(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0008604
(43) 공개일자 2018년01월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D21H 17/57 (2006.01) *D21H 19/16* (2006.01)
D21H 19/24 (2006.01) *D21H 19/26* (2006.01)
D21H 19/30 (2006.01) *D21H 19/82* (2006.01)
D21H 21/18 (2006.01)
(52) CPC특허분류
D21H 17/57 (2013.01)
D21H 19/16 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-7035872
(22) 출원일자(국제) 2016년05월18일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2017년12월13일
(86) 국제출원번호 PCT/US2016/033048
(87) 국제공개번호 WO 2016/187282
국제공개일자 2016년11월24일
(30) 우선권주장
62/162,866 2015년05월18일 미국(US)

(71) 출원인
바스프 에스이
독일 67056 루드빅샤펜 암 라인 칼-보쉬-스트라쎄 38
(72) 발명자
니즈위츠키, 다니엘
미국 48183 미시간주 트렌톤 써드 스트리트 2184
(74) 대리인
양영준, 이귀동

전체 청구항 수 : 총 17 항

(54) 발명의 명칭 **페이퍼보드 및 페이퍼 미디어를 처리하는 방법, 및 관련 처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어**

(57) 요 약

페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리하는 방법이 제공된다. 이들 방법에서, 조성물은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용된다. 임의의 방법에 따라 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어와 비교하여 건조 및 습윤 시험 방법론 양쪽 하에 증가된 강도를 달성하였다.

(52) CPC특허분류
D21H 19/24 (2013.01)
D21H 19/26 (2013.01)
D21H 19/30 (2013.01)
D21H 19/82 (2013.01)
D21H 21/18 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

다관능성 알콜, 아민, 아민 유도체, 주석-기재 촉매 및 그의 조합으로부터 선택된 적어도 1종의 성분을 포함하는 제1 조성물을 제공하는 단계;

이소시아네이트 성분을 포함하는 제2 조성물을 제공하는 단계;

제1 조성물 및 제2 조성물 중 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계;

제1 조성물 및 제2 조성물 중 다른 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하여 처리 조성물을 형성하는 단계

를 포함하고,

여기서 이소시아네이트 성분은 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트, 폴리메틸렌 폴리페닐이소시아네이트, 이소시아네이트-말단 예비중합체, 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체 및 그의 조합의 군으로부터 선택된 것인,

페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 이소시아네이트 성분이 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI), 폴리메틸렌 폴리페닐 디이소시아네이트 (PMDI), 또는 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI) 및 폴리메틸렌 폴리페닐이소시아네이트 (PMDI)의 조합을 포함하는 것인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 이소시아네이트 성분이

활성 수소-함유 종; 및

메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI) 및/또는 폴리메틸렌 폴리페닐 디이소시아네이트 (PMDI)

의 반응 생성물을 포함하는 이소시아네이트-말단 예비중합체인 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 폴리에테르 폴리올, 폴리에스테르 폴리올, 폴리아민 또는 그의 임의의 조합을 포함하는 것인 방법.

청구항 5

제3항 또는 제4항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 폴리에테르 폴리올을 포함하는 것인 방법.

청구항 6

제3항 또는 제4항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 폴리에스테르 폴리올을 포함하는 것인 방법.

청구항 7

제3항 또는 제4항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 에틸렌 옥시드 및 프로필렌 옥시드의 중합으로부터 유도된 이종 폴리올인 방법.

청구항 8

제3항 또는 제4항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 에틸렌 옥시드/프로필렌 옥시드 블록 공중합체인 방법.

청구항 9

제3항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 활성 수소-함유 종이 76 내지 5,500 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 것인 방법.

청구항 10

제3항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 이소시아네이트-말단 예비중합체가 100 중량부의 이소시아네이트 성분을 기준으로 하여 이소시아네이트 성분 중에 25 내지 90 중량부, 바람직하게는 25 내지 75 중량부의 양으로 존재하는 것인 방법.

청구항 11

제3항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 이소시아네이트 성분이 0 초과 내지 48 중량 퍼센트의 NCO 함량을 갖는 이소시아네이트-말단 예비중합체인 방법.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 이소시아네이트 성분이 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체, 즉 카르보디이미드화 촉매의 존재 하에 형성된 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트의 자기-중합 생성물인 방법.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 제1 조성물이 물을 추가로 포함하고, 여기서 제1 조성물 내 적어도 1종의 성분의 농도가 물 및 적어도 1종의 성분의 총 합 중량을 기준으로 하여 10% 초과 내지 100% 미만인 방법.

청구항 14

페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 제공하는 단계;

미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체와, 일관능성 이소시아네이트, 일관능성 알콜, 일관능성 아민 및 그의 조합의 군으로부터 선택된 반응성 기의 반응 생성물을 포함하는 캡핑된 폴리카르보디이미드를 제공하는 단계; 및

코팅으로서의 캡핑된 폴리카르보디이미드를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계

를 포함하는, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리하는 방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체가 카르보디이미드화 촉매의 존재 하에 형성된 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트의 자기-중합 생성물인 방법.

청구항 16

제14항 또는 제15항에 있어서, 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체가 5,500 내지 30,000 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 것인 방법.

청구항 17

제1항 내지 제16항 중 어느 한 항의 방법에 따라 형성된, 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 관련 출원에 대한 상호-참조

[0002] 본 출원은 2015년 5월 18일에 출원된 미국 가출원 번호 62/162,866을 우선권 주장하며, 그 내용은 본원에 참조로 포함된다.

[0003] 발명의 분야

[0004] 본 발명은 일반적으로 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어의 강도 및 장벽 특성을 증가시키기 위해 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어를 처리하는 방법 및 관련 처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0005] 페이퍼보드 및 다른 페이퍼 미디어는 통상적으로 포장 및 인쇄 산업에서 매우 다양한 물품을 포장 및 보호하는데 사용된다. 예를 들어, 유리 병 또는 캔을 운반하기 위해 페이퍼보드 카톤을 사용하는 것이 통상적이다. 이러한 페이퍼보드 카톤은 그의 목적하는 최종 사용에 따라 일련의 다이 절단 개구부, 천공부 또는 절첩부를 포함할 수 있다.

[0006] 이러한 페이퍼보드의 강도 및 내구성은 주로, 페이퍼보드의 1000 제곱 피트의 파운드 단위의 중량으로서 일반적으로 정의되는 페이퍼보드의 기본 중량으로 정의된다. 캐리어 보드의 경우, 페이퍼보드는 통상적으로 12 팩 또는 6 팩 컨테이너 분배기의 제조에 사용되며, 기본 중량은 전형적으로 21-26 포인트이다.

[0007] 페이퍼보드의 표면에 코팅을 적용하거나 또는 다르게는 다공성 페이퍼보드에 특성 수지를 함침시킴으로써 (이는 압축 강도, 인장 강도, 인열 강도, 가요성, 수분 또는 장벽 특성 등을 증가시킬 수 있음), 사용 동안 고장나기 쉬운 페이퍼보드의 전체 또는 선택적 부분을 선택적으로 강화, 또는 처리하는 것이 또한 관례이다.

발명의 내용

[0008] 본 출원은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 강도 및 장벽 특성을 증가시키는 방법을 언급한다.

[0009] 한 실시양태에서, 방법은 하기 단계를 포함한다: 다관능성 알콜, 아민, 아민 유도체, 주석-기재 촉매 및 그의 조합으로부터 선택된 적어도 1종의 성분을 포함하는 제1 조성물을 제공하는 단계; 이소시아네이트 성분을 포함하는 제2 조성물을 제공하는 단계; 제1 조성물 및 제2 조성물 중 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계; 제1 조성물 및 제2 조성물 중 다른 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하여 처리 조성물을 형성하는 단계. 이러한 실시양태에서, 이소시아네이트 성분은 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI), 폴리메틸렌 폴리페닐이소시아네이트 (PMDI), 이소시아네이트-말단 예비중합체, 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체 및 그의 조합의 군으로부터 선택된다.

[0010] 또 다른 실시양태에서, 방법은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 제공하는 단계; 캡핑된 폴리카르보디이미드를 제공하는 단계 (여기서 캡핑된 폴리카르보디이미드는 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 카르보디이미드 중합체와, 일관능성 이소시아네이트, 일관능성 알콜, 일관능성 아민 및 그의 조합으로부터 선택된 반응성 기의 반응 생성물을 포함함); 코팅으로서의 캡핑된 폴리카르보디이미드를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계를 포함한다.

[0011] 본 발명은 또한 상기 제공된 임의의 방법에 따라 형성된, 처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어를 제공한다.

[0012] 상기 기재된 임의의 방법에 따라 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 (즉, 무표백 크라프트, 솔리드 표백된 술페이트 보드 또는 100% 재활용 보드)는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어와 비교하여 건조 및 습윤 시험 방법론 양쪽 하에 증가된 강도를 달성하였다. 특정 실시양태에서, 이들 처리된 페이퍼보드의 평균 습윤 인장 강도 측정치는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어와 비교하여 80% 초과의 개선을 산출하였다. 본 발명은 따라서 유사하고/거나 개선된 강도를 도달하는데 있어서, 보다 높은 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어와 비교하여, 감소된 기본 중량을 갖는 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 사용하는 것을 가능하게 한다. 또한, 본 방법에 따라 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어와 비교하여 증가된 장벽 특성, 예컨대 증가된 물 침투 방지를 달성하였다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 본 발명은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 강도 및 장벽 특성을 증가시키는 방법을 제공한다. 보다 구체적으로, 본 발명은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 강도 및 장벽 특성을 증진시키도록 설계된 조성물에 의해 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리함으로써 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 강도 및 장벽 특성을 증가시키는 방법을 제공한다. 이러한 조성물은 우레탄 기 및/또는 우레아 기를 포함하고, 따라서 일반적으로 폴리우레탄 조성물 및/또는 폴리우레아 조성물일 수 있는 처리 조성물로 고려될 수 있다.

[0014] 본 발명의 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 통상적으로 포장 및 인쇄 산업에서 매우 다양한 물품을 포장 및 보

호하는데 사용되는 것들, 예컨대, 비제한적으로, 12 팩 또는 6 팩 컨테이너를 포장하기 위해 사용되는 페이퍼 카톤을 포함한다. 본 발명에 사용될 수 있는 예시적인 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 무표백 크라프트, 솔리드 표백된 술페이트 보드 또는 100% 재활용 보드를 포함한다. 본 발명의 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 전형적으로 제지 산업에 공지된 제지 제작 기술에 의해 셀룰로스로부터 제조되고, 따라서 전형적으로 섬유, 또는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 한정하는 다른 구조를 포함한다. 추가로, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 다공성이며, 전형적으로 상기 세공 내에 수증기의 형태로 존재하며 수소 결합을 통해 섬유 또는 구조에 부착될 수 있는 고유 수분 함유물을 갖는다.

[0015] 특정 실시양태에서, 본 발명에 사용되는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 기본 중량은 12 내지 34 포인트, 예컨대 14 내지 26 포인트이다. 기본 중량의 범위는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 유형에 따라 달라질 수 있으며, 음료 컨테이너 보드는 보다 낮은 기본 중량 (예컨대 12-14 포인트)이고, 파형 페이퍼보드는 보다 상한치에 있다 (예컨대 30-32 포인트). 본원에 정의된 바와 같은 기본 중량은 각각의 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 1000 제곱 피트의 파운드 단위의 중량 ("포인트"로 측정됨)이다. 따라서, 14 포인트 기본 중량 페이퍼보드는, 예를 들어, 1000 제곱 피트 샘플에 대해 대략 14 파운드 중량인 한편, 26 포인트 페이퍼보드는 동일한 두께의 1000 제곱 피트 샘플에 대해 26 파운드 중량이다. 본 발명에 사용될 수 있는 예시적인 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 12, 18 및 22 포인트 무표백 크라프트 페이퍼; 18 포인트 코팅된 재활용 보드; 12 및 14 포인트 SBS 보드; 14 포인트 비코팅된 재활용 보드; 및 34 포인트 라이너 보드를 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0016] 본 발명의 제1 방법에서, 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는, 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 형성하기 위해 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에의 2종의 별개의 조성물 (제1 조성물 및 제2 조성물)의 순차적 적용 (즉, 제1 조성물을 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계에 이어서 제2 조성물을 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하여, 적용된 제1 조성물이 적용된 제2 조성물과 반응하도록 함)에 의해 형성된다. 제1 조성물과 제2 조성물의 반응은 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 상에 처리 조성물 (즉, 우레탄 및/또는 우레아 및/또는 카르보디이미드 기를 포함할 수 있는 경화 조성물)을 형성하며, 따라서 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 형성한다.

[0017] 보다 구체적으로, 제1 실시양태에서, 제1 방법은 다관능성 알콜, 아민, 아민 유도체, 주석-기재 촉매 및 그의 조합으로부터 선택된 적어도 1종의 성분을 포함하는 제1 조성물을 제공하는 단계; 이소시아네이트 성분을 포함하는 제2 조성물을 제공하는 단계; 제1 조성물 및 제2 조성물 중 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에 적용하는 단계; 및 제1 조성물 및 제2 조성물 중 다른 하나를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에, 예컨대 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면에, 적용된 제1 조성물 및 제2 조성물 중 하나의 위에 적용하여 처리 조성물을 형성하는 단계를 포함한다.

[0018] 상기 사용된 용어 "적용하는"은, 예컨대 드로우 다운 바 또는 로드, 핸드 프루핑, 스프레이 코팅 등의 사용에 의해 표면에 코팅을 형성하는 임의의 공지된 통상적인 페이퍼보드 코팅 기술을 지칭한다. 용어 적용은 또한 구체적 제지 코팅 제조 기기 예컨대 플렉소그래픽 프린터, 오프셋 프린터, 그라비어 등의 사용을 포함한다. 제1 또는 제2 조성물을 적용하기 전에, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 느슨한 섬유 또는 파편을 제거하기 위해 세척되거나 또는 달리 준비될 수 있다.

