

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5442176号  
(P5442176)

(45) 発行日 平成26年3月12日(2014.3.12)

(24) 登録日 平成25年12月27日(2013.12.27)

(51) Int.Cl.	F 1
C09J 153/02	(2006.01) C09J 153/02
C09J 157/02	(2006.01) C09J 157/02
C09J 7/02	(2006.01) C09J 7/02 Z
G09F 3/00	(2006.01) G09F 3/00 E
G09F 3/10	(2006.01) G09F 3/10 B

請求項の数 18 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2002-505922 (P2002-505922)
(86) (22) 出願日	平成13年6月26日 (2001.6.26)
(65) 公表番号	特表2004-502020 (P2004-502020A)
(43) 公表日	平成16年1月22日 (2004.1.22)
(86) 国際出願番号	PCT/US2001/020671
(87) 国際公開番号	W02002/000806
(87) 国際公開日	平成14年1月3日 (2002.1.3)
審査請求日	平成20年6月26日 (2008.6.26)
(31) 優先権主張番号	60/214,765
(32) 優先日	平成12年6月27日 (2000.6.27)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	512107662 トリムルティ ホールディング コーポレーション イギリス領ヴァージン諸島 トートラ, ロード タウン, パルム グローヴ ハウス, ピー. オー. ボックス 438
(74) 代理人	100105991 弁理士 田中 玲子
(74) 代理人	100106840 弁理士 森田 耕司
(72) 発明者	ルシャ、ジャーク・ペー ベルギー国、ウォータールー ピー-14 10、アヴェニュー・ロード・バイロン 2

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改良された打抜き性能を有する接着剤

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

粘着付与剤及び45,000乃至250,000の重量平均分子量を有するスチレンプロックコポリマーを含む接着剤であつて、前記スチレンプロックコポリマーが、10乃至27重量%のスチレン含有量を有しあつ4,000乃至35,000の重量平均分子量を有するスチレンプロックを含むテトラブロック及び/又はペンタブロックコポリマーを含み、一方の末端プロックが不飽和ジエンから得られ、不飽和ジエンから得られる中間プロックよりも高い分子量である、前記接着剤。

## 【請求項 2】

スチレン含有量が15乃至20重量%である、請求項1に記載の接着剤。

10

## 【請求項 3】

テトラブロック及び/又はペンタブロックコポリマーがSISI、SISB、SBSB、SBSI、ISISI、ISISB、BISB、ISBSI、BSBSB及びBSSBから選択される、請求項1又は2に記載の接着剤。

## 【請求項 4】

スチレンプロックが6,000乃至20,000の重量平均分子量を有する、請求項1に記載の接着剤。

## 【請求項 5】

不飽和ジエンプロックが10,000乃至200,000の重量平均分子量を有する、請求項1に記載の接着剤。

20

## 【請求項 6】

不飽和ジエンプロックが 15,000 乃至 150,000 の重量平均分子量を有する、請求項 5 に記載の接着剤。

## 【請求項 7】

少なくとも 70 重量 % のテトラプロック及び / 又はペンタプロックコポリマーを含む、請求項 1 に記載の接着剤。

## 【請求項 8】

前記スチレンプロックコポリマーがスチレン、イソブレン及びブタジエンから得られるプロックを含む、請求項 1 に記載の接着剤。

## 【請求項 9】

粘着付与剤が炭化水素樹脂である、請求項 1 に記載の接着剤。

10

## 【請求項 10】

粘着付与剤が脂肪族 C<sub>5</sub> / C<sub>6</sub>樹脂である、請求項 9 に記載の接着剤。

## 【請求項 11】

粘着付与剤が芳香族樹脂である、請求項 9 に記載の接着剤。

## 【請求項 12】

粘着付与剤が芳香族 / 脂肪族 C<sub>5</sub> / C<sub>9</sub>樹脂である、請求項 9 に記載の接着剤。

## 【請求項 13】

樹脂が水素化されている、請求項 9 に記載の接着剤。

## 【請求項 14】

20 で測定される場合、貯蔵弾性率が 100000 Pa となる周波数が 0.001 rad / s よりも高い、請求項 1 に記載の接着剤。

20

## 【請求項 15】

20 で測定される場合、貯蔵弾性率が 100000 Pa である周波数において、0.2 と 1 の間の損失係数 Tan を有する、請求項 14 に記載の接着剤。

## 【請求項 16】

請求項 1 に記載のホットメルト感圧接着剤。

## 【請求項 17】

請求項 16 に記載のラベル用接着剤。

## 【請求項 18】

請求項 1 に記載の接着剤を剥離ライナーに塗布すること、塗布された剥離ライナーをフェースストックにラミネートすること及びラミネートをラベルストックに加工することを含むラベル製造法。

30

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 技術分野

本発明は、ラベル及びテープ製造に特に有用なエラストマー系又はゴム系の感圧接着剤組成物に関する。

40

## 【0002】

## 発明の背景

ラベル製造の間、フェースストック (face stock)、感圧接着層及び剥離ライナー (シリコンコーティングされた紙等) からなるラミネートは、ラミネートを商業的に有用なラベル及びラベルストックに加工する機械に通される。加工操作法は、印刷、打抜き及び剥離ライナーからラベルを剥がすためのマトリックスストリッピング (matrix stripping)、縁の穴あけ (marginal hole punching)、穴あけ (perforating)、折りたたみ、裁断等を含む。切断処理はフェースストック及び接着層を切断するが、剥離ライナーに刻み目をつけることが重要である。裏当てシートのついた一組のラベルを製造することは、ラベル周辺の切断及び裏当

50

てシートに張り付いたラベル自身を剥がす間、2つのラベル（当該マトリックス）間の物質を取り除くことを含む。打抜き機は運転速度できれいに切断することが重要である。これらの用途にふさわしい接着剤は、適切な粘着性及び接着剤を有するように配合がなされ、適切な粘弾性及び接着性が剥離ライナー又はフェースストックの裏面に塗布され得、必要とされた接着を剥ぎ取った後ラベルに残存するようになる。しかし、これらの性質により接着フィルムが切断又は破損することを困難にしている。これらの性質により打抜きが困難及び不統一となり、接着剤の糸引き（adhesive strings）及び切断刃への付着を引き起こす。

#### 【0003】

打抜きは、剥離ライナー表面を通じてラミネートを切断することを含む。他の手順はラベルラミネートを通じて完全に切断すること及び特に平面シート上の孔あけ（hole punching）、孔あけ（perforating）及び裁断を含む。

#### 【0004】

ラミネートを最終製品（ラベル等）に加工するための費用は、種々の加工操作の速度の関数となる。ライン速度は印刷工程が含まれるか否かによる。印刷工程がない場合（例えばコンピュータラベル）には、速度が300メータ／分に達し得る。その他の場合には、50乃至100メータ／分の速度が一般的である。全てのラミネート層が加工可能な費用に影響を与えるが、接着層は加工容易性に制限を与える。接着層の粘弾性がこの制限を引き起こす。即ち、その高い弾性は、接着層が打抜きの間に切断線から離れたところに流動するのを妨げ、また切断の間に切断刃への接着剤の移動も促進する。高い接着弾性はまた接着剤の糸引きも引き起こし、当該糸引きは、望みでないフェーシング材料（facing material）が打抜き後に取り除かれるときにマトリックスストリッピングを阻害する。高い弾性はまた、接着層が切断される後、接着層の再接着も促進する。

