

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4399111号
(P4399111)

(45) 発行日 平成22年1月13日(2010.1.13)

(24) 登録日 平成21年10月30日(2009.10.30)

(51) Int.Cl.		F I	
B 2 9 C	47/42	(2006.01)	B 2 9 C 47/42
C 0 9 J	5/00	(2006.01)	C 0 9 J 5/00
C 0 9 J	7/02	(2006.01)	C 0 9 J 7/02 Z

請求項の数 26 (全 25 頁)

(21) 出願番号	特願2000-532262 (P2000-532262)	(73) 特許権者	501237327
(86) (22) 出願日	平成11年2月13日 (1999.2.13)		テサ・アクチエンゲゼルシャフト
(65) 公表番号	特表2002-503567 (P2002-503567A)		ドイツ20253ハンブルク・クイックボ ルンシユトラーセ24
(43) 公表日	平成14年2月5日 (2002.2.5)	(74) 代理人	110000741
(86) 国際出願番号	PCT/EP1999/000968		特許業務法人小田島特許事務所
(87) 国際公開番号	W01999/042276	(72) 発明者	ブルマイスター, アクセル
(87) 国際公開日	平成11年8月26日 (1999.8.26)		ドイツ・デー-22307ハンブルク・ハ イトヘルン3
審査請求日	平成17年11月8日 (2005.11.8)	(72) 発明者	ハンゼン, シュベン
(31) 優先権主張番号	198 06 609.0		ドイツ・デー-30519ハノーバー・ヘ レネンシユトラーセ6
(32) 優先日	平成10年2月18日 (1998.2.18)	(72) 発明者	ヘンケ, フランク
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		ドイツ・デー-21629ノイブルムスト ルフ・レームクーレンバーク4
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 自己接着性テープの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

自己接着性テープの製造方法であって、(1) 充填区画および配合区画を有する遊星ロール押し機において、非熱可塑性エラストマーをベースにした自己接着性組成物を溶媒を用いず且つ素練りを行わずに連続的に製造する工程、ただし該工程は、

- a) 自己接着性組成物の固体成分を該押し機の充填区画に供給し、
- b) 自己接着性組成物の固体成分を充填区画から配合区画へと移動させ、
- c) 自己接着性組成物の液体成分を配合区画に加え、
- d) 配合区画の中で均一な自己接着性組成物をつくり、
- e) 自己接着性組成物を取り出す、

ことからなる、(2) このようにして得られた自己接着性組成物をウェブの形の材料に被覆する工程、及び(3) 該被覆した材料を交叉結合させる工程、から成ることを特徴とする方法。

【請求項2】

自己接着性テープの製造方法であって、(1) 充填区画および配合区画を有する遊星ロール押し機において、非熱可塑性エラストマーをベースにした自己接着性組成物を溶媒を用いず且つ素練りを行わずに連続的に製造する工程、ただし該工程は、

- a) 自己接着性組成物の固体成分を該押し機の充填区画に供給し、且つ充填剤、着色剤および/または交叉結合剤を供給し、
- b) 自己接着性組成物の固体成分を充填区画から配合区画へと移動させ、

- c) 自己接着性組成物の液体成分を配合区画に加え、
- d) 配合区画の中で均一な自己接着性組成物をつくり、
- e) 自己接着性組成物を取出す、

ことからなる、(2)このようにして得られた自己接着性組成物をウェブの形の材料に被覆する工程、及び(3)該被覆した材料を交叉結合させる工程、から成ることを特徴とする方法。

【請求項3】

自己接着性組成物の固体成分がエラストマーおよび樹脂である、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】

自己接着性組成物の液体成分が可塑剤、交叉結合剤および/または他の粘着性賦与剤の樹脂である、請求項1または2記載の方法。

【請求項5】

該遊星ロール押し機の配合区画は少なくとも2個の連結したロール・シリンダーから成っている、請求項1～4のいずれか1つに記載の方法。

【請求項6】

該遊星ロール押し機の配合区域は3個の連結したロール・シリンダーから成っている、請求項5記載の方法。

【請求項7】

該遊星ロール押し機の各ロール・シリンダーは可能な数の少なくとも半分の数の遊星スピンドルを含んでいる、請求項5または6記載の方法。

【請求項8】

該遊星ロール押し機の各ロール・シリンダーは可能な数の3/4よりも多くの数の遊星スピンドルを含んでいる、請求項7記載の方法。

【請求項9】

該遊星ロール押し機から取出した後、減圧をかけて自己接着性組成物からガスを除去する、請求項1～8のいずれか1つに記載の方法。

【請求項10】

回転速度の調節または圧力の調節を行ないながら操作される接着剤組成物を移送するための熔融物ポンプまたは押し機が遊星ロール押し機と被覆装置との間に配置されている、請求項1記載の方法。

