

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6028019号
(P6028019)

(45) 発行日 平成28年11月16日(2016.11.16)

(24) 登録日 平成28年10月21日(2016.10.21)

(51) Int. Cl.		F I
C09J 175/04	(2006.01)	C09J 175/04
C09J 167/00	(2006.01)	C09J 167/00
C09J 171/00	(2006.01)	C09J 171/00
C09J 11/06	(2006.01)	C09J 11/06
E06B 5/16	(2006.01)	E06B 5/16

請求項の数 10 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2014-510462 (P2014-510462)
(86) (22) 出願日	平成24年5月10日 (2012.5.10)
(65) 公表番号	特表2014-518916 (P2014-518916A)
(43) 公表日	平成26年8月7日 (2014.8.7)
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/037293
(87) 国際公開番号	W02012/154940
(87) 国際公開日	平成24年11月15日 (2012.11.15)
審査請求日	平成27年5月8日 (2015.5.8)
(31) 優先権主張番号	61/485,337
(32) 優先日	平成23年5月12日 (2011.5.12)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	509292766 エイチ. ビー. フラー カンパニー アメリカ合衆国, ミネソタ 55164- 0683, セント ポール, ウィロー レ イク ブールバード 1200, ポスト オフィス ボックス 64683
(74) 代理人	100108453 弁理士 村山 靖彦
(74) 代理人	100064908 弁理士 志賀 正武
(74) 代理人	100089037 弁理士 渡邊 隆
(74) 代理人	100110364 弁理士 実広 信哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ホットメルト水分硬化性接着剤組成物

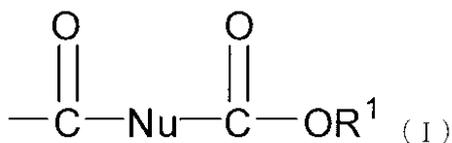
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

接着剤組成物であって、

(a) 1つ以上の、式I:

【化1】



10

のポリエステルポリエーテルコポリマーであって、式中、Nuは、環式核であり、かつR¹が、ポリオキシアルキレン基を含む非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットである、ポリエステルポリエーテルコポリマーと、

(b) 1つ以上のポリイソシアネートプレポリマーであって、

1つ以上のポリオールと、

2以上の官能性を有する多官能性イソシアネートとの反応生成物を含むポリイソシアネートプレポリマーと、

(c) 2.3より大きい官能性を有し、接着剤組成物の総重量の15重量%以上の量で存在するポリメリックMDIと、

20

(d) 120 以上の軟化点を有する第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂と、を含む接着剤組成物。

【請求項2】

前記ポリメリックMDIが、総接着剤組成物に関して、15～30重量パーセントで存在する、請求項1に記載の接着剤組成物。

【請求項3】

前記組成物が第2の粘着付与樹脂を更に含む、請求項1に記載の接着剤組成物。

【請求項4】

前記第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂、及び、前記第2の粘着付与樹脂が、スチレン単量体、 α -メチルスチレン単量体、ビニルトルエン単量体、メトキシスチレン単量体、第三級ブチルスチレン単量体、及び、これらの組み合わせに独立して由来する、請求項3に記載の接着剤組成物。

10

【請求項5】

前記第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂が、130 以上の軟化点を有し、前記第2の粘着付与樹脂が、85 ~ 120 の軟化点を有する、請求項3に記載の接着剤組成物。

【請求項6】

前記第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂が、140 以上の軟化点を有し、前記第2の粘着付与樹脂が100 ~ 110 の軟化点を有する、請求項3に記載の接着剤組成物。

20

【請求項7】

前記第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂に対する前記第2の粘着付与樹脂の比を、1:1～3:1の範囲とすることができる、請求項3に記載の接着剤組成物。

【請求項8】

請求項1に記載の前記粘着剤を用いて2つの基材を積層することによって形成される物品。

【請求項9】

前記物品がドアである、請求項8に記載の物品。

【請求項10】

前記物品がUL 10Cに合格する耐火ドアである、請求項8に記載の物品。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、米国特許仮出願第61/485,337号(2011年5月12日出願)の利益を主張するものであり、この仮出願は本願に組み込まれる。

【背景技術】

【0002】

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0003】

【特許文献1】国際公開第91/15530号

【特許文献2】国際公開第03/06569号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

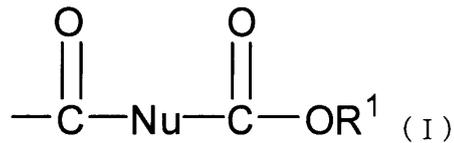
本開示は、接着剤組成物に関し、より具体的には積層に利用することができる接着剤組成物に関する。

【課題を解決するための手段】

【0005】

50

本明細書は、接着剤組成物を開示し、この接着剤組成物は、1つ以上の、式 I :
【化 2】

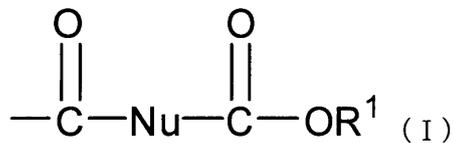


のポリエステルポリエーテルコポリマーであって、式中、Nuは、主として環式核であり、かつR¹は、C₂~₆アルキレン、又は、ポリオキシアルキレン基を含む非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットのいずれかから無作為に選択される、ポリエステルポリエーテル
10
コポリマーと、1つ以上のポリイソシアネートプレポリマーであって、1つ以上のポリオールと、2以上の官能性を有する多官能性イソシアネートとの反応生成物を含むポリイソシアネートプレポリマーと、ポリメリックMDIと、100以上の軟化点を有する第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂と、を含む。

【0006】

本明細書は、少なくとも2つの基材を接合する方法を開示し、この方法は、少なくとも第1の基材の表面の上に接着剤組成物を塗布する工程であって、この接着剤組成物が、1つ以上の、式 I :

【化 3】

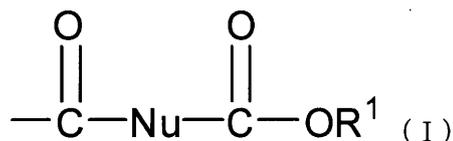


のポリエステルポリエーテルコポリマーであって、式中、Nuは、主として環式核であり、かつR¹は、C₂~₆アルキレン、又は、ポリオキシアルキレン基を含む非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットのいずれかから無作為に選択される、ポリエステルポリエーテル
20
コポリマーと、1つ以上のポリイソシアネートプレポリマーであって、1つ以上のポリオールと、2以上の官能性を有する多官能性イソシアネートとの反応生成物を含むポリイソシアネートプレポリマーと、ポリメリックMDIと、120以上の軟化点を有する第
30
1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂と、を含む、接着剤組成物を塗布する工程と、塗布された接着剤組成物を第2の基材と接触させる工程と、を含む方法である。