#### 【0005】

良好な加工性を達成することは、優れた接着性能を達成することとは必ずしも一致しない。接着剤は要求に適した配合がなされなければならない。重要な接着性能は、種々の温度又は種々の基質（ポリマー、紙、ガラス及び鋼等）でのピール接着、タック、剪断応力及び粘度を含む。接着剤がきれいに切断されることは困難であるためだけに、良好な汎用接着剤は貧弱な加工性を示し得る。接着剤は打抜きダイ又は刃に付着し得る。更に、ある速度範囲内で特定の接着剤を用いることにより、功を奏するマトリックスストリッピングが破断の両側で急速に起こり得るという事実にもかかわらず、マトリックスを破断する結果となり得る。1つの目標は、接着剤が良好な打抜き性能を有し、マトリックスが全操作速度の範囲でうまく剥がされ得る接着システムを提供することである。

#### 【0006】

典型的なラベルの接着はアクリルポリマーエマルジョンから製造され、これらのエマルジョンは炭化水素又は天然樹脂の粘着付与剤により粘着付与され得る。これらは良好な打抜き性能を有しているが、大きな液体体積及びそれに続く液体除去の取り扱いを必要とする。従って、ホットメルト接着剤が好ましい。低温で、アクリル系の接着剤はホットメルトシステムよりも劣る。更にホットメルトは、より幅広い温度範囲で、より高速のライン塗布速度で用いられ得、より乾燥粘着性を有し湿潤条件下で用いられ得る。

#### 【0007】

ホットメルト感圧接着剤システムは公知であり、スチレンブロックコポリマー等の粘着付与された熱可塑性エラストマーからなる。例えば、ポリスチレン及びポリブタジエンブロック及び／又はポリイソプロピレンブロックを含むスチレンブロックコポリマーは公知である。これらの物質は、純粋なトリプロック（SIS及びSBSコポリマーとして呼ばれることがある）及びジブロック（SII及びSBCコポリマーと呼ばれることがある）として一般に利用されている。該物質はまた、ジブロックとトリプロック（SIS+SII及びSIS+SBCとして呼ばれることがある）の混合物として利用される。これらの物質の例は、Dexco社及びKraton Polymers社で市販されている。

#### 【0008】

10

20

30

40

50

ホットメルト感圧接着剤中のエラストマー成分としてジブロック／トリブロックを用いることは公知である。更に、接着性及び粘度は、ポリマー中のジブロック／トリブロック比、スチレン含有量、ポリマー分子量及びブロック分子量を変化させることにより調製され得るということは公知である。用いられる物質の例は、K R A T O N (商標) D 1 1 1 3 (16%のスチレン及び56%ジブロックを含有) ; Q U I N T A C (商標) 3 4 3 3 (日本ゼオンより市販されており、55%のジブロック及び17%のスチレンを含有) ; V E C T O R (商標) 4 1 1 4 (42%ジブロック及び17%のスチレンを含有) ; 及びV E C T O R (商標) 4 1 1 3 (20%のジブロック及び17%スチレンを含有) がある。V E C T O R (商標) 4 1 1 4 及びV E C T O R 4 1 1 3 はD e x c o 社製である。これらの物質は粘着付与される場合に良好な接着性を有し、ラベル製造用ホットメルトで用いられ得るが、これらは最適な打抜き性に欠く。更に、それらの低温接着性は最適ではない。 10

#### 【0009】

米国特許第5,663,228号はラベル接着打抜き性能の改良に関する。しかし提案された解決法は複雑であり、特定のガラス転移温度を有する2つの特別なブロックコポリマー樹脂を必要とし、2つのブロックコポリマーで混合される場合、2つのブロックコポリマーのガラス転移温度差を増す粘着付与された樹脂の選択を必要とする。米国特許第5,663,228号の接着混合物中に用いられているスチレンコポリマーの例は、F i n a 社から市販されているF I N A P R E N E (商標) 1 2 5 0 及びK r a t o n P o l y m e r s 社から市販されているK R A T O N (商標) 1 1 0 7 がある。 20

#### 【0010】

米国特許第5,412,032号は、ラベル打抜きを改良し得る線状S I S トリブロック／ジブロックコポリマーに関する。これは18乃至24重量%のスチレン含有量を有するブロックコポリマー、25,000乃至35,000のポリスチレンブロック分子量、280,000以上乃至520,000の総分子量及び20%乃至40%のカップリング効率を用いて達成される。カップリング効率は総コポリマーのトリブロック含有量に相当する。

#### 【0011】

米国特許第60/214,308号は、ダイブロック／トリブロックのブレンドを最適化することにより得られる改良された打抜き性能を有する接着システムを記載する。本発明者らは今回、これらの改良された性質がテトラブロック及び／又はペンタブロックポリマーを用いて得られ得、その結果単一重合反応を可能にすることを見出した。 30

#### 【0012】

ホットメルト、打抜き性能が改良されなければならないことを認識し発明者らは、打抜き法の機械的及び物理的側面を分析した。

#### 【0013】

驚くべきことに、打抜きは相対的に低い変形率を伴い、鋭利な切断処理を伴うよりもむしろ切断線の側に接着剤を押出すことを伴う。成功する打抜きにおいて、接着剤はナイフ処理 (k n i f e a c t i o n) を受けると接着剤が変形し、切断点から離れたところに流動し、切断線全体を覆って一掃しないに違いない。 40

#### 【0014】

上記の観点から、発明者らは、良好な打抜きにとって、スチレンのテトラ又はペンタブロックコポリマー接着剤は下記の基準を満たすべきであるということを見出した。

#### 【0015】

・ガラス転移領域 (一般に10 rad/s未満) を下回る周波数においては、室温でのG'は周波数と共に単調に減少し、最も低い周波数で貯蔵弾性率の一定の弾性プラトー (a c o n s t a n t e l a s t i c p l a t e a u) に至る。当該弾性プラトーは、10000 Pa未満、より好ましくは7000 Pa未満及び最も好ましくは4000 Pa未満の周波数において一定である。

#### 【0016】

10

20

30

40

50

・  $G'$  は、好ましくは 0.001 rad/s を超える、より好ましくは 0.005 rad/s を超える及び最も好ましくは 0.01 rad/s を超える周波数で 10000 Pa の値で交わるべきである。

#### 【 0 0 1 7 】

・ 10000 Pa での損失係数  $Tan (G''/G')$  (  $G''/G'$  比で定義される) は、好ましくは 0.2 と 1 の間、より好ましくは 0.4 と 1 の間、最も好ましくは 0.6 と 1 の間で成り立つ。

#### 【 0 0 1 8 】

結局、打抜きの間に要求される接着剤の流れと同様に、驚くほどに低い変形率もまた、水性アクリルの接着剤がそれらのトリプロック ( 例えは SBS 又は SIS ) の対応物よりも良好な性能を発揮する理由を説明する。これらの 2 つのシステムは、良好の及び不良な打抜き性能の有用な例を各々与える。 10

#### 【 0 0 1 9 】

所定の温度でのホットメルト接着剤の流れ又は粘弾性の挙動は、  $G'$  及び  $G''$  ( 即ち粘性挙動を示す損失弾性率  $G''$  及び弾性挙動を示す貯蔵弾性率  $G'$  ) として公知の 2 つの動的弾性率により好都合に表現される。  $G''/G'$  の比は損失正接 (  $Tan$  ) として公知である。