【請求項11】

該遊星ロール押し機と被覆装置との間に配置される押し機が揮発分除去押し機である、請求項10記載の方法。

【請求項12】

ウェブの形の材料の被覆はロール・ミルまたはカレンダー掛け装置を用いて行なわれ、自己接着性組成物がウェブの形の材料へと送られる前に1個またはそれ以上のロールのニップを通過する際、自己接着性組成物を所望の厚さに成形する、請求項10または11記載の方法。

【請求項13】

ウェブの形の材料の被覆は押し機によって供給される押し機ダイス型を用いて行なわれる、請求項12記載の方法。

【請求項14】

該押し機が揮発分除去押し機である、請求項13記載の方法。

【請求項15】

押し機ダイス型はコートハンガーマニホールダイス型の形をしている、請求項13または14記載の方法。

【請求項16】

促進剤を用いずに電子ビームにより被覆した材料を交叉結合させる、請求項1～15のいずれか1つに記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 17】

被覆した材料を熱的に交叉結合させる、請求項 1 ~ 15 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 18】

該遊星ロール押し機からの出口の所で自己接着性組成物は 150 より低い温度をもっている、請求項 1 ~ 17 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 19】

該遊星ロール押し機からの出口の所で自己接着性組成物は 130 より低い温度をもっている、請求項 18 記載の方法。

【請求項 20】

該遊星ロール押し機からの出口の所で自己接着性組成物は 70 ~ 110 の温度をもっている、請求項 19 記載の方法。

10

【請求項 21】

非熱可塑性のエラストマーは天然ゴム、不規則に共重合したスチレン - ブタジエン・ゴム (SBR)、ブタジエン・ゴム (BR)、合成ポリイソプレン (IR)、ブチル・ゴム (IIR)、ハロゲン化させたブチル・ゴム (XIRR)、アクリレート・ゴム (ACM)、エチレン酢酸ビニル共重合体 (EVA) および / またはそれらの配合物から成る群から選ばれる、請求項 1 ~ 20 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 22】

非熱可塑性エラストマーの 10 ~ 50 重量%の割合で熱可塑性エラストマーを加える、請求項 1 ~ 21 のいずれかに 1 つに記載の方法。

20

【請求項 23】

交叉結合剤は硫黄系、促進された硫黄系、反応性フェノール樹脂系およびジイソシアネート交叉結合剤系から成る群から選ばれる、請求項 2 ~ 22 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 24】

交叉結合剤は熱で賦活することができ、50 より高い温度で賦活される、請求項 2 ~ 23 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 25】

交叉結合剤は熱で賦活することができ、100 ~ 160 の温度で賦活される、請求項 24 記載の方法。

30

【請求項 26】

交叉結合剤は熱で賦活することができ、110 ~ 140 の温度で賦活される、請求項 25 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、粘着性賦与剤、典型的にはゴム性の可塑剤を用い、随時充填剤および熱賦活性の交叉結合剤を使用し、非熱可塑性エラストマーをベースにした圧感性、自己接着性組成物を溶媒および素練りを使用せずに連続的に製造する方法、および自己接着性製品、特に高性能の自己接着性テープを製造するための該組成物の被膜に関する。

【0002】

40

圧感性の接着系、およびそれからつくられた圧感性の接着性製品に対する一般的な性能に関する要求の中で基本的なものは、接着および凝集という二つの物理的な現象である。接着という言葉は専門的な言葉として瞬間接着力 (粘着) および接着強度 (剥離強さ) の意味に使用され、定義として「自己接着剤」および / または「圧感性接着剤」、即ち「穏やかな圧力」下において接合する永久的な接着剤を記述する言葉である。