【0007】

接着剤組成物を形成する方法も開示され、この方法は、第1の組成物を提供する工程であって、第1の組成物が、100以上の軟化点を有する第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂と、1つ以上の、式 I :

【化 4】



のポリエステルポリエーテルコポリマーであって、式中、Nuは、主として環式核であり、かつR¹は、C₂~₆アルキレン、又は、ポリオキシアルキレン基を含む非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットのいずれかから無作為に選択される、ポリエステルポリエーテル
40
コポリマーと、を含む組成物である、提供する工程と、第1の組成物を、1つ以上のポリオール、及び、2以上の官能性を有する多官能性イソシアネートの反応生成物を含む、1つ以上のポリイソシアネートプレポリマー、及び、ポリメリックMDIと組み合わせる
50
工程と、を含む方法である。

【発明を実施するための形態】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 8 】

以下の発明を実施するための形態では、本明細書に開示されたもの以外の実施形態が企図され、かつこれは本開示の範囲又は趣旨から逸脱することなしに実施されてもよいことが理解される。したがって、以下の発明を実施するための形態は、限定的な意味では取られない。

【 0 0 0 9 】

本明細書で使用されるすべての科学的用語及び技術的用語は、別途特定されない限り当該技術分野において一般に使用される意味を有する。本明細書で提供される定義は、本明細書で頻繁に使用される特定の用語の理解を容易にし、かつ本開示の範囲を制限することを意味しない。

10

【 0 0 1 0 】

本明細書及び添付の特許請求の範囲で使用される場合、単数形「1つの(a)」、「1つの(an)」、及び「その(the)」は、状況が明白にそうではないと規定しない限り、複数の参照対象を有する実施形態を包含する。

【 0 0 1 1 】

本明細書で使用される場合、「有する(have)」、「有する(having)」、「含む(include)」、「含む(including)」、「備える/含む(comprise)」、「備える/含む(comprising)」などは、それらのオープンエンド的な意味で使用され、概して「含むが、これに限定されない」ことを意味する。

20

【 0 0 1 2 】

「例示的な」又は「代表的な」は、「例えば」「例示の目的で」という意味で使用され、限定的な意味ではない。

【 0 0 1 3 】

本明細書で使用される場合、「上」及び「下」は、相互に対して使用され、概して重力、及び議論されている物体が重力に対して配置されている方法に基づいて定義される。

【 0 0 1 4 】

本明細書に開示される接着剤組成物は、熱可塑性ポリマー、プレポリマー構成成分、イソシアネート構成成分及び少なくとも1つの粘着付与樹脂を概して含むことができる。本明細書に開示される接着剤組成物は、例えば、熱抵抗及び良好な接着を含む、有利な特性を提供する。

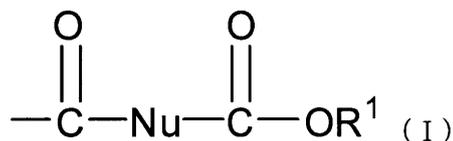
30

【 0 0 1 5 】

(ポリエステルポリエーテルコポリマー)

ポリエステルポリエーテルコポリマーは、式 I :

【化 5】



のポリマーを含むことができ、式中、Nuは、主として環式核であり、かつR¹は、C₂ - 6アルキレン、又は、ポリオキシアルキレン基を含む非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットのいずれかから無作為に選択される。核は、芳香族又は脂肪族であってもよいジカルボン酸に由来する場合がある。用語「ジカルボン酸」及び「二塩基酸」は、本明細書で使用される場合、ジカルボン酸、二塩基酸、及び、これらの同等物を含むことを意味する。芳香核は、芳香族ジカルボン酸に由来する場合がある。代表的な芳香族ジカルボン酸としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、ビス(p-カルボキシ-フェニル)メタンなどのベンゼン核を備える置換ジカルボキシ化合物、p-オキシ(p-カルボキシフェニル)安息香酸、エチレン-ビス(p-オキシ安息香酸)、エチレン-ビス-(p-安息香酸)、テトラメチレン-ビス(p-オキシ安息香酸)、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、2,7-ナフタレンジカルボン酸、フェ

40

50

ナンスレンジカルボン酸、アントラセンジカルボン酸、4,4'-スルホニルニ安息香酸、インデンジカルボン酸、及び同様のもの、並びに C_{2-10} アルキル、八口、アルコキシ又はアリール誘導体などの、これらの環置換された誘導体を挙げることができる。p(-ヒドロキシエトキシ)安息香酸などの、芳香族ジカルボン酸を提供するヒドロキシ酸を利用することもできる。

【0016】

実施形態では、核への前駆体は、ジカルボン酸のメチルエステルとすることができる。実施形態では、核は、イソフタル酸ジメチル、テレフタル酸ジメチル、シクロヘキサジカルボン酸ジメチル、又はこれらの混合物に由来する可能性がある。実施形態では、核は、イソフタル酸ジメチルとテレフタル酸ジメチルとの混合物に由来する芳香核とすることができる。

10

【0017】

R^1 の特性は、コポリマーのセグメントが硬質セグメントであるか、又は軟質セグメントであるかを決定する。硬質セグメントでは、 R^1 は、分子量が250未満の脂肪族、脂環式、又は芳香族短鎖ジオールに由来する可能性がある、 C_{2-6} アルキレン基とすることができる。実施形態では、かかるジオールは、エチレン、プロピレン、テトラメチレン、イソブチレン、ペンタメチレン、2,2-ジメチルトリメチレン、ヘキサメチレン、及びデカメチレングリコールなどの炭素原子が2~15個のもの、ジヒドロキシシクロヘキササン、シクロヘキサジメタノール、レゾルシノール、ヒドロキノン、1,5-ジヒドロキシナフタレン、及び同様のものである。実施形態では、炭素原子が2~6個の脂肪族ジオールを使用することができる。適切なビスフェノールとしては、ビス(p-ヒドロキシジフェニル)、ビス(p-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(p-ヒドロキシフェニル)メタン、プロパン、及び2,2-ビス(p-ヒドロキシフェニル)プロパンが挙げられる。ジオールの等価のエステル形成誘導体も有用である。かかるジオール誘導体は、硬質セグメントの形成の前に、ジオールをその場で形成するために使用されてもよい。