[0019] 드로우 다운 바가 적용에 이용되는 경우의 적용에서, 제1 및 제2 조성물 (순서대로 적용됨)의 적용된 코팅은 그의 적용 동안 또는 후에 다공성 페이퍼보드 및/또는 페이퍼 미디어의 표면에 및 그 안으로 압축되며 (즉, 이소시아네이트-말단 예비중합체의 적용된 코팅 또는 미반응 이소시아네이트 기를 갖는 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅이 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 침윤되거나 또는 다르게는 함침됨), 그에 따라 실질적으로 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 섬유 또는 구조를 코팅한다.

[0020] 제1 조성물의 적어도 1종의 성분은, 제2 조성물 (하기 추가로 기재됨)의 이소시아네이트 성분으로부터의 미반응 이소시아네이트 기와 각각 반응성이어서 우레탄 및/또는 우레아 기 및/또는 카르보디이미드 기를 갖는 중합체 (즉, 폴리우레탄 및/또는 폴리우레아 및/또는 폴리카르보디이미드)를 형성하는 화합물을 포함한다.

[0021] 제1 조성물의 적어도 1종의 성분은 다관능성 알콜, 아민, 아민 유도체, 주석-기재 촉매 및 그의 임의의 조합일 수 있다. 따라서, 예를 들어, 특정 실시양태에서, 제1 조성물의 적어도 1종의 성분은 다관능성 알콜, 아민, 아민 유도체 및 주석-기재 촉매 중 임의의 2종 또는 3종 또는 모두를 포함할 수 있다.

[0022] 제1 조성물 내 적어도 1종의 성분 중 하나로서 이용되는 적합한 다관능성 알콜, 아민 및 아민 유도체는 2종 이상의 활성 수소 종을 갖는 것들을 포함한다. 적합한 다관능성 알콜, 아민 및 아민 유도체는 디프로필렌

글리콜, 글리세롤, 트리에탄올 아민, 에틸렌 디아민, 헥사메틸렌 디아민 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0023] 제1 조성물 내 적어도 1종의 성분 중 하나로서 이용되는 적합한 주석-기재 촉매는 주석 카르복실레이트 촉매, 주석 메르캅티드 촉매, 주석 티오글리콜레이트 촉매 및 그의 임의의 조합을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 보다 구체적인 예시적 주석-기재 촉매는 디메틸주석 디네오데카노에이트, 디옥틸주석 디네오데카노에이트 및 디메틸주석 메르캅티드를 포함한다.

[0024] 또한, 제1 조성물의 적어도 1종의 성분이 주석-기재 촉매를 포함하는 실시양태에서, 제1 조성물은 또한 저분자량 사슬 연장제 및 가교제를 포함할 수 있다. 저분자량 사슬 연장제 및 가교제는 상기 기재된 특정의 다관능성 알콜, 아민 및 아민 유도체를 포함하고, 디프로필렌 글리콜, 글리세롤, 트리에탄올 아민, 에틸렌 디아민, 헥사메틸렌 디아민 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0025] 특정 실시양태에서, 제1 조성물은 또한 적어도 1종의 성분 이외에 물을 포함하고, 따라서 제1 조성물은 물 및 적어도 1종의 성분 둘 다를 포함하는 용액이다. 이러한 제1 방법의 물을 포함하는 실시양태에서, 제1 조성물에서 물 중 적어도 1종의 성분의 농도는 물 및 적어도 1종의 성분의 총 합 중량을 기준으로 하여 10% 초과 내지 100% 미만이며, 예컨대 여기서 물 중 적어도 1종의 성분의 농도는 물 및 적어도 1종의 성분의 총 합 중량을 기준으로 하여 50% 내지 100% 미만이다.

[0026] 상기 나타낸 바와 같이, 제2 조성물은 이소시아네이트 성분을 포함한다. 제2 조성물의 이소시아네이트 성분은 전형적으로 약 1.5 내지 약 3.0, 보다 전형적으로 약 2.0 내지 약 2.8, 및 보다 더 전형적으로 약 2.7의 평균 관능가를 갖는다. 이소시아네이트 성분은 또한 전형적으로 약 30 내지 약 33 중량%, 보다 전형적으로 약 30.5 내지 약 32.5 중량%, 및 보다 더 전형적으로 약 31.5 중량%의 NCO 함량을 갖는다.

[0027] 제2 조성물에 적합한 이소시아네이트 성분은 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI), 폴리메틸렌 폴리페닐이소시아네이트 (PMDI), 이소시아네이트-말단 예비중합체, 미반응 이소시아네이트 기 (즉, 유리 (펜던트형) NCO 기)를 갖는 카르보디이미드 중합체 및 그의 임의의 조합을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0028] 이소시아네이트-말단 예비중합체는, 제2 조성물의 이소시아네이트 성분에 존재하는 경우에, 일반적으로 이소시아네이트와 활성 수소-함유 종의 반응 생성물이며, 관련 기술분야의 통상의 기술자에 의해 이해되는 다양한 방법에 의해 형성되거나 또는 제조업체, 공급업체 등으로부터 상업적으로 수득될 수 있다.

[0029] 특정 실시양태에서, 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체 내 활성 수소-함유 종은 폴리올 또는 폴리아민이다.

[0030] 추가 실시양태에서, 활성 수소-함유 종은, 단분산된 폴리스티렌 표준을 기준으로 하는 보정 곡선을 사용하여 앞서 보정된 겔 투과 크로마토그래피 (GPC) 또는 핵 자기 공명 (NMR)에 의해 측정 시, 76 내지 5,500 g/mol 범위의 중량 평균 분자량 (Mw)을 갖는다. 본 발명의 경우, 본원에 기재된 모든 중량 평균 분자량은 단분산된 폴리스티렌 표준을 기준으로 하는 보정 곡선을 사용하여 앞서 보정된 겔 투과 크로마토그래피 (GPC) 또는 핵 자기 공명 (NMR)에 의해 측정되었다.

[0031] 이러한 제1 방법에서 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하는데 사용되는 이소시아네이트와 관련하여, 이소시아네이트는 1개 이상의 이소시아네이트 (NCO) 관능기, 전형적으로 적어도 2개의 NCO 관능기를 포함할 수 있다. 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하는데 사용하기 위한 본 발명의 목적을 위해 적합한 이소시아네이트는 통상적인 지방족, 시클로지방족, 아릴 및 방향족 이소시아네이트를 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0032] 특정 실시양태에서, 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체의 이소시아네이트는 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (또한 때때로 디페닐메탄 디이소시아네이트, MDI 또는 단량체 MDI로 지칭됨), 폴리메틸렌 폴리페닐 디이소시아네이트 (또한 때때로 중합 디페닐메탄 디이소시아네이트, 중합체 MDI 또는 PMDI로 지칭됨) 및 그의 조합의 군으로부터 선택된다. MDI가 3종의 이성질체 (2,2'-MDI, 2,4'-MDI 및 4,4'-MDI)로 존재하지만, 4,4' 이성질체 (때때로 순수 MDI로서 지칭됨)가 가장 폭넓게 사용된다. 본 발명의 목적을 위해, 용어 "MDI"는 달리 나타내지 않는 한 모든 3종의 이성질체를 지칭한다. 이들 실시양태에서, MDI 및 PMDI는 그의 보다 낮은 반응성으로 인해 톨루엔 디이소시아네이트 (TDI)에 비해 바람직하게 사용되며, 이는 추가로, 적용 후에 및 실질적 경화 전에 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어로의 이소시아네이트-말단 예비중합체의 침투/함침을 가능하게 한다. 또한, MDI 또는 PMDI는 TDI의 사용과 비교하여, 이들 구조 내에 함유된 메틸렌 브리지로 인해 보다 가요성의 처리된 페이퍼보드의 형성을 가능하게 한다. 추가로, MDI 및 PMDI는 TDI보다 더 낮은 증기압을 가져, 적용 전 및

그 동안 더 안전한 취급을 가능하게 한다.

[0033] 이용되는 경우에, 제2 조성물에서 활성 수소 종으로서 사용되는 폴리올은 1개 이상의 히드록실 (OH) 관능기, 전형적으로 적어도 2개의 OH 관능기를 포함한다. 폴리올은 관련 기술분야에 공지된 임의의 유형의 폴리올일 수 있다. 폴리올은 비-에톡실화, 또는 에톡실화, 폴리올이거나 또는 단쇄의 1개 이상의 OH 관능기를 갖는 저분자량 폴리올일 수 있다. 폴리올은 전형적으로 에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 부탄디올, 글리세롤, 트리메틸올프로판, 트리에탄올아민, 펜타에리트리톨, 소르비톨, 및 그의 조합의 군으로부터 선택된다. 본 발명의 목적을 위해, 다른 적합한 폴리올은 추가의 임의적인 성분, 보충 폴리올의 기재와 관련하여 하기 기재된다.

[0034] 형성 후에 이소시아네이트-말단 예비중합체가 후속 반응을 위해 팬던트 (유리) NCO 관능기를 포함하도록, 반응 전에 OH 관능기에 비해 과량의 NCO 관능기가 존재하는 한, 폴리올은 이소시아네이트-말단 예비중합체 내 이소시아네이트에 대해 다양한 양으로 사용될 수 있다. 이소시아네이트-말단 예비중합체는 전형적으로 0 초과 내지 약 48 중량%, 예컨대 18 내지 28 중량%, 예컨대 20 내지 25 중량%의 NCO 함량을 갖는다. 이소시아네이트-말단 예비중합체 내 유리 NCO 함량이 충족되지 않는 경우에 (즉, 약 0%), 처리된 페이퍼보드의 강도 특성은 적용된 중합체에 의존하며, 적용 후에 네트워크를 형성하도록 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 셀룰로스 내의 수분 또는 유리 히드록실 기와 반응하는 그의 능력에 의존하지 않는다. NCO 함량은 1 당량의 n-디부틸아민과 조합하는 이소시아네이트의 양으로서 결정될 수 있으며, 이는 중량 퍼센트의 관점에서 측정된다.

[0035] 이러한 제1 방법의 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체에 사용하기에 특히 적합한 폴리올은 폴리에테르 폴리올 및/또는 폴리에스테르 폴리올을 포함한다.

[0036] 이러한 제1 방법의 제2 조성물의 이소시아네이트 예비중합체에 사용하기에 적합한 폴리에테르 폴리올은 다관능성 개시제의 존재 하에 시클릭 옥시드, 예를 들어 에틸렌 옥시드 (EO), 프로필렌 옥시드 (PO), 부틸렌 옥시드 (BO), 또는 테트라히드로푸란의 중합에 의해 수득되는 생성물을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 적합한 개시제 화합물은 복수의 활성 수소 원자를 함유하고, 물, 부탄디올, 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜 (PG), 디에틸렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민, 톨루엔 디아민, 디에틸 톨루엔 디아민, 페닐 디아민, 디페닐메탄 디아민, 에틸렌 디아민, 시클로헥산 디아민, 시클로헥산 디메탄올, 레조르시놀, 비스페놀 A, 글리세롤, 트리메틸올프로판, 1,2,6-헥산트리올, 펜타에리트리톨, 및 그의 조합을 포함한다.

[0037] 다른 적합한 폴리에테르 폴리올은 폴리에테르 디올 및 트리올, 예컨대 폴리옥시프로필렌 디올 및 트리올, 및 에틸렌 옥시드와 프로필렌 옥시드를 이관능성 또는 삼관능성 개시제에 동시에 또는 순차적으로 첨가함으로써 수득된 폴리(옥시에틸렌-옥시프로필렌)디올 및 트리올을 포함한다. 폴리올이 블록 공중합체, 랜덤/블록 공중합체 또는 랜덤 공중합체일 수 있는 폴리올 성분의 중량을 기준으로 하여 약 5 내지 약 90 중량%의 옥시에틸렌 함량을 갖는 공중합체가 또한 사용될 수 있다. 또 다른 적합한 폴리에테르 폴리올은 테트라히드로푸란의 중합에 의해 수득된 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜을 포함한다.

[0038] 이러한 제1 방법의 이소시아네이트-말단 예비중합체에 사용하기에 특히 적합한 폴리에테르 폴리올은 완전 이종 (또는 랜덤) EO, PO 구조를 기재로 하는 것들, 또는 이종이지만 EO 및 PO의 균일한 블록을 갖는 것들, 예를 들어 EO를 포함하는 블록 및 PO를 포함하는 블록을 포함한다. 또 다른 적합한 예로서, 제1 방법에 사용되는 폴리에테르 폴리올은 이종 블록 및 EO 및 PO의 균일 블록, 예를 들어 모든 EO를 포함하는 블록 및 랜덤 EO, PO를 포함하는 블록을 가질 수 있다.

[0039] 이들 중 특정한 실시양태에서, 이러한 제1 방법에 사용하기 위한 폴리에테르 폴리올은, 단분산된 폴리스티렌 표준을 기준으로 하는 보정 곡선을 사용하여 앞서 보정된 겔 투과 크로마토그래피 (GPC) 또는 핵 자기 공명 (NMR)에 의해 측정 시, 76 내지 5,500 g/mol 범위의 중량 평균 분자량 (Mw)을 갖는다.

