01	0.01	0.00	0.01
염소화 (비노화) 장갑의 물리적 특성								
인장 강도 (kg/cm²)	254				243			
응력 300 % (kg/cm²)	14				15			
응력 500 % (kg/cm²)	32				34			
극한 신율 %	845				924			
분말 함량								
분말 함량 (mg/장갑)	시험하지 않음				0.86			
관찰결과								
코팅 균일성	우수함				우수함			
* 코팅 박편화의 정도	3				2			

[0126]

[0127] <표 22>

샘플	E				F			
코팅 TSC (%)	3.5				3.5			
사이멜® 373 (%)	3.5				3.5			
산 프라이밍 (HCl%)	0				1.5			
마찰 계수 (COF)	착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락	
샘플	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적
평균	0.08	0.08	0.04	0.05	0.03	0.04	0.07	0.07
표준 편차	0.08	0.07	0.04	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03
염소화 (비노화) 장갑의 물리적 특성								
인장 강도 (kg/cm²)	273				236			
응력 300 % (kg/cm²)	15				11			
응력 500 % (kg/cm²)	37				28			
극한 신율 %	845				924			
분말 함량								
분말 함량 (mg/장갑)	1.56				시험하지 않음			
관찰결과								
코팅 균일성	우수함				매우 우수함			
* 코팅 박편화의 정도	3				2			

[0128]

[0129] <표 23>

샘플	G			
코팅 TSC (%)	3.5			
사이멜® 373 (%)	3.5			
산 프라이밍 (HCl%)	1.0			
마찰 계수 (COF)	착용 손바닥		착용 손가락	
샘플	정적	동적	정적	동적
평균	0.05	0.05	0.04	0.05
표준 편차	0.02	0.00	0.00	0.00
염소화 (비노화) 장갑의 물리적 특성				
인장 강도 (kg/cm²)	223			
응력 300 % (kg/cm²)	11			
응력 500 % (kg/cm²)	20			
극한 신율 %	963			
분말 함량				
분말 함량 (mg/장갑)	0.78			
관찰결과				
코팅 균일성	매우 우수함			
* 코팅 박편화의 정도	2			

[0130]

[0131] 기준물로서 장갑 상에서 적합한 성능을 갖는 공지된 용매계 제품을 사용하여, 시험에서 관찰된 접착성 및 평활성을 기록하였다. 표 17, 18, 및 19의 결과에 의해 나타난 바와 같이, 일부 예시적인 에멀젼은 일반적으로 필적할만한 또는 더 낮은 마찰 계수 결과를 제공한다. 예시적인 에멀젼 코팅은 또한 수계 코팅에 비해 개선된 접착성 및 평활성 결과를 제공한다. 샘플 19는 또한 용매계 코팅에 비해 필적할만한 마찰 결과를 제공한다. 추가로, 일부 에멀젼 샘플은 용매계 코팅에 비해 필적할만한 마찰 계수 결과를 제공하였다. 코팅의 일부 표면 거칠기는, 특정한 실시양태에서는, 예컨대 장갑 및 다른 착용 물질에 도포되는 코팅의 경우에는, 거칠기 또는 형태 때문에 물질과 사용자의 피부가 덜 접촉하여 바람직한 착용 특성이 제공될 수 있기 때문에, 바람직할 수 있다는 것을 유념해야 한다.

[0132] 첨부된 도면에 나타난 바와 같이, 일부 샘플에 대해 주사전자현미경 이미지가 수득되었다. 도 3a 및 3b는 75% 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 22% 2-에틸헥실 아크릴레이트, 및 3% 메타크릴산을 사용하여 제조한 에멀젼으로 코팅된 필름의 이미지이다. 도 6은 75% 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 22% 라우릴 메타크릴레이트, 및 3%

메타크릴산을 사용하여 제조한 에멀젼으로 코팅된 필름의 이미지이고, 도 7은 75% 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 22% 라우릴 메타크릴레이트, 및 3% 메타크릴산을 사용하여 제조한 에멀젼으로 코팅된 필름의 이미지이다.

[0133] 참조된 이미지에서 나타난 바와 같이, 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼을 사용하는 필름 상의 코팅은 균열을 거의 나타내지 않고 비교적 평활한 도포를 제공한다. 특히, 이들 에멀젼 코팅은 도 1a, 1b, 2a, 및 2b에 제시된 수계 코팅을 사용하는 샘플에 비해 균열을 덜 나타내고 필름에 더 평활하게 도포된다. 추가로, 에멀젼 코팅은 또한 유리하게는 도 4a 및 4b에 제시된 용매계 코팅을 갖는 필름에 비해 균열을 덜 나타내고 덜 심각한 균열을 나타낸다. 에멀젼 코팅은 또한 도 5의 용매계 코팅을 갖는 필름에 비해 더 평활한 도포 및 덜 심각한 균열을 나타낸다. 이들 결과는 또한, 하기에 상세하게 논의되는, 도 12a, 12b, 및 12c에 제시된 에멀젼 코팅에 의해 입증된다.

[0134] 추가의 물리적 특성을 또한 특정한 시험 샘플에 대해 결정하였다. 또한, 대조물 용매계 코팅을 비교 시험을 위해 사용하였고, 여기서 대조물은 장갑 코팅 응용분야에서 효과적인 것으로 공지되어 있다. 이들 물리적 특성은 하기 표에 기록되어 있고, 임의의 언급된 가교제는 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 2%로 첨가되었다. 이들 결과에 의해 나타난 바와 같이, 본원의 개시 내용에 따라 형성된 에멀젼은 용매계 및 수계 코팅에 비해 필적할만한 또는 유리한 신장 특징 및 강도 특징을 제공한다. 이들 에멀젼은 또한 용매계 코팅에 비해 비용을 절감시키고 오염물을 감소시킨다.

[0135] <표 24>

중합체 기재	용매	물			에멀젼		용매	
코팅 유형	대조물	샘플 1 (연질)	샘플 3 (경질)	샘플 7	샘플 12	샘플 13	샘플 8	샘플 9
가교제	첨가하지 않음	첨가하지 않음		XC113	첨가하지 않음	폴리컵 173	XC113	XC113
형성 수준								
인장 강도(kg/cm^2)	271	215	216	시험하지 않음	280	264	시험하지 않음	시험하지 않음
탄성률@ 300 % (kg/cm^2)	12	18	20	시험하지 않음	19	18	시험하지 않음	시험하지 않음
탄성률@ 500 % (kg/cm^2)	31	51	62	시험하지 않음	50	46	시험하지 않음	시험하지 않음
극한 신율(%)	904	845	766	시험하지 않음	845	845	시험하지 않음	시험하지 않음
염소화 수준								
인장 강도(kg/cm^2)	317	288	282	256	328	290	255	267
탄성률@ 300 % (kg/cm^2)	13	15	14	21	18	16	17	20
탄성률@ 500 % (kg/cm^2)	36	40	37	51	42	38	43	45
극한 신율(%)	884	845	845	865	845	884	825	825

[0136]

[0137] 나노-경도 및 감소된 탄성률을 또한 일부 상기 샘플에 대해 나노-압입 시험을 통해 측정하였고, 표 25에 제시된 바와 같은 하기 결과를 얻었다.

[0138] <표 25>

중합체 기재	경도 (GPa)	감소된 탄성률 (GPa)
에멀젼 샘플 13 (2% 폴리컵 172)	0.072	1.969
에멀젼 샘플 17 (2% 폴리컵 172)	0.069	1.861
에멀젼 샘플 18 (2% 폴리컵 172)	0.055	1.977
용매 샘플 11	0.023	0.611

[0139]

[0140] 박편화 관찰을 포함하는 시험을, 샘플 19, 20, 21 및 22로 코팅되고 1% HCl 용액을 사용하여 산 프라이밍된 라

텍스 필름 상에서, 하기 절차를 사용하여 수행하였다:

[0141] 1. 에멀젼계 공중합체를 탈이온("DI")수를 사용하여 3.5 내지 4.0 %의 총 고체 함량 ("TSC")으로 희석하였다.

[0142] 2. 가교제 사이멜 373을 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 3.5 내지 4.0 %로 샘플 19, 20, 21 및 22 에멀젼에 첨가하였다.

[0143] 3. 중합체 용액을 냉각시키고 약 34℃에서 유지하였다.

[0144] 4. 중합체 코팅을 도포하기 전에, 장갑 샘플을 HCl 산 프라이밍 용액에 침지시키고 오븐에서 100℃ 내지 150℃에서 1 내지 2 분 동안 건조시킴으로써 예비-처리하였다.

[0145] 5. 이어서 라텍스 필름을 코팅 공정 전에 약 40 내지 45℃의 온도로 가열한 후에, 중합체 용액을 예비-처리된 라텍스 필름 상에 코팅하였다.

[0146] 6. 코팅 후에, 필름 상의 균일한 코팅을 보장하기 위해, 필름이 도포된 몰드를 오븐 내에서 회전시켰다.

[0147] 7. 이어서 코팅된 필름을 140℃에서 30분 동안 경화시켰다.

[0148] 8. 이어서 코팅된 필름을 약 80 ppm의 염소 농도로 착용면 및/또는 환자면 상에 염소화시켜 임의의 분말을 제거하였다.

[0149] 9. 이어서 코팅된 필름을 하기 표에 명시된 바와 같이 시험하였다. ASTM D-412 방법에 상술된 바와 같이, 노화 장갑을 오븐에 약 70℃에서 7일 동안 넣어두는 열 가속 노화 공정을 사용하여 노화 샘플을 노화시켰다. 비노화 샘플을 이러한 열처리 노화 공정을 수행하지 않고서 시험하였다.

[0150] 상기 시험 절차를 바탕으로, 하기 표 26에 제시된 바와 같은 하기 결과를 수득하였고, 여기서 코팅 박편화의 정도를 1 내지 5의 등급으로 평가하였고, 이때 1은 가장 낮은 박편화를 나타내고 5는 가장 높은 박편화를 나타낸다. 나타내어진 바와 같이, 코팅 박편화의 정도 및 특징적인 성능은 "경질" 단량체 대 "연질" 단량체의 비에 의해 제어될 수 있다.