20

【0018】

R^1 が非晶質の長鎖ポリエーテルサブユニットである場合、軟質セグメントを形成することができる。このサブユニットは、350~6,000、いくつかの実施形態では、350~3,000、またいくつかの実施形態では、1,000~3,000、の分子量を有することができる。サブユニットは、55未満の融点を有する可能性があり、炭素：酸素の比は、2.5：1より大きい。例示的なポリエーテルとしては、例えば、ポリ(1,2-及び1,3-プロピレンオキシド)グリコール、ポリ(テトラメチレン-オキシド)グリコール、ポリ(ペンタメチレンオキシド)グリコール、ポリ(ヘキサメチレンオキシド)グリコール、及びポリ(1,2-ブチレンオキシド)グリコールなどの、アルキレンが C_{2-6} のポリ(アルキレンオキシド)グリコール、エチレンオキシド及び1,2-プロピレンオキシド(グリコール中の炭素対酸素モル比が2.5：1を超えるような割合で使用される)のランダムコポリマー又はブロックコポリマー、並びにテトラメチレンとペンタメチレングリコールの混合物などの、ホルムアルデヒドをペンタメチレングリコール又はグリコールの混合物などのグリコールと反応させて調製されるポリ-ホルマール、を挙げることができる。ここでも、ポリオール誘導体は、ポリエステルポリエーテルコポリマーの形成の前に、ポリエーテルサブユニットをその場で形成するために使用されてもよい。

30

40

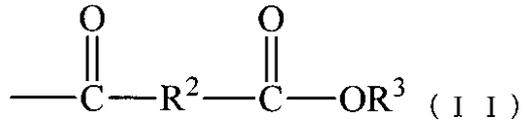
【0019】

実施形態では、ポリエーテルサブユニットは、アルキレン基中に炭素原子を2~6個有するポリオキシアルキレンポリオールを含むことができる。実施形態では、ポリオキシアルキレンポリオールは、ポリテトラメチレンエーテルグリコール(P T M E G)を含む。本明細書で使用される場合「ポリオール」は、ジオールとトリオールとの両方を含むことができる。1つのクラスのポリエステルポリエーテルコポリマーは、コポリマー(A)の全重量に基づいて1~99重量パーセントの、多数の繰り返し短鎖エステルユニット及び長鎖エステルユニットを含む、エステル結合を通して接合する、セグメント化コポリエス

50

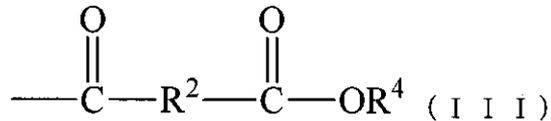
テルエラストマーを有する組成物を含むことができ、前記短鎖エステルユニットは、前記コポリエステルの15～75重量パーセントの量であり、かつ式I I :

【化5】



であり、前記コポリエステルの25～85重量パーセントの量の前記長鎖エステルユニットは、式I I I :

【化6】



であり、式中、 R^2 は、芳香族ジカルボン酸からのカルボキシル基の除去後に残る、350未満の分子量を有する二価の芳香族ラジカルとすることができ、 R^3 は、有機ジオールからのヒドロキシル基の除去後に残る、250未満の分子量を有する二価のラジカルとすることができ、 R^4 は、長鎖グリコール又はポリアルキレングリコールからの末端ヒドロキシル基の除去後に残る、350～6000の平均分子量を有する二価のラジカルとすることができ、前記コポリエステルは、150未満のメルトインデックス及び少なくとも125の融点を有し、また(B)1～99重量パーセントの、セグメント化コポリエステルとの親和性混合物を形成することができる低分子量熱可塑性樹脂は、150で熱的に安定で、200で10,000センチポアズ未満の融解粘度を有する。これらの組成物は、Hohらの米国特許第3,832,314号、同第3,932,326号、及び同第3,959,062号に開示され、これらの参照は、これらへの参照により本明細書に組み込まれる。実施形態は、上記の式の組成物を含むことができ、式中、 R^2 は、テレフタル酸、又は、テレフタル酸とイソフタル酸との混合物に由来し、 R^3 は、ブタンジオールなどの有機ジオールに由来し、 R^4 は、ポリテトラメチレンエーテルグリコール(P T M E G)などの長鎖グリコールに由来する。

【0020】

使用されてもよい例示的なポリエステルポリエーテルコポリマーとしては、例えば、D u P o n t (W i l m i n g t o n , D E) からの熱可塑性ポリエステルエラストマーのH Y T R E L (登録商標)ラインが挙げられる。

【0021】

ポリエステルポリエーテルコポリマーは、75,000以上、又は更には100,000以上の重量平均分子量(Mw)を有する可能性がある。Mwは、T H F (テトラヒドロフラン)のポリマーの可溶性部分対ポリスチレン基準のG P C (ゲル透過クロマトグラフィー)によって判定される。

【0022】

開示された接着剤組成物中のポリエステルポリエーテルコポリマーの量は、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製された物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。ポリエステルポリエーテルコポリマー(例えば、式Iの)が、接着剤組成物中に、接着剤組成物の総重量に基づいて5～80重量パーセント(重量%)、実施形態では5～50重量%、実施形態では10～35重量%、そして実施形態では10～15重量%存在することができる。

【0023】

(熱可塑性ポリマー)

10

20

30

40

50

開示された接着剤組成物は、熱可塑性ポリマー、例えば、ビニルポリマー及びアクリルポリマーを含むことができる。

【0024】

親和性ビニルポリマーの代表的な例としては、例えば、酢酸ビニル-エチレンコポリマー、エチレン-酢酸ビニルコポリマー、ビニルアルコールコポリマー、並びに例えば、エチレンアクリレートコポリマー、エチレンメタクリレート、エチレンブチルアクリレート、及びエチレンヒドロキシエチルアクリレートを含む、エチレンアクリル化合物を挙げる
ことができる。本明細書で使用されるビニルポリマーとしては、高酢酸ビニル含有エチレン-酢酸ビニルコポリマーを挙げる
ことができる。実施形態では、エチレン-酢酸ビニルコポリマーは、30重量%~60重量%の酢酸ビニル、又は更には40重量%~60重量%の酢酸ビニルを含むことができる。使用してもよい例示的なビニルポリマーとしては、
例えば Lanxess Corporation (Pittsburgh, PA) からのエチレン-酢酸ビニルコポリマーの LEVAMELT (登録商標) ラインを挙げる
ことができる。

10

【0025】

本明細書で定義されるアクリルコポリマーは、フリーラジカル重合の能力を有する少なくとも1つのエチレン性不飽和単量体の重合によって形成されるポリマーである。かかる単量体の代表的な例としては、メチルアクリレート、エチルアクリレート、n-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、n-プロピル又はイソ-プロピルアクリレート並びに対応するメタクリレートを含むがこれに限定されない、例えば C1~C12のアクリル酸及びメタクリル酸のエステルが挙げられる。