[0040] 이러한 제1 방법의 이소시아네이트-말단 예비중합체에 사용하기에 적합한 폴리에스테르 폴리올은 다가 알콜, 예컨대 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜, 1,4-부탄디올, 네오펜틸글리콜, 1,6-헥산디올, 시클로헥산 디메탄올, 글리세롤, 트리메틸올프로판, 펜타에리트리톨 또는 폴리에테르 폴리올 또는 이러한 다가 알콜의 혼합물, 및 폴리카르복실산, 특히 디카르복실산 또는 그의 에스테르-형성 유도체, 예를 들어 숙신산, 글루타르산 및 아디프산 또는 그의 디메틸 에스테르 세바스산, 프탈산 무수물, 테트라클로로프탈산 무수물 또는 디메틸 테레프탈레이트 또는 그의 혼합물의 히드록실-말단 반응 생성물을 포함한다. 폴리올과 함께, 락톤, 예를 들어 카프로락톤, 또는 히드록시 카르복실산, 예를 들어 히드록시 카프로산의 중합에 의해 수득된 폴리에스테르 폴리

올이 또한 사용될 수 있다. 적합한 폴리에스테르 폴리올은 상표명 플루라콜(PLURACOL)® 및 플루로닉(PLURONIC)® 하에 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프 코포레이션으로부터 상업적으로 입수가능하다.

[0041] 이들 중 특정한 실시양태에서, 이러한 제1 방법의 제2 조성물에 사용하기 위한 폴리에스테르 폴리올은, 단분산된 폴리스티렌 표준을 기준으로 하는 보정 곡선을 사용하여 앞서 보정된 겔 투과 크로마토그래피 (GPC) 또는 핵자기 공명 (NMR)에 의해 측정 시, 76 내지 5,500 g/mol 범위의 중량 평균 분자량 (Mw)을 갖는다.

[0042] 이러한 제1 방법에서 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하기 위해 사용되는 경우, 폴리아민은 1개 이상의 아민 관능기, 전형적으로 적어도 2개의 아민 관능기를 포함한다. 폴리아민은 관련 기술분야에 공지된 임의의 유형의 폴리아민일 수 있다. 폴리아민은 전형적으로 에틸렌 디아민, 톨루엔 디아민, 디아미노디페닐메탄 및 폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리아민, 아미노알콜 및 그의 조합의 군으로부터 선택된다. 적합한 아미노알콜의 예는 에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민, 및 그의 조합을 포함한다.

[0043] 이들 중 특정한 실시양태에서, 이러한 제1 방법에서 제2 조성물의 이소시아네이트 예비중합체를 형성하는데 사용하기 위한 폴리아민은, 단분산된 폴리스티렌 표준을 기준으로 하는 보정 곡선을 사용하여 앞서 보정된 겔 투과 크로마토그래피 (GPC) 또는 핵 자기 공명 (NMR)에 의해 측정 시, 76 내지 5,500 g/mol, 예컨대 76 내지 145 g/mol 범위의 중량 평균 분자량 (Mw)을 갖는다.

[0044] 형성 후에 이소시아네이트-말단 예비중합체가 후속 반응을 위한 NCO 관능기를 포함하도록, 반응 전에 아민 관능기에 비해 과량의 NCO 관능기가 존재하는 한, 폴리아민은 이소시아네이트에 대해 다양한 양으로 사용될 수 있다. 이소시아네이트-말단 예비중합체의 NCO 함량은 상기 기재되고 예시된 바와 같다.

[0045] 본 발명의 이러한 제1 방법의 제2 조성물에 사용되는 이소시아네이트-말단 예비중합체가 상기 언급된 폴리올 (폴리에스테르 폴리올, 폴리에테르 폴리올 및 그의 조합) 중 2종 이상 및/또는 상기 언급된 폴리아민 중 2종 이상의 조합으로부터 형성될 수 있다는 것 (즉, 이소시아네이트-말단 예비중합체는 2종 이상의 화학적으로 별개의 활성 수소-함유 종을 포함할 수 있음)이 인지되어야 한다. 전형적으로, 이소시아네이트-말단 예비중합체는, 형성 후에 이소시아네이트-말단 예비중합체가 우레탄 연결 및 NCO 관능기를 포함하도록 하는, 이소시아네이트와 적어도 1종의 폴리올의 반응 생성물이다.

[0046] 예를 들어, 특정 실시양태에서, 2종 이상의 폴리에테르 폴리올의 조합이 사용될 수 있으며, 여기서 각각의 2종 이상의 폴리에테르 폴리올은 상기 기재된 76 내지 5,500 g/mol 범위 내의 동일하거나 상이한 중량 평균 분자량을 갖는다. 따라서, 예를 들어, 이러한 제1 방법의 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하는데 사용되는 폴리에테르 폴리올은 1,800 내지 2,000 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 제1 폴리에테르 폴리올 및 4,700 내지 4,900 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 제2 폴리에테르 폴리올을 포함할 수 있다.

[0047] 유사하게, 특정의 추가 실시양태에서, 2종 이상의 폴리에스테르 폴리올의 조합은 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하는데 사용될 수 있으며, 각각의 2종 이상의 폴리에스테르 폴리올은 상기 기재된 76 내지 5,500 g/mol 범위 내의 동일하거나 상이한 중량 평균 분자량을 갖는다. 따라서, 예를 들어, 제1 방법에 사용되는 폴리에스테르 폴리올은 2,200 내지 2,400 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 제1 폴리에스테르 폴리올 및 4,800 내지 5,000 g/mol 범위의 중량 평균 분자량을 갖는 제2 폴리에테르 폴리올을 포함할 수 있다.

[0048] 추가로, 특정 실시양태에서, 활성 수소 함유 종의 2종 이상의 상이한 유형의 혼합물 (즉, 폴리에테르 폴리올, 폴리에스테르 폴리올 및 폴리아민 중 2종 또는 모든 3종의 혼합물, 예컨대 상기 기재된 바와 같은 활성 수소 함유 종의 다른 유형과 조합된 1종 초과의 폴리에테르 폴리올, 폴리에스테르 폴리올 또는 폴리아민)은 또한 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하는데 이용될 수 있다.

[0049] 특정 실시양태에서, 제2 조성물의 이소시아네이트-말단 예비중합체는 PMDI 및 4,4'-메틸디페닐디이소시아네이트의 준예비중합체의 블렌드를 포함한다. 본 발명의 목적을 위한, 적합한 이소시아네이트-말단 예비중합체의 구체적 예는 상표 루프라네이트(LUPRANATE)®, 예컨대 루프라네이트® MP102 하에 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프 코포레이션으로부터 상업적으로 입수가능하다. 시스템이 상기 언급된 이소시아네이트-말단 예비중합체 중 2종 이상의 조합을 포함할 수 있다는 것이 인지되어야 한다.

[0050] 특정 실시양태에서, 제2 조성물의 적용된 코팅은 (1) 활성 수소-함유 종 및 (2) 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트 (MDI) 및/또는 폴리메틸렌 폴리페닐 디이소시아네이트 (PMDI)의 반응 생성물을 포함한다. 특정 실시양태에서, 활성 수소-함유 종은 상기 기재된 바와 같은 폴리에테르 폴리올, 폴리에스테르 폴리올 및/또는 폴리아민 중 어느 1종 이상이다.

[0051] 이러한 제1 방법의 제2 조성물의 이소시아네이트 성분에 사용하기 위한 카르보디이미드 중합체 또는 폴리카르보디이미드는 $-(N=C=N)_n-$에 의해 나타내어지는 반복 구조 단위를 포함하고, 여기서 아래첨자 $_n$은 이러한 구조 단위가 폴리카르보디이미드에서 반복되는 횟수를 나타낸다. 본 발명에 사용되는 폴리카르보디이미드는 일반적으로 이소시아네이트 성분, 적합하게는 유기 이소시아네이트를 적합한 카르보디이미드화 촉매로 처리함으로써 형성된다.

[0052] 이러한 제2 방법에서 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용되는 이소시아네이트 성분과 관련하여, 이소시아네이트 성분은 1개 이상의 이소시아네이트 (NCO) 관능기, 전형적으로 적어도 2개의 NCO 관능기를 포함한다. 특히 적합한 이소시아네이트 성분은 디이소시아네이트 (분자당 평균 2개의 NCO 관능기를 갖는 이소시아네이트)이다. 적합한 이소시아네이트 성분은 통상적인 지방족, 시클로지방족, 아릴 및 방향족 이소시아네이트를 포함하나 이에 제한되지는 않으며, 단량체 또는 중합체 이소시아네이트를 포함할 수 있다.

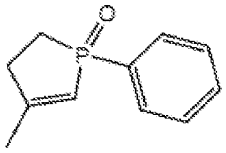
[0053] 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용되는 예시적인 디이소시아네이트는 MDI (임의의 3종의 이성질체 (2,2'-MDI, 2,4'-MDI 및 4,4'-MDI); m-페닐렌 디이소시아네이트; 2,4-톨루엔 디이소시아네이트; 2,6-톨루엔 디이소시아네이트; 헥사메틸렌 디이소시아네이트; 1,4-페닐렌 디이소시아네이트; 테트라메틸렌 디이소시아네이트; 시클로헥산-1,4-디이소시아네이트; 헥사히드로톨루엔 디이소시아네이트; 메틸렌디이소시아네이트; 2,6-디이소프로필페닐 이소시아네이트; m-크실릴렌 디이소시아네이트; 도데실 이소시아네이트; 3,3'-디클로로-4,4'-디이소시아네이토-1,1'-비페닐; 1,6-디이소시아네이토-2,2,4-트리메틸헥산; 3,3'-디메톡시-4,4'-비페닐렌 디이소시아네이트; 2,2-디이소시아네이토프로판; 1,3-디이소시아네이토프로판; 1,4-디이소시아네이토부탄; 1,5-디이소시아네이토펜탄; 1,6-디이소시아네이토헥산; 2,3-디이소시아네이토톨루엔; 2,4-디이소시아네이토톨루엔; 2,5-디이소시아네이토톨루엔; 2,6-디이소시아네이토톨루엔; 이소포론 디이소시아네이트; 수소화 메틸렌 비스(페닐이소시아네이트); 나프탈렌-1,5-디이소시아네이트; 1-메톡시페닐-2,4-디이소시아네이트; 1,4-디이소시아네이토부탄; 4,4'-비페닐렌 디이소시아네이트; 3,3'-디메틸디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트; 4,4',4"-트리페닐메탄 트리이소시아네이트; 톨루엔-2,4,6-트리이소시아네이트; 4,4'-디메틸디페닐메탄-2,2',5,5'-테트라이소시아네이트; 폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리이소시아네이트; 또는 그의 임의의 2종 이상의 혼합물을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 바람직한 실시양태에서, 디이소시아네이트는 2,4-톨루엔 디이소시아네이트, 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 또는 2,4- 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트의 혼합물이다. 한 실시양태에서, 디이소시아네이트는 100% 2,4-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다. 또 다른 실시양태에서, 디이소시아네이트는 약 80% 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 및 약 20% 2,6-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다. 또 다른 실시양태에서, 디이소시아네이트는 약 65% 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 및 약 35% 2,6-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다.

[0054] 특정 실시양태에서, 폴리카르보디이미드를 형성하기 위한 이소시아네이트 성분은 MDI (임의의 3종의 이성질체 (2,2'-MDI, 2,4'-MDI 및 4,4'-MDI)를 포함한다. 대안적으로, 이소시아네이트 성분은 이들 3종의 MDI 이성질체 중 2종 또는 모든 3종의 블렌드를 포함할 수 있으며, 즉, 이소시아네이트 성분은 2,2'-MDI, 2,4'-MDI 및 4,4'-MDI 중 적어도 2종을 포함할 수 있다.

[0055] 특정의 다른 실시양태에서, 폴리카르보디이미드를 형성하기 위한 이소시아네이트 성분은 톨루엔 디이소시아네이트 (TDI)를 포함한다. 이소시아네이트 성분은 톨루엔 디이소시아네이트 (TDI)의 이성질체를 포함할 수 있고, 즉 이소시아네이트 성분은 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 (2,4-TDI) 또는 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 (2,6-TDI)를 포함할 수 있다. 대안적으로, 이소시아네이트 성분은 이들 이성질체의 블렌드를 포함할 수 있고, 즉 이소시아네이트 성분은 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 (2,4-TDI) 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 (2,6-TDI) 둘 다를 포함할 수 있다. 본 발명의 목적을 위해 적합한 상업적으로 입수가능한 이소시아네이트 성분의 하나의 구체적 예는, 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프 코퍼레이션으로부터 상업적으로 입수가능한 루프라네이트® T-80이다. 전형적으로, 루프라네이트® T-80은 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 (2,4-TDI) 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 (2,6-TDI)의 블렌드를 포함한다. 특정 실시양태에서, 이소시아네이트 성분은 TDI로 본질적으로 이루어지거나, 그로 이루어진다. 일반적으로, 이소시아네이트 성분은 이소시아네이트 성분에 존재하는 이소시아네이트의 총 중량을 기준으로 하여 TDI를 95 중량% 초과, 대안적으로 96 중량% 초과, 대안적으로 97 중량% 초과, 대안적으로 98 중량% 초과, 대안적으로 99 중량% 초과의 양으로 포함한다.

[0056] 카르보디이미드화 촉매는 폴리카르보디이미드를 제조하기 위해 관련 기술분야의 통상의 기술자에게 공지된 임의의 유형의 카르보디이미드화 촉매일 수 있다. 일반적으로, 카르보디이미드화 촉매는 3급 아미드, 염기성 금속 화합물, 카르복실산 금속 염 및/또는 비-염기성 유기-금속 화합물의 군으로부터 선택된다. 특정 실시양태에서, 카르보디이미드화 촉매는 인 화합물을 포함한다.

[0057] 카르보디이미드화 촉매의 목적에 적합한 인 화합물의 구체적 예는 포스폴렌 옥시드, 예컨대 3-메틸-1-페닐-2-포스폴렌 옥시드, 1-페닐-2-포스폴렌-1-옥시드, 3-메틸-2-포스폴렌-1-옥시드, 1-에틸-2-포스폴렌-1-옥시드, 3-메틸-1-페닐-2-포스폴렌-1-옥시드, 및 그의 3-포스폴렌 이성질체를 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 특히 적합한 포스폴렌 옥시드는 3-메틸-1-페닐-2-포스폴렌 옥시드이다. 오로지 예시적 목적을 위해, 3-메틸-1-페닐-2-포스폴렌 옥시드가 하기 구조에 의해 제시된다:



[0058] .