#### 【 0 0 2 0 】

切断メカニズムが接着剤を鋭利に切断するよりもむしろ接着剤を切断線から離れたところに押し出すという発見は、接着剤が切断線から離れたところに不变に流れるように低い弾性接着を要求する。強調すべきことは、打抜きの間、刃の驚くほどに遅い垂直速度のために低い周波数の挙動を備えているべきである。 20

#### 【 0 0 2 1 】

アクリルシステムの動的機械的分析は、実際には貯蔵弾性率  $G'$  が周波数と共に連続して低減し、低い周波数での一定のプラトーはないことを示す。同時に、低い周波数で相対的に高い損失弾性率  $G''$  があり、本質的に  $G''/G'$  をオーバレイする。これは図 3 に示されるように応力下で不变に変形し流れる接着の傾向を増幅させる。一方、純粋なトリプロック接着剤の類似の分析は、低い周波数の領域内 ( 損失弾性率  $G''/G'$  もかなり高い ) で一定の及び相対的に高いプラトー弾性率  $G''/G'$  ( 10000 Pa を超える ) を示す。これは打抜きの間の変形から回復する接着の好ましくない傾向を示す。 30

#### 【 0 0 2 2 】

##### 発明の概要

1 つには、本発明は、コポリマーが 10 乃至 27 重量 % のスチレン含有量を有するテトラブロック及び / 又はペンタブロックコポリマーを含む粘着付与されたスチレンブロックコポリマーを含む接着剤を提供する。該接着剤は、フェースストックがラミネートの剥離ライナーを通じて切断される場合に、きれいな、接着層の破断を実現する。同時に該接着剤は周囲温度及び換算温度の両方で卓越した接着性を提供する。それはラベル用途に特に適しており、ホットメルトとして適用され得る。

#### 【 0 0 2 3 】

ラベル用接着剤中にスチレンテトラブロック及び / 又はペンタブロックコポリマーゴムを用いることは改良された打抜き性能をもたらす。これにより単一ポリマーをブレンドに置き換えることを可能にする。更に、これらのテトラブロック及びペンタブロックコポリマーを用いることは、改良された低温性能を有する接着剤を提供する。発明者らは今回、これらのコポリマーの幾つかが打抜き性能及び接着性の望みの組み合わせを提供することを見出した。従ってこれによりテープ及びラベル製造の用途に対する改良されたホットメルト接着剤製造を可能にする。 40

#### 【 0 0 2 4 】

##### 発明の詳細な説明

本発明に用いられたテトラブロック及び / 又はペンタブロックコポリマーは、好ましくはスチレンブロック ( S ) 、ポリイソプレンブロック ( I ) 及び / 又はポリブタジエンブ

ロック (B) から成る。有用なブロックのコポリマーの例は、SISI、SISB、SBSB 及びSISB のテトラブロック及びISISI、ISISB、BISB、BBSB 及びBBSI のペンタブロックを含む。

【0025】

テトラブロック及び / 又はペンタブロックコポリマーはそれら自体用いられるか、他のポリマー、特にジブロック及びトリブロックコポリマー等の他のスチレンブロックコポリマーと混合される。

【0026】

ブロックコポリマーはスチレン及びブタジエン及び / 又はイソブレンを含む。良好な打抜き性能を得るために、該ポリマーのビニル芳香族炭化水素含有量 (一般にスチレン) は調整されるべきである。同様に、ある実施態様は 10 重量 % 以上のビニル芳香族含有量を有し、更に別の実施態様では 15 重量 % 以上のビニル芳香族含有量を有す。ビニル芳香族炭化水素は 27 重量 % 以下或いは 20 重量 % 以下又は 18 重量 % 以下となるべきである。

【0027】

分子量は数平均分子量であり、ゲルパーエーションクロマトグラフィー (GPC) により g / モルで測定され、該 GPC システムは例えば、公知の分子量を有する類似のポリマーを標準として用いて適切に較正された。

【0028】

あるブロックコポリマーの実施態様は以下の特徴を有する。

【0029】

i ) 10 或いは 12 重量 % を超える全体の最小スチレン含有量  
 ii ) 27 或いは 20 重量 % の全体の最大スチレン含有量、及び  
 iii ) 存在する全ブロックコポリマー量を基準として少なくとも 40 重量 % 或いは 70 重量 % の最小テトラブロック及び / 又はペンタブロック含有量。

【0030】

本発明のゴムのある実施態様は、100 % のテトラブロック又はペンタブロックである。ある実施態様は、任意に存在するジブロック又はトリブロックポリマーを 16 乃至 20 % のスチレンを含む条件を選択する。

【0031】

ある実施態様で用いられるスチレンテトラブロック及び / 又はペンタブロックコポリマーは、45,000 乃至 250,000 或いは 100,000 乃至 170,000 の数平均分子量を有する。本発明のゴムで要求される性質は、コポリマーブロック分子量の選択を調製することである。スチレンブロックは、少なくとも 4000 或いは少なくとも 600 又は 8000 g / モル、及びせいぜい 35,000 或いは 20,000 g / モルの分子量を有する。一般に、少なくとも 4000 のスチレンブロック分子量が、適切な定着力、剪断特性及び凝集強さを提供する。また 35,000 未満の分子量は一般に、適切な感圧接着性で十分に柔軟な接着剤を与える。ある実施態様において、ブタジエン及び / 又はイソブレンブロックは、少なくとも 10,000 g / モル、せいぜい 200,000 或いは少なくとも 15,000 及びせいぜい 150,000、又は少なくとも 20,000 及びせいぜい 180,000 g / モルの分子量を有する。10,000 を超える分子量を有する不飽和ジエンブロックは、一般に良好な剪断特性を有する強靭なポリマーを提供する。200,000 未満の分子量を有する不飽和ジエンブロックは一般に、より容易に製造される。SISI、SISB、SBSI 又はSBSB ポリマーが用いられる場合には、2つの不飽和ジエンの分子量は変化させられ得る。内部ブロックが末端ブロック未満の Mw を有するポリマーは特に有用である。幾つかの本発明コポリマーは、20,000 乃至 70,000 或いは 25,000 乃至 50,000 の範囲にある分子量を有する内部不飽和ブロックを有し、末端ブロックが B ブロックである場合には 40,000 或いは 60,000 を超える分子量、I ブロックである場合には 55,000 或いは 75,000 を超える分子量を有す。

【0032】

10

20

30

40

50

ゴムが他のブロックポリマーを含む場合、これらブロックポリマーは好ましくはS Iブロックポリマーである。トリブロック物質が存在するならば、ある実施態様においては、少なくとも50,000のMwを有するものを選択する。或いはトリブロックは少なくとも100,000、せいぜい300,000或いは180,000g / モルのMwを有する。更にジブロック物質のMw(特にS Iジブロック物質)は、少なくとも60,000或いは70,000又は80,000g / モル及びせいぜい150,000或いは140,000又は110,000g / モルである。ある実施態様において、S Iブロックコポリマーは、全コポリマーの少なくとも60重量%或いは70又は75重量%及び全コポリマーのせいぜい85重量%或いは80重量%を含むべきである。ジブロック物質がS B物質の場合には、ある実施態様は50,000と150,000或いは65,000乃至110,000又は70,000乃至90,000g / モルのMwを有する。ある実施態様は、全ブロックコポリマーの少なくとも45又は60重量%、及びせいぜい全ブロックコポリマーの80又は75重量%を含むS Bブロックコポリマーを有する。