【0003】

特に天然ゴムをベースにした圧感性接着剤の場合には、この性質は粘着性賦与用の樹脂 (粘着性賦与剤) と比較的低い分子量をもつ可塑剤とを混合して得られる。

【0004】

圧感性接着剤に対し第 2 に規定される性質は、使用後跡を残さずに簡単に取除き得る性質

50

である。この性質は特にエラストマー成分として高分子量のゴムの部分が存在することによって決定され、これによってその接着系に凝集力（内部強度）の形で剪断下において必要な強度が与えられる。この性質は比較的高い温度および/または高い機械的負荷の下でこれらの製品を使用する際に特に重要である。例えばイオン化を生じる放射線、反応性の樹脂成分または他の交叉結合剤を用いてさらに交叉結合させると、この性質を補強することができる。

【0005】

従って圧感性接着剤の性能は接着性と凝集性とのバランスの取れた割合によって、また分子量が極めて高い成分と比較的低い成分との配合物の相容性、均一性および安定性によって厳密に決定されるが、工業的な標準となっている溶媒を使用した混合機および捏加機でこれらの組成物を製造する場合には、その幾つかは比較的容易に達成される。

10

【0006】

他方自己接着性組成物を溶媒を用いずに配合し処理する方法は、主として熔融性のいわゆる熱可塑性エラストマーを処理する場合にだけ確立されている。

【0007】

この場合、組成物を製造する工程は通常比較的高温において熔融状態で二軸スクリュウ押し機を用いて行われ、被覆は通常スロットダイス型(slot dies)により行われる。

【0008】

熱可塑性のエラストマーを用いる利点は実質的に被覆工程が簡単であるという点にある。燃焼性の溶媒を避けているため、乾燥ユニットを使用する必要がなく、蒸発のための高いエネルギー消費及び溶媒の回収も必要なく、また爆発防止装置を使用する必要もない。高温熔融被覆装置は小型であり、遥かに高い被覆速度を得ることができる。さらにこの方法は、溶媒を放出することがないので、環境に優しい方法である。

20

【0009】

溶媒を用いずに熱可塑性エラストマーを配合するためには、従来法では主としてポリスチレンのブロック部分を有するブロック共重合体を使用した。この種の物質を使用する利点は、重合体中に存在するポリスチレンの領域が100以上で軟化し、それに伴って接着性組成物の粘度が急激に減少し、そのため処理が容易になる点である。室温に冷却した後、ポリスチレンの領域は元に戻り、この熱可塑性エラストマーをベースとした圧感性接着剤に或る程度の剪断強度を賦与する。

30

【0010】

熱可塑性エラストマーは接着強度の増加を促進する炭化水素樹脂を使用して押し機の中で完全に配合することができる。このようにして比較的容易に所望の程度の接着強度を得ることができる。しかし得られた圧感性接着剤はなお40よりも高い温度に対して敏感である。この方法で製造される自己接着性のテープに対しては、このような残留「クリープ挙動」は、無制限の貯蔵安定性（特に比較的暑い気候の区域で輸送を行なう際に生じる積み重ねたロールの粘着に対する安定性）を必要とする場合、および比較的高い温度で操作する場合（例えば自動車の仕上げ用のマスキング・テープのように、後で交叉結合させてもこのようなテープがその機能特性を失う場合、即ち圧感性接着剤が軟化してマスク用の紙を固定する剪断強度が保証されなくなるような場合）には致命的である。

40

【0011】

この理由によりブロック共重合体をベースにした公知の高温で熔融する圧感性接着剤はその殆どが室温で使用される包装用テープおよびラベルの用途に用いられて来た。他方非熱可塑性のエラストマー、例えば天然ゴムを使用し、必要な剪断強度を得ることはできる。しかし天然ゴムの圧感性接着剤を溶媒を用いずに製造し加工する方法は、現在当業者にとって未解決の問題を突き付けている。

【0012】

ゴムは極端に大きな分子量の部分をもっている（ M_w 1,000,000）から、高温熔融圧感性接着剤の技術では溶媒を含まない自己接着性組成物を処理することはできないか、或いは処理の前に使用するゴムの分子量を著しく低下させ（切断し）、このように切

50

断を行った結果として高性能の自己接着性組成物としての適合性を賦与しなければならない。

【0013】

剪断応力、温度および大気中の酸素の作用が組み合わされた条件下においてゴムの解重合を行なう巧妙に工夫された工業的方法は技術文献では素練り(mastication)と呼ばれており、一般に技術文献では素練り剤(masticating agent)または素練り促進剤(peptizer)、或いは単に「化学的可塑化助剤」と呼ばれている化学的助剤を存在させて行なわれている。ゴム工業では添加剤の混入を容易にするためには素練り工程が必要である。