[0059] 카르보디이미드화 촉매의 목적에 적합한 인 화합물의 추가의 예는 포스페이트, 디아자- 및 옥사자 포스폴렌 및 포스포리난을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 이러한 인 화합물의 구체적 예는 포스페이트 에스테르 및 다른 포스페이트 예컨대 트리메틸 포스페이트, 트리에틸 포스페이트, 트리부틸 포스페이트, 트리-2-에틸헥실 포스페이트, 트리부톡시에틸 포스페이트, 트리올레일 포스페이트, 트리페닐 포스페이트, 트리크레실 포스페이트, 트리크실레닐 포스페이트, 크레실 디페닐 포스페이트, 크실레닐 디페닐 포스페이트, 2-에틸헥실디페닐 포스페이트 등; 산성 포스페이트 예컨대 메틸 산 포스페이트, 에틸 산 포스페이트, 이소프로필 산 포스페이트, 부틸 산 포스페이트, 2-에틸헥실 산 포스페이트, 이소데실 산 포스페이트, 라우릴 산 포스페이트, 이소트리데실 산 포스페이트, 미리스틸 산 포스페이트, 이소스테아릴 산 포스페이트, 올레일 산 포스페이트 등; 3급 포스파이트 예컨대 트리페닐 포스파이트, 트리(p-크레실) 포스파이트, 트리스(노닐페닐) 포스파이트, 트리이소옥틸 포스파이트, 디페닐이소데실 포스파이트, 페닐디이소데실 포스파이트, 트리이소데실 포스파이트, 트리스테아릴 포스파이트, 트리올레일 포스파이트 등; 2급 포스파이트 예컨대 디-2-에틸헥실 히드로겐 포스파이트, 디라우릴 히드로겐 포스파이트, 디올레일 히드로겐 포스파이트 등; 및 포스핀 옥시드, 예컨대 트리에틸포스핀 옥시드, 트리부틸포스핀 옥시드, 트리페닐포스핀 옥시드, 트리스(클로로메틸)포스핀 옥시드, 트리스(클로로메틸)포스핀 옥시드 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 포스페이트 에스테르를 포함하는 카르보디이미드화 촉매 및 그의 제조 방법은 미국 특허 번호 3,056,835에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다.

[0060] 카르보디이미드화 촉매의 추가의 예는 1-페닐-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-벤질-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-에틸-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-페닐-3-메틸 포스폴렌 디클로라이드, 1-벤질-3-메틸 포스폴렌 디클로라이드, 1-에틸-3-메틸 포스폴렌 디클로라이드, 1-페닐-3-메틸 포스폴렌 술피드, 1-페닐-3-메틸 포스폴렌 술피드, 1-벤질-3-메틸 포스폴렌 술피드, 1-에틸-3-메틸 포스폴렌 술피드, 1-페닐-1-페닐이미노-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-벤질-1-페닐이미노-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-에틸-1-페닐이미노-3-메틸 포스폴렌 옥시드, 1-페닐 포스폴리딘, 1-벤질 포스폴리딘, 1-에틸 포스폴리딘, 및 1-페닐-3-메틸 포스폴렌 옥시드를 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0061] 카르보디이미드화 촉매는 대안적으로 디아자 및 옥사자 포스폴렌 및 포스포리난을 포함할 수 있다. 디아자 및 옥사자 포스폴렌 및 포스포리난 및 그의 제조 방법은 미국 특허 번호 3,522,303에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다. 구체적 디아자- 및 옥사자 포스폴렌 및 포스포리난은 2-에틸-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-클로로메틸-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-트리클로로메틸-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-페닐-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-페닐-1,3-디메틸-1,3,2-디아자-포스포리난-2-옥시드; 2-벤질-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-알릴-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-브로모메틸-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-시클로헥실-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-시클로헥실-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 2-(2-에톡시에틸1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드; 및 2-나프틸-1,3-디메틸-1,3,2-디아자포스폴란-2-옥시드, 트리에틸 포스페이트, 헥사메틸 포스포르아미드 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0062] 카르보디이미드화 촉매는 트리아릴 아르신을 포함할 수 있다. 트리아릴 아르신 및 그의 제조 방법은 미국 특허 번호 3,406,198에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다. 트리아릴 아르신의 구체적 예는 트리페닐아르신, 트리스(p-톨릴)아르신, 트리스(p-메톡시페닐)아르신, 트리스(p-에톡시페닐)아르신, 트리스(p-클로로페닐)아르신, 트리스(p-플루오로페닐)아르신, 트리스(2,5-크실릴)아르신, 트리스(p-시아노페닐)아르신, 트리스(1-나프틸)아르신, 트리스(p-메틸메르캅토페닐)아르신, 트리스(p-비페닐릴)아르신, p-클로로페닐 비스(p톨릴)아르신, 페닐(p-클로로페닐)(p-브로모페닐)아르신 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 추가의 아르신 화합물은 미국 특허 번호 4,143,063에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다. 이러한 아르신 화합물의 구체적 예는 트리페닐아르신 옥시드, 트리에틸아르신 옥시드, 중합체 결합된 아르신 옥시드 등을

포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0063] 추가로, 카르보디이미드화 촉매는 아세틸아세톤의 금속성 유도체를 포함할 수 있다. 아세틸아세톤의 금속성 유도체 및 방법은 미국 특허 번호 3,152,131에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다. 아세틸아세톤의 금속성 유도체의 구체적 예는 아세틸아세톤의 금속성 유도체 예컨대 베릴륨, 알루미늄, 지르코늄, 크로뮴 및 철 유도체를 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0064] 카르보디이미드화 촉매의 추가의 예는 d-족 전이 원소, 및 일산화탄소, 산화질소, 히드로카르빌이소시아나이드, 트리히드로카르빌포스핀, 트리히드로카르빌아르신, 트리히드로카르빌스틸빈, 및 디히드로카르빌술피드로 이루어진 군으로부터 선택되며, 여기서 히드로카르빌은 각 경우에 1 내지 12개의 탄소 원자를 함유하는 것인 π-결합 리간드로부터 유도된 금속 착물을 포함하며, 단 착물 내의 π-결합 리간드 중 적어도 1종은 일산화탄소 또는 히드로카르빌이소시아나이드이다. 이러한 금속 착물 및 제조 방법은 미국 특허 번호 3,406,197에 기재되어 있으며, 이는 그 전문이 본원에 참조로 포함된다. 금속 착물의 구체적 예는 철 펜타카르보닐, 디-철 펜타카르보닐, 텅스텐 헥사카르보닐, 몰리브데넘 헥사카르보닐, 크로뮴 헥사카르보닐, 디망가니즈 데카카르보닐, 니켈 테트라카르보닐, 루테늄 펜타카르보닐, 철 테트라카르보닐:메틸이소시아나이드의 착물 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0065] 카르보디이미드화 촉매는 유기주석 화합물을 포함할 수 있다. 유기주석 화합물의 구체적 예는 디부틸주석 디라우레이트, 디부틸주석 디아세테이트, 디부틸주석 디(2-에틸헥사노에이트), 디옥틸주석 디라우레이트, 디부틸주석 말레에이트, 디(n-옥틸)주석 말레에이트, 비스(디부틸아세톡시주석) 옥시드, 비스(디부틸라우로일옥시주석) 옥시드, 디부틸주석 디부톡시드, 디부틸주석 디메톡시드, 디부틸주석 디살리실레이트, 디부틸주석 비스(이소옥틸말레에이트), 디부틸주석 비스(이소프로필말레에이트), 디부틸주석 옥시드, 트리부틸주석 아세테이트, 트리부틸주석 이소프로필 숙시네이트, 트리부틸주석 리놀레에이트, 트리부틸주석 니코티네이트, 디메틸주석 디라우레이트, 디메틸주석 옥시드, 디옥틸주석 옥시드, 비스(트리부틸주석) 옥시드, 디페닐주석 옥시드, 트리페닐주석 아세테이트, 트리-n-프로필주석 아세테이트, 트리-n-프로필주석 라우레이트 및 비스(트리-n-프로필주석) 옥시드, 디부틸주석 디라우릴 메르캅티드, 디부틸주석 비스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 비스(트리페닐주석) 옥시드, 주석 옥살레이트, 주석 올레에이트, 주석 나프테네이트, 주석 아세테이트, 주석 부티레이트, 주석 2-에틸헥사노에이트, 주석 라우레이트, 주석 팔미테이트, 주석 스테아레이트 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 전형적인 유기주석 화합물은 주석 옥살레이트, 주석 올레에이트 및 주석 2-에틸헥사노에이트, 디부틸주석 디아세테이트, 디부틸주석 디라우레이트, 디부틸주석 디라우릴메르캅티드, 디부틸주석 비스(이소옥틸메르캅토아세테이트), 디부틸주석 옥시드, 비스(트리페닐주석) 옥시드, 및 비스(트리-n-부틸주석) 옥시드를 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

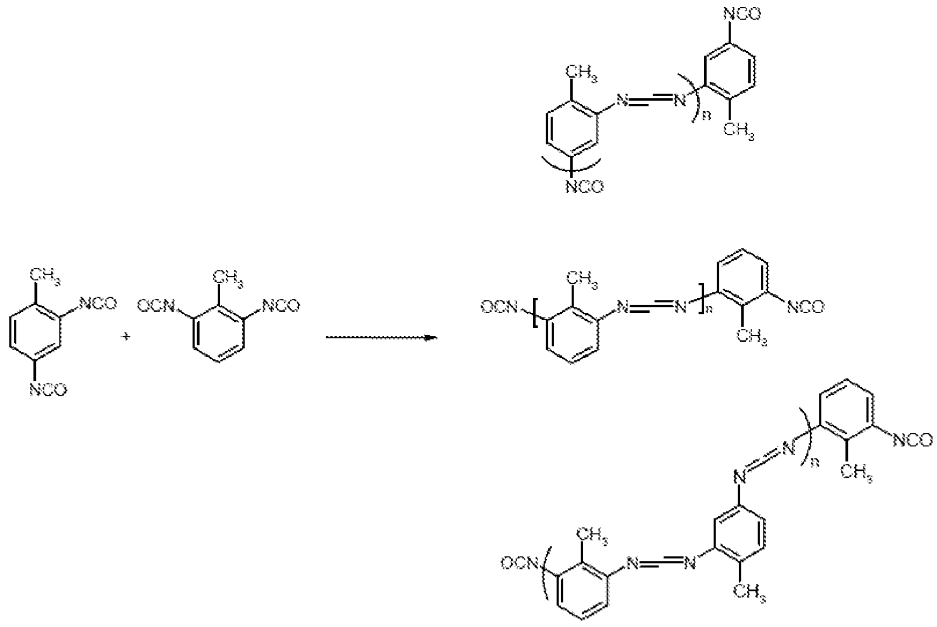
[0066] 추가로, 카르보디이미드화 촉매는 다양한 유기 및 금속 카르벤 착물, 티타늄(IV) 착물, 구리(I) 및/또는 구리(II) 착물을 포함할 수 있다.

[0067] 이소시아네이트 성분을 중합하는 단계로부터 형성된 폴리카르보디이미드는 전형적으로 (NMR 또는 GPC를 사용하여 측정 시) 약 76 내지 약 10,000, 보다 전형적으로 약 5,000 내지 약 10,000, 예컨대 7,500 내지 9,000, g/mol (달톤)의 수 평균 분자량을 갖는다.

[0068] 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용하기 위한 이소시아네이트 성분을 중합하는 단계는 전형적으로 불활성 분위기, 즉 산소가 실질적으로 부재한 분위기에서 수행된다. 관련 기술분야에 공지된 임의의 불활성 분위기는 이소시아네이트 성분의 중합 단계 동안 이용될 수 있다. 전형적으로, 불활성 분위기는 불활성 기체, 예컨대 질소, 아르곤, 헬륨 등을 포함한다.

[0069] 관련 기술분야에서 용이하게 이해되는 바와 같이, 이산화탄소 기체는 이소시아네이트 성분의 중합 단계 동안 방출된다. 구체적으로, 이산화탄소는 이소시아네이트 성분 중에 존재하는 -N=C=O 기가 서로 반응하여 -N=C=N- 연결기를 형성할 때 형성되는 부산물이다.

[0070] 카르보디이미드화 촉매에 의한 이소시아네이트 성분 중합의 예시적 반응 메카니즘이 하기 제시된다. 하기 반응 메카니즘에서, 이소시아네이트 성분은 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 (2,4-TDI) 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 (2,6-TDI)를 포함하며, 이는 카르보디이미드화 촉매의 존재 하에 반응하여 다양한 폴리카르보디이미드를 제조한다. 하기 반응 메카니즘의 폴리카르보디이미드에서, n은 특정 폴리카르보디이미드의 분자량에 따른 정수이다.



[0071]

[0072] 이러한 제1 실시양태에서, 이소시아네이트 성분의 적용 방법은 임의의 공지된 통상적인 페이퍼보드 코팅 기술에 의해, 예컨대 드로우 다운 바, 스프레이 코팅 등의 사용에 의해 수행되어 코팅을 형성할 수 있다. 제1 및 제2 조성물을 적용하기 전에, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 느슨한 섬유 또는 파편을 제거하기 위해 세척되거나 또는 달리 준비될 수 있다.

[0073] 드로우 다운 바가 적용에 이용되는 경우의 적용에서, 제1 및 제2 조성물의 적용된 코팅은 다공성 페이퍼보드 및/또는 페이퍼 미디어의 표면에 및 그 안으로 압축되며 (즉, 적용된 제1 및 제2 조성물이 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 침윤되거나 또는 다르게는 함침됨), 그에 따라 실질적으로 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 섬유 또는 구조를 코팅한다.