#### 【0033】

本明細書の目的において、分子量は、ポリスチレンで較正されたゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC - サイズ排除クロマトグラフィーとして知られている場合がある)により測定される場合にピーク分子量を意味する。市販されているポリスチレン較正標準が用いられ、コポリマーの分子量はRunyonらによるJ. Applied Polymer Science, Vol. 13 359頁(1969年)及びTung, L H JによるApplied Polymer Science, Vol. 24 953頁(1979年)に従って修正された。

#### 【0034】

GPC測定は、1047 A屈折率検出器及び5つのミクロ粒子を詰め合わせた4つの30.0mm × 7.5mm Polymer Laboratories SECカラムを装着したHewlett - Packard Model 1090クロマトグラフィーを用いた。これらは $10^5$  オングストロームの細孔径を有する2つのカラム、 $10^4$  オングストローム細孔径を有する1つのカラム、混合細孔径を有する1つのカラムからなる。キャリアー溶媒は1ml / 分の流速でHPLC等級のテトラヒドロフラン(THF)であった。カラム及び検出器の温度は40°で、運転時間は45分とした。

#### 【0035】

以下のレオロジーの性質はまた、これらのポリマーシステムにおいても望まれる。G'はTg領域を下回る周波数で周波数と共に単調に低減すべきである。Tan δに対する損失係数は0.2と1の間にあることが好まく、貯蔵弾性率の弾性プラトーは、実質的には低周波数で定数となるはずである。これらの性質は図3に記載されており、図3はアクリル及びトリブロックのコポリマーに基づく接着システムに対するG'及びG"のlog / logプロットである。該プロットは、低い周波数でのSISトリブロック系のシステムに対してG'及びG"が発散する一方で、アクリル系に対してG'及びG"がどのように実質的にオーバーレイされているのかを示す。

#### 【0036】

テトラ及び/又はペンタブロックコポリマーは、フリーラジカル重合又はチーグラー型触媒等の任意の適切な重合技術により調製される。該ブロックが逐次的に生産される重合システムは、2以上の予備形成されたブロックが各々カップリングされているものが好まれる。逐次ポリマーの開発により、より多くのブロック分子量を変化させる可能性を与え、内側のポリジエンブロック分子量が外側のポリジエンブロック分子量よりかなり低いポリマーに対して特に有用である。

#### 【0037】

以前提案された幾つかのシステム(種々のブロック(例えば、SISトリブロックとS Bジブロックの混合物)を含むゴム混合物を用いるシステム)にある特有の問題は、ゴムが幅広い温度範囲で混和性に欠くということである。これにより特に低温で接着性に悪影響を与える。この問題は、種々のブロックがSISBテトラブロックを有するものと同一

10

20

30

40

50

の分子量の範囲内であればかなり低減され、接着性は改善される。これらの分子は、予備形成されたジブロック物質とカップリングすることによるよりはむしろ逐次的により容易に構築される。

【0038】

創意に富んだ接着性の粘着付与剤に対する添加剤は、用いられる特定のゴムに基づき選択される。しかし、たいていの粘着付与剤が用いられ得る。好ましい粘着付与剤は、5乃至6の炭素原子からなるジエン及びモノオレフィンを含む脂肪族の石油誘導体流れ由來の樹脂である。粘着付与剤は、室温で主に液体の物質から室温で主に固体である物質まで及ぶ。樹脂は一般に重合されたジエンの40重量%以上を含む。ジエンは一般にピペリレン及び/又はイソプレンである。有用な粘着付与剤は、軟化点が91であるExxon 10  
Mobil Chemical社製SCOREZ(商標) 1310 LC、Hercules社製PICCOTAC(商標) 95及びGood year社製WINGTACK K(商標) 95(軟化点による数値指定で)等のWINGTACK(商標) 樹脂系を含み、WINGTACK(商標) 95は約95の軟化点を有する固体樹脂、WINGTACK(商標) 10は約10の軟化点を有する液体樹脂である。

【0039】

他の適切な粘着付与剤は、芳香族/脂肪族樹脂等の水素化された又は水素化されていない樹脂を含む。ExxonMobil Chemical社製のSCOREZ(商標) 2520は一般的な粘着付与剤である。水素化された多環式樹脂(一般にExxonMobil Chemical社製のSCOREZ(商標) 5300、5320、5340及び5380等のジシクロペニタジエン樹脂)等も用いられ得る。ExxonMobil Chemical社製のSCOREZ(商標) 5690、5600及び5620等の水素化された多環式芳香族変性樹脂もまた用いられ得る。全てではないにしてもベンゼン環の大部分がシクロヘキサン環(例えばREGALREZ(商標) 1018、1033、1065、1078及び1126及びREGALREZ(商標) R-100等のHercules社製REGALREZ(商標) 樹脂系及びARKON(商標) P-85、P-100、P-115及びP-125等のArakawa Chemical社製のArakawa樹脂系)に転化される水素化された芳香族樹脂も用いられ得る。

【0040】

ロジンエステル、ポリテルペン及び他の粘着付与剤は、ポリイソプレン及びポリブタジエン相及び幾分のポリスチレン末端ブロックと適合し、また添加され得る。他の添加剤はShel1社製のSHELLFLEX(商標) 371等の可塑剤油及びWitco社製のKAYDOL(商標) 鉛油を含み、これらはポリイソプレン及びポリブタジエン相の両方に溶解する。

【0041】

粘着付与剤は、粘着付与剤及びコポリマーの全重量を基準として50重量%或いは60重量%で存在し得る。粘着付与剤は、80重量%或いは70重量%まで存在しうる。一方ブロックコポリマーは、粘着付与剤及びコポリマーの重量を基準として20重量%或いは30重量%から、粘着付与剤及びコポリマーの重量を基準として50重量%或いは45重量%までで存在する。ある実施態様において樹脂添加剤は、好ましくはSCOREZ(商標) 1310 LC等の主に固体粘着付与剤及びWINGTACK(商標) 10等の主に液体粘着付与剤又はSHELLFLEX(商標) 371等の可塑剤油の混合物である。

【0042】

粘着付与剤(炭化水素樹脂又は石油樹脂としても公知である)は周知であり、一般に種々の供給物のフリーデルクラフツ又は熱重合により生成され、供給物は純粋なモノマー供給物又は種々の不飽和物質の混合物を含む製油所流れであり得る。一般的に、供給物が純粋であればあるほど重合もより容易になる。例えば、純粋なスチレン、純粋な-メチルスチレン及びこれらの混合物は、C<sub>8</sub>/C<sub>9</sub>製油所流れよりも重合することが容易である。同様に、純粋又は濃縮されたピペリレンはC<sub>4</sub>乃至C<sub>6</sub>の製油所流れよりも重合するこ 50

とが容易である。しかしこれらの純粋モノマーは、製油所流れ（しばしば大量の精製副生成物）よりも生成するためにより費用がかかる。

【0043】

脂肪族炭化水素樹脂は、C<sub>4</sub>、C<sub>5</sub>及びC<sub>6</sub>パラフィン、オレフィン及び「C<sub>5</sub>モノマー」として呼ばれてもいるジオレフィンを含む分解石油供給物のカチオン重合により調製され得る。これらのモノマー流れは、カチオン重合可能なモノマー（シクロペンテン、ペンテン、2-メチル-2-ブテン、2-メチル-2-ペンテン、イソブレン、シクロペニタジエン及びジシクロペニタジエンと並んでブタジエン、1,3-ペニタジエン（ピペリレン）等）から成る。当該精製流れは蒸留及び不純物除去で通常は精製され、これらの供給物を得る。