[0151] <표 26>

코팅		샘플 19				샘플 20				샘플 21				샘플 22			
코팅 TSC (%)		3.5				3.5				3.5				3.5			
사이멜 373 (%)		3.5				3.5				3.5				3.5			
산 프라이밍 (% HCl)		1				1				1				1			
마찰 계수 (COF)		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락	
샘플		정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적
평균		0.11	0.09	0.05	0.06	0.27	0.30	0.21	0.19	0.3	0.29	0.13	0.15	0.39	0.36	0.17	0.15
표준 편차		0.03	0.02	0.02	0.04	0.15	0.17	0.18	0.15	0.18	0.20	0.03	0.03	0.33	0.31	0.03	0.05
별균 (비노화) 장갑의 물리적 특성																	
인장 강도 (kg/cm²)		261				256				260				252			
응력 300 % (kg/cm²)		11				11				14				12			
응력 500 % (kg/cm²)		24				27				32				30			
극한 신율 %		884				924				924				924			
별균 (노화) 장갑의 물리적 특성																	
인장 강도 (kg/cm²)		198				195				220				194			
응력 300 % (kg/cm²)		10				8				11				12			
응력 500 % (kg/cm²)		21				14				30				27			
극한 신율 %		884				884				884				884			
관찰결과																	
코팅 침강		시험하지 않음				없음				없음				없음			
처리 동안의 내부 점착성		시험하지 않음				약간 있음				없음				약간 있음			
건조 착용		우수함				우수함				일관되지는 않지만 우수함				일관되지는 않지만 우수함			
* 코팅 박편화의 정도		1				1				2				1			

[0152]

[0153] 박편화 관찰을 포함하는 시험을, 샘플 19, 23, 24 및 25로 코팅된 라텍스 필름 상에서, 하기 절차를 사용하여 수행하였다:

[0154] 1. 에멀젼계 공중합체를 탈이온("DI")수를 사용하여 3.5 내지 4.0 %의 총 고체 함량 ("TSC")으로 희석하였다.

[0155] 2. 가교제 사이멜 373을 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 3.5 내지 4.0 %로 샘플 19, 23, 24 및 25 에멀젼에 첨가하였다.

[0156] 3. 중합체 용액을 냉각시키고 약 34℃에서 유지하였다.

[0157] 4. 중합체 코팅을 도포하기 전에, 장갑 샘플을 황산알루미늄 프라이밍 용액에 침지시키고 오븐에서 100℃ 내지 150℃에서 1 내지 2 분 동안 건조시킴으로써 예비-처리하였다.

[0158] 5. 라텍스 필름을 코팅 공정 전에 약 40 내지 45℃의 온도로 가열한 후에, 중합체 용액을 예비-처리된 라텍스 필름 상에 코팅하였다.

[0159] 6. 코팅 후에, 필름 상의 균일한 코팅을 보장하기 위해, 필름이 도포된 몰드를 오븐 내에서 회전시켰다.

[0160] 7. 이어서 코팅된 필름을 140℃에서 30분 동안 경화시켰다.

[0161] 8. 이어서 코팅된 필름을 약 80 ppm의 염소 농도로 착용면 및/또는 환자면 상에 염소화시켜 임의의 분말을 제거하였다.

[0162] 9. 이어서 코팅된 필름을 하기 표에 명시된 바와 같이 시험하였다. ASTM D-412 방법에 상술된 바와 같은 열 가속 노화 공정을 사용하여 노화 샘플을 노화시켰다. 일반적으로, 노화 장갑을 오븐에 약 70℃에서 7일 동안 넣어 두었다. 비노화 샘플을 이러한 열처리 노화 공정을 수행하지 않고서 시험하였다.

[0163] 상기 시험 절차를 바탕으로, 하기 표 27에 제시된 바와 같은 하기 결과를 수득하였고, 여기서 코팅 박편화의 정도를 1 내지 5의 등급으로 평가하였고, 이때 1은 가장 낮은 박편화를 나타내고 5는 가장 높은 박편화를 나타낸다. 나타내어진 바와 같이, 가장 우수한 건조 착용 성능은, 샘플 23이 나타내는 바와 같이, 1.5% (중량/중량) 메타크릴산 수준 (MAA)에서 달성되었다. 전반적으로, 노화 샘플과 비노화 샘플 둘 다에 대해 나타난 가장 우수한 물리적 특성은 샘플 23의 경우에 관찰되었다.

[0164] <표 27>

코팅	샘플 19						샘플 23						샘플 24						샘플 25					
코팅 TSC (%)	3.5						3.5						3.5						3.5					
사이앱 373 (%)	3.5						3.5						3.5						3.5					
황산알루미늄 프라이밍	1.5%						1.5%						1.5%						1.5%					
마찰 계수 (COF)	착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락	
샘플	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적	경직	동적
평균	0.16	0.17	0.34	0.33	0.13	0.14	0.03	0.04	0.08	0.08	0.02	0.04	0.18	0.21	0.08	0.09								
표준 편차	0.04	0.04	0.33	0.33	0.00	0.00	0.00	0.00	0.03	0.02	0.00	0.03	0.03	0.07	0.04	0.04								
벌균 (비노화) 장갑의 물리적 특성																								
인장 강도 (kg/cm²)	289				274				280				268											
응력 300 % (kg/cm²)	11				12				11				12											
응력 500 % (kg/cm²)	25				24				24				29											
극한 신율 %	924				924				943				924											
벌균 (노화) 장갑의 물리적 특성																								
인장 강도 (kg/cm²)	287				280				302				277											
응력 300 % (kg/cm²)	12				11				12				12											
응력 500 % (kg/cm²)	29				24				27				26											
극한 신율 %	943				943				924				884											
분말 함량 (mg/장갑)	1.82				1.46				1.42				1.40											
관찰결과																								
코팅 침강 처리 동안의 내부 점착성	없음	약간 있음			없음	없음			있음	있음			있음	있음										
건조 착용	적당함				샘플들 중에서 가장 우수함				적당함				적당함											
* 코팅 박편화의 정도	2				2				2				2											

[0165]

[0166] 일부 실시양태에서, 에멀젼 코팅은 라텍스 또는 고무 장갑과 같은 물품에 도포될 수 있다. 물품은, 관련 기술

분야에 공지된 임의의 방법, 예컨대 각각 그 전문이 참조로 포함된, 미국 특허 제4,548,844호, 미국 특허 제6,673,404호, 미국 특허 제6,828,387호, 및 미국 특허 제8,110,266호에 기술된 방법에 의해 형성될 수 있다. 물품이 장갑인 일부 실시양태에서, 장갑은 관련 기술분야에 공지된 침지 공정에 의해 형성될 수 있다. 이들 장갑의 제조 동안에, 손 몰드 ("장갑 몰드" 또는 맨드렐이라고도 불림)이 침지에 사용될 수 있다. 맨드렐은 손 형상을 갖는 도자기제 몰드일 수 있다. 상기에 및 본원의 추가의 데이터에서 언급된 바와 같은 "형성 수준"은 먼저 몰드에 릴리스 코팅을 직접 도포하고, 이어서 몰드를 라텍스에 침지시켜 장갑을 형성하는 물품 제조 공정을 가리킨다. 이어서 코팅, 예컨대 용매계 코팅, 수계 코팅 또는 본원에서 논의되는 에멀젼 공중합체를 라텍스, 예컨대 장갑의 착용면 상에 도포할 수 있다.

[0167] 장갑을 몰드에서 형성하는 일부 실시양태에서, 먼저 몰드를 시트르산 같은 물질로 세척할 수 있다. 이어서 몰드를 응고제 물질에 침지시키고, 건조시키고, 이어서 추가로 라텍스와 같은 액체 고무 물질에 침지시킬 수 있다. 이어서 고무로 코팅된 몰드를 건조시키고, 이어서 침출 용액에 침지시킬 수 있다. 침출 용액은 응고제 염이 용해 및/또는 세척 제거되도록 허용할 수 있다.

[0168] 장갑을, 환자면이 몰드와 접촉하고 착용면이 외부에 있도록, 성형할 수 있다. 장갑을 몰드로부터 회수할 때, 장갑을 통상적으로는, 착용면이 장갑의 내부에 있고 환자면이 외부에 있도록 뒤집는다.

[0169] 일부 실시양태에서, 고무로 코팅된 몰드를 침출 용액에 침지시킨 후에, 고무로 코팅된 몰드를, 예를 들어, 공기 건조 또는 건조기를 사용하여 건조시키고, 이어서 산 프라이밍 공정으로 처리할 수 있다. 산 프라이밍 공정은 장갑의 어느 한 면, 바람직하게는 코팅이 도포되는 면에 산을 도포하는 것을 포함할 수 있다. 산 프라이밍 공정은 고무로 코팅된 몰드 (즉, 몰드 상의 장갑)를 황산 또는 염산과 같은 산을 포함하는 액체 조성물에 침지시키는 것을 포함할 수 있다. 이어서 산을 희석할 수 있고, 일부 실시양태에서는, 산을 포함하는 액체 조성물은 산 용액을 20% 이하, 더 바람직하게는 약 5% 이하, 더욱 더 바람직하게는 1% 내지 약 4.5% (w/w)로 포함할 수 있다. 다른 실시양태에서, 1 중량% 내지 약 3 중량%를 포함하는 산 용액을 제공하는 것이 바람직하다. 또 다른 실시양태에서, 장갑을 산 프라이밍 용액으로서 황산알루미늄 용액을 포함하는 액체 조성물에 침지시킬 수 있다. 이러한 실시양태에서 액체 조성물은 황산알루미늄을 약 10%(w/w) 이하, 더 바람직하게는 약 7% 이하, 더욱 더 바람직하게는 0.5% 내지 약 3%의 양으로 포함할 수 있다. 다른 실시양태에서 황산알루미늄을 0.5% 내지 약 1.5%의 양으로 제공하는 것이 바람직하다.