[0074] 처리 조성물을 형성하기 위해 2종의 적용된 조성물 중 제2의 적용 시 (제1 또는 제2 조성물 중 하나의 적용에 이은 제1 또는 제2 조성물 중 다른 하나의 적용), 이소시아네이트 성분의 펜던트 또는 유리 NCO-기는 이소시아네이트 반응성 성분 내 물 (존재하는 경우에) 및 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 존재하는 임의의 수분과 반응하여 궁극적으로는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 상의 처리 조성물에서 우레아 기를 형성한다. 또한, 적용된 이소시아네이트 성분의 펜던트 또는 유리 NCO-기 (제1 또는 제2 조성물 중 다른 하나에서와 같음)는 또한 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 존재하는 유리 히드록실 기와 반응하여 궁극적으로는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 상의 처리 조성물에 우레탄 기를 형성한다. 추가로, 적용된 이소시아네이트 성분의 펜던트 또는 유리 NCO-기는 이소시아네이트 반응성 성분의 다관능성 알콜, 아민, 또는 아민 유도체에서 발견되는 활성 수소 (존재하는 경우에)와 반응하여 추가의 우레탄 또는 우레아 기를 형성한다. 이소시아네이트 반응성 성분에 존재하는 주석 촉매는 이들 반응을 촉매하도록 작용하며, 또한 주석 촉매가 이소시아네이트 반응성 성분의 유일한 성분인 경우에 이소시아네이트 성분의 자기 중합 반응을 촉매하여 처리 조성물에 카르보디이미드 기를 형성할 수 있다. 따라서 이러한 실시양태에 정의된 바와 같은 처리 조성물은, 임의의 반응 발생 전의 제1 및 제2 조성물 둘 다의 혼합물을 지칭하며, 또한 상기 기재된 바와 같은 우레아, 우레탄 및/또는 카르보디이미드 기를 형성하기 위한 제1 및 제2 조성물의 후속 반응을 지칭한다.

[0075] 처리 조성물 중 제1 조성물과 제2 조성물의 완결 또는 실질적 완결 반응 후, 이소시아네이트 성분의 유리 NCO-기 모두 또는 실질적으로 모두가 이소시아네이트 반응성 성분으로부터의 물 및/또는 활성 수소 기와, 또는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 달리 존재하는 유리 히드록실 기와 또는 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 존재하는 수분과 반응하는 경우에, 처리 조성물의 생성된 경화 조성물은 NMR 또는 GPC에 의해 측정 시 174 내지 7000 g/mol (달톤) 범위의 중량 평균 분자량을 갖는다.

[0076] 특정 실시양태에서, 반응 공정을 용이하게 하거나 속도를 높이기 위해, 처리 조성물에 존재하는 유리 NCO 기 모두가 실질적으로 반응하도록 보장하기 위해 추가의 촉매 또는 열이 이용될 수 있다. 첨가될 수 있는 적합한 추가의 촉매는 아민 촉매 (예컨대 TEDA), 주석-기재 촉매, 유기금속 등을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 특정 실시양태에서, 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 또한 60 내지 90℃, 예컨대 60 내지 80℃의 온도로

가열될 수 있다. 추가로, 가열은 습도가 80 내지 100% 상대 습도로 설정된 챔버에서 발생할 수 있다.

[0077] 본 발명의 또 다른 대안적 실시양태에서, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리하는 방법은 코팅으로서의 캡핑된 폴리카르보디이미드를 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 적용함으로써 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 형성함으로써 달성된다.

[0078] 다양한 실시양태에서, 이러한 방법의 캡핑된 폴리카르보디이미드는 하기 화학식을 갖는다:

[0079] $R^2-N=C=N-[R^1-N=C=N]_n-R^2$

[0080] 여기서 각각의 R^1은 독립적으로 알킬, 시클로알킬, 방향족, 헤테로시클릭, 또는 헤테로아릴 기이고, 각각의 R^2는 독립적으로 알킬, 시클로알킬, 방향족, 헤테로시클릭, 또는 헤테로아릴 기이고, n은 1 내지 100의 정수이다.

[0081] 이러한 방법의 캡핑된 폴리카르보디이미드에서, R^1은 디이소시아네이트로부터 형성된 연결기이고, R^2는 모노이소시아네이트로부터 형성된 말단 캡이다. 다양한 실시양태에서, 연결기는 알킬, 시클로알킬, 방향족, 헤테로시클릭, 또는 헤테로아릴이다. R^1 및 R^2의 예시적인 예는 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 이소프로필렌, 부틸렌, 펜틸렌, 헥실렌, 헵틸렌, 옥틸렌, 노닐렌, 데칼리닐렌, 도데실렌, 1,2-시클로헥실렌, 1,3-시클로헥실렌, 1,4-시클로헥실렌, 1,2-페닐렌, 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 톨릴, 또는 크실릴을 포함하나 이에 제한되지는 않는다.

[0082] 이들 실시양태 중 일부에서, R^2는 C_1-C_{12} 알킬, C_1-C_{12} 시클로알킬, C_6-C_{12} 방향족, C_6-C_{12} 헤테로시클릭, 또는 C_6-C_{12} 헤테로아릴일 수 있다. 예를 들어, R^2는 메틸, 에틸, 프로필 이소프로필, 부틸, 펜틸 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 데칼리닐, 도데실, 시클로헥실, 페닐, 또는 톨릴 기일 수 있다. 일부 바람직한 실시양태에서, R^2는 방향족 기이다. 예를 들어, 일부 실시양태에서, 모노이소시아네이트는 방향족 이소시아네이트이며, 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 톨릴, 또는 크실릴 기이다.

[0083] 이들 실시양태 중 일부에서, R^1은 C_1-C_{12} 알킬, C_1-C_{12} 시클로알킬, C_6-C_{12} 방향족, C_6-C_{12} 헤테로시클릭, 또는 C_6-C_{12} 헤테로아릴일 수 있다. 예를 들어, R^1은 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 이소프로필렌, 부틸렌, 펜틸렌, 헥실렌, 헵틸렌, 옥틸렌, 노닐렌, 데칼리닐렌, 도데실렌, 1,2-시클로헥실렌, 1,3-시클로헥실렌, 1,4-시클로헥실렌, 1,2-페닐렌, 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 또는 톨릴 기일 수 있다. 일부 바람직한 실시양태에서, R^1은 아릴렌 기이다. 예를 들어, 일부 실시양태에서, R^1은 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 톨릴, 또는 크실릴 기이다.

[0084] 하나의 특정한 실시양태에서, R^2는 페닐 또는 톨릴 기이고, R^1은 1,2-페닐렌, 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 또는 톨릴 기이다.

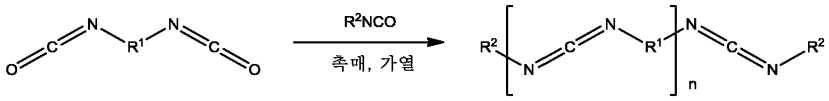
[0085] 임의의 상기 실시양태에서, 이러한 방법의 캡핑된 폴리카르보디이미드는 약 4,500 내지 약 30,000, 대안적으로 약 5,500 내지 약 30,000, 대안적으로 약 12,000 약 18,000, 대안적으로 약 12,000 내지 약 14,000, g/mol (달톤)의 중량 평균 분자량을 가질 수 있다.

[0086] 게다가, 이러한 방법의 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 처리하는 방법은 또한 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용 전에 그를 형성하는 단계를 포함한다. 보다 구체적으로, 캡핑된 폴리카르보디이미드는, 잔류 이소시아네이트 (NCO) 기가 결여되거나, 또는 적어도 잔류 NCO 기와 비교하여 매우 높은 백분율의 -N=C=N- 연결을 갖도록 하는 방법에 의한 것일 수 있다. 캡핑된 폴리카르보디이미드는 약 0.25 미만, 대안적으로 약 0.1 미만, 대안적으로 약 0.075 미만 중량%의 유리 NCO 기를 갖는다. 일부 실시양태에서, 캡핑된 폴리카르보디이미드는 유리 NCO 기를 갖지 않고, 예를 들어 일부 실시양태에서 임의의 잔류 NCO 기는 적외선 분광분석법에에 의해 검출불가능할만큼 적다.

[0087] 특정 실시양태에서, 캡핑된 카르보디이미드는 미반응 NCO 기를 갖는 카르보디이미드 중합체, 예컨대 비제한적으로 상기 제2 및 제3 방법에 기재된 바와 같은 카르보디이미드 중합체와 반응성 종의 반응 생성물로서 형성된다.

[0088] 특정 실시양태에서, 반응성 종은 일관능성 이소시아네이트이다. 특정의 다른 실시양태에서, 반응성 종은 일관능성 알콜 기이다. 추가 실시양태에서, 반응성 종은 일관능성 아민이다.

[0089] 추가 실시양태에서, 캡핑된 폴리카르보디이미드는 하기 반응식 1에 기재된 반응에 따라 제조될 수 있다:



[0090]

[0091] 반응식 1에 기재된 반응에서, 폴리카르보디이미드는 디이소시아네이트, 산소 스캐빈저, 모노이소시아네이트, 및 카르보디이미드화 촉매를 조합하여 반응 혼합물을 형성하는 것을 포함하는 공정에서 제조된다. 이어서, 반응 혼합물을 폴리카르보디이미드를 형성하기에 충분한 온도로 및 충분한 시간 동안 가열한다. 공정은 0.25 중량% 이하, 대안적으로 0.1 중량% 이하의 유리 이소시아네이트 기를 갖는 폴리카르보디이미드 (즉, 폴리카르보디이미드는 캡핑된 폴리카르보디이미드임)를 생성한다. 추가로, 조합 및 가열 단계는 용매의 부재 하에 수행한다.

[0092] 관련 기술분야에서 용이하게 이해되는 바와 같이, 이산화탄소 기체는 이소시아네이트 성분의 중합 단계 동안 방출된다. 구체적으로, 이산화탄소는, 이소시아네이트 성분에 존재하는 이소시아네이트 (-N=C=O) 기가 서로 반응하여 카르보디이미드 연결 (-N=C=N-)을 형성하는 경우에 형성된 부산물이다.

[0093] 반응식 1에서와 같이 캡핑된 폴리카르보디이미드의 형성 공정 동안, 디이소시아네이트, 모노이소시아네이트, 산소 스캐빈저, 및 카르보디이미드화 촉매는 모두 함께 또는 임의의 순서로 반응기에 첨가될 수 있다. 한 실시양태에서, 디이소시아네이트, 모노이소시아네이트, 및 산소 스캐빈저는 카르보디이미드화 촉매의 첨가 전에 조합 및 가열된다. 형성되면, 반응 혼합물은 약 30 내지 약 200, 대안적으로 약 60 내지 약 120, 대안적으로 약 100 내지 약 110℃의 온도로, 약 2시간 내지 약 48시간, 대안적으로 약 4시간 내지 약 20시간, 대안적으로 약 4시간 내지 약 14시간의 시간 동안 가열될 수 있다.

[0094] 반응식 1에서, R^1은 디이소시아네이트 내에서 이소시아네이트가 위치하는 기인 연결기이다. 또한 반응 혼합물에는 말단기 캡핑 폴리카르보디이미드를 생성하는 모노이소시아네이트 (R^2NCO)가 포함된다.

[0095] R^1 및 R^2는 개별적으로 알킬, 시클로알킬, 방향족, 헤테로시클릭, 또는 헤테로아릴일 수 있다. 상기 화합물의 일부 실시양태에서, R^1 및 R^2는 개별적으로 C_1-C_{12} 알킬, C_1-C_{12} 시클로알킬, C_6-C_{12} 방향족, C_6-C_{12} 헤테로시클릭, 또는 C_6-C_{12} 헤테로아릴 기일 수 있다. 예를 들어, R^1 및 R^2는 개별적으로 메틸렌, 에틸렌, 프로필렌, 이소프로필렌, 부틸렌, 펜틸렌, 헥실렌, 헵틸렌, 옥틸렌, 노닐렌, 데칼리닐렌, 도데실렌, 1,2-시클로헥실렌, 1,3-시클로헥실렌, 1,4-시클로헥실렌, 1,2-페닐렌, 1,3-페닐렌, 1,4-페닐렌, 톨릴, 1,5-나프틸, 이소포론, 또는 1,3-크실릴일 수 있다. 일부 바람직한 실시양태에서, R^1은 아릴 기이다. 예를 들어, R^1은 바람직하게는 페닐, 톨릴, 또는 크실릴일 수 있다. 다른 바람직한 실시양태에서, R^2는 아릴 기이다. 예를 들어, R^2는 바람직하게는 페닐, 톨릴, 또는 크실릴일 수 있다.