10

【0044】

重合は、支持出来ないルイス酸等（ボロントリフロリド（BF<sub>3</sub>）、ボロントリフロリド錯体、アルミニウムトリクロリド（AlCl<sub>3</sub>）又はアルキルアルミニウムハリド（特にクロリド））のフリーデルクラフツ触媒を用いて触媒化される。反応成分に加えて、供給物中の非重合成分は飽和炭化水素を含み、該炭化水素はペンタン、シクロペンタン又は2-メチルペンタン等の不飽和成分と共に沸され得る。このモノマー供給物は、他のC<sub>4</sub>又はC<sub>5</sub>オレフィン又は2量体と共に重合され得る。供給物は、重合反応に悪影響を与え、最終樹脂（例えばイソブレン）に好ましくないカラーをつける不飽和物質を取り除くために精製（一般に分別で）されるべきである。一般に、C<sub>5</sub>脂肪族炭化水素樹脂は分別効率を高められるピペリレン濃縮流れを用いて合成されることで、ピペリレン含有量の増加及び重合が困難であるオレフィン及びジオレフィン含有量を低減する。

20

【0045】

一般に、供給物流れは少なくとも20重量%或いは30重量%又は50重量%のモノマー及び80重量%或いは70重量%又は30重量%までの溶媒を含む。溶媒は芳香族又は脂肪族となり得る。芳香族及び脂肪族溶媒の混合物も用いられ、再利用され得る。溶媒は非重合供給成分であり得る。

【0046】

供給物流れは、少なくともC<sub>4</sub>乃至C<sub>6</sub>のモノマーを含み得、シクロペニタジエン及びメチルシクロペニタジエン成分が100と160の間で加熱され、分別蒸留により除去され得る。モノマーは、少なくとも1つのイソブチレン、ブタジエン、2-メチル-2-ブテン、1-ペンテン、2-メチル-1-ペンテン、2-メチル-2-ペンテン、2-ペンテン、シクロペンテン、イソブレン、シクロヘキセン、1,3-ペニタジエン、1,4-ペニタジエン、イソブレン、1,3-ヘキサジエン、1,4-ヘキサジエン、シクロペニタジエン及びジシクロペニタジエンを含み得る。

30

【0047】

別の側面において、供給物流れは、少なくとも30重量%或いは50重量%のC<sub>5</sub>モノマー、上述の通り少なくとも1つの純粋なモノマー、C<sub>9</sub>モノマー及びテルペンを含む同時供給物の少なくとも5重量%或いは15重量%を含み得る。同様に供給物流れは、C<sub>5</sub>モノマーの95重量%或いは85重量%まで、上述の通り少なくとも1つの純粋モノマーC<sub>9</sub>モノマー及びテルペンを含む同時供給物の70重量%或いは50重量%まで含み得る。

40

【0048】

供給物は、スチレン、インデン、-メチルスチレン、-メチルスチレン、インデン等の芳香族オレフィン、メチルインデン、ビニルトルエンの置換インデン及びそれらの誘導体等も含み得る。芳香族オレフィンは一般に、少なくとも1重量%の濃度で及び50重量%まで或いは30重量%まで又は10重量%までの濃度で存在する。

【0049】

重合は、連続法又はバッチ法であり得る。バッチ法の反応時間は通常、少なくとも30分或いは60分、及び8時間或いは4時間以下である。重合温度は、少なくとも-50乃至150、或いは-20乃至100である。反応温度は樹脂特性にかなりの影響

50

を与える。高分子量及び高軟化点樹脂は低い反応温度で調製される。重合は炭化水素樹脂から触媒を除去することにより（例えば濾過により）停止され得る。炭化水素樹脂は固定床反応器から除去され得、これには触媒を含み得る。炭化水素樹脂はストリッピングされ、未反応モノマー、溶媒及び低分子量オリゴマーを除去し得る。未反応モノマー、溶媒、及び低分子量オリゴマーは再利用され得る。

#### 【0050】

モノマー供給物は、連鎖移動剤としてC<sub>4</sub>又はC<sub>5</sub>のオレフィン又はダイマ-と共に共重合され得る。40重量%まで或いは20重量%までの連鎖移動剤が添加され、モノマー単独で用いて調製され得るよりもより低い分子量及びより狭い分子量分布の樹脂が得られ得る。連鎖移動剤は、ポリマー開始部位が再生する程のポリマー連鎖成長を停止させる。これらの反応で連鎖移動剤として発揮する成分は、イソブチレン、2-メチル-1-ブテン、2-メチル-2ブテン又はこれらの物質のダイマ-又はオリゴマーがあるがこれらに制限されるわけではない。連鎖移動剤が純粋な形で又は溶媒で希釈されて反応に添加され得る。

10

#### 【0051】

一般に、芳香族溶媒（トルエン、キシレン又は軽質芳香族石油溶媒等）が用いられる。これらの溶媒は新規に用いられるか、該プロセスから再利用され得る。溶媒は一般に、200 ppm未満の水分或いは100又は50 ppm未満の水分を含む。

#### 【0052】

一般に生成樹脂は、少なくとも400の数平均分子量（M<sub>n</sub>）、少なくとも500の重量平均分子量（M<sub>w</sub>）、少なくとも700のZ平均分子量（M<sub>z</sub>）、少なくとも1.5のM<sub>w</sub> / M<sub>n</sub>により計測された多分散性（PD）を有する。M<sub>n</sub>、M<sub>w</sub>及びM<sub>z</sub>はゲルバーミエーションクロマトグラフィーにより決定される。同様に、当該樹脂は2000までの数平均分子量（M<sub>n</sub>）、3500までの重量平均分子量（M<sub>w</sub>）、15,000までのZ平均分子量（M<sub>z</sub>）、4までのM<sub>w</sub> / M<sub>n</sub>により計測された多分散性（PD）を有する。

20

#### 【0053】

水素化樹脂が用いられる場合に、水素化はバッチ法又は、より一般的に連続法による溶融樹脂又は樹脂溶液系法により行なわれ得る。第6、8、9、10又は11元素に基づく担持単体金属及び二量体金属触媒は一般に、炭化水素樹脂の水素化に用いられている。担持ニッケル（例えばアルミナ上のニッケル、木炭上のニッケル、シリカ上のニッケル、多硬質珪藻土上のニッケル等）、担持パラジウム（例えばシリカ上のパラジウム、木炭上のパラジウム、酸化マグネシウム上のパラジウム等）及び担持銅及び/又は亜鉛（例えば銅及び/又は酸化マグネシウム上の銅クロム酸塩、アルミナ上の銅及び亜鉛等）等の触媒が良好な水素化触媒である。担体物質は一般に、シリカ、マグネシア、シリカ-マグネシア、ジルコニア、シリカ-ジルコニア、チタニア、シリカ-チタニア、アルミナ、シリカ-アルミナ、アルミノ珪酸塩等のような多孔質無機耐火性酸化物から構成され、-アルミナを含む担体が非常に好ましい。好ましくは、担体は結晶質分子篩（モレキュラー・シーブ）物質を本質的に含まない。前記酸化物（特に均一混合物）の混合物もまた検討されている。本発明において有用な担体物質の中に、米国特許第4,686,030号、同第4,846,961号、同第4,500,424号及び同第4,849,093号に開示されている担体がある。