【0014】

この素練りはすべての標準的な溶媒を用いない重合体処理法、例えば熔融物中における配合、輸送および被覆において行なわれているような解重合として知られている分子量減少法とは明確に区別しなければならない。制御されない解重合はしばしば望ましくない現象を引き起こす。このようなことは不活性ガス雰囲気を加えることにより最低限度に抑制することができる。

【0015】

ゴムの圧感性接着剤を溶媒を用いないで製造し処理するには、多様な方法を用いることができる。

【0016】

カナダ特許698 518号には、可塑剤を高比率で加えるかおよび/または同時にゴムを強く素練りすることにより組成物を製造する方法が記載されている。この方法は極端に高い粘着性をもった圧感性接着剤を得るのに用いることはできるが、後でかなりの程度の交叉結合を行なわせた場合でも、可塑剤の含量が比較的多いか、或いはエラストマーの分子構造が平均分子量 M_w 1,000,000の程度まで著しく減少するために、使用者に使い易い剪断強度は一定限度内でしか得られない。

【0017】

非熱可塑性天然ゴムの他にブロック共重合体を約1:1の割合で用いた重合体の配合物を使用する方法は、満足できない妥協的な解決法である。何故なら自己接着性のテープを比較的高い温度で使用する場合高い剪断強度を与えず、また該特許に記載されている性質に関し著しい改善をもたらさないからである。

【0018】

日本特許公開07 324 182 A2号には、アクリル樹脂系の接着剤をベースにした圧感性接着剤の層を有し、またイソプレン-スチレン・エラストマー、天然ゴムおよび非反応性の炭化水素樹脂(Arkon P 100)の配合物を含んでなる第2の層を有している両面接着テープの多段工程製造法が記載されている。このテープは絨毯を敷くためのテープとして使用されるが、この場合も高温における剪断強度について何等厳密な要求は存在しない。

【0019】

非熱可塑性のエラストマーの使用は日本特許95 331 197号にも記載されており、この場合は平均分子量が1,000,000以下で脂肪族の非反応性の炭化水素樹脂とグラフトさせたイソシアネート反応性をもった天然ゴム(例えばマレイン酸エステルとグラフトさせたポリイソプレン)を、ブロックされたイソシアネート(例えばDesmodur CT)と交叉結合させたものを使用し;この混合物を最初150 において5分間交叉結合させ、次いでPETフィルムに被覆して180 で数分間(例えば15分間)硬化させる。この方法は、製造工程中天然ゴムの分子量を過度に減少させた場合、後で交叉結合させることが如何に複雑であるかを明らかに示している。

【0020】

日本特許出願明細書95 278 509号には、天然ゴムの素練りを行ない平均分子量 M_w を100,000~500,000まで減少させ、炭化水素樹脂、ロジン/ロジン誘導体樹脂およびテルペン樹脂を含んでなる被覆可能な均一混合物にする方法が記載されて

10

20

30

40

50

いる。この混合物は、140～200 で被覆粘度 $10 \sim 50 \times 10^3 \text{ cps}$ において容易に処理することができるが、使用するのに必要な剪断強度を得るためには後で極端に高いEBC投与量(40 Mrad)を必要とする。含浸したおよび/またはサイジングした紙のような担体材料に対し、またビスコース・ステープル等をベースにした織物の担体に対しては、この接着系は非常に適しているとは言えない。何故なら上記のように高い必要投与量においては担体が著しく劣化するからである。

【0021】

圧感性接着剤組成物におけるエラストマー成分として完全に非熱可塑性のゴムを使用し、例えば標準的な市販のブロック共重合体に比べて天然ゴムのもつ現在の価格上の利点、並びに天然ゴムおよび対応する合成ゴムの優れた性質、特に剪断強度を得ることに
10
、国際特許公開明細書(WO)94 11 175号、同95 25 774号、同97 07 963号、および対応して米国特許(US)5,539,033号および同5,550,175号に詳細に記載されている。これらの場合圧感性接着剤の技術において通常使用される添加剤、例えば粘着剤樹脂、可塑剤および充填剤が記載されている。