20

【0026】

接着剤組成物中の熱可塑性ポリマーの量は、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製された物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。熱可塑性ポリマーは、接着剤組成物中に、0.01~30重量%で、実施形態では1~30重量%で、実施形態では5~25重量%で、実施形態では5~20重量%で、そして実施形態では10重量%未満存在することができる。

【0027】

(ポリイソシアネートプレポリマー)

30

開示された接着剤組成物は、プレポリマー構成成分も含む。実施形態では、プレポリマー構成成分は、1つ以上のポリオールと多官能性イソシアネートとの反応生成物を含むことができ、2以上のイソシアネート官能性を有することができるポリイソシアネートプレポリマーとすることができる。例示的なポリオールとしては、ポリエーテルポリオール、ポリエステルポリオール、又はこれらの混合物が挙げられる場合がある。ポリエーテルポリオールは、ポリオキシアルキレンポリオールを含むことができ、アルキレンは、C₂-₉である。代表的なポリオキシアルキレンポリオールとしては、ポリ(1,2-及び1,3-プロピレンオキシド)グリコール、ポリ(テトラメチレンオキシド)グリコール、ポリ(ペンタメチレンオキシド)グリコール、ポリ(ヘキサメチレンオキシド)グリコール、ポリ(ヘプタメチレンオキシド)グリコール、ポリ(オクタメチレンオキシド)グリコール、ポリ(ノナメチレンオキシド)グリコール及びポリ(1,2-ブチレンオキシド)グリコールなどの、アルキレンがC₂-₉であるポリ(アルキレンオキシド)グリコール;ペンタメチレングリコール、又はテトラメチレングリコールとペンタメチレングリコールとの混合物などのグリコールの混合物などの、エチレンオキシド及び1,2-プロピレンオキシド(グリコール中の炭素対酸素のモル比が2.5を超えるような割合で使用される)とホルムアルデヒドをグリコールと反応させることによって調製されたポリ-ホルマールとのランダムコポリマー又はブロックコポリマー、を挙げる
ことができる。更に、当業者には既知であるように、長鎖ポリオールをその場で形成するためにポリオキシアルキレンポリオールのジカルボキシメチル酸を使用することができる。

40

【0028】

50

実施形態では、プレポリマーのポリオールは、ポリエステルポリエーテルコポリマーで使用されるポリオールと同一とすることができる。実施形態では、ポリテトラメチレンエーテルグリコール (PTMEG) を、ポリイソシアネートプレポリマー中で使用することができる。PTMEGは、商標名T E R A T H A N E (登録商標)で、I n v i s t a (W i c h i t a , K S) から市販されている。

【0029】

ポリオールの混合物がプレポリマー中で使用されるときに、ポリオールが接着剤組成物中で使用されるポリエステルポリエーテルコポリマーと部分相溶性を有する場合、有利である可能性がある。プレポリマー中での使用が企図されるポリエステルポリオールは、様々なポリオールの芳香族又は脂肪族ジカルボン酸との反応生成物であるもの、及びラクTONのポリマー (例えば、ポリカプロラクTON) を含むことができる。使用されてもよい芳香族酸の代表的な例としては、テレフタル酸 (teraphthalic acid)、イソフタル酸、及び無水フタル酸が挙げられる。脂肪酸の代表的な例としては、ドデカン二酸、セバシン酸、アジピン酸、及びグルタル酸が挙げられる。ポリオールの代表的な例としては、エチレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、ヘキサジオール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、エチレングリコール及びシクロヘキサジメタノールが挙げられる。使用することができる市販のポリエステルポリオールは、E v o n i k D e g u s s a G m b H (E s s e n , G e r m a n y) からD Y N A C O L L (商標)の商標名で入手することができる。

【0030】

プレポリマー中のイソシアネートは、概して2以上の官能性を有する多官能性イソシアネートとすることができる。実施形態では、官能性は2とすることができる。イソシアネートは、芳香族又は脂肪族であってもよい。芳香族イソシアネートの代表的な例としては、ジフェニルメチレンジイソシアネート (MDI)、テトラメチルキシレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、トルエンジイソシアネートが挙げられる。脂肪族ジイソシアネートの代表的な例としては、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、水素添加MDI、ドデカンイソシアネート、二量体ジイソシアネート、及びすべてのポリマーの三量体イソシアネートが挙げられる。実施形態では、イソシアネートとしてはMDI、テトラメチルキシレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トルエンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、又はこれらの混合物を挙げることができる。実施形態では、イソシアネートはMDIを含むことができる。

【0031】

イソシアネートプレポリマーは、所望によりイソシアネート単量体の0.5重量%未満まで、又は更には0.25重量%未満まで、又は更には0.1重量%未満までストリッピングされてもよい。未反応イソシアネート単量体のストリッピングに有用な1つの装置は、拭き取り膜式蒸発器である。ストリッピングされたイソシアネートプレポリマーの使用は、結果的に接着剤の取扱い上の改善された安全性をもたらすことができる。

【0032】

接着剤組成物中のプレポリマーの量は、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製される物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。実施形態では、プレポリマーは、接着剤組成物の総重量に基づいて20~90重量%、実施形態では、接着剤組成物の総重量に基づいて20~50重量%、そして実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて25~50重量%の量で接着剤組成物中に存在することができる。

【0033】

(ポリメリックMDI)

本明細書に開示される接着剤組成物は、ポリメリックMDIも含む。ポリメリックMDIは、概して2より大きい、実施形態では少なくとも2.3の、実施形態では2.3より大きい、そして実施形態では2.7の官能性を有する。ポリメリックMDIの官能性は、最終用途での予想される架橋密度の指標とすることができる。ポリメリックMDIは、概

10

20

30

40

50

してイソシアネート化合物の混合物である。実施形態では、ポリメリックMDIは、MDIの混合物（ジイソシアネート）であり、かつより高い官能性のイソシアネートポリマーとすることができる。例えば、ポリメリックMDIは、MDIの混合物、トリイソシアネート、テトラ-イソシアネート、ペンタ-イソシアネート、高級同族体、又はこれらの組み合わせとすることができる。市販のポリメリックMDIの例としては、例えば、両者ともDow Chemical Company (Midland, MI) から入手可能なPAPI (商標) 27 (官能性が2.7) 及びPAPI (商標) 94 (官能性が2.3) ポリメリックMDI、並びにHuntsman International, LLC (Houston, TX) から入手可能なRUBINATE (登録商標) Mイソシアネートを挙げることができる。