[0170] 고무로 코팅된 몰드를 액체 조성물에 침지시킨 후에, 고무로 코팅된 몰드를 알칼리성 용액 또는 바람직하게는 수용액과 같은 욕에 침지시키거나 욕에서 세정할 수 있다. 관련 기술분야의 다른 공정과는 달리, 고무로 코팅된 몰드를 알칼리성 용액, 예컨대 암모니아 또는 수산화암모늄을 포함하는 용액에 침지시키거나 이로 세정하는 것은 본원에서 개시되는 공정에서는 요구되지 않는다. 이는 관련 기술분야의 다른 코팅 공정에 비해 이익을 제공한다. 알칼리성 용액을 이용하는 공정에서는, 알칼리 침지를 용이하게 하기 위해 전형적으로 추가의 침지 탱크가 요구되고, 실제 연속 산 침지 공정 동안에 알칼리성 용액의 요구되는 농도 pH를 제어하기 위한 추가의 노력이 요구된다. 수성 욕을 사용하여 세정을 수행할 수 있는, 본원에서 개시되는 공정은, 더 비용 효율적이면서도 고무로 코팅된 몰드 상의 임의의 과량의 산을 적절하게 세정하게 한다.

[0171] 형성된 물품, 예컨대 장갑의 코팅은, 코팅 물질, 예컨대 상기에 기술된 공중합체 에멀젼을 포함하는 배합물의 도포를 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 코팅 물질을 도포하기 전에, 장갑 몰드의 온도를 조절할 수 있다. 일부 실시양태에서, 장갑 몰드를 바람직하게는 약 20℃ 내지 60℃, 더 바람직하게는 약 30℃ 내지 50℃, 가장 바람직하게는 약 35℃ 내지 45℃의 온도로 만든다. 일부 실시양태에서, 코팅 물질을 도포하기 직전에 장갑 몰드를 이들 온도로 만든다. 일부 실시양태에서, 장갑이 붙어 있는 몰드를 코팅 물질에 침지시킴으로써, 코팅 물질을 장갑 몰드 상의 장갑에 도포한다. 대안으로서, 코팅 물질을 장갑 몰드 상의 장갑 상에 분무할 수 있다. 일부 실시양태에서, 장갑을 특정한 기간 동안 코팅 물질에 침지시킨다. 일부 실시양태에서, 기간은 바람직하게는 약 2 내지 120 초, 더 바람직하게는 약 5 내지 90 초, 더욱 더 바람직하게는 약 10초 내지 60초, 가장 바람직하게는 약 15 내지 25초이다. 일부 실시양태에서, 코팅 물질을 도포 동안에 바람직하게는 약 15℃ 내지 75℃, 더 바람직하게는 약 20℃ 내지 60℃, 더욱 더 바람직하게는 약 25℃ 내지 50℃, 가장 바람직하게는 약 30℃ 내지 40℃의 온도 범위에서 유지한다. 몰드 상의 장갑을 중합체 에멀젼에 침지 또는 코팅하기 전에 가열하기 때문에, 장갑의 온도가 매우 높아질 수 있다. 이로써 코팅 조성물의 온도가 상승할 수 있고, 따라서 코팅 조성물의 온도가 상승하는 것을 방지 또는 최소화하기 위해 침지 동안에 코팅 조성물을 냉각시킬 필요가 있을 수 있다.

[0172] 코팅 물질을 도포한 후에, 에멀젼 코팅된 장갑을 예를 들어 오븐에서 가열함으로써 경화시킬 수 있다. 일부 실

시양태에서, 미리 설정된 가열 변수를 사용하여 바람직하게는 약 5분 내지 120분, 더 바람직하게는 약 10분 내지 90분, 더욱 더 바람직하게는 약 15 내지 60분, 가장 바람직하게는 약 20 내지 40분의 기간 동안에 경화를 수행한다. 일부 실시양태에서, 예를 들어, 과량의 수분을 제거하기 위해, 오븐 내의 공기 유동을 제어한다. 경화 단계를 더 낮은 온도에서 수행할 것이 요구되는 관련 기술분야의 공지된 공정과는 달리, 본원에서 개시되는 공정은 더 높은 온도에서 수행되는 경화 단계를 포함할 수 있다. 경화 공정에서 더 높은 온도를 사용하면 더 짧은 경화 시간을 사용할 수 있기 때문에, 이는 이점을 제공한다. 추가로, 일부 실시양태에서, 더 높은 온도를 사용하면, 라텍스 장갑과 같은 물품과 코팅 물질 둘 다에 대해 개선된 최적의 가교가 허용되고, 이로써 요망되는 물리적 특성 및 부착성이 제공될 수 있다. 일부 실시양태에서, 경화 공정을 약 100℃ 내지 160℃, 더 바람직하게는 약 120℃ 내지 150℃, 가장 바람직하게는 약 135℃ 내지 145℃의 온도에서 수행한다. 바람직한 실시양태에서, 경화 공정을 약 135℃ 내지 145℃의 온도에서 수행하고, 경화 시간은 약 20 내지 40분이다. 이는, 경화 시간이 훨씬 더 길 수 있는, 전형적으로 2배 이상일 수 있는 관련 기술분야의 다른 공정보다 개선된 것이다.

[0173] 경화 단계 후에, 에멀젼 코팅된 장갑을 관련 기술분야에 공지된 임의의 방법을 사용하여 추가로 처리할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시양태에서, 에멀젼 코팅된 장갑을, 에멀젼 코팅된 장갑을 함유하는 몰드를 침출 용액에 침지시키고 이로 세정하는 후-경화 침출 공정으로 처리할 수 있다. 일부 실시양태에서, 이어서 에멀젼 코팅된 장갑을 추가의 액체, 예컨대 실리콘 및/또는 탄산칼슘을 포함하는 슬러리에 침지시킬 수 있다. 일부 공정에서, 코팅된 장갑을 염소화된 물로 세척할 수 있는 염소화를 수행할 수 있다. 장갑을 몰드로부터 회수한 후에 전형적으로 장갑의 내부에 있을 수 있는 착용면을 염소화시키기 위해, 착용면이 외부에 있고 환자면이 내부에 있도록 장갑을 뒤집는 장갑 뒤집기 공정이 요구된다. 착용면과 환자면 중 하나 또는 둘 다를 염소화시킬 수 있다. 염소화 단계를 통해, 장갑을 몰드로부터 회수하는 것을 돕기 위해 라텍스의 성형 전에 도포될 수 있는 임의의 침지 릴리스 코팅, 예컨대 탄산칼슘을 제거할 수 있다. 추가로, 염소화 공정을 통해 장갑 상에 거친 표면을 생성할 수 있고/있거나 일부 경우에는 라텍스를 경화시킬 수 있다. 장갑을 추가의 처리, 예컨대 윤활제 처리에 적용할 수 있다. 윤활제의 예는 실리콘 및 알킬 포스페이트의 암모늄 염 및 세틸피리듐 클로라이드 (CPC)를 포함한다.

[0174] 한 예시적인 실시양태에서, 장갑을 하기 단계를 수행함으로써 제조할 수 있고, 여기서 일부 실시양태에서 단계들을 제공된 예시적인 순서로 수행할 수 있다:

[0175] - 장갑 몰드를 적합한 산으로 세척하는 단계 (이어서 임의로 세정함);

[0176] - 약 52℃ 내지 약 59℃의 온도에서 응고제 (예를 들어, 질산칼슘)에 침지시키는 단계;

[0177] - 오븐에서 (뜨거운 공기를 사용하여) 약 133℃ 내지 약 205℃의 온도에서 건조시키는 단계;

[0178] - 라텍스를 침지시키는 단계;

[0179] - 오븐에서 (뜨거운 공기를 사용하여) 약 139℃ 내지 약 163℃의 온도에서 건조시키는 단계;

[0180] - 약 55℃ 내지 약 73℃의 온도에서 고온 예비-경화 침출시키는 단계;

[0181] - 공기 건조 단계;

[0182] - 산 프라이밍 단계;

[0183] - 물로 세정하는 단계;

[0184] - 공중합체 에멀젼 코팅 침지 단계;

[0185] - 100℃ 내지 160℃에서 경화시키는 단계;

[0186] - 51℃ 내지 75℃에서 후-경화 침출시키고 세정하는 단계;

[0187] - 탄산칼슘 또는 실리콘을 포함하는 슬러리 (0.2 내지 0.8 %)에 침지시키는 단계;

[0188] - 약 108℃ 내지 118℃에서 최종 건조시키는 단계;

[0189] - 장갑을 벗기는 단계 (장갑을 몰드로부터 회수함);

[0190] - 건조한 상태로 뒤집는 단계;

[0191] - 염소화 단계 (예를 들어, 약 100 ppm의 염소 농도);

[0192] - 적합한 윤활제, 예컨대 실리콘 및 알킬 포스페이트의 암모늄 염 및 세틸피리듐 클로라이드 (CPC)를 사용하여 윤활화시키는 단계;

[0193] - 제1 건조 단계;

[0194] - 습윤한 상태로 뒤집는 단계; 및

[0195] - 최종 건조 단계.

[0196] 상기 방법은 예시적인 실시양태를 기술하며, 관련 기술분야의 통상의 숙련자라면 대안적인 실시양태에서 일부 단계를 생략할 수 있고/있거나 추가의 및/또는 대안적인 단계를 사용할 수 있다는 것을 알 것이다. 예를 들어, 비제한적으로 장갑 몰드를 산으로 세척하고, 세정한 후에, 몰드를 또한 알칼리 욕에 침지시켜 산을 중화시키고, 이어서 물로 세정할 수 있다. 일부 실시양태에서, 장갑 몰드 상의 평활한 표면을 보장하기 위해 장갑 몰드를 빗질할 수 있다. 추가로, 잠재적인 결함을 찾아내기 위해, 제조된 장갑 상에서 품질 시험, 예컨대 공기 시험 (장갑을 공기로 부풀림) 및/또는 물 시험 (장갑에 물을 채움)을 수행할 수 있다.

[0197] 기재, 예컨대 장갑에 도포되는 코팅의 양은 기재의 특징, 기재에 부여될 것이 요망되는 특징, 및 사용되는 특정한 코팅에 따라 달라질 수 있다. 일부 실시양태에서, 요망되는 결과를 수득하는 데 필요한 최소량의 코팅을 도포하는 것이 요망될 수 있다. 일부 실시양태에서, 도포된 코팅의 중량은, 코팅 및 의도된 용도에 따라, 약 0.1 내지 약 100 g/㎡의 범위일 수 있다. 일부 압력에 민감한 실시양태의 경우에, 상기 양은 일부 실시양태에서 약 15 g/㎡ 내지 약 45 g/㎡의 범위일 수 있다. 특정한 공정 및 제조되는 물품의 요망되는 특징에 따라, 코팅의 다른 양이 적절할 수 있다.