【0022】

それぞれの場合に記載された製造方法は二軸スクリュウ押し機によるものであり、これによってゴムの素練り、およびその後適切に温度を管理して個々の添加剤を徐々に添加する工程を含め、選ばれた工程の基準の下で均一な圧感性接着剤の配合物を配合することが
20
できる。

【0023】

いずれの場合にも、実際の製造工程に先行するゴムの素練り工程について詳細に記述されている。素練りは必要でありまたこの選ばれた方法の特徴である。何故ならこの選ばれた方法では素練りは後での他の成分の混入、および配合される組成物の押し出し可能性に対して必要不可欠であるからである。またR. Brzoskowski, J. L. およびB. Kalvaniにより推奨されるようにKunststoff誌、80巻(8号)(1990年)922頁以降には、ゴムの素練りを促進するために大気中の酸素の中で供給を行なうことが記載されている。
20

【0024】

この方法では、後で電子ビームによる交叉結合(EBC)を行ない、効率的な交叉結合の収率を得るためにはEBC促進剤として反応性物質を用いることが絶対に必要である。
30

【0025】

両方の方法共上記の特許に記載されているが、選ばれたEBC促進剤は高温ではやはり望ましくない化学的な交叉結合反応を起こす傾向があり、そのためある種の粘着剤樹脂の使用が制限される。

【0026】

二軸スクリュウ押し機で配合を行なうと、製品の温度が高くなることが避けられないために、接着剤組成物を交叉結合させるのに適した熱賦活性物質、例えば反応性の(随時八口ゲン化された)フェノール性樹脂、硫黄または硫黄供与体の交叉結合系を使用することが妨げられる。何故なら後で起こる化学的な交叉結合反応の結果、得られた圧感性接着剤組成物の被覆性が損なわれる程度に粘度が著しく増加するからである。
40

【0027】

要約すれば、公知の方法はすべてゴムを極端に著しく切断することを特徴としている。この組成物をさらに処理して自己接着性のテープにする場合、極端な交叉結合の条件が必要になり、特に得られた自己接着性のテープを高温で使用することに関し、用途の範囲が部分的に制限される結果になる。

【0028】

溶媒を用いないで重合体系を連続的に製造し加工する装置は多数知られている。通常の使用ではスクリュウ型の機械、例えば単軸スクリュウおよび二軸スクリュウ押し機が種々の付属品と共に種々の工程に使用される。しかし例えば捏加機とスクリュウ装置、または何か他の遊星ロール押し機との組合せを含む非常に広範な構造をもった連続的に操作さ
50

れる捏加機もこの目的に対して使用されている。

【 0 0 2 9 】

遊星ロール押し機はかなり以前から知られており、最初は主としてPVCのような熱可塑性プラスチックを例えばカレンダー掛け装置またはロール・ミルのような下手の装置に供給するのに用いられた。この押し機は材料の交換および熱の交換のための表面積が大きく更新され、それによって摩擦エネルギーが迅速かつ効率的に消費されるため、また滞在時間が短く、また滞在時間のスペクトルも狭いために、その用途は最近、特に特別な温度制御様式を必要とする配合工程にまで拡張されて来た。

【 0 0 3 0 】

製造業者に依存して、遊星ロール押し機は種々の設計および大きさのものが得られる。ロール・シリンダーの直径は所望の通過処理量に依存して典型的には70～400mmである。

10

【 0 0 3 1 】

遊星ロール押し機は一般に充填区画と配合区画をもっている。充填区画はすべての固体成分が連続的に供給されてくる輸送スクリューから成っている。輸送スクリューは次いで材料を配合区画へと送り出す。充填区画の区域を輸送スクリューと共に好ましくは冷却し、材料がスクリューに焼き付くのを防ぐ。別法としてスクリュー区域のない設計もあり、この場合材料は直接中央のスピンドルと遊星スピンドルとの間に供給される。しかし本発明の有効性に対してはこのことは重要なことではない。

【 0 0 3 2 】

配合区画は駆動される中央のスピンドルと多数の遊星スピンドルとから成り、遊星スピンドルはロール・シリンダーの内部で内部の螺旋状の歯車により中央のスピンドルの周りを回転する。中央のスピンドルの回転速度、従って遊星スピンドルの回転速度は変えることができ、従ってこれは配合工程を制御するための重要なパラメータである。材料は中央のスピンドルと遊星スピンドルとの間、或いは遊星スピンドルとロール区画の螺旋状の歯車との間を循環し、従って剪断エネルギーおよび外部からの加熱の影響により材料は分散して均一な配合物をつくる。