10

【0034】

接着剤組成物中のポリメリックMDIの量は、接着剤組成物又は接着剤組成物を用いて作製される物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。実施形態では、ポリメリックMDIは、接着剤組成物中に、接着剤組成物の総重量に基づいて10重量%以上、実施形態では、接着剤組成物の総重量に基づいて15重量%以上、そして実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて20重量%以上の量で存在することができる。実施形態では、ポリメリックMDIは、接着剤組成物の総重量に基づいて10~35重量%、実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて15~30重量%、実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて20~30重量%、そして実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて25重量%存在することができる。ポリメリックMDIは、所望により0.5重量%未満、又は更には0.25重量%未満、又は更には0.1重量%未満まで、イソシアネート単量体を含まないようにストリッピングされてもよい。

20

【0035】

(粘着付与樹脂)

本明細書に開示される接着剤組成物は、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂も含み、かつ所望により第2の粘着付与樹脂も含む。第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂及び所望により第2の粘着付与樹脂は、接着剤組成物との相溶性、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製される物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。

30

【0036】

粘着付与樹脂は、概して芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂である。有用な粘着付与樹脂は、芳香族部分及び重合化可能なエチレン性不飽和基を含む任意の単量体から調製することができ、又は由来する可能性がある。芳香族単量体の典型的な例としては、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、メトキシスチレン、第三級ブチルスチレン、クロロスチレン等などのスチレン単量体；インデン、メチルインデン、クマロンインデン及びその他などのインデン単量体；並びにこれらの混合物を挙げることができる。芳香族-脂肪族粘着付与樹脂は、1つ以上の芳香族単量体と組み合わせた1つ以上の脂肪族単量体の混合物を含む重合する供給流によって調製することができる。典型的には芳香族-脂肪族樹脂は、上記の代表的な芳香族単量体と、 C_4 - C_6 単量体を含む不飽和石油フィードストックとから形成することができる。例示的な混合した芳香族-脂肪族樹脂は、共役ジ-不飽和 (di-unsaturation) を伴う C_4 - C_6 単量体を含むことができる。脂肪族炭化水素樹脂を構成する典型的な単量体は、例えば、1,3-ブタジエン、シス-1,3-ペンタジエン、トランス-1,3-ペンタジエン、2-メチル-1,3-ブタジエン、2-メチル-2-ブテン、シクロペンタジエン、及びジシクロペンタジエンを含むことができる。

40

【0037】

例示的な具体的な粘着付与樹脂は、 C_4 - C_6 ジエン単量体、スチレン単量体、インデン単量体、ジシクロペンタジエン単量体、及び、これらの組み合わせに由来する可能性があ

50

る。代表的な粘着付与樹脂は、スチレン単量体、 α -メチルスチレン(methylstyrene)単量体、ビニルトルエン単量体、メトキシスチレン単量体、第三級ブチルスチレン単量体、及び、これらの組み合わせにも由来する可能性がある。

【0038】

実施形態では、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂は、少なくとも20重量%、又は更には少なくとも30重量%、又は更には少なくとも40重量%の芳香族含有量を有する。例示的な市販の粘着付与樹脂は、スチレン単量体から作製することができ、かつEastman Chemical Co.(Kingsport, TN)からのKRISTALEX(登録商標)炭化水素樹脂のライン、PLASTOLYN(登録商標)炭化水素樹脂のライン、及びENDEX(登録商標)樹脂のラインを挙げることができる。

10

【0039】

本明細書で使用される粘着付与樹脂は、それらの軟化点、例えばそれらの環球式軟化点によって分類することができる。実施形態では、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂は、100以上、120以上、130以上、又は更には140以上の軟化点を有する。実施形態では、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂は、160以下、170以下、120~170、135~160、又は更には140~160の軟化点を有することができる。

【0040】

他の実施形態では、組成物は、第2の粘着付与樹脂を更に含む。実施形態では、第2の粘着付与樹脂は、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂とは異なる軟化点を有する。実施形態では、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂は、第2の粘着付与樹脂より高い軟化点を有する。

20

【0041】

実施形態では、第2の粘着付与樹脂は、120未満、実施形態では110未満、実施形態では85から120未満、実施形態では95から120未満、実施形態では100から120未満、そして実施形態では100~110の軟化点を有する。

【0042】

実施形態では、第2の粘着付与樹脂は、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂のための相溶剤として機能することができる。第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂、及び、第2の粘着付与樹脂の使用は、有用な熱耐性特性を備える開示された接着剤組成物を用いて製作された物品を提供し得る。接着剤組成物は、第2の粘着付与樹脂無しでも、例えば相溶性及び硬化の速さなどが、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂、及び、第2の粘着付与樹脂の両方を使用するのを有利にする可能性があることなどの、処理の検討で、有利な熱耐性特性を表示することができる場合がある。

30

【0043】

開示された接着剤組成物中の粘着付与樹脂の総量は、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製される物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。実施形態では、粘着付与樹脂の総量は、接着剤組成物の総重量に基づいて10~50重量%、実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて20~40重量%、そして実施形態では接着剤組成物の総重量に基づいて25~35重量%の範囲とすることができる。

40

【0044】

実施形態では、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族、及び、第2の粘着付与樹脂の両方が含まれる場合、粘着付与樹脂の量を、接着剤組成物の相溶性の配慮、接着剤組成物又は接着剤組成物を使用して作製される物品の最終的な特性、処理の検討、経済的な要因、本明細書で議論されていない要因、又はこれらの組み合わせに基づいて選択することができる。実施形態では、第2の粘着付与樹脂の第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂に対する比は、1:4~4:1の範囲とすることができ、実施形態ではこの比は1:3~3:1の範囲とすることができ、そして実施形態ではこの比は1:1~3:1の範囲とする

50

ことができる。

【0045】

(追加的な構成成分)

本明細書に開示される接着剤組成物は、追加的な構成成分も含んでもよい。充填剤が粒子状物質、繊維、又は粉末の形態で接着剤組成物中に組み込まれてもよい。これらの充填剤は、接着剤組成物中の他の構成成分と干渉しない、いかなる充填剤材料であってもよい。充填剤のタイプとしては、炭酸カルシウム、セラミックス、ガラス、シリカ、石英、雲母、処理粘土、二酸化チタン、窒化ホウ素、グラファイト、カーボンブラック、アスベスト、金属類、バリウム、硫酸塩、タルク、又はこれらの混合物が挙げられる。好ましい充填剤としては、炭酸カルシウム、シリカ、粘土、カーボンブラック、又はこれらの混合物が挙げられる。上に示した任意選択的な構成成分に加えて、様々な他の材料が接着剤組成物に添加されてもよい。これらの化合物は、例えば追加的なポリマー、流動性改良剤、湿潤剤、触媒、染料、阻害物質、酸化防止剤、紫外線吸収剤、ワックス、接着促進剤(例えば、シラン)及び他の添加剤を含むことができる。