[0198] 하기 표에 제시되는 바와 같이, 장갑 제조 공정 동안에 도포되는 바와 같은 특정한 샘플에 대해 추가의 데이터가 수집되었다. 이전의 데이터의 경우처럼, 이러한 데이터는 또한 본원에서 개시되는 바와 같은 에멀젼은 수계 코팅에 비해 일반적으로 개선된 특징을 제공한다는 것을 보여준다. 이들 에멀젼 코팅은 또한 용매계 코팅에 비해 환경적 이점을 제공한다.

[0199] <표 28>

샘플	중합체 기재	단량체 성분	사이멜373 (%)	카르보딜라이트 (%)	장갑 코팅 상태 형성 수준	장갑 코팅 상태 염소화 수준	COF (건조)			
							염소/윤활제가 착용면 상에 존재함		염소/윤활제가 환자면 상에 존재함	
							정적	동적	정적	동적
샘플 19 (플레이트 침지) (산 프라이밍하지 않음)	에멀젼	75 HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	2	-	비점착성, 쉽게 벗겨짐	코팅이 박편화 제거되지 않음	0.22	0.11	0.32	0.18
			5	-	비점착성, 쉽게 벗겨짐	코팅이 박편화 제거되지 않음	0.17	0.06	0.20	0.09
			8	-	비점착성, 쉽게 벗겨짐	약간의 코팅이 박편화 제거됨	0.13	0.06	0.17	0.04
			-	2	비점착성, 쉽게 벗겨짐	점착성, 코팅이 박편화 제거되지 않음	0.64	0.29	0.52	0.13
			-	5	비점착성, 쉽게 벗겨짐	점착성, 코팅이 박편화 제거되지 않음	1.13	0.61	0.91	0.37
			-	8	비점착성, 쉽게 벗겨짐	점착성, 코팅이 박편화 제거되지 않음	0.73	0.28	1.15	0.44
샘플 19 (몰드 침지)	에멀젼	75 HEMA 11 EHA 11 MMA 3 MAA	5 (산 불포함)	-	비점착성, 쉽게 벗겨짐	코팅이 박편화 제거됨	0.33	0.16	0.17	0.16
			5 (산 포함)	-	비점착성, 쉽게 벗겨짐	코팅이 박편화 제거됨	0.23	0.08	0.04	0.05
샘플 5 (몰드 침지)	물	97 HEMA 3 MA	2	-	점착성	염소화를 계속 진행할 수 없음				
			5	-	비점착성, 쉽게 벗겨지지 않음	코팅이 박편화 제거되지 않음	0.83	0.37	염소화 후 점착성이 나빠짐	
샘플 17 (몰드 침지)	에멀젼	75 HEMA 22 LM 3 MAA	2	-	점착성	염소화를 계속 진행할 수 없음				
			5	-	비점착성, 쉽게 벗겨지지 않음	코팅이 박편화 제거되지 않음	0.29	0.20	0.32	0.32
			8 (산 불포함)	-	비점착성, 벗겨짐 양호	코팅이 박편화 제거되지 않음	0.31	0.22	0.12	0.08
			8 (산 포함)	-	비점착성, 벗겨짐 양호	코팅이 박편화 제거되지 않음	-	-	0.11	0.12

[0200]

[0201] 물리적 특성을 또한, 하기 표 29 및 30에 제시된 바와 같이, 몰드 침지 및 5% 사이멜 373 (미국 뉴저지주 우드랜드 파크의 사이텍 인더스트리즈로부터 입수가능한 수용성 멜라민-포름알데히드 수지 가교제)을 사용하여 필름에 도포된 바와 같은 샘플 19에 대해, 수득하였다.

[0202] <표 29>

공정	염소/윤활제가 착용면 상에 존재함		염소/윤활제가 환자면 상에 존재함	
	산 불포함	산 포함	산 불포함	산 포함
비노화				
인장 강도 (kg/cm^2)	283	250	252	280
탄성률 300 % (kg/cm^2)	17	14	15	16
탄성률 500 % (kg/cm^2)	47	31	31	36
극한 신율(%)	845	924	806	845
70℃에서 7일 동안 노화				
인장 강도 (kg/cm^2)	227	131	275	212
탄성률 300 % (kg/cm^2)	10	7	12	8
탄성률 500 % (kg/cm^2)	18	13	24	17
극한 신율(%)	1022	1002	924	1042

[0203]

[0204] <표 30>

샘플19		
가교제	경도 (GPa)	감소된 탄성률 (GPa)
폴리컵 - 2%	0.099	2.712
카르보딜라이트 E02-2%	0.077	2.097
카르보딜라이트 E02-5%	0.064	1.932
카르보딜라이트 E02-8%	0.081	2.954
사이멜 373 - 2%	0.074	2.133
사이멜 373 - 5%	0.080	2.349
사이멜 373 - 8%	0.075	2.199

[0205]

[0206] 단지 몰드 침지 및 가교제로서 5% 사이멜 373을 사용하여 장갑의 착용면에 도포된 샘플 19 (에멀젼)에 대해 주사전자현미경 이미지 및 접촉각 데이터를 또한 수득하였다. 특히, 도 8a는 윤활화되지 않고 산 프라이밍되지 않고 염소화 동안에 낮은 농도의 염소가 도포된 장갑의 환자면의 이미지를 보여주고, 도 9a는 장갑의 접촉각 데이터의 그래프를 제공한다. 도 8b는 산 프라이밍을 사용한다는 것을 제외하고는 동일한 변수를 갖는 장갑의 이미지를 제공하고, 도 9b는 도 8b의 장갑에 대한 접촉각 데이터를 보여준다. 도 10a 및 11a는 장갑이 뒤집어지고 염소화 동안에 높은 농도의 염소가 착용면에 도포된 후의 도 8a 및 9a의 장갑의 착용면의 이미지 및 접촉각 데이터를 각각 제공한다. 마찬가지로, 도 10b 및 11b는 각각, 장갑이 뒤집어지고 높은 농도의 염소가 착용면에 도포된 후의 도 8b 및 9b의 장갑의 착용면의 이미지 및 접촉각 데이터를 각각 제공한다.

[0207] 필름을 경질 무공질 표면 상에 주조하고, 이어서 물 한 방울을 상기 주조 필름 상에 떨어뜨림으로써 상기 접촉각 데이터를 수집하였다. 이어서 필름의 표면으로부터 물방울의 외부 표면으로의 내부 호인 물방울의 접촉각을 측정하였다. 일반적으로, 더 낮은 접촉각은 필름의 더 우수한 습윤성을 나타낸다.

[0208] 8% 사이멜 373 및 몰드 침지 공정을 사용하여 장갑에 도포된 샘플 17 (에멀젼)에 대한 주사전자현미경 이미지가 도 12a (낮은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지지 않고 산 프라이밍되지 않은 경우의 환자면을 보여줌) 및 도 12b (낮은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지지 않고 산 프라이밍된 경우의 환자면을 보여줌), 및 도 12c (높은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지지 않고 산 프라이밍되지 않은 경우의 착용면을 보여줌)에 나타나 있다. 게다가, 5% 사이멜 373 및 몰드 침지 공정을 사용하여 장갑에 도포된 샘플 17에 대한 이미지가 도 13a (낮은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지지 않고 산 프라이밍되지 않은 경우의 환자면을 보여줌) 및 도 13b (높은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지고 산 프라이밍되지 않은 경우의 착용면을 보여줌)에 나타나 있다. 끝으로, 5% 사이멜 373 및 몰드 침지 공정을 사용하여 장갑에 도포된 (수계) 샘플 5에 대한 이미지가 도 14 (낮은 농도의 염소로 처리되고 윤활화되지 않고 장갑이 뒤집어지지 않고 산 프라이밍되지 않은 경우의 환자면을 보

여줌)에 나타나 있다. 이들 도면에서 볼 수 있듯이, 역시, 본원에서 개시되는 에멀젼은, 그 성능이 개선되지는 않는다 하더라도 필적할만하며, 일반적으로 수계 코팅에 비해 균열이 최소화된 평활한 도포를 제공한다.

[0209] 코팅을 물품에 도포하는 일부 경우에, 코팅의 바람직하지 않은 박편화가 일어날 수 있다. 일부 실시양태에서, 공급물 내에 존재하는 적어도 1종의 다른 단량체의 유리 전이 온도 ("Tg")보다 상대적으로 더 낮은 유리 전이 온도를 갖는 "더 연질의" 단량체를 단량체 공급물 및/또는 예비-에멀젼 공급물에 포함시킴으로써, 박편화를 감소시킬 수 있다. 예를 들어, 단량체 공급물은 상대적으로 더 높은 유리 전이 온도 ("Tg")를 갖는 1종 이상의 단량체 및 상대적으로 더 낮은 Tg를 갖는 1종 이상의 다른 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시양태에서 단량체 공급물은 약 50℃ 내지 약 80℃의 범위의 Tg를 갖는 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 및 약 -30℃의 Tg를 갖는 "더 연질의" 4-히드록시부틸 아크릴레이트를 포함할 수 있다. "더 연질의" 단량체, 예컨대 4-히드록시부틸 아크릴레이트를 포함시킴으로써, 일부 코팅의 박편화를 감소시키는 것을 도울 수 있다. 추가로 또는 대안으로서, 예비-에멀젼 공급물은 코팅을 "연화"시키고 박편화를 잠재적으로 감소시키려는 노력으로 1종 이상의 다른 단량체의 Tg보다 더 낮은 Tg를 갖는 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 예비-에멀젼 공급물은 상대적으로 더 높은 유리 전이 온도 ("Tg")를 갖는 1종 이상의 단량체 및 상대적으로 더 낮은 Tg를 갖는 1종 이상의 다른 단량체를 포함할 수 있다. 예를 들어, 일부 실시양태에서 예비-에멀젼 공급물은 약 -50℃의 범위의 Tg를 갖는 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함할 수 있다. "더 연질의" 단량체, 예컨대 2-에틸헥실 아크릴레이트를 포함시킴으로써, 일부 코팅의 박편화를 감소시키는 것을 도울 수 있다. 추가로 예를 들어, 예비-에멀젼 공급물은 약 100℃의 범위의 Tg를 갖는 메틸 메타크릴레이트, 및 약 -50℃ 내지 약 -70℃의 범위의 Tg를 갖는 "더 연질의" 2-에틸헥실아크릴레이트 단량체를 포함할 수 있다. 코팅의 요망되는 특징을 수득하기 위해 이러한 단량체들의 비를 조절할 수 있다.