20

【 0 0 3 3 】

各ロール・シリンダーの中における遊星スピンドルの数は変えることができ、従って工程の要求に合わせる事ができる。スピンドルの数は遊星ロール押し機の内部の自由容積、並びにこの工程における材料の滞在時間に影響を与え、熱および材料の交換を行なうための表面積を決定する。導入された剪断エネルギーにより遊星スピンドルの数は配合の結果に影響を及ぼす。ロール・シリンダーの直径を一定とすれば、スピンドルの数が多いとそれぞれ均一化および分散が良好になり、或いは生成物の通過処理量が大きくなる。

30

【 0 0 3 4 】

中央のスピンドルとロール・シリンダーとの間に装着し得る遊星スピンドルの最大数は、使用するロール・シリンダーの直径および遊星スピンドルの直径に依存する。工業的規模の通過処理量を得るのに必要とされるようにロールの直径が比較的大きい場合、および/または遊星スピンドルの直径が比較的小さい場合、ロール・シリンダーには比較的多数の遊星スピンドルを装着することができる。ロールの直径D = 70mmの場合、典型的には最大7個の遊星スピンドルが使用され、他方例えばロールの直径D = 200mmの場合には10個、ロールの直径D = 400mmの場合には例えば24個の遊星スピンドルを使用することができる。

40

【 0 0 3 5 】

この点に関してはそれぞれドイツ特許出願及び実用新案(DE) 1 9 6 3 1 1 8 2 号、同 9 4 2 1 9 5 5 号、同 1 9 5 3 4 8 1 3 号、同 1 9 5 1 8 2 5 5 号、および同 4 4 3 3 4 8 7 号を参照されたい。これらの文献には遊星ロール押し機分野における従来法の概要が記載されている。

【 0 0 3 6 】

さらにドイツ特許出願(DE) 3 9 0 8 4 1 5 A 1 号には、遊星ロール押し機によ

50

りゴム混合物またはゴム状材料混合物の処理を行なう方法が記載されている。下手にある装置でさらに処理を行なう目的に対しては、予備バッチまたは仕上げ混合物を遊星ロール押し機で素練りし可塑化する。遊星ロール押し機で仕上げ混合物を製造する方法も記載されており、この場合には加硫系または他の成分を計量してゴムの予備混合物の中に加える。

【 0 0 3 7 】

本発明の目的は、非熱可塑性エラストマーをベースにした圧感性の自己接着性組成物を、溶媒を用いずに、また熱的に反応する成分を使用しまたは使用しないで連続的に製造することができ、また必要に応じ性質を損なうゴムの素練りを行なう必要なくライン上で該組成物を被覆し得る方法を提供することである。

10

【 0 0 3 8 】

この目的は特許請求の範囲の主要請求項に記載した方法によって達成される。従属請求項は本発明方法を有利に発展させる方法に関する。最後に本発明の概念には本発明方法によって製造される自己接着性テープも包含される。

【 0 0 3 9 】

従って本発明によれば、充填区画および配合区画を有する連続作動装置において、非熱可塑性エラストマーをベースにした自己接着性組成物を溶媒を用いず且つ素練りを行わずに連続的に製造する方法において、

a) 自己接着性組成物の固体成分、例えばエラストマーおよび樹脂を該装置の充填区画に供給し、随時充填剤、着色剤および/または交叉結合剤を供給し、

20

b) 自己接着性組成物の固体成分を充填区画から配合区画へと移動させ、

c) 自己接着性組成物の液体成分、例えば可塑剤、交叉結合剤および/または他の粘着性賦与剤の樹脂を、随時熔融した状態で、配合区画に加え、

d) 配合区画の中で均一な自己接着性組成物をつくり、

e) 自己接着性組成物を取り出すことを特徴とする方法が提供される。

【 0 0 4 0 】

連続操作装置として、配合区画が好ましくは少なくとも2個、特に好ましくは3個の連結したロール・シリンダーから成り、各ロール・シリンダーは1個またはそれ以上の別々の温度制御回路を有することができる遊星ロール押し機を用いることが特に有利である。