10

【0046】

開示された接着剤組成物を形成する方法も本明細書に開示される。概して、かかる方法は、第1の芳香族又は芳香族-脂肪族粘着付与樹脂、所望により第2の粘着付与樹脂、所望により1つ以上の熱可塑性ポリマー、及び1つ以上のポリエステルポリエーテルコポリマーを含む第1の組成物を提供する工程と、第1の組成物をプレポリマー構成成分及びポリメリックMDIと組み合わせる工程と、を含むことができる。本明細書に開示される方法は、第1の組成物を形成することと、プレポリマー構成成分及びポリメリックMDIを第1の組成物に添加することと、を含むことができる。プレポリマー構成成分及びポリメリックMDIを、実質的に同時に第1の組成物に添加することができ、これらを連続して交互に、すなわちかわるがわる、第1の組成物に添加することができる。本明細書に開示される方法は、プレポリマー構成成分及びポリメリックMDIを含む第2の組成物を形成することと、第1の組成物と第2の組成物とを組み合わせることと、も含むことができる。第1の組成物を、第2の組成物に添加することができ、第2の組成物を第1の組成物に添加することができ、又はこれらの混合物とすることができる。実施形態では、第1の組成物を第2の組成物に添加することができる。

20

【0047】

少なくとも2つの基材を接合する方法も本明細書に開示される。方法は、概して、開示された接着剤組成物を少なくとも第1の基材の表面の上に塗布する工程と、塗布された接着剤組成物を第2の基材と接触させる工程と、を含むことができる。接着剤組成物を、当業者に既知の様々な方法を使用して、少なくとも第1の基材の表面の上に塗布することができる。例えば、接着剤又はシーラントとして使用するために、開示された接着剤組成物の構成成分を含む固体組成物をドラム又はバケツの中に入れることができる。次いで、接着剤を所望の基材に送達するために、圧盤タイプの分与装置、又はバルク溶融システムを使用することができる。接着剤は、高い温度(室温に対して)、例えば95 ~ 175で、基材の表面に塗布することができる。例えばビードコーティング、スプレーコーティング、ロールコーティング、又はスロットダイを含む、他の一般的に使用される、接着剤を接合される基材上に塗布する方法も使用することができる。

30

40

【0048】

開示された接着剤組成物は、接着剤の水分が最終物品を最終的に硬化する間、外部の機械的支持が必要ないような、十分な生強度を示す場合がある。開示された接着剤組成物は、ボンドラインで、様々な機構を使用して硬化させることができる。硬化反応は、利用可能な有効な水素原子を有する化合物と、ポリイソシアネートプレポリマー、及びポリメリックMDIのNCO基との間で生じる。水、硫化水素、ポリオール、アンモニア、及び他の活性化化合物を含む、遊離活性水素を有する様々な反応性化合物は、当該技術分野において既知である。かかる硬化反応は、雰囲気中の水分の存在に依存して行われる可能性があるか、又はボンドラインにおいて、接着剤組成物に活性化化合物を添加することができる。

50

【 0 0 4 9 】

開示された接着剤組成物とともに使用するために適切な基材は、例えばガラス、金属、ポリカーボネート、アクリル、ABS、PVC、ビニル、木材、その他を含むことができる。開示された接着剤組成物は、有利にも、積層された物品の製作にも使用することができる。有利にも、開示された接着剤組成物を使用して製作することができる、特定のタイプの積層された物品の一例は、積層ドアである。積層ドアは、3つの基本的な構成部品、外装、心材、及び戸枠/レール、を含むことができる。外装を作製するために使用することができる例示的な材料としては、例えばベニヤ板、木材、鋼、ファイバーグラス強化プラスチック(FRP)、板状成形化合物(sheet molded compound)(SMC)、及びそれ自体が無数の材料から作製され可能性があるハイプレッシャーラミネート(HPL)が挙げられる。心材を作製するために使用することができる例示的な材料としては、例えば、発泡スチロール(EPS)、ポリイソシアヌレート、押出成形ポリスチレン(XPS)、紙とアルミニウムとで作製されたハニカム構造、パーティクルボード(PB)、中密度繊維板(MDF)、農業繊維(農業/生物系製品から生成された任意の繊維材料)、及び石膏などの鉱物が挙げられる。戸枠/レールを作製するために使用することができる例示的な材料としては、例えば単板積層材(LVL)、フィンガージョイント(FJ)、堅木(例えばオークなど)、及び、おが屑とポリエチレンとから作製することができる複合体が挙げられる。具体的な市販の高密度鉱物複合材料は、Warm Springs Composite Products(Warm Springs, OR)からのTECTONITE(商標)であり、TECTONITE(商標)は、板状、予め切断された戸枠/レール、バンド状鉱物ドア心材、未加工の鉱物ドア心材、及び隠し縦ロッド戸枠(CVR)として入手することができる。

10

20

【 0 0 5 0 】

開示された接着剤組成物を使用して製作することができる例示的な物品の一例は、耐火ドアである。耐火ドアは、耐火試験の間その構造的完全性を維持することができる特性を提供する。具体的な耐火ドアの一例は、積層された構造及び鉱物心材を含むことができる。例えば、耐火ドアとは、以下の積層された構成体、すなわちHPL外装/MDFクロスバンド/鉱物心材/高密度鉱物戸枠及びレール/MDFクロスバンド/HPL外装、を含むことができる。開示された接着剤組成物は、任意の知られている基材を、もう一方の任意の知られている基材に接着するために使用することができる。実施形態では、開示された接着剤組成物は、HPL外装をMDFクロスバンドに接着し、MDFクロスバンドを鉱物心材に接着し、鉱物心材を第2のMDFクロスバンドに接着し、第2のMDFクロスバンドを第2のHPL外装に接着するために利用することができる。

30

開示された接着剤組成物を使用して製作された物品は有利な熱耐性特性を提供することができる。例えば、開示された接着剤組成物を使用して製作された、特定の積層ドアなどの物品は、耐火の基準試験に合格することができる場合がある。開示された接着剤組成物を使用して製作された耐火ドアが合格することができる場合がある、かかる試験の1つには、UL 10C、United Laboratories試験「ドア組立体の正圧耐火試験(Positive Pressure Fire Tests of Door Assemblies)」が含まれる。

40

【実施例】

【 0 0 5 1 】

(材料及び方法)

材料:

TERATHANE(登録商標)2000は、Invista(Wichita, KS)から入手した。

DYNACOLL(登録商標)7380は、Evonik Degussa GmbH(Essen, Germany)から入手した。

LUPRANATE(登録商標)Mは、BASF Corporation(Floram Park, NJ)から入手した。

MODAFLOW(登録商標)は、Cytec Industries Inc.(W

50

oodland Park, NJ) から入手した。

IRGANOX (登録商標) 1010 は、Ciba Specialty Chemicals (Basel, Switzerland) から入手した。

UVITEX (登録商標) OB は、Ciba Specialty Chemicals (Basel, Switzerland) から入手した。

LEVAMELT (登録商標) 456 は、LANXESS Corporation (Pittsburgh, PA) から入手した。

PAPI (商標) 27 及び PAPI (商標) 94 は、Dow Chemical Company (Midland, MI) から入手した。

KRISTALEX (登録商標) 炭化水素樹脂、PLASTOLYN (登録商標) 炭化水素樹脂、及び ENDEX (登録商標) 炭化水素樹脂は、Eastman Chemical Co. (Kingsport, TN) から入手した。

HYTREL (登録商標) 3078 は、DuPont (Wilmington, DE) から入手した。

【0052】

(プレポリマー)

プレポリマー組成物(本明細書では「プレポリマー1」と称される)を、以下のように作製した。38.7重量%(580.5g) TERATHANE (登録商標) 2000、38.7重量%(580.5g) DYNACOLL (登録商標) 7380、及び0.01重量%(0.15g) MODAFLOW (登録商標) を組み合わせ、真空下で、101.7 (215 °F) で混合した。温度及び混合を、60分間維持し、その時点で温度を82.2 (180 °F) に下げた。次いで、22.59重量%(338.85g) LUPRANATE (登録商標) M を、混合物に添加し、82.2 (180 °F) ~ 93.3 (200 °F) に加熱し、1時間維持した。

【0053】

試料の調製:

SAFT試験のための試料

Union Tool の Series 15、16インチシリコンロールコーティング機(Union Tool Corporation, Warsaw, IN) が、接着剤組成物を0.229cm (0.090インチ) の厚さを有する中密度繊維板(MDF) に塗布するために使用された。接着剤組成物は、126.7 (260 °F) ~ 137.8 (280 °F) の温度で、107.6 g/m² (10 g/ft²) のコーティング重量で塗布された。接着剤組成物は、MDF板全体に塗布され、10~20秒間の組み立て時間で第2のMDF板に組み立てられ、2.54cm (1インチ) x 2.54cm (1インチ) のボンドラインを形成した。組立品は、25 (77 °F) 及び50%の相対湿度(RH)で、7日間硬化された。組立品は、4つの2.54cm x 10.16cm (1インチ x 4インチ) の試料に切り分けられ、それぞれが2.54cm (1インチ) x 2.54cm (1インチ) のボンドラインを有した。

【0054】

熱評価試験のための試料

これらの試料は、接着剤組成物がMDFのクロスバンドに塗布され、0.109cm (0.043インチ) の厚さを有するハイプレッシャーラミネート(HPL) に接着されること以外は、上記と同様に調製された。

【0055】

剪断力試験:

剪断力試験は、以下のように行われた。上記のように調製されたそれぞれの試料は、炉内の1つの「尾部(tail)」から垂下された。次いで、錘(それらの具体的な質量は、表に記載される)が、3つの試料のそれぞれのもう一方の尾部に、剪断モードで取り付けられた。試料は、204.4 (400 °F) の一定温度で、炉内に垂下された。試料は、観察され、破断時間が記録された。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 6 】

熱評価：

上記のように調製されたそれぞれの試料の単一のサンドイッチもまた、204.4 (400 °F) の一定温度で、炉内に置かれた。試料は、炉内に90分間留められた。試料は、炉から取り出され、離層のいかなる目視的な兆候も直ちに記録された(離層した、剥がすのは困難、その他)。

【 0 0 5 7 】

試料

比較実施例 1

194.95 g (38.99 重量%) の KRISTALEX (登録商標) 3100、0.05 g (0.01 重量%) の MODAFLOW (登録商標)、及び 0.05 g (0.01 重量%) の UVITEX (登録商標) OB が組み合わされ、176.7 (350 °F) で溶融された。温度を 190.6 (375 °F) に上げ、50 g (10 重量%) の LEVAMELT (登録商標) 456 をゆっくりと添加し、これが組み込まれるまで混合物を撹拌した。混合物を真空下におき、LEVAMELT (登録商標) 456 が分散し始めると、20分間混合した。55 g (11 重量%) の HYTREL (登録商標) 3078 をゆっくりと添加し、これが組み込まれるまで混合物を撹拌した。混合物は、190.6 (375 °F) で、真空下で2時間混合された。200 g (39.99 重量%) のプレポリマー 1 が混合物に添加され、温度が 162.8 (325 °F) に下がった。混合物は真空下で、162.8 (325 °F) の温度で40分間撹拌された。

10

20

【 0 0 5 8 】

(実施例 1)

128.8 g (25.76 重量%) の KRISTALEX (登録商標) 3100、0.05 g (0.01 重量%) の MODAFLOW (登録商標)、2.4 g (0.48 重量%) の IRGANOX (登録商標) 1010、及び 0.05 g (0.01 重量%) の UVITEX (登録商標) OB が組み合わされ、176.7 (350 °F) で溶融された。温度を 190.6 (375 °F) に上げ、17.0 g (3.40 重量%) の LEVAMELT (登録商標) 456 をゆっくりと添加し、これが組み込まれるまで混合物を撹拌した。混合物を真空下におき、LEVAMELT (登録商標) が分散し始めると、20分間混合した。54.2 g (10.84 重量%) の HYTREL (登録商標) 3078 をゆっくりと添加し、これが組み込まれるまで混合物を撹拌した。混合物は、204.4 (400 °F) で真空下に置かれ、2時間撹拌された。197.5 g (39.5 重量%) のプレポリマー 1 及び 100 g (20 重量%) の PAPI (商標) 27 が混合物に添加され、温度が 162.8 (325 °F) に下がった。混合物は、真空下で、40分間、162.8 (325 °F) で撹拌された。

30

【 0 0 5 9 】

(実施例 2)

実施例 2 は、PAPI (商標) 27 の代わりに PAPI (商標) 94 が使用されたこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

【 0 0 6 0 】

(実施例 3)

実施例 3 は、50 グラム (10 重量%) の KRISTALEX (登録商標) 3100 が、PLASTOLYN (登録商標) 290 に置き換えられたこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

40

【 0 0 6 1 】

(実施例 4)

実施例 4 は、すべての KRISTALEX (登録商標) 3100 が PLASTOLYN (登録商標) 240 に置き換えられたこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

【 0 0 6 2 】

(実施例 5)

50

実施例 5 は、実施例 1 の重複である。

【 0 0 6 3 】

(実施例 6)