[0210] 박편화 관찰을 포함하는 추가의 시험을 샘플 19로 코팅된 라텍스 필름 상에서 수행하였다. 장갑 코팅 도포에 적합한 특징을 갖는 것으로 공지된 용매계 코팅인 전술된 대조물을 사용하여 비교 시험을 실시하였다. 추가의 시험을 하기 절차를 사용하여 수행하였다:

[0211] 1. 샘플 19 에멀젼계 공중합체를 탈이온("DI")수를 사용하여 3.5 내지 4.0 %의 총 고체 함량 ("TSC")으로 희석하였다.

[0212] 2. 가교제 사이멜 373을 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 3.5 내지 4.0 %로 샘플 19 에멀젼에 첨가하였다.

[0213] 3. 중합체 용액을 약 34℃의 온도로 만들었다.

[0214] 4. 중합체 용액을 라텍스 필름 상에 코팅하고, 이때 코팅 공정 전에 및 침출 후에 라텍스 샘플을 약 40 내지 45℃의 온도로 가열하였다.

[0215] 5. 코팅 후에, 필름 상의 균일한 코팅을 보장하기 위해, 필름이 도포된 몰드를 오븐 내에서 회전시켰다.

[0216] 6. 이어서 코팅된 필름을 140℃에서 30분 동안 경화시켰다.

[0217] 7. 이어서 코팅된 필름을 약 80 ppm의 염소 농도로 착용면 및/또는 환자면 상에 염소화시켜 임의의 분말을 제거하였다.

[0218] 상기 시험 절차를 바탕으로, 하기 결과를 수득하였고, 여기서 코팅 박편화의 정도를 1 내지 5의 등급으로 평가하였고, 이때 1은 가장 낮은 박편화를 나타내고 5는 가장 높은 박편화를 나타낸다:

[0219] <표 31>

샘플	샘플 19				샘플 19				샘플 19				대조물	
코팅TSC (%)	4.0				4.0				3.5				4.0	
사이멜373 (%)	4.0				3.5				3.5				NA	
마찰계수(COF)	착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥		착용 손가락		착용 손바닥	
샘플	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적	정적	동적
평균	0.04	0.04	0.08	0.09	0.04	0.06	0.08	0.09	0.08	0.08	0.04	0.05	0.02	0.03	0.03	0.07
표준 편차	0.01	0.01	0.07	0.09	0.01	0.01	0.00	0.01	0.08	0.07	0.04	0.04	0.01	0.02	0.00	0.01
염소화 (비노화) 장갑의 물리적 특성																
인장 강도 (kg/cm^2)	280				281				273				267			
응력 300% (kg/cm^2)	17				15				15				17			
응력 500% (kg/cm^2)	49				38				37				46			
극한 신율 %	845				885				845				845			
분말 함량																
분말 함량 (mg/장갑)	시험하지 않음				1.22				1.56				0.60			
관찰결과																
코팅 균일성	적당함				적당함				우수함				매우 우수함			
*코팅 박편화의 정도	4				4				3				1			

[0220]

[0221] 상기에 시험된 샘플을 재고해 보자면, 더 낮은 총 고체 함량/농도 및 감소된 사이멜 함량을 갖는 코팅의 경우에 감소된 박편화 및 개선된 코팅 균일성이 관찰되었다. 추가로, 코팅 및 필름의 온도를 상승시키고 몰드를 일정한 온도에서 회전시키면 코팅의 균일성이 개선되고 박편화가 감소된다는 것이 또한 관찰되었다. 도 15a는 3.5%의 총 고체 함량 및 3.5% 사이멜을 갖는 샘플 19로 코팅된 필름의 주사전자현미경 이미지를 보여주고, 도 15b는 4%의 총 고체 함량 및 3.5% 사이멜을 갖는 샘플 19로 코팅된 필름의 주사전자현미경 이미지를 보여준다. 도 15c는 대조물 샘플로 코팅된 필름의 주사전자현미경 이미지를 보여준다. 각각의 이들 이미지는 필름의 환자면의 이미지이고, 시험에서는 낮은 농도로 염소화시키고 윤활화시키지 않고 코팅 공정 동안에 뒤집지 않았다.

[0222] 하기 표는, 에멀젼으로 코팅되기 전에 예비-처리된 장갑을 사용하여, 샘플 H 내지 J의 경우에 HEMA/EHA/MMA/MAA (75/11/11/3)를 함유하는 중합체 에멀젼에 대해 수행된 추가의 실험의 결과를 보여준다. 이들 예에서, 예비-처리는 중합체 에멀젼으로 코팅하고 건조시키기 전에 장갑을 각각의 용액에 침지시키는 HCl 프라이밍 단계 또는 황산알루미늄 프라이밍 단계를 포함하는 산 프라이밍 단계를 포함하였다. 추가의 시험을 하기 절차를 사용하여 수행하였다:

[0223] 1. 샘플 19 에멀젼계 공중합체를 탈이온("DI")수를 사용하여 3.5 내지 4.0 %의 총 고체 함량 ("TSC")으로 희석

하였다.

[0224] 2. 가교제 사이멜 373을 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 약 3.5%로 샘플 19 에멀젼에 첨가하였다.

[0225] 3. 중합체 용액을 냉각시키고 약 34℃에서 유지하였다.

[0226] 4. 중합체 코팅을 도포하기 전에, 라텍스 필름, 즉, 장갑 샘플을, 하기 표에 명시된 바와 같이, HCl 산 프라이밍 용액 또는 황산알루미늄 용액에 침지시키거나 전혀 침지시키지 않고, 오븐에서 100℃ 내지 150℃에서 1 내지 2 분 동안 건조시켰다. 샘플 H를 황산알루미늄으로 예비-처리하고, 샘플 I를 HCl 프라이밍 용액으로 예비-처리하고 샘플 J를 예비-처리하지 않았다.

[0227] 5. 이어서 라텍스 필름을 코팅 공정 전에 약 40℃ 내지 45℃의 온도로 가열한 후에 중합체 용액을 침지 공정을 사용하여 라텍스 필름 상에 코팅하였다.

[0228] 6. 코팅 후에, 필름 상의 균일한 코팅을 보장하기 위해, 필름이 도포된 몰드를 오븐 내에서 회전시켰다.

[0229] 7. 이어서 코팅된 필름을 140℃에서 30분 동안 경화시켰다.

[0230] 8. 이어서 코팅된 필름을 약 80 ppm의 염소 농도로 착용면 및/또는 환자면 상에 염소화시켜 임의의 분말을 제거하였다.

[0231] 9. 이어서 장갑을 하기 표에 명시된 바와 같이 시험하였다. ASTM D-412 방법에 상술된 바와 같이, 노화 장갑을 오븐에 약 70℃에서 7일 동안 넣어두는 열 가속 노화 공정을 사용하여 노화 샘플을 노화시켰다. 비노화 샘플을 이러한 열처리 노화 공정을 수행하지 않고서 시험하였다.

[0232] 하기 표 32에 명시된 바와 같은, 하기 시험 결과를 수득하였다.

[0233] <표 32>

코팅 유형	**H**	**I**	**J**
예비-처리의 유형	황산알루미늄	HCl	수행하지 않음
예비-처리 농도 (%)	3	4.5	N/A
멸균 (비노화) 장갑의 물리적 특성			
인장 강도(kg/cm²)	289	250	283
응력 300% (kg/cm²)	11	14	17
응력 500% (kg/cm²)	25	31	47
극한 신율 %	924	924	845
멸균 (노화) 장갑의 물리적 특성			
인장 강도(kg/cm²)	287	131	227
응력 300% (kg/cm²)	12	7	10
응력 500% (kg/cm²)	29	13	18
극한 신율 %	943	1002	1022

[0234]

[0235] 상기 표 32의 결과를 보자면, 샘플 H와 샘플 I 둘 다는 비노화 장갑에 대해 만족스러운 결과를 나타내었고, 이때 샘플 H (황산알루미늄으로 예비-처리된 장갑)가 약간 더 우수한 인장 강도 결과를 나타내었다. 그러나, 황산알루미늄으로 처리된 장갑인 샘플 H는 노화 시에 산 프라이밍 처리된 장갑 (샘플 I) 및 예비-처리되지 않은 샘플 (샘플 J)보다 더 우수한 인장 강도 값을 유지하였다. ASTM D-412 표준에 따르면, 장갑에 요구되는 노화 인장 강도는 적어도 185 kg/㎠이다. 따라서, HCl로 예비-처리된 노화 장갑은 이러한 값보다 더 낮은 값을 가졌다. 황산알루미늄으로 예비-처리된 노화 장갑 (샘플 H)은 일반적으로 전반적으로 더 높은 인장 강도 값 및 응력 값을 갖는 더 우수한 값을 나타내었다.

[0236] 하기 표 33에서, 추가의 실험을, 에멀젼으로 코팅되기 전에 황산알루미늄 프라이밍 단계에서 예비-처리된 장갑을 사용하여 샘플 19 상에서 수행하였다. 이들 샘플은 샘플 K 내지 L로서 표기된다. 추가의 시험을 하기 절차

를 사용하여 수행하였다:

[0237] 1. 에멀젼계 공중합체 샘플을 탈이온("DI")수를 사용하여 약 3.5%의 총 고체 함량 ("TSC")으로 희석하였다. 샘플 K와 샘플 L 둘 다는 75/11/11/3의 HEMA/EHA/MMA/MAA 농도를 갖지만, 이들 2개의 샘플들은 에멀젼계 공중합체 코팅을 안정화시키는 방법에 있어서 상이하다. 샘플 K의 경우에는 코팅을 안정화시키기 위해 KOH를 이용하였고, 반면에 샘플 O의 경우에는 코팅을 안정화시키기 위해 수산화암모늄을 이용하였다.

[0238] 2. 가교제 사이멜 373을 공중합체의 건조 중량에 대한 가교제의 건조 중량을 기준으로 약 3.5%로 각각의 샘플 K 내지 L에 첨가하였다.

[0239] 3. 중합체 용액을 냉각시키고 약 34℃에서 유지하였다.