30

#### 【0054】

触媒的に炭化水素樹脂を水素化する任意の公知の方法が用いられ得る（特に米国特許第5,171,793号、同第4,629,766号、同第5,502,104号及び同第4,328,090号及びWO 95/12623の方法）。一般的の水素化条件は、100

乃至350の反応温度、5気圧（506 kPa）乃至300気圧（30390 kPa）例えば10乃至275気圧（1013 kPa乃至27579 kPa）を含む。ある実施態様は180乃至320の範囲で水素化温度を選択する。これらの又は他の実施態様は15195 kPa乃至20260 kPaの水素圧を選択する。標準状態（25、1気圧（101 kPa））で反応器への水素対供給物の体積比は20乃至200の範囲であり得る

40

50

。無色の樹脂の生産ために 100 乃至 200 が選択される。

【0055】

別の適切な樹脂水素化法は、欧州特許第 0082726 号に記載されている。この明細書は、- アルミナ担体上のニッケル - タングステン触媒を用いる触媒又は熱による石油樹脂の水素化を記述する。水素圧は  $1.47 \times 10^7$  乃至  $1.96 \times 10^7$  Pa、温度は 250 乃至 330 である。当該熱による水素化は通常 160 乃至 320 、  $9.8 \times 10^5$  乃至  $11.7 \times 10^5$  Pa 及び一般に 1.5 乃至 4 時間で行なわれる。水素化後、反応器混合物はフラッシュ蒸留され、更に分離することで樹脂を回収し得る。スチーム蒸留は、好ましくは 325 を超えないでオリゴマーを消失するために用いられ得る。

【0056】

ある実施態様は、1 以上のモリブデン、タングステン、アルミナ又はシリカ担体上でニッケル及び / 又はコバルトを含む触媒を選択する。これらの又は他の実施態様は担体上で 2 乃至 10 重量 % のニッケル酸化物及び / 又はコバルト酸化物を選択する。調製後、担体は 5 乃至 25 重量 % のタングステン又はモリブデン酸化物を含む。或いは触媒は、4 乃至 7 重量 % のニッケル酸化物及び 18 乃至 22 重量 % のタングステン酸化物を含む。この方法及び適切な触媒は米国特許第 5,820,749 号に、より詳細に記載されている。

【0057】

別の実施態様において、水素化は米国特許第 4,629,766 号に記載されている方法及び触媒を用いて行なわれ得る。特に - アルミナ上のニッケル - タングステン触媒が用いられる。

【0058】

本発明の感圧接着剤の配合物は、良好な打抜き性と同様に優れた低温及び周囲温度での性能を示すが、それらはまた高温性能も高め得る。これは電子線 (EB) 及び紫外線 (UV) 放射及び化学的な架橋技術等をもって架橋することにより達成され得る。接着剤を粘着付与することが用いられるならば、接着剤を粘着付与することは、全硬化エネルギーが接着剤の弾性成分を架橋するために実質的に飽和されるべきである。

【0059】

接着剤の配合物は、粘着防止剤、静電気防止剤、酸化防止剤、UV 安定剤、中和剤、離型剤、界面活性剤及び / 又は核剤等の周知の接着剤も含む。これらは二酸化珪素、二酸化チタン、ポリジメチルシロキサン、タルク、染料、ワックス、カルシウムステアレート、カルシウムカルボネート、カーボンブラック及びガラスビーズを含み得る。

【0060】

本発明の接着剤は、感圧接着剤、ホットメルト又は触圧接着剤として用いられ得、テープ、ラベル、紙含浸、ホットメルト接着剤 (木工、包装、製本又は使い捨て製本、シーラント、ゴム成分、パイプ包装、カーペットの裏地、触圧接着剤、路面標識又はタイヤ構成を含む) 等へ適用され得る。それらは、改良された打抜き性能を与えるテープ及びラベル用のホットメルト感圧接着剤として特に有用である。

【0061】

下記の実施例は例証するが本発明を制限するわけではない。

【0062】

ホットメルト感圧接着剤を、145 で 300 ml の実験室用 z ブレード (z b1a d e) ミキサー中でプロックコポリマーを粘着付与樹脂と混合することにより調製した。少量のフェノール性酸化防止剤を、混合中に接着剤の分解を防ぐために混合した。全混合時間は約 70 分であった。

【0063】

ExxonMobil Chemical 社製の ESCOREZ (商標) 1310 及び Goodyear 社製の WINGTACK (商標) 10 を粘着付与剤として用いた。

【0064】

最終混合粘度を ASTM D 3236 - 88 に準拠した手順に従って B 型粘度計で測定した。

10

20

30

40

50

## 【0065】

感圧接着剤は、165での溶融接着配合に対してスロットダイと共にAcumetec実験室用コーテーを用いて約20g/m<sup>2</sup>の塗布量でシリコン塗布紙に塗布した。アルミニートは、シリコンコーテー剥離の下地乃至80g/m<sup>2</sup>ベラーム紙の表地まで塗布しながら移動することにより工業的手法に基づいてなされた。

## 【0066】

接着剤の性能をFINTA T私書箱85612NL-2508CH The Hagueにより刊行された以下の試験法に従って評価した。

## 【0067】

180度(degree)でのピール接着に対するFTM1

ループタックの測定に対するFTM9

剪断抵抗に対するFTM7

マイグレーション(migration)を、1週間及び2週間、60及び70で熟成した後、紙の表地の白色度を比較することにより評価した。白色度はハンター分光光度計(Hunterlab spectrophotometer)により評価した。

## 【0068】

20での動的レオロジー性は、Rheometric Scientific, Piscataway, New Jersey社製のRDAII及びSR-500機器により決定した。RDAIIは10<sup>-2</sup>乃至100rad.s<sup>-1</sup>の間の周波数及び20未満(-70に至るまでの)の温度に至るため、高い周波数で得られるガラス領域に達し得る。SR-500機器は、室温で10<sup>-5</sup>乃至100rad.s<sup>-1</sup>の間の周波数範囲に及び、末端域(低い周波数)で用いられた。本発明者らは全ての実験においてプレート-プレート幾何学(plate-plate geometry)を用いた。温度が測定可能な制限の間で現実におこったレオロジーのトルクを維持するために減少する場合、プレート-プレート装着具(25mm乃至5mm)の径は小さくなる。周波数の運動曲線は、直線状の粘弾性領域内で正しく変形基準で取られた。使用可能な実験的な周波数の範囲を広げることで、時間-温度の重ね合わせを注意して用いた。より高い周波数では低温を用い、測定は20まで外挿したのに対し、IE-04乃至IE+02の周波数での測定は20でなされた。相構造の変化は高温で起こり得るため当該測定がなされた。

## 【0069】

実験は泡を含んでいない試験片で行なわれたことを確かめるため、試料は約90で一次真空の下で一晩中脱泡した。その後、適切な径を有するディスク(disk)を混合温度(145)よりも整然と、ある温度で圧縮成形した。

## 【0070】

比較実施例1

ホットメルト配合物を31%の純粋なトリブロックコポリマー、27%のWingtack 10及び42%のEscorez 1310で調製した。得られたホットメルトは以下の特徴を示した。