実施例 6 は、実施例 3 の重複である。

【 0 0 6 4 】

(実施例 7)

実施例 7 は、22.20 重量%の K R I S T A L E X (登録商標) 3100 及び 10.00 重量%の P L A S T O L Y N (登録商標) 290 が、25.76 重量%の K R I S T A L E X (登録商標) 3100 の代わりに使用され、H Y T R E L (登録商標) 3078 が 13.55 重量%に増やされ、プレポリマーの量が、39.5 重量%から 34.5 重量%に変更され、L E V A M E L T (登録商標) 456 の量が 3.40 重量%から 4.25 重量%に変更され、P A P I (登録商標) 27 の量が、20 重量%から 15.0 重量%に変更されたこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

10

【 0 0 6 5 】

(実施例 8)

実施例 8 は、22.20 重量%の K R I S T A L E X (登録商標) 3100 及び 10.00 重量%の P L A S T O L Y N (登録商標) 290 が、25.76 重量%の K R I S T A L E X (登録商標) 3100 の代わりに使用され、H Y T R E L (登録商標) 3078 が、13.55 重量%に増やされ、プレポリマーの量が、39.5 重量%から 30.5 重量%に変更され、L E V A M E L T (登録商標) 456 の量が 3.40 重量%から 4.25 重量%に変更され、P A P I (登録商標) 27 の量が、20 重量%から 19.0 重量%に変更されたこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

20

【 0 0 6 6 】

(実施例 9)

実施例 9 は、15.76 重量%の K R I S T A L E X (登録商標) 3100 及び 10.00 重量%の P L A S T O L Y N (登録商標) 290 が 25.76 重量% K R I S T A L E X (登録商標) 3100 の代わりに使用され、プレポリマーの量が 39.5 重量%から 35.0 重量%に変更され、P A P I (登録商標) 27 の量が、20 重量%から 24.5 重量%に変更されこと以外は、実施例 1 と同様に調製された。

【 0 0 6 7 】

(実施例 10)

実施例 10 は、E N D E X (登録商標) 160 が、P L A S T O L Y N (登録商標) 290 の代わりに使用されたこと以外は、実施例 3 と同様に調製された。

【 0 0 6 8 】

(実施例 11)

実施例 11 は、E N D E X (登録商標) 160 が、P L A S T O L Y N (登録商標) 290 の代わりに使用されたこと以外は、実施例 9 と同様に調製された。

【 0 0 6 9 】

比較実施例 1 (C 1) 及び実施例 1 ~ 11 の一部の構成成分及びその量が、下記の表 1 に列記される。

30

【 0 0 7 0 】

40

【表 1】

表 1

実施例 番号	プレポリマー	PAPI (商標) 27	PAPI (商標) 94	KRISTALEX (登録商標) 3100	PLASTOLYN (登録商標) 240	PLASTOLYN (登録商標) 290	ENDEX (登録商標) 160
C1	39.99			38.99			
1	39.5	20.0		25.76			
2	39.5		20.0	25.76			
3	39.5	20.0		15.76		10.0	
4	39.5	20.0			25.76		
5	39.5	20.0		25.76			
6	39.5	20.0		15.76		10.0	
7	34.5	15.0		22.20		10.0	
8	30.5	19.0		22.20		10.0	
9	35.0	24.5		15.76		10.0	
10	39.5	20.0		15.76			10.0
11	35.0	24.5		15.76			10.0

10

20

30

40

【0071】

比較実施例 1 (C1) 及び実施例 1 ~ 11 によって調製された接着剤組成物は、方法の項目で上述されたように、試料を調製するために使用された。次いで、試料は、上に示した熱評価方法を受けた。結果を下記の表 2 に示す。

【0072】

【表 2】

表 2

実施例 番号	結果
C1	炉内で離層した
1	積層されたまま、剥がすのは困難
2	炉内で離層した
3	積層されたまま、剥がすのは困難
4	炉内で積層されたまま、調合が不適合
5	積層されたまま、こじ開けなければならない
6	積層されたまま、こじ開けなければならない
7	積層されたまま、剥がすのが若干容易
8	積層されたまま、剥がすのが僅かに困難
9	積層されたまま、剥がすのは困難
10	積層されたまま、剥がすのは困難
11	積層されたまま、剥がすのは困難

10

20

【0073】

様々な実施例を使用して調製されたいくつかの試料（以下に注記したものは、上記したように、様々な錘を使用して、剪断試験方法を受けた。結果が、下記の表3に示される。

【0074】

【表 3】

表 3

実施例 番号	2kg*	4kg**	6kg
1	120	210	
3	120	420	120
7		210	
8		330	
9		420	240

30

* 試験は、120分で中断した

**試験は、420分で中断した

40

【0075】

(実施例物品)

積層ドアを実施例9の接着剤組成物を使用して作製した。ドアは、以下の構成を有した。ハイプレッシャーラミネート(HPL)外装/実施例9の接着剤組成物/中密度繊維板(MDF)クロスバンド/実施例9の接着剤組成物/鋳物心材;高密度鋳物戸枠及びレール/実施例9の接着剤組成物/MDFクロスバンド/実施例9の接着剤組成物/HPL外装。

【0076】

ドアは、Underwriters Laboratories (Northbrook

50

k, I L) によって行われるように、UL 10C 試験、ドア組立体の正圧耐火試験を受け、合格した。

【0077】

このように、ホットメルト水分硬化性接着剤組成物の実施形態が開示された。当業者は、本明細書に記載されたリード (lead)、延長 (extension)、コネクタ、信号発生器などの装置、システム、及び方法を、これらの開示されたもの以外の実施形態で実施することができることを理解するであろう。開示された実施形態は、説明の目的で提示され、制限の目的ではない。

フロントページの続き

- (72)発明者 マリエッタ・ビー・ヘルメケ
アメリカ合衆国・ミネソタ・55117・リトル・カナダ・ヴァレント・レーン・2924
- (72)発明者 ジェフリー・ジー・シュミエラ
アメリカ合衆国・ミネソタ・55038・センターヴィル・ウィロー・サークル・2081
- (72)発明者 セルシー・アンゼ - シュミエラ
アメリカ合衆国・ミネソタ・55038・センターヴィル・ウィロー・サークル・2081

審査官 松原 宜史

- (56)参考文献 特表平05-505846(JP,A)
特開平10-102027(JP,A)
特開平09-255867(JP,A)
特開2008-127450(JP,A)
特開昭59-179513(JP,A)
国際公開第2009/123905(WO,A1)
米国特許出願公開第2005/0165163(US,A1)
国際公開第2003/006569(WO,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09J 1/00-201/10