[0240] 4. 중합체 코팅을 도포하기 전에, 라텍스 필름, 즉, 장갑 샘플을, 하기 표에 명시된 바와 같이, 황산알루미늄 용액에 침지시키고, 오븐에서 100℃ 내지 150℃에서 1 내지 2 분 동안 건조시켰다.

[0241] 5. 이어서 라텍스 필름을 코팅 공정 전에 약 40℃ 내지 45℃의 온도로 가열한 후에 중합체 용액을 라텍스 필름 상에 코팅하였다.

[0242] 6. 코팅 후에, 필름 상의 균일한 코팅을 보장하기 위해, 필름이 도포된 몰드를 오븐 내에서 회전시켰다.

[0243] 7. 이어서 코팅된 필름을 140℃에서 30분 동안 경화시켰다.

[0244] 8. 이어서 코팅된 필름을 약 80 ppm의 염소 농도로 착용면 및/또는 환자면 상에 염소화시켜 임의의 분말을 제거하였다.

[0245] <표 33>

코팅	**샘플 K**	**샘플 L**
HEMA	**75**	**75**
EHA	**11**	**11**
MMA	**11**	**11**
MAA	**3**	**3**
코팅 TSC (%)	**3.5**	**3.5**
사이멜 373 (%)	**3.5**	**3.5**
프라이밍제	**황산알루미늄**	**황산알루미늄**
프라이머 농도 (%)	**1.5**	**1.5**
멸균 (비노화) 장갑의 물리적 특성		
인장 강도 (kg/cm²)	289	296
응력 300 % (kg/cm²)	11	11
응력 500 % (kg/cm²)	25	30
극한 신율 %	924	884
멸균 (노화) 장갑의 물리적 특성		
인장 강도 (kg/cm²)	287	290
응력 300 % (kg/cm²)	12	13
응력 500 % (kg/cm²)	29	25
극한 신율 %	943	924
분말 함량 (mg/장갑)	1.82	1.90
관찰결과		
코팅 침강	없음	없음
처리 동안의 내부 점착성	약간 있음	있음
건조 착용	적당함	적당함

[0246]

[0247] 전반적으로, 샘플 K와 샘플 L은 유사한 결과를 나타내었고, 이때 둘 다는 노화 장갑과 비노화 장갑 둘 다에 대

해 유리한 결과를 나타내었고 적당한 착용성을 나타내었다. 하나의 차이가 처리 동안에 관찰되었는데, 샘플 K의 경우에 약간의 점착성이 관찰되었고 반면에 샘플 L의 경우에 더 강한 점착성이 관찰되었다.

[0248] 본원에서 개시되는 조성물 및 공정은 본원에서 기술된 유형의 중합체 에멀젼으로 코팅된 물품 및 이러한 물품의 제조 방법을 추가로 포함할 수 있다. 일부 경우에, 이러한 물품은 천연 고무, 합성 고무, 또는 라텍스로 만들어진, 예컨대, 비제한적으로 수술용 장갑, 의사의 검진용 장갑, 산업용 장갑, 피임 기구, 카테터, 풍선, 관, 시트, 다른 탄성 물품, 및 유사한 물품을 포함한다. 상기에 명시된 바와 같이, 고무 또는 라텍스 장갑은 착용 능력, 즉, 장갑이 피부 표면에서 최소의 마찰을 일으키면서 미끄러져 끼워지고 벗겨지는 능력을 필요로 할 수 있다. 따라서, 장갑의 내부에 도포되는 가요성 비점착성 장갑 코팅은 블로킹을 최소화하고 과도한 마찰을 일으키지 않고 달라붙지 않고서 장갑의 습윤 또는 건조 착용을 허용하는 데 유용할 수 있다. 상기 예는 이러한 목적에 있어서 본원에서 개시되는 에멀젼의 적합성을 나타낸다.

[0249] 추가로, 본원에 제시된 시험 결과에 의해 입증된 바와 같이, 본원에서 개시되는 특정한 에멀젼은 수용성 코팅에 비해 감소된 정적 및 동적 건조 마찰 계수를 제공한다. 이러한 감소된 마찰 계수는 많은 응용분야, 예컨대 착용 능력이 요구되는 수술용 및 검진용 장갑에서 바람직하다. 추가로, 본원에 제시된 에멀젼의 예는, 특히 수계 코팅에 비해, 감소된 점착성 및/또는 접착성을 제공한다. 감소된 점착성 및 접착성은 또한 장갑 응용분야에서 바람직한 특징이다. 참조로, 점착성은 물품이 그 자체에 또는 동일한 물품에 부착되는 것을 나타내는 데 사용될 수 있고, 반면에 접착성은 물품이 다른 물질에 부착되는 것을 나타내는 데 사용될 수 있다. 본원에서 개시되는 실시양태에 의해 제공되는 이들 특징 때문에, 이롭게도 장갑에 분말 또는 다른 윤활화 물질을 사용할 필요가 적어질 수 있다.

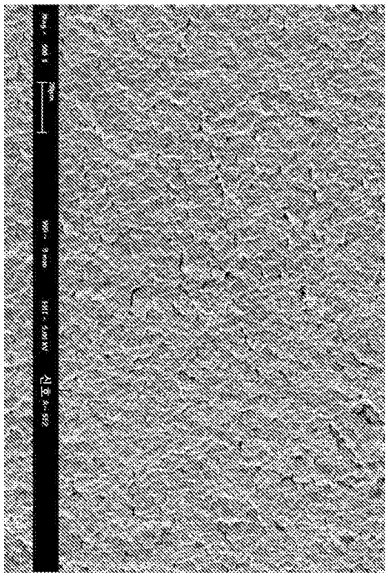
[0250] 추가로 예를 들어, 비제한적으로 본원에서 개시되는 방법에 따라 제조되는 에멀젼 코팅은 탄성 필름, 감압성 접착제, 코팅, 히드로겔, 및 피부에 국소 도포하기 위한 조성물, 예컨대, 크림, 로션, 연고, 겔, 에어로졸, 스프레이, 화장품 조성물, 탈취제, 및 곤충 퇴치제의 제조에 적합하고 이로서 사용될 수 있다. 이러한 용도는 의료용 탄성 필름, 붕대, 테이프, 상처 관리 드레싱, 수술용 드레이프, 개구 수술용 드레싱, 경피 약물 전달 시스템을 위한 운반체, 및 점막 약물 전달 시스템을 위한 운반체를 포함할 수 있다.

[0251] 관련 기술분야의 통상의 기술자라면 본원에서 개시되는 에멀젼 코팅을 임의의 통상적인 방법 또는 공정을 통해 물품에 도포할 수 있다는 것을 용이하게 알 것이다. 이들 도포 방법은, 예를 들어, 침지, 다이 코팅, 롤 코팅, 역 롤 코팅, 그라비어 코팅, 역 그라비어 코팅, 오프셋 그라비어 코팅, 메이어 로드(Mayer rod) 또는 권선 로드 코팅, 분무, 빗질 등을 포함할 수 있다. 본원에서 개시되는 중합체 및 공중합체를 가열 또는 냉각시킴으로써 코팅 공정을 용이하게 하고 기재로의 깊이 또는 침투를 변경할 수 있다.

[0252] 이들 및 다른 개질 및 변형은, 더 특히는 첨부된 청구항에 제시된, 본원에서 개시되는 조성물 및 공정의 개념 및 범주에서 벗어나지 않게, 관련 기술분야의 통상의 기술자에 의해 실시될 수 있다. 추가로, 다양한 실시양태의 측면들은 전체적으로 또는 부분적으로 교체될 수 있다는 것을 이해해야 한다. 게다가, 관련 기술분야의 통상의 기술자라면 상기 설명은 단지 예일 뿐이며, 첨부된 청구항에 추가로 기술되는 바와 같은 본원의 개시 내용을 제한하고자 함이 아니라는 것을 알 것이다. 그러므로, 첨부된 청구항의 개념 및 범주는 본원에 포함된 변형태에 관한 예시적인 설명으로 제한되어서는 안 된다.