## 【0071】

10

20

30

【表1】

B型粘度計 (175°C-mPa.s)		7500
<u>180° ピール強度-N/25mm</u>		
室温-ガラス		35.0 cf
3°C-ガラス		26.5 cf
室温-ポリエチレン		20.5 cf
3°C-ポリエチレン		19.0 cf
<u>ループタック-N</u>		
室温でのガラス		25.0 cf
3°Cでのガラス		16.5 pt
<u>ループタック-N</u>		
室温でのポリエチレン		16.0
3°Cでのポリエチレン		4.2
<u>剪断-室温-時間</u>		
スチール-25'25mm-1kg		>150
<u>マイグレーション-%反射</u>		
1週間 60°C		87.3
2週間 60°C		
1週間 70°C		81.9
2週間 70°C		

ptは紙の引裂を意味する

cfは凝集破壊を意味する

afは接着層破壊を意味する

## 【0072】

動的レオロジー性は図4に示されている。図に示す通り、低い周波数でのプラトー弾性率は18,000Pa(即ち1000Paを超える)である。 30

## 【0073】

ホットメルト接着剤は芳しくない打抜き拳動を示した。

## 【0074】

実施例2  
プロックが全スチレン含量の16重量%を有する各々の分子量12,400、60,000、12,400及び70,000であるSISIテトラブロックコポリマーを、31重量%のポリマー、27重量%のWingtancock 10及び0.4重量%のIroganox 1076を添加した42重量%のEscorze 1310を含有するホットメルト配合物を用いた。得られたホットメルトは以下の特徴を示した。 40

## 【0075】

【表2】

B型粘度計(175°C-mPa.s)	9800	
<u>180° ピール強度-N/25mm</u>		
室温-ガラス	33.3 pt	10
3°C-ガラス	22.8 pt	
室温-ポリエチレン	24.8 pt	
3°C-ポリエチレン	19.8 pt	
<u>ループタック-N</u>		
室温でのガラス	29.9 cf	
3°Cでのガラス	14.0 pt	
<u>ループタック-N</u>		
室温でのポリエチレン	18.9 af	
3°Cでのポリエチレン	12.7 pt	
<u>剪断-室温-時間</u>		
スチール-25°25mm-1kg	42.1	
<u>マイグレーション-%反射</u>		20
1週間 60°C	87.3	
2週間 60°C		
1週間 70°C	81.9	
2週間 70°C		

ptは紙の引裂を意味する

cfは凝集破壊を意味する

afは接着層破壊を意味する

## 【0076】

動的レオロジー性は図5に示されており、当該動的レオロジー性は比較実施例1のそれと比較される。図に示す通り、低い周波数でのプラトー弾性率は8000Paであり、比較実施例よりも低い。G'は0.006rad/sの周波数で10000Paの値で交差し、 $\tan\delta$ は0.2に等しい。

## 【0077】

この減退弾性挙動(より低いプラトー弾性率、より高い損失係数 $\tan\delta$ )は、当該ポリマーが打抜き操作で有益となることを示す。

## 【0078】

## 実施例3

ブロックが全スチレン含量の14重量%を有する各々の分子量10,330、30,450、10,330、91,400であるS1SIテトラブロブコポリマーを用いた。ホットメルト配合物を、41重量%の上記ポリマー、18重量%のWingtanc k 10及び0.4重量%のIroganox 1076を添加した42重量%のEesco rze 1310で調製した。得られたホットメルトは以下の特徴を示した。

## 【0079】

10

20

30

40

【表3】

B型粘度計 (175°C-mPa.s)	26600	
<u>180° ピール強度-N/25mm</u>		
室温-ガラス	27.3 cf + pt	10
3°C-ガラス	25.3 pt	
室温-ポリエチレン	25.0 cf + pt	
3°C-ポリエチレン	22 af	
<u>ループタック-N</u>		
室温でのガラス	37.8 cf	
3°Cでのガラス	16.6 pt	
<u>ループタック-N</u>		
室温でのポリエチレン	19.1 af	
3°Cでのポリエチレン	5.3 j	
<u>剪断-室温-時間</u>	31-84 cf	
スチール-25°25mm-1kg		
<u>マイグレーション-%反射</u>		20
1週間 60°C	90	
2週間 60°C	89	
1週間 70°C	81	
2週間 70°C	78	

jはジャーキングを意味する

## 【0080】

当該配合物の動的レオロジー性は図6に示されており、当該動的レオロジー性は比較実施例1のそれらと比較される。図に示す通り、低い周波数でのプラトー弾性率は8000Paであり、比較実施例よりも低い。G'は0.003rad/sの周波数で10000Paの値で交差し、T<sub>an</sub>は0.4に等しい。

## 【0081】

当該データは、当該テトラブロックコポリマーを使用することが打抜き操作で有益となることを示す。

## 【0082】

## 実施例4

ブロックが全スチレン含量の17重量%を有する各々の平均分子量11,300、61,000、11,300、42,500であるSISIテトラブロックコポリマーを用いた。ホットメルト配合物を、31重量%の当該ポリマー、27重量%のWingtanc k 10及び0.4重量%のIroganox 1076を添加した42重量%のECRで調製した。得られたホットメルトは以下の特徴を示した。

## 【0083】

10

20

30

40

【表4】

B型粘度計 (175°C-mPa.s)		1000
<u>180° ピール強度-N/25mm</u>		
室温-ガラス		35.5 pt
3°C-ガラス		24.2 pt
室温-ポリエチレン		23.5 pt
3°C-ポリエチレン		21.8 pt
<u>ループタック-N</u>		
室温でのガラス		26 cf
3°Cでのガラス		20.8 pt
<u>ループタック-N</u>		
室温でのポリエチレン		18.1 af
3°Cでのポリエチレン		13.3 pt
<u>剪断-室温-時間</u>		
スチール-25*25mm-1kg		52.7 cf
<u>マイグレーション-%反射</u>		
1週間 60°C		58.1
2週間 60°C		52.2
1週間 70°C		47.2
2週間 70°C		44.4

10

20

30

## 【0084】

当該配合物の動的レオロジー性は図7に示されており、当該動的レオロジー性は比較実施例1のそれらと比較される。図に示す通り、低い周波数でのプラトー弾性率は5000 Paであり、比較実施例よりも低い。G'は0.009 rad/sの周波数で10000 Paの値で交差し、T<sub>an</sub>は0.35に等しい。

## 【0085】

更に当該データは当該テトラブロックコポリマーを使用することが打抜き操作で有益となることを示す。

## 【0086】

実施例5

ブロックが全スチレン含量の12重量%を有する各々の平均分子量9, 200, 32, 540, 9, 200, 97, 600であるSISIテトラブロックコポリマーを用いた。ホットメルト配合物を、31重量%の当該ポリマー、27重量%のWingtanc k 10及び42重量%のECR 373で調製した。得られたホットメルトは以下の特徴を示した。