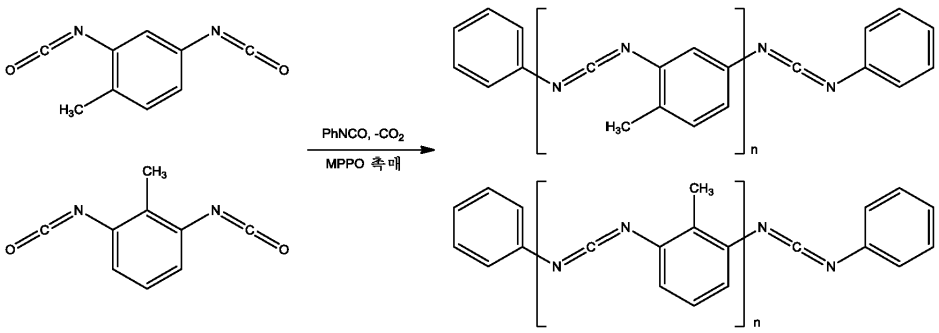
[0096] 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용될 수 있는 예시적인 디이소시아네이트는 MDI (임의의 3종의 이성질체 (2,2'-MDI, 2,4'-MDI 및 4,4'-MDI); m-페닐렌 디이소시아네이트; 2,4-톨루엔 디이소시아네이트; 2,6-톨루엔 디이소시아네이트; 헥사메틸렌 디이소시아네이트; 1,4-페닐렌 디이소시아네이트; 테트라메틸렌 디이소시아네이트; 시클로헥산-1,4-디이소시아네이트; 헥사히드로톨루엔 디이소시아네이트; 메틸렌디이소시아네이트; 2,6-디이소프로필페닐 이소시아네이트; m-크실릴렌 디이소시아네이트; 도데실 이소시아네이트; 3,3'-디클로로-4,4'-디이소시아네이토-1,1'-비페닐; 1,6-디이소시아네이토-2,2,4-트리메틸헥산; 3,3'-디메톡시-4,4'-비페닐렌 디이소시아네이트; 2,2-디이소시아네이토프로판; 1,3-디이소시아네이토프로판; 1,4-디이소시아네이토부탄; 1,5-디이소시아네이토펜탄; 1,6-디이소시아네이토헥산; 2,3-디이소시아네이토톨루엔; 2,4-디이소시아네이토톨루엔; 2,5-디이소시아네이토톨루엔; 2,6-디이소시아네이토톨루엔; 이소포론 디이소시아네이트; 수소화 메틸렌 비스(페닐이소시아네이트); 나프탈렌-1,5-디이소시아네이트; 1-메톡시페닐-2,4-디이소시아네이트; 1,4-디이소시아네이토부탄; 4,4'-비페닐렌 디이소시아네이트; 3,3'-디메틸디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트; 4,4',4"-트리페닐메탄 트리이소시아네이트; 톨루엔-2,4,6-트리이소시아네이트; 4,4'-디메틸디페닐메탄-2,2',5,5'-테트라이소시아네이트; 폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리이소시아네이트; 또는 그의 임의의 2종 이상의 혼합물을 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 바람직한 실시양태에서, 디이소시아네이트는 2,4-톨루엔 디이소시아네이트, 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 또는 2,4- 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트의 혼합물이다. 한 실시양태에서, 디이소시아네이트는 100% 2,4-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다. 또 다른 실시양태에서, 디이소시아네이트는 약 80% 2,4-톨루엔 디이

소시아네이트 및 약 20% 2,6-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다. 또 다른 실시양태에서, 디이소시아네이트는 약 65% 2,4-톨루엔 디이소시아네이트 및 약 35% 2,6-톨루엔 디이소시아네이트를 포함한다.

[0097] 캡핑된 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용될 수 있는 예시적인 모노이소시아네이트는 클로로술포닐 이소시아네이트; 트리클로로메틸 이소시아네이트; 트리클로로아세틸 이소시아네이트; 트리클로로아세틸 이소시아네이트; 클로로아세틸 이소시아네이트; 비닐 이소시아네이트; 메틸 이소시아네이토포르메이트; 2-브로모에틸 이소시아네이트; 2-클로로에틸 이소시아네이트; 2-클로로에틸 이소시아네이트; 에틸 이소시아네이트; 이소시아네이토(메톡시)메탄; 알릴 이소시아네이트; 에틸 이소시아네이토포르메이트; 3-클로로프로필 이소시아네이트; 이소프로필 이소시아네이트; 프로필 이소시아네이트; (트리메틸실릴)이소시아네이트; 이소시아네이토시클로부탄; 에틸 이소시아네이토아세테이트; 메틸 (2s)-2-이소시아네이토프로파노에이트; 부틸 이소시아네이트; tert-부틸 이소시아네이트; 1,1-디메톡시-2-이소시아네이토에탄; 시클로펜틸 이소시아네이트; 2-이소시아네이토-2-메틸-프로피온산 메틸 에스테르; 에틸 3-이소시아네이토프로피오네이트; (r)-(-)-3-메틸 1-2-부틸 이소시아네이트; 1-이소시아네이토-2,2-디메틸프로판; 1-이소시아네이토-3-메틸부탄; 3-이소시아네이토펜탄; 펜틸 이소시아네이트; 1-에톡시-3-이소시아네이토프로판; 펜타플루오로페닐 이소시아네이트; 4-브로모-2,6-디플루오로페닐 이소시아네이트; 2,4,6-트리브로모페닐 이소시아네이트; 2,3,4-트리플루오로페닐 이소시아네이트; 2,4,5-트리플루오로페닐 이소시아네이트; 4-브로모-1-클로로-2-이소시아네이토벤젠; 4-브로모-2-플루오로페닐 이소시아네이트; 1-클로로-3-플루오로-2-이소시아네이토벤젠; 2-클로로-3-플루오로페닐이소시아네이트; 3-클로로-4-플루오로페닐 이소시아네이트; 4-클로로-2-플루오로페닐 이소시아네이트; 5-클로로-2-니트로페닐 이소시아네이트; 2,4-디클로로페닐 이소시아네이트; 2,6-디클로로페닐 이소시아네이트; 3,4-디클로로페닐 이소시아네이트; 3,5-디클로로페닐 이소시아네이트; 2-플루오로-4-아이오도페닐 이소시아네이트; 4-플루오로-2-니트로페닐 이소시아네이트; 2,4-디플루오로페닐 이소시아네이트; 2,4-디플루오로페닐 이소시아네이트; 2,5-디플루오로페닐 이소시아네이트; 2,6-디플루오로페닐 이소시아네이트; 3,4-디플루오로페닐 이소시아네이트; 3,5-디플루오로페닐 이소시아네이트; 2,1,3-벤조티아디아졸-4-일 이소시아네이트; 3,5-디니트로페닐 이소시아네이트; 3,5-디니트로페닐 이소시아네이트; 2-브로모페닐 이소시아네이트; 3-브로모페닐 이소시아네이트; 4-브로모페닐 이소시아네이트; 2-클로로페닐 이소시아네이트; 3-클로로페닐 이소시아네이트; 3-클로로페닐 이소시아네이트; 4-클로로페닐 이소시아네이트; 2-클로로벤젠술포닐 이소시아네이트; 4-(클로로술포닐)페닐 이소시아네이트; 4-클로로벤젠술포닐 이소시아네이트; 2-플루오로페닐 이소시아네이트; 3-플루오로페닐 이소시아네이트; 4-플루오로페닐 이소시아네이트; 4-플루오로벤젠술포닐 이소시아네이트; 2-아이오도페닐 이소시아네이트; 3-아이오도페닐 이소시아네이트; 4-아이오도페닐 이소시아네이트; 2-니트로페닐 이소시아네이트; 3-니트로페닐 이소시아네이트; 4-니트로페닐 이소시아네이트; 페닐 이소시아네이트; 페닐 이소시아네이트; 벤젠술포닐 이소시아네이트; 2-이소시아네이토에틸 메타크릴레이트; (이소시아네이토메틸)시클로펜탄; 시클로헥실 이소시아네이트; 2-이소시아네이토-3-메틸-부티르산 메틸 에스테르; 부틸 이소시아네이토아세테이트; 에틸 4-이소시아네이토부티레이트; 메틸 (2s)-2-이소시아네이토-4-(메틸술파닐)부타노에이트; 헥실 이소시아네이트; 4-브로모-2-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 2-클로로-4-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 2-클로로-6-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 4- 클로로-3-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 5-클로로-2-이소시아네이토벤조니트릴; 5-플루오로-2-이소시아네이토벤조니트릴; 2-플루오로-3-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 2-플루오로-5-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 3-플루오로-5-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 4- 플루오로-2-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 4-플루오로-3-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 3-이소시아네이토벤조일 클로라이드; 4-이소시아네이토벤조일 클로라이드; 2-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 3-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 4-(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 4-(트리플루오로메틸티오)페닐 이소시아네이트; 2-(트리플루오로메톡시)페닐 이소시아네이트; 4-(트리플루오로메톡시)페닐 이소시아네이트; 3-시아노페닐 이소시아네이트; 4-시아노페닐 이소시아네이트; 4-브로모-2-클로로-6-메틸페닐 이소시아네이트; 2,4-디클로로벤질 이소시아네이트; 3,4-디클로로벤질 이소시아네이트; 2-(디플루오로메톡시)페닐 이소시아네이트; 4-(디플루오로메톡시)페닐 이소시아네이트; 벤조일 이소시아네이트; 3,4-(메틸렌디옥시)페닐 이소시아네이트; 페닐 이소시아네이토포르메이트; 4-브로모-3-메틸페닐이소시아네이트; 4-브로모벤질 이소시아네이트; 2-(클로로메틸)페닐 이소시아네이트; 2-클로로-5-메틸페닐 이소시아네이트; 2-클로로-6-메틸페닐 이소시아네이트; 2-클로로벤질 이소시아네이트; 3-클로로-2-메틸페닐 이소시아네이트; 3-클로로-4-메틸페닐 이소시아네이트; 4-(클로로메틸)페닐 이소시아네이트; 4-클로로벤질 이소시아네이트; 5-클로로-2-메틸페닐 이소시아네이트; 5-클로로-2-메톡시페닐 이소시아네이트; 2-플루오로-5-메틸페닐 이소시아네이트; 2-플루오로벤질 이소시아네이트; 3-플루오로-2-메틸페닐 이소시아네이트; 3-플루오로-4-메틸페닐 이소시아네이트; 3-플루오로벤질 이소시아네이트; 4-플루오로-3-메틸페닐 이소시아네이트; 4-플루오로벤질이소시아네이트; 5-플루오로-2-메틸페닐 이소시아네이트; 4-플루오로벤질 이소티오시아

네이트; 2-메틸-3-니트로페닐 이소시아네이트; 2-메틸-4-니트로페닐 이소시아네이트; 4-메틸-2-니트로페닐 이소시아네이트; 5-메틸-2-니트로페닐 이소시아네이트; 2-메톡시-4-니트로페닐 이소시아네이트; 4-메톡시-2-니트로페닐 이소시아네이트; 벤질 이소시아네이트; m-톨릴 이소시아네이트; o-톨릴 이소시아네이트; p-톨릴 이소시아네이트; 2-메톡시페닐 이소시아네이트; 3-메톡시페닐 이소시아네이트; 4-메톡시페닐 이소시아네이트; o-톨루엔술포닐 이소시아네이트; p-톨루엔술포닐 이소시아네이트; 시클로헵틸 이소시아네이트; 사이클로헥산메틸 이소시아네이트; 6-이소시아네이토-헥산산 메틸 에스테르; 메틸 (2s)-2-이소시아네이토-4-메틸펜타노에이트; 에틸 2-이소시아네이토-4-(메틸티오)부티레이트; (r)-(-)-2-헵틸 이소시아네이트; (s)-(+)-2-헵틸 이소시아네이트; 헵틸 이소시아네이트; 3,5-비스(트리플루오로메틸)페닐 이소시아네이트; 2-이소시아네이토-5-메틸벤조니트릴; 4-이소시아네이토벤질 시아나이드; 2,4-디클로로페네틸 이소시아네이트; 3,4-디클로로페네틸 이소시아네이트; 4-아세틸페닐 이소시아네이트; 메틸 2-이소시아네이토벤조에이트; 메틸 3-이소시아네이토벤조에이트; 메틸 4-이소시아네이토벤조에이트; (s)-(-)-1-(4- 브로모페닐)에틸 이소시아네이트; 4-브로모-2,6-디메틸페닐 이소시아네이트; 4-브로모-2-에틸페닐 이소시아네이트; (r)-(+)-1-(4-클로로페닐)에틸 이소시아네이트; 3-클로로페네틸 이소시아네이트; 4-클로로페네틸 이소시아네이트; (r)-(+)-1-(4-일루오로페닐)에틸 이소시아네이트; (s)-(-)-1-(4-플루오로페닐)에틸 이소시아네이트; 2-플루오로페네틸 이소시아네이트; 4-플루오로페네틸 이소시아네이트; 2,3-디메틸-6-니트로페닐 이소시아네이트; 4-에톡시-2-니트로페닐 이소시아네이트; 2,5-디메틸페닐 이소시아네이트; 2,6-디메틸페닐 이소시아네이트; 2-메틸벤질 이소시아네이트; 3,5-디메틸페닐 이소시아네이트; 3-메틸벤질 이소시아네이트; 4-에틸페닐 이소시아네이트; 4-메틸벤질 이소시아네이트; 페네틸 이소시아네이트; 2-메톡시-5-메틸페닐 이소시아네이트; 2-메톡시벤질 이소시아네이트; 3-에톡시페닐 이소시아네이트; 3-메톡시벤질 이소시아네이트; 4-메톡시벤질 이소시아네이트; 1-이소시아네이토-2,3-디메톡시벤젠; 2,4-디메톡시페닐 이소시아네이트; 2,5-디메톡시페닐 이소시아네이트; 2,6-디메톡시페닐 이소시아네이트; 3,4-디메톡시페닐 이소시아네이트; 3,5-디메톡시페닐 이소시아네이트; 4-(디메틸아미노)페닐 이소시아네이트; 에틸 2-이소시아네이토-4-메틸발레레이트; 에틸 6-이소시아네이토헥사노에이트; (r)-(-)-2-옥틸 이소시아네이트; (s)-(+)-2-옥틸 이소시아네이트; 1,1,3,3-테트라메틸부틸 이소시아네이트; 2-에틸헥실 이소시아네이트; 옥틸 이소시아네이트; 5-에틸-2-이소시아네이토벤조니트릴; (s)-(+)-1-인다닐 이소시아네이트; 5-인다닐 이소시아네이트; 트랜스-2-페닐시클로프로필 이소시아네이트; 3,4-메틸렌디옥시페네틸 이소시아네이트; 에틸 2-이소시아네이토벤조에이트; 에틸 3-이소시아네이토벤조에이트; 에틸 4-이소시아네이토벤조에이트; 메틸 3-이소시아네이토-2-메틸벤조에이트; 3-브로모-2,4,6-트리메틸페닐 이소시아네이트; (r)-(+)-1-페닐프로필 이소시아네이트; (s)-(-)-1-페닐프로필 이소시아네이트; 2-에틸-6-메틸페닐 이소시아네이트; 3-페닐프로필 이소시아네이트; (r)-(+)-1-(3-메톡시페닐)에틸 이소시아네이트; (r)-(+)-1-(4-메톡시페닐)에틸 이소시아네이트; (s)-(-)-1-(3-메톡시페닐)에틸 이소시아네이트; 1-에톡시-4-이소시아네이토-2-메톡시벤젠; 2,4-디메톡시벤질 이소시아네이트; 3,4,5-트리메톡시페닐 이소시아네이트; (r)-(-)-2-노닐 이소시아네이트; (s)-(+)-2-노닐 이소시아네이트; 1-나프틸 이소시아네이트; 2-나프틸 이소시아네이트; 디메틸 2-이소시아네이토테레프탈레이트; 디메틸 5-이소시아네이토이소프탈레이트; 1-이소시아네이토-1,2,3,4-테트라히드로나프탈렌; 에틸 (4- 이소시아네이토페닐)아세테이트; 2,6-디에틸페닐 이소시아네이트; 4-부틸페닐 이소시아네이트; 4- 에틸페네틸 이소시아네이트; 4-페닐부틸 이소시아네이트; 4-sec-부틸페닐 이소시아네이트; 4-tert-부틸페닐 이소시아네이트; 2,3-디메톡시페네틸 이소시아네이트; 2,5-디메톡시페네틸 이소시아네이트; 3,4-디메톡시페네틸 이소시아네이트; 3,4,5-트리메톡시벤질 이소시아네이트; 1-아다만틸 이소시아네이트; 에틸 4-(이소시아네이토메틸)시클로헥산카르복실레이트; 데실 이소시아네이트; 8-(이소시아네이토메틸)-6h-[1,3]디옥솔로[4,5-g]크로멘-6-온; 2-에틸-6-이소프로필페닐 이소시아네이트; 4-부틸-2-메틸페닐 이소시아네이트; 4-펜틸페닐 이소시아네이트; 운데실 이소시아네이트; 4-클로로-2-페녹시페닐 이소시아네이트; 5-클로로-2-페녹시페닐 이소시아네이트; 2-비페닐릴 이소시아네이트; 4-비페닐릴 이소시아네이트; 3-페녹시페닐 이소시아네이트; 4-페녹시페닐 이소시아네이트; p-페닐아조페닐 이소시아네이트; 1-(1-나프틸)에틸 이소시아네이트; (1r,2r)-(-)-2-벤질옥시시클로펜틸 이소시아네이트; 4,4'-옥시비스(페닐 이소시아네이트); 9h-플루오렌-2-일 이소시아네이트; 9h-플루오렌-9-일 이소시아네이트; 4- 이소시아네이토벤조페논; 2-벤질페닐 이소시아네이트; 4-벤질페닐 이소시아네이트; 디페닐메틸 이소시아네이트; 4-(벤질옥시)페닐 이소시아네이트; (1r,2r)-(-)-2-벤질옥시시클로헥실 이소시아네이트; (1s,2s)-(+)-2-벤질옥시시클로헥실 이소시아네이트; 2,2-디페닐에틸 이소시아네이트; 2-(4-비페닐)에틸 이소시아네이트; 4'-이소시아네이토벤조-15-크라운-5; 2,5-디-tert-부틸페닐 이소시아네이트; 테트라데실 이소시아네이트; n-fmoc-이소시아네이트; 3,3-디페닐프로필 이소시아네이트; 2,2-비스(4-이소시아네이토페닐)헥사플루오로프로판; 헥사데실 이소시아네이트; 또는 옥타데실 이소시아네이트를 포함하나 이에 제한되지는 않는다. 한 실시양태에서, 모노이소시아네이트는 방향족 이소시아네이트이다. 임의의 2종 이상의 모노이소시아네이트의 혼합물이 또한 사용될 수 있다.