도면

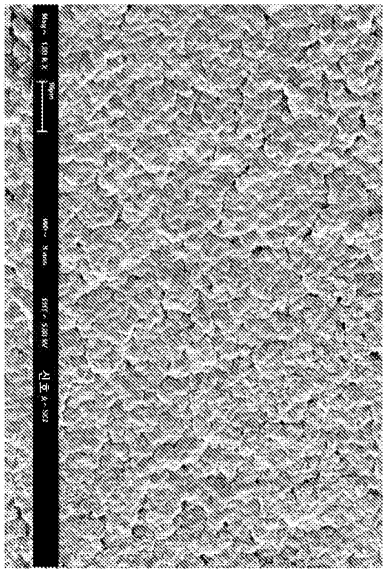
도면1



샘플 A: 수계, 100% DEY1996, 가교제 불포함

확대배율: 500X

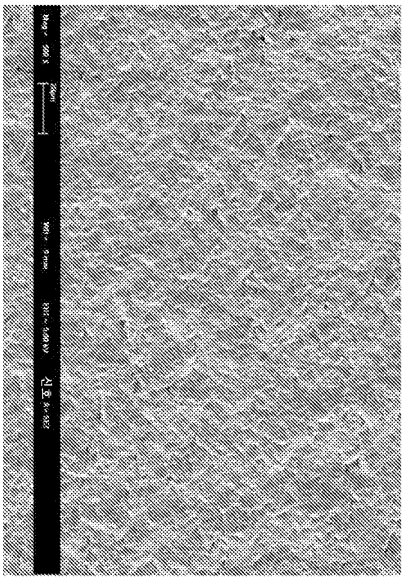
도 1a



1000X

도 1b

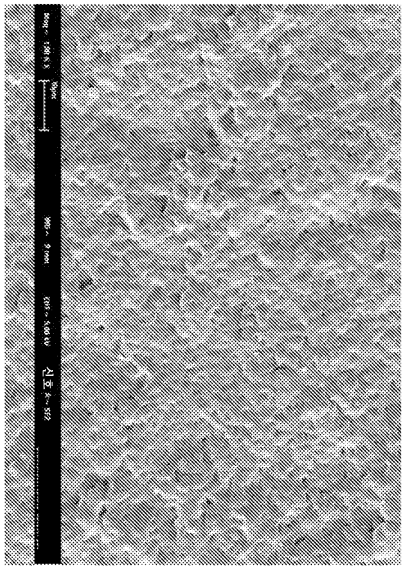
도면2



샘플 B: 수계 90% DEV1996 / 10% DEV5606, 가교계 XC113 포함

확대배율: 500X

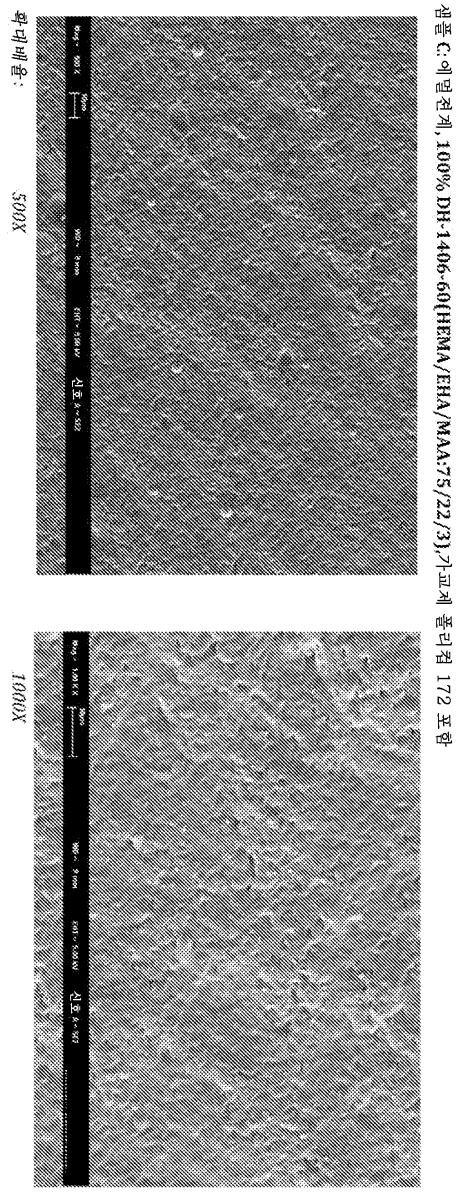
도 2a



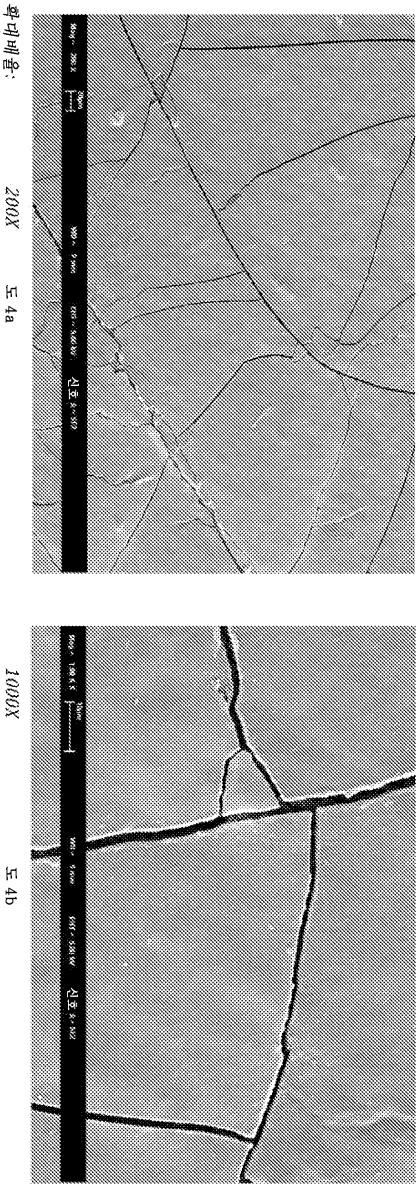
1000X

도 2b

도면3


샘플 C:에멀젼계, 100% DH-1406-60(HEMA/EHA/MAA:75/22/3),가교제 폴리컵 172 포함
확대배율:
500X
1000X

도면4

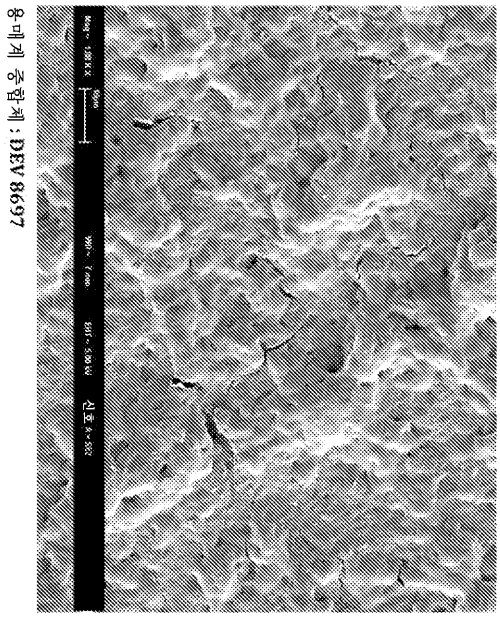


샘플 D: 용매계100% DH-1406-02 {HEMA/EHA/MAA:68/23/9}, 가교제 XC113 포함.

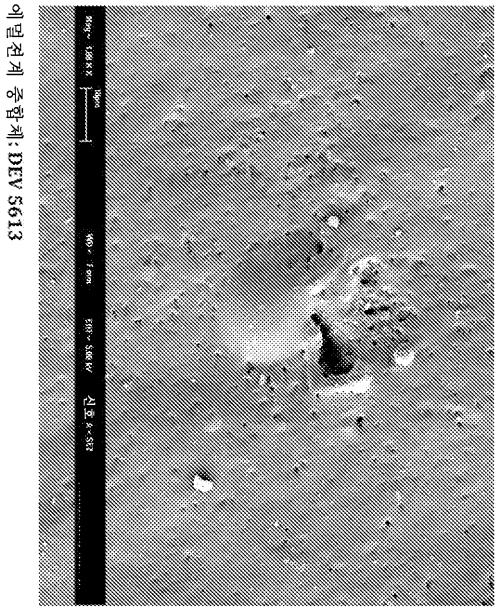
확대배율: 200X 도 4a

1000X 도 4b

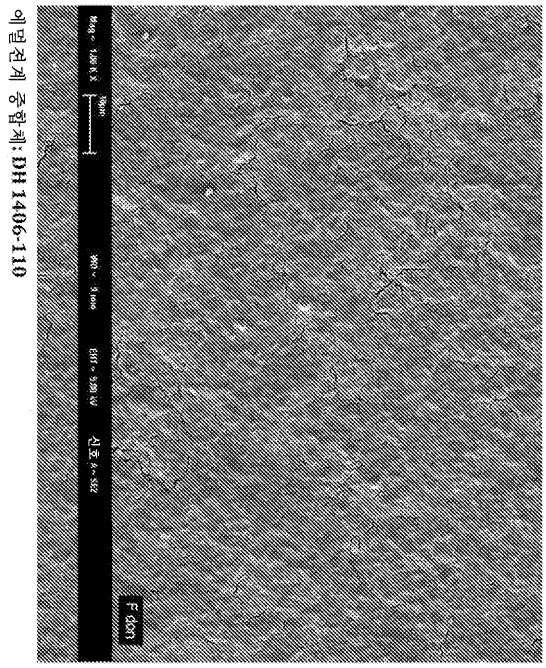
도면5



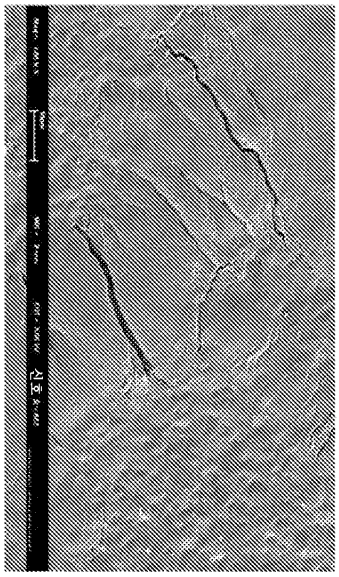
도면6



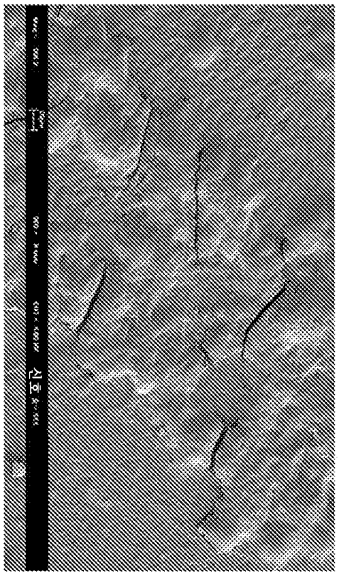
도면7



도면8

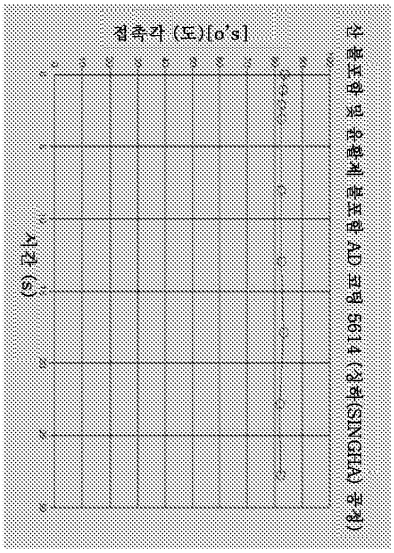


도 8a

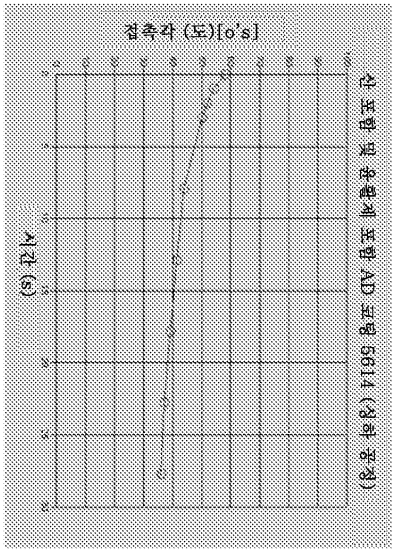


도 8b

도면9

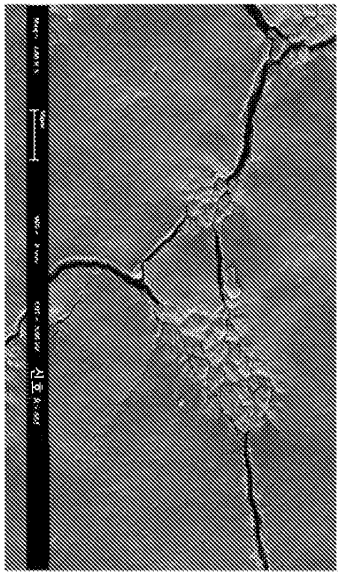

산 불포함 및 유황계 불포함 AD 표준 5614 (싱하(SINGHA) 공정)
접촉각 (도)[o's]
시간 (s)