## 【0087】

40

【表5】

B型粘度計 (175°C-mPa.s)		12000
<u>室温での剪断 (時間)</u>		
スチール-25°25mm2-1kg		5-12 cf
<u>ガラス上で 180 ピール (N/25mm)</u>		
300mm/分-室温		27.5 cf
300mm/分-3°C		15.0 pt
<u>ポリエチレン上で 180° ピール (N/25mm)</u>		
300mm/分-室温		25.5 cf
300mm/分-3°C		22.0 pt
<u>ガラス上でループタック(N)</u>		
300mm/分-室温		46.0 cf
300mm/分-3°C		3.8 j 0.6 af
<u>ポリエチレン上でループタック(N)</u>		
300mm/分-室温		35.0 cf
300mm/分-3°C		6.0 j
<u>マイグレーション(%反射)</u>		
1週間 60°C		56
2週間 60°C		52
1週間 70°C		47.5
2週間 70°C		39.5

10

20

## 【0088】

当該配合物の動的レオロジー性は図8に示されており、当該動的レオロジー性は比較実施例1のそれらと比較される。図に示す通り、低い周波数でのプラトー弾性率は2000Paであり、比較実施例よりも低い。G'は0.03rad/sの周波数で10000Paの値で交差し、T<sub>an</sub>は0.65に等しい。

30

## 【0089】

当該データは当該テラブロックコポリマーを使用することが打抜き操作で有益となることを示す。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 図1は一般的打抜きプロセスを示している。

【図2】 図2は打抜きをシミュレートしている。1は紙、2は剥離コーティング、3は接着層、4はラベルストック、5は反時計回りの方向から切断する打抜き刃である。該シミュレーションは、刃が紙を通じて破壊され、折れる場合、切断線下の接着剤が離れたところに押出されるが切断されないという方法を示している。従って接着剤が容易に流れ、弾性が低下する程、切断はより容易になり、よりきれいになる。

40

【図3】 図3は周波数対G'及びG''のプロット示す。

【図4】 図4は比較実施例1に対する周波数対G'及びT<sub>an</sub>のプロットである。

【図5】 図5は比較実施例2に対する周波数対G'及びT<sub>an</sub>のプロットであり、実施例2のそれらとオーバレイされる。

【図1】

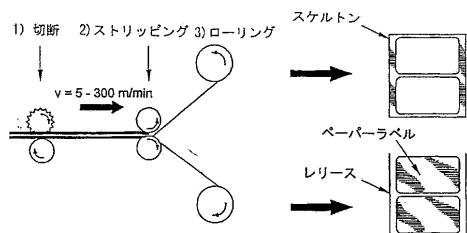
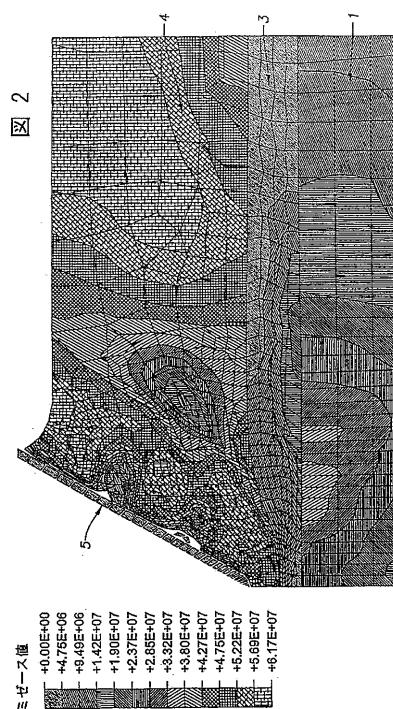


図1

【図2】



置換係数 = 1.00  
 リスタートファイル = nmbNR\_ステップ2 インクリメント 10272580  
 3 1 当該ステップを達成した時間 7.15E-04 全累積時間 1.025E-03  
 ABAQUSバージョン: 6.7-1 日付: 1998年5月29日 時間: 10:57:01

【図3】

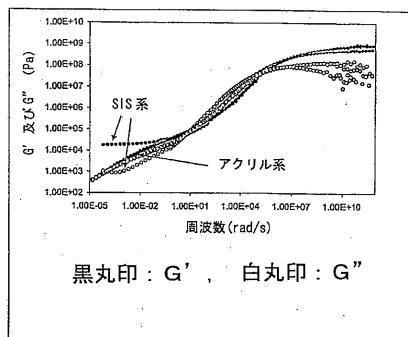


図3

【図5】

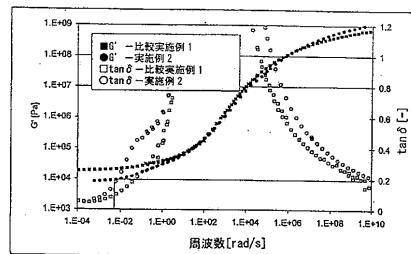


図5

【図6】

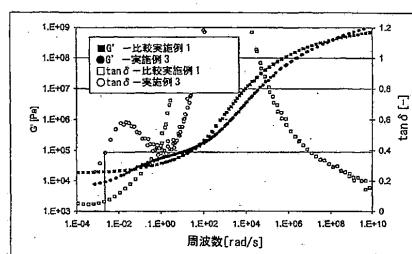


図6

【図4】

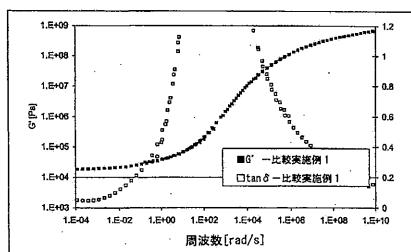


図4

【図7】

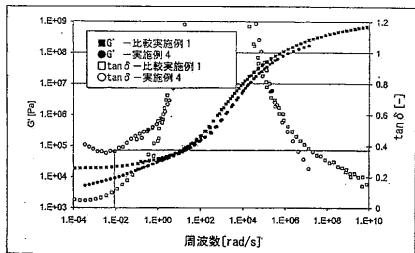


図7

【図8】

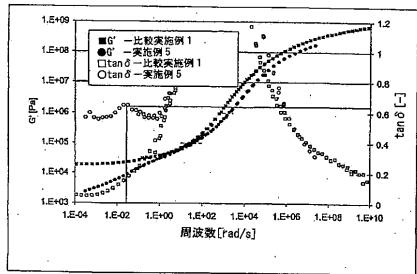


図8

---

フロントページの続き

(72)発明者 ジョルジョン、オリベイ・ジュ  
ベルギー国、ブリュッセル ビー-1150、アヴェニュー・クロカート 21

(72)発明者 ジベール、フランスワ イクス  
フランス国、サン・ペール・ディルーベ エフ-64990、シェマン・アリー-シュリ、129  
2、メゾン・イールキア

(72)発明者 マラン、ジェイラール  
フランス国、アサ エフ-64510、ロト・ドゥ・ボ、20

(72)発明者 ルータス、ケネス  
ベルギー国、テルヴレン ビー-3080、ステルビークラーン 79

(72)発明者 デルム、ロジャー・アール  
ベルギー国、ベリンゲン ビー-1674、ニーウェ・バーン 7

(72)発明者 マイアズ、マイケル・オリバー  
アメリカ合衆国、ルイジアナ州 70808、バトン・ルージュ、アルバート・ハート・ドライブ  
634

審査官 澤村 茂実

(56)参考文献 特開平05-098130 (JP, A)  
国際公開第00/056796 (WO, A1)  
特開平07-286021 (JP, A)  
特開平06-145626 (JP, A)  
国際公開第99/028405 (WO, A1)  
特表平11-512468 (JP, A)  
米国特許第05932648 (US, A)  
特開平09-165565 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 1/00-201/10  
G09F 3/00, 3/10