[0098] 특정 실시양태에서, 디이소시아네이트는 2,4-톨루엔 디이소시아네이트, 2,6-톨루엔 디이소시아네이트, 및 그의 조합으로부터 선택되고, 모노이소시아네이트는 방향족 모노이소시아네이트이다. 예를 들어, 화학 반응 관점에서, 캡핑된 폴리카르보디이미드는 하기 반응식 2에 기재된 반응에 따라 제조될 수 있다.



[0099]

[0100] 캡핑된 폴리카르보디이미드를 형성하는데 사용하기에 적합한 이소시아네이트는 상표명 루프라네이트® 하에 미국 뉴저지주 플로햄 파크 소재의 바스프 코포레이션으로부터 상업적으로 입수가능하다.

[0101] 제1 실시양태와 유사하게, 코팅으로서의 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용 방법은 임의의 공지된 통상적인 페이퍼보드 코팅 기술에 의해, 예컨대 드로우 다운 바, 스프레이 코팅 등의 사용에 의해 수행될 수 있다. 적용 전에, 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어는 느슨한 섬유 또는 파편을 제거하기 위해 세척되거나 또는 달리 준비될 수 있다.

[0102] 드로우 다운 바가 적용에 이용되는 경우의 적용에서, 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅은 다공성 페이퍼보드 및/또는 페이퍼 미디어의 표면에 및 그 안으로 압축되며 (즉, 적용된 캡핑된 폴리카르보디이미드가 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 침윤되거나 또는 다르게는 함침됨), 그에 따라 실질적으로 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 섬유 또는 구조를 코팅한다.

[0103] 적용 후에, 적용된 캡핑된 폴리카르보디이미드의 코팅은 일반적으로 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 부착된다.

[0104] 하기 정의된 바와 같은 부착은 캡핑된 폴리카르보디이미드와 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 상호작용을 지칭한다. 이와 관련하여, 부착은 기계적 부착의 형태일 수 있고, 여기서 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅은 연동 또는 함침의 관점에서 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 표면 내 공극 또는 세공을 채우고, 특히 여기서 드로우 다운 바가 상기 기재된 바와 같은 적용 기술로서 사용된다. 또한, 부착은 화학적 부착의 형태일 수 있고, 여기서 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어에 대해 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅을 부착하는 것은 이온 결합 및 수소 결합의 형태일 수 있다. 또한, 부착의 주요 방식이 일반적으로, 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅과 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 사이의 화학적 반응의 관점에서 정의되는 것이 아닐지라도, 부착은 또한 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅과 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 사이의 공유 결합 등의 형태를 포함할 수 있다. 추가로, 부착은 캡핑된 폴리카르보디이미드의 적용된 코팅과 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 사이의 다른 부착 현상 예컨대 반 데르 발스 힘, 분산 부착, 정전기 부착 및 확산 부착의 형태일 수 있다.

[0105] 이러한 실시양태에서, 캡핑된 폴리카르보디이미드가 미반응 이소시아네이트 기를 실질적으로 또는 완전히 갖지 않는 것 (즉, NCO 함량이 대략 0임)으로 설계되기 때문에, 캡핑된 폴리카르보디이미드의 코팅의 적용으로부터 생성된 강도 증진은 캡핑된 폴리카르보디이미드 그 자체의 고유 강도의 결과인 것, 뿐만 아니라, 부분적으로, 캡핑된 카르보디이미드와 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어의 부착과의 연관성에 기인하는 것으로 여겨진다. 그에 따라, 상기 나타낸 바와 같이, 적용된 캡핑된 카르보디이미드의 중량 평균 분자량은 적어도 4,500 및 보다 전형적으로 5,500 내지 30,000 g/mol (달톤)이다.

[0106] 본원에 기재된 임의의 방법에 따라 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어 (즉, 무표백 크라프트, 솔리드 표백된 술페이트 보드 또는 100% 재활용 보드)는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어와 비교하여 건조 및 습윤 시험 방법론 양쪽 하에 증가된 강도를 달성하였다. 특정 실시양태에서, 이들 처리된 페이퍼보드의 평균 습윤 인장 강도 측정치는 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 및 페이퍼 미디어와 비교하여 80% 초과의 개선을 산출하였다. 본 발명은 따라서 유사하고/거나 개선된 강도 및 개선된 장벽 특성을 도달하는 데 있어서, 보다 높은 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어와 비교하여, 감소된 기본 중량을

갖는 처리된 페이퍼보드 또는 페이퍼 미디어를 사용하는 것을 가능하게 한다.

[0107] 하기 실시예는 본 발명을 예시하도록 의도되고, 어떠한 방식으로도 본 발명의 범주를 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0108] 실시예

[0109] 측정 및 적용 장비

[0110] 하기 실시예 1 및 2의 다양한 실험 샘플의 생성된 NCO 함량 및 점도를 측정하고, 품질 검증을 위해 공지된 표준물에 대해 비교하였다.

[0111] 메트롬 798 적정기를 이용하여 % NCO (즉, NCO 함량, 또는 %NCO 값)를 측정하였다. 실험 샘플을 적절한 가열 및 교반 하에 5분 동안 디부틸아민과 반응시키고, 유도체화하였다. 과량의 디부틸아민을 메탄올에 대해 적정한 다음, % NCO 값을, 기지의 농도 및 사용된 메탄올 부피를 고려하여 역 계산하였다. 샘플을 이중으로 시험하고, 평균을 보고하였다. 점도를 #21 스핀들이 장착된 브룩필드 레오미터에 의해 결정하였다. 25℃에서 컨디셔닝 20분 후에 측정하였다.

[0112] RK 프린트 코트 인스트루먼츠 리미티드에 의한 K101 컨트롤 코팅기를 사용하여 실시예 1 및 2의 페이퍼보드를 준비 및 처리하였다. 폴 엔 가드너 캄파니, 인크.에 의한 가드코 12" OA 3/8" 직경 (30.5 cm OA .95 cm 직경) #00 및 #03 와이어 권취 JR 로드를 K 컨트롤 코팅기와 함께 사용하였다. 드로우다운 속도는 코팅 조성물의 점도 및 목적 코팅 중량을 달성하는데 이용되는 기재의 내부 사이징에 따라 0 내지 10 가변 단위로 조정되었다.

[0113] 다양한 기재 (즉 MWV로부터의 14 포인트 비코팅된 무표백 크라프트, 캐스케이즈로부터의 18 포인트 코팅된 재활용 보드)를 적용 및 시험에 사용하였다. 각각의 기재를 7" x 14" 시트 (17.8 cm x 35.6 cm)로 절단하고, K 코팅기 플랫폼에 고정하였다.

[0114] 이소시아네이트-말단 예비중합체 제조 (하기 실시예 1에 사용하기 위함):

[0115] PMDI (4,4' MDI 및 2,4' MDI의 변형된 예비중합체)를 플라스크에 채웠다. 내용물을 교반 하에 60℃로 가열하였고, 여기서 추가의 4,4' MDI를 첨가하고, 내용물을 15분 동안 교반하였다. 이어서, 이관능성 폴리에스테르 폴리올 (헌츠만 케미칼로부터 입수가능한 밀레스터 16-30 폴리올)을 교반 하에 플라스크에 첨가하고, 성분을 80℃에서 1시간 동안 교반하여 이소시아네이트-말단 예비중합체를 형성하였다. 사용 전에, 형성된 이소시아네이트-말단 예비중합체를 열로부터 제거하고, 실온으로 냉각시켰다.

[0116] 캡핑된 카르보디이미드 제조 (하기 실시예 2에 사용하기 위함):

[0117] TDI, 트리페닐 포스페이트 (TPP) 및 페닐 이소시아네이트를 플라스트에 채웠다. 내용물을 교반 하에 70℃로 가열하였고, 여기서 3-메틸-1-페닐-2-포스폴렌 1-옥시드 (MPPO)를 교반 하에 플라스크에 첨가하고, 성분을 120℃에서 1시간 동안 교 반하였다. MPPO의 제2 부분을 교반 하에 첨가하고, 성분을 120℃에서 6시간 동안 교반하여 캡핑된 카르보디이미드 중합체를 형성하였다. 사용 전에, 형성된 캡핑된 카르보디이미드 중합체를 열로부터 제거하고, 실온으로 냉각시켰다. 임의로, 캡핑된 카르보디이미드를 사용 전에 용매 예컨대 트리에틸 포스페이트, n-부틸 아세테이트, t-부틸 아세테이트 또는 에틸 아세테이트와 혼합하여 적용 시 페이퍼보드 내로 보다 잘 유동하고 침투하도록 할 수 있다.

[0118] 실시예 1: 2-성분 적용 및 시험 공정:

[0119] 반응성 폴리이소시아네이트 및 아민 화합물에 대한 2-성분 코팅 시스템을 하기와 같이 적용하였다 (하기 표 A의 코팅 순서 B): MWV로부터의 14 포인트 무표백 크라프트 페이퍼보드 및 #00 로드를 K 코팅기 플랫폼에 고정한 상태에서, 반응성 폴리이소시아네이트 (하기 표 A에 기재된 바와 같은 중합체 MDI 또는 이소시아네이트-말단 예비중합체) 5 mL를 드로우다운 로드의 베이스에 적용하였다. 스피드 셋팅을 10으로 하여, K 코팅기를 진행하도록 스위칭하고, 상기 화합물을 아래로 기재에 눌러 내렸다. 잔류 반응성 폴리이소시아네이트를 기재 표면으로부터 닦아내고; 드로우다운 로드를 제거하고, 아세톤으로 세척하고, K 코팅기 플랫폼의 상부로 되돌렸다.

[0120] 이어서, 디프로필렌 글리콜 중 트리에틸렌디아민 용액 (즉, 하기 표 B에 기재된 아민 촉매를 포함한 용액) 5 mL를 드로우다운 로드의 베이스에 적용하였다. 스피드 셋팅을 10으로 계속하여, K 코팅기를 진행하도록 스위칭하고, 상기 화합물을 아래로 기재에 눌러 내렸다. 잔류 용액 (a)을 기재 표면으로부터 닦아내고, 2-성분 적용 공정을 통해 형성된 코팅된 페이퍼보드를 코팅 플랫폼으로부터 제거하여 경화시켰다.