도 9a

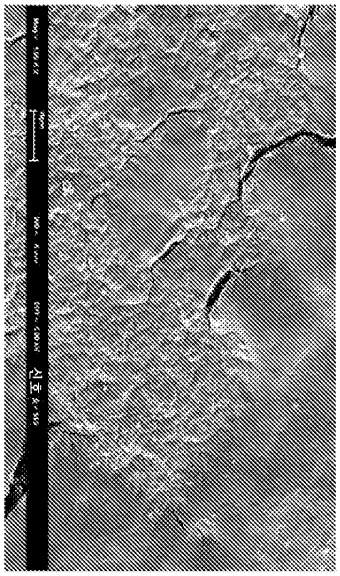

산 포함 및 유황계 포함 AD 표준 5614 (싱하 공정)
접촉각 (도)[o's]
시간 (s)

도 9b

도면10

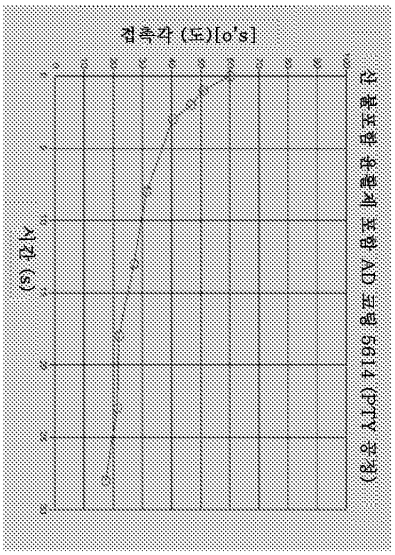


도 10a

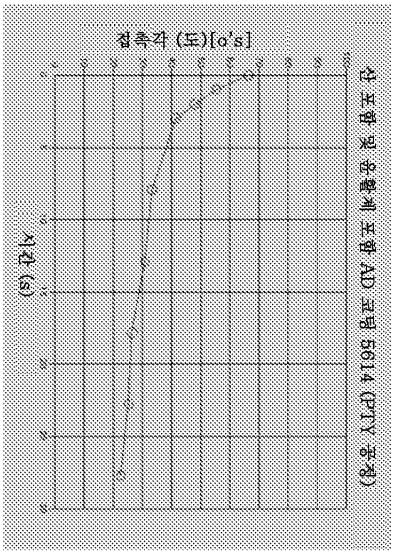


도 10b

도면11

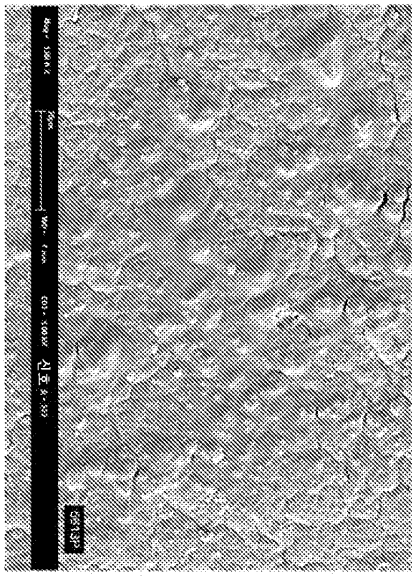


도 11a

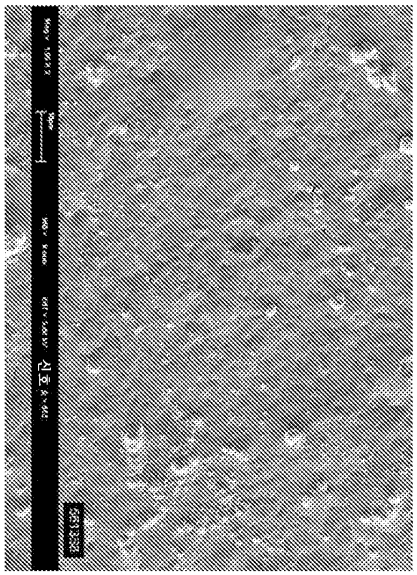


도 11b

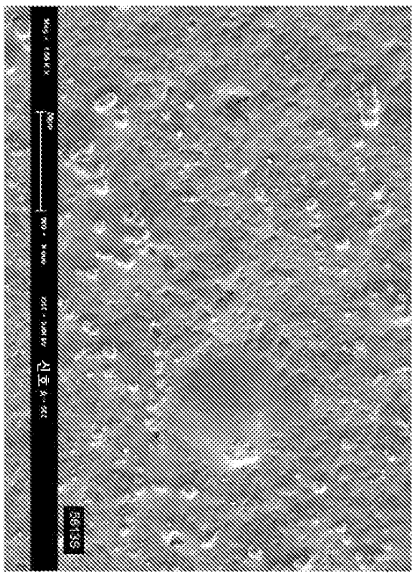
도면12



도 12c

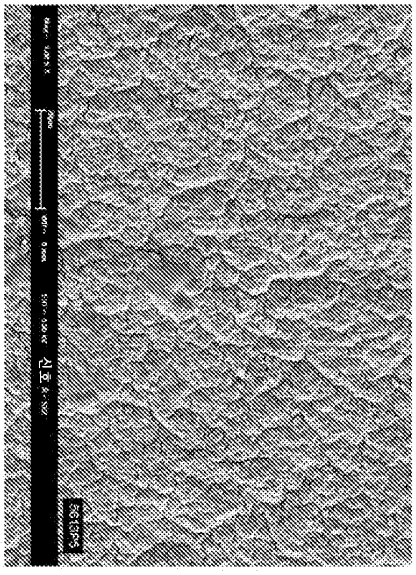


도 12a

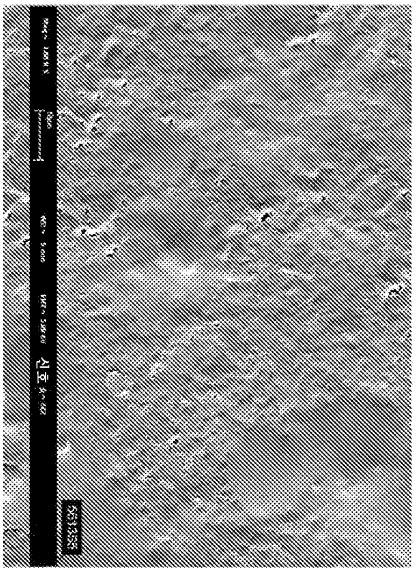


도 12b

도면13

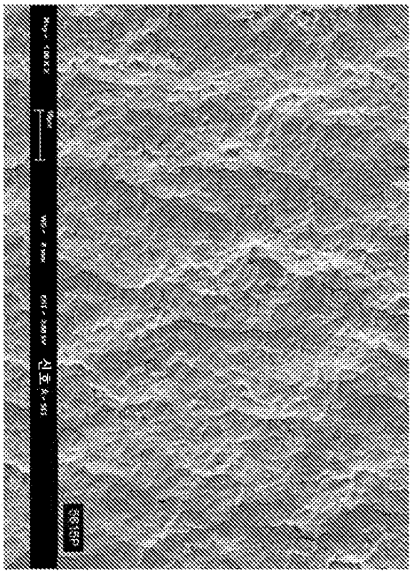


도 13b

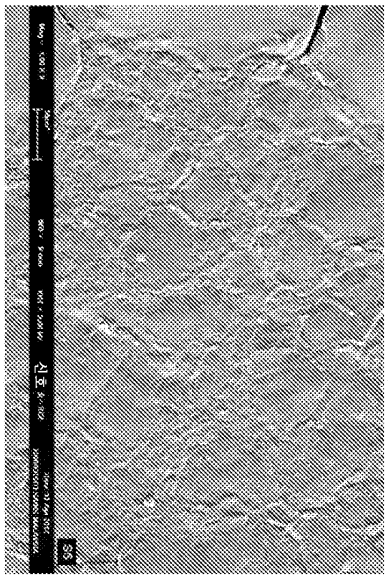


도 13a

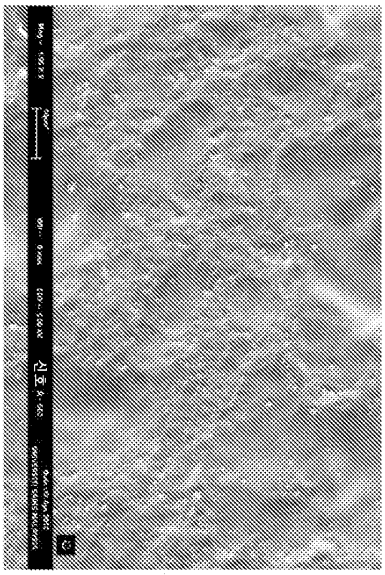
도면14



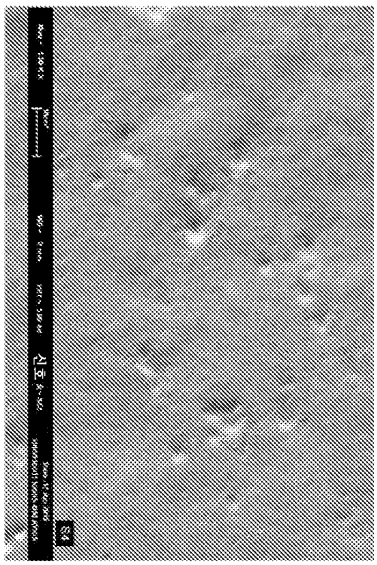
도면15



도 15a



도 15c



도 15b