[0121] 코팅 순서 A (하기 표 A 참조)에서, 반응성 폴리이소시아네이트와 용액의 적용 순서가 역전되었다 (즉, 여기서 상기 코팅 순서 B와 유사한 방식으로, 상기 기재된 바와 같은 용액을 먼저 적용하고, 이어서 반응성 이소시아네이트를 용액에 적용하였음).

[0122] 하기 표 B에 제시된 실시예에 따라 형성된 2-성분 적용은 생성된 페이퍼 롤에서 어떠한 블록킹도 경험하지 않았고, 개방된 대기 중에서 4분 후에 경화되었으며, 이들 각각의 샘플을 물리적으로 시험하였다.

[0123] 처리된 페이퍼보드 샘플을 시험하고, 처리된 페이퍼보드 샘플과 동일한 베이스라인 페이퍼보드로부터 비처리된 대조군에 대해 비교하였다. 각각의 물리 특성 시험에서, 처리된 샘플 및 비처리된 샘플을 비교 시험하였다. 예를 들어, 모든 습윤 강도 시험은, 각각의 처리 및 비처리된 샘플을 인열 시험 전에 탈이온수 중에서 30분 동안 침지시키고, 건조 블로팅하는 것을 필요로 하였다.

[0124] 결과는 하기 표 A에 제공된다:

[0125] 표 A: 2-성분 처리된 페이퍼보드

코팅 처리	*코팅 순서*	*% NCO*	*강도 & 장벽 결과*			
			콥 30분 (g/m^2)	*습윤 인장 (파스칼)*	*습윤 인열 MD (mN)*	*습윤 인열 CD (mN)*
비코팅된 블랭크	N/A	0.00	131.84	104.52	2325.35	2530.90
중합체 MDI (32% 높은 고리 구조)	--	31.5	75.72	130.24 (+24.60%)	2108.82 (-21.13%)	3621.40 (+27.37%)
중합체 MDI (32% 높은 고리 구조)	A	31.5	86.54	174.02 (+66.55%)	3160.10 (+35.90%)	4085.84 (+61.44%)
중합체 MDI (32% 높은 고리 구조)	B	31.5	73.92	186.36 (+78.35%)	3706.13 (+59.38%)	3853.62 (+52.26%)
폴리에테르 폴리올 및 가교제 (이관능성 알콜)를 갖는 MDI 예비중합체	--	22.8	--	--	2343.13 (+0.07%)	2798.16 (+10.26%)
폴리에테르 폴리올 및 가교제 (이관능성 알콜)를 갖는 MDI 예비중합체	A	22.8	88.88	152.99 (+46.40%)	3226.00 (+38.73%)	3900.69 (+54.12%)
폴리에테르 폴리올. 가교제 (이관능성 알콜) 및 피마자 오일을 갖는 MDI 예비중합체	A	20.4	87.92	150.86 (+44.34%)	3489.60 (+50.07%)	4227.06 (+67.02%)

[0126]

[0127] 실시예 2: 캡핑된 폴리카르보디이미드 적용 및 시험 공정:

[0128] 캡핑된 폴리카르보디이미드 (상기와 같이 형성됨)를 MWV로부터의 14 포인트 무표백 크라프트 페이퍼보드 상에서 #00 드로우다운 로드 및 스피드 셋팅 10을 사용하여 코팅하였다. 기재 및 드로우다운 로드를 고정한 상태에서, 과량의 캡핑된 폴리카르보디이미드, 대략 5mL를 드로우다운 로드의 베이스에, 기재 시트의 상단에서 일정한 스트림으로 적용하였다. K 코팅기를 진행하도록 스위칭하고, 드로우다운 로드가 자동적으로 기재에서 아래로 이동하였다. 잔류 캡핑된 폴리카르보디이미드를 기재 표면으로부터 닦아내고, 코팅된 페이퍼보드를 코팅 플랫폼

으로부터 제거하였다.

[0129] 표 B에 제시된 바와 같이 처리된 기재를 개방된 대기 중에서 적어도 15분 동안 건조시켜 캡핑된 폴리카르보디이미드 중합체가 페이퍼보드를 침투하도록 하고, 존재하는 임의의 잔류 용매 (사용되는 경우에)가 건조되도록 하였다.

[0130] 처리된 페이퍼보드를 시험하고, 동일한 기본 중량의 비처리된 페이퍼보드에 대해 비교하였다. 하기 예시된 바와 같은 각각의 물리 특성에서, 처리된 샘플 및 비처리된 샘플을 동일한 조건 하에 비교 시험하였다. 모든 습윤 강도 시험에 대해, 각각의 샘플 (비처리 또는 처리)을 시험 전에 탈이온수 중에서 30분 동안 침지시키고, 건조 블로팅하였다. 결과는 하기 표 B에 제공된다:

[0131] 표 B - 캡핑된 폴리카르보디이미드 중합체 (pCDI)

코팅 처리	MW	% NCO	강도 & 장벽 결과			
			콥 30분 (g/m^2)	습윤 인장 (파스칼)	습윤 인열 MD (mN)	습윤 인열 CD (mN)
비코팅된 블랭크	N/A	0.00	92.38	169.89	--	--
2-에틸헥산올 캡핑된 TDI 폴리-카르보디이미드	4850	~0.00	--	181.88 (+7.06%)	--	--
2-프로필헵탄올 캡핑된 TDI 폴리-카르보디이미드	5750	~0.00	--	203.74 (+19.92%)	--	--
페닐 이소시아네이트 캡핑된 TDI 폴리-카르보디이미드	10 000	~0.00	52.46	340.26 (+100.30%)	--	--

[0132]

[0133] 실시예 3: 2-성분 적용 및 시험 공정의 추가의 예

[0134] 오멧 배리플렉스 530 프레스를 사용하여 페이퍼보드를 준비 및 처리하였다. 60 도 셀 각도 및 5 및 8 BCM/sq. in. ("수십억의, 제곱 인치당 입방 마이크로미터", 이는 1.55 cm^3/m^2에 상응함)의 로드 셀을 갖는 솔리드 오멧 아닐록스 롤을 프레스와 함께 사용하였다. 60 도 셀 각도 및 1.03, 1.53, 1.75, 2.22, 2.85, 3.58, 4.09, 4.43, 5.08, 5.86, 6.41, 6.95, 8.0, 10, 12, 16, 18, 및 20 BCM의 셀 크기를 갖는 밴디드 오멧 아닐록스 롤을 또한 이용하였다. 일회용 플라스틱 닥터 블레이드를 갖는 천연 고무 전사 롤러를 적용을 위한 각각의 프레스 유닛에 사용하였다. 다양한 기재 (즉 록텐으로부터의 36# 라이너보드, 캐스케이즈로부터의 14 포인트 코팅된 재활용 보드)를 적용 및 시험에 이용하였다. 각각의 기재를 50, 100, 175, 및 200 ft./min. (즉, 15.24, 30.48, 53.34 및 60.94 미터/분)의 속도로 롤링하고, 프레스를 통해 공급하였다. 2개의 프레스 유닛을 주위 조건 하에 건조 없이 연속적으로 사용하였다.

[0135] 반응성 폴리이소시아네이트 및 아민 화합물에 대한 2-성분 코팅 시스템을, 하기와 같은 플렉소그래픽 공정을 사용하여 적용하였다 (상기 기재된 표 A의 코팅 순서 A): 3 BCM/sq. in. (4.65 cm^3/m^2)의 오멧 아닐록스 롤이 장착된 오멧 배리플렉스 530 프레스의 유닛 1에 디프로필렌 글리콜 중 트리에틸렌디아민 용액 (즉, 상기 표 B에 기재된 아민 촉매를 포함한 용액)을 로딩하고, 5 BCM/sq. in. (7.75 cm^3/m^2)의 오멧 아닐록스 롤이 장착된 프레스의 유닛 2 (또는 아민의 유닛에 대한 임의의 후속 유닛)에 반응성 폴리이소시아네이트 (표 A에 기재된 바와 같은 중합체 MDI (32% 높은 고리 구조))를 로딩한 상태에서, 록텐으로부터의 36# 라이너보드를 약 15 m/min (50 ft/min)으로 프레스를 통해 공급하였다. 전사 롤러로부터 페이퍼보드에 대한 압력을 일치하게 조정하여 인쇄를 시작하고; 30.5 미터 초과 (즉, 기재의 100 피트 초과)의 기재를 연속적으로 코팅하고, 기계 롤링하고, 개방된 대기 중에서 경화되도록 하였다. 2 성분 코팅 시스템을 이러한 방법에 의해 적용하였다. 결과는 하기 표 C에 제공된다.

[0136] 표 C: 2-성분 처리된 페이퍼보드

코팅 처리	라인 속도 (m/분)	수성 밴드 (cm^3/m^2)[1]	이소시아네이트 밴드 (cm^3/m^2)[1]	코팅 중량 (gsm)	강도 & 장벽 결과	
					습윤 인열 MD (mN)	습윤 인열 CD (m/N)
비코팅된 블랭크	N/A	N/A	N/A	0.00	868.40	957.76
중합체 MDI, 32% 높은 고리 구조	15.24	7.75	12.4	4.87	899.66 (+3.6%)	1064.73 (+11.2%)
		7.75	15.5	5.74	1073.01 (+23.6%)	1385.25 (+44.6%)
		7.75	18.6	7.26	1225.56 (+41.1%)	1863.22 (+94.5%)
		7.75	24.8	8.32	1126.28 (+29.7%)	2250.63 (+135.0%)
		7.75	27.9	10.44	1346.30 (+55.0%)	1773.2 (+85.1%)
		7.75	31	12.41	1348.57 (+55.3%)	1820.98 (+90.1%)
중합체 MDI, 32% 높은 고리 구조	15.24	7.75	8	4.95	935.79 (+7.8%)	1010.32 (+5.5%)
중합체 MDI, 32% 높은 고리 구조	15.24	4.65	5	3.01	1058.65 (+21.9%)	1156.72 (+20.8%)

[0137]

[0138] [1] 1.55 cm^3/m^2 = 1 BCM/sq. in)

[0139] 첨부된 청구범위가, 첨부된 청구범위의 범주에 속하는 특정 실시예 사이에서 달라질 수 있는 상세한 설명에 기재된 표현 및 구체적 화합물, 표면 처리 물질, 또는 방법에 제한되지 않는다는 것으로 이해되어야 한다. 다양한 실시양태의 특정한 특색 또는 측면을 기재하기 위해 본원에서 의존하는 임의의 마쿠쉬 군과 관련하여, 상이한 특별한 및/또는 예상 밖의 결과가 모든 다른 마쿠쉬 구성원과는 독립적인 각각 마쿠쉬 군의 각각의 구성원으로부터 수득될 수 있다. 마쿠쉬 군의 각각의 구성원은 첨부된 청구범위의 범주 내의 구체적 실시양태에 개별적으로 및/또는 조합하여 의존할 수 있으며 이에 대해 적합한 지지를 제공한다.

[0140] 추가로, 본 발명의 다양한 실시양태를 기재하는데 의존하는 임의의 범위 및 하위범위는 독립적으로 및 집합적으로 첨부된 청구범위 내에 속하고, 그 안의 전체 및/또는 부분 값들이 본원에 명백하게 기재되어 있지 않더라도 이러한 값들을 포함하는 모든 범위를 기재하고 고려한다는 것이 이해된다. 관련 기술분야의 통상의 기술자는 열거된 범위 및 하위범위가 본 발명의 다양한 실시양태를 충분히 설명하고 가능하게 하며, 이러한 범위 및 하위범위는 관련된 절반, 3분의 1, 4분의 1, 5분의 1 등으로 추가로 서술될 수 있음을 용이하게 인식한다. 단지 한 예로서, "0.1 내지 0.9의" 범위는 하위 3분의 1, 즉 0.1 내지 0.3, 중간 3분의 1, 즉 0.4 내지 0.6, 및 상위 3분의 1, 즉 0.7 내지 0.9로 추가로 서술될 수 있으며, 이는 개별적으로 및 집합적으로 첨부된 청구범위의 범주 내에 있고, 첨부된 청구범위의 범주 내에서 구체적 실시양태에 개별적으로 및/또는 집합적으로 의존할 수 있으며 이에 대해 적합한 지지를 제공한다. 또한, 범위를 한정 또는 조절하는 표현, 예컨대 "적어도", "초과", "미만", "이하" 등과 관련하여, 이러한 언어가 하위범위 및/또는 상한 또는 하한치를 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 또 다른 예로서, "적어도 10"의 범위는 본래 적어도 10 내지 35의 하위범위, 적어도 10 내지 25의 하위범위, 25 내지 35의 하위범위 등을 포함하고, 각각의 하위범위는 개별적으로 및/또는 집합적으로 의존될 수 있으며, 첨부된 청구범위의 범주 내의 구체적 실시양태에 대한 충분한 지지를 제공한다. 최종적으로, 개시된 범위 내에 개별 숫자는 첨부된 청구범위의 범주 내에서 구체적 실시양태에 의존할 수 있으며 이에 대해 적합한 지지를 제공한다. 예를 들어, "1 내지 9의" 범위는 다양한 개별 정수, 예컨대 3, 뿐만 아니라, 소수점 (또는 분수)을 포함하는 개별 숫자, 예컨대 4.1을 포함하며, 이는 첨부된 청구범위의 범주 내의 구체적 실시양태에 의존할 수 있으며 이에 대한 적합한 지지를 제공한다.

[0141] 본 발명은 예시적인 방식으로 기재되었으며, 사용된 용어는 제한하려는 의도라기보다는 설명의 언어적 성질을 가지도록 의도된 것으로 이해되어야 한다. 명백하게, 본 발명의 많은 수정 및 변형이 상기 교시에 비추어 가능

하다. 본 발명은 구체적으로 기재된 바와 달리 실시될 수도 있다.