【 0 0 4 1 】

それ以外の点では通常の製造工程とは異なり、本発明方法における遊星ロール押し機においては、特に非熱可塑性のエラストマーの性質を損なうような素練りは行なわない。何故ならこの場合、これらのエラストマーは別々に高切断エネルギーを受けるのではなく、1種またはそれ以上の液体成分と一緒に処理されるからである。これらの液体成分は例えばオイルのような可塑剤、および切断エネルギーおよび/または外部からの熱の効果で配合工程中にだけ熔融する樹脂の両方を含んでいることができる。これらの液体成分が存在すると、ゴムの素練りを避けることができる程度に、即ちエラストマーの分子量の減少およびそれによって生じる高い配合温度を避け得る程度に摩擦エネルギーを制限することができる。

30

【 0 0 4 2 】

さらに、遊星ロール押し機は材料の交換および表面の更新が起こる極めて大きな区域を有しており、それによって摩擦エネルギーが迅速に消費でき、従って製品の温度が望ましくないほど高くなるのを防ぐことができる。

40

【 0 0 4 3 】

ロール・シリンダーの充填区画は、すべての固体成分が連続的に供給される輸送スクリューから成っている。ついで輸送スクリューにより材料は配合区画へ運ばれる。充填区画の区域をスクリューと一緒に冷却し、材料がスクリューに焼き付くのを防ぐことが好ましい。別法として、スクリュー区画のない設計もあり、この場合材料は中央のスピンデルと遊星スピンデルとの間に直接供給される。しかし本発明の有効性に対しこのことは重要ではない。

50

【 0 0 4 4 】

既に述べたように、遊星スピンドルの数は導入された剪断エネルギーにより配合の結果に影響を与え、ロール・シリンダーの直径を一定とすれば、多数のスピンドルを使用して均質化および分散を良好にするか、製品の通過処理量を多くすることができる。本発明に従えば、可能な遊星スピンドルの数の好ましくは少なくとも半分、特に好ましくは 3 / 4 を使用して、配合の品質対製造速度の割合を良好にすることができる。

【 0 0 4 5 】

本発明に対しては、少なくとも 2 個のロール・シリンダーを連結することにより配合区画を伸長した遊星ロール押し機を使用することが有利である。先ず、ゴムの素練りを避ける目的で摩擦を減少させる機素が存在しているにもかかわらず、この方法によってエラストマー成分を完全に蒸解し、経済的な通過処理量において所望の均一化および分散を行なうことができ、第 2 に好ましくは別々に温度制御されたロール・シリンダーを連結することにより、この工程の温度様式がバランスの取れたものになり、従って熱で賦活し得る交叉結合剤系を使用することができるようになる。

【 0 0 4 6 】

遊星ロール押し機の前方の配合区画ではロール・シリンダーは使用する樹脂の融点より高い温度に加熱することが有利であるが、後方の配合区画は冷却し製品の温度を下げることを有利である。この方法により自己接着性組成物の滞在時間を比較的高温において出来るだけ短く保ち、それにより自己接着性組成物の中に存在する熱的な交叉結合剤系の賦活を防ぐことができる。

【 0 0 4 7 】

勿論任意のロール・シリンダーは遊星スピンドルの数および種類によって異なった方法で装着することができ、従って特定の組成と処理の要求に合わせることができる。二つの連結されたロール・シリンダーの間には一般に進入リング (approach ring) が存在し、その自由断面を通過して中央のスピンドルが案内され、このリングによりロール・シリンダーの遊星スピンドルが固定した位置に保持される。進入リングは種々の自由断面積をもつことができ、これにより製品の保持量、従って充填量および / または剪断エネルギーの程度を変えることができ、工程の要求に合わせることができる。また進入リングには半径方向の孔が備えられ、これを通して流体、例えば可塑剤油または他の不活性ガス、例えば窒素、アルゴン、二酸化炭素などを遊星ロール押し機の配合区画に供給することができる。

【 0 0 4 8 】

中央のスピンドル、および各ロール・シリンダーは温度設定形式を変えるための一つまたはそれ以上の温度制御回路または冷却回路を有し、これによって熱により賦活される交叉結合剤の使用を可能にしている。この必要がない場合には連結されたロール・シリンダーの温度制御回路は温度制御回路の数を最小にするように互いに組み合わせられている。

【 0 0 4 9 】

本発明の目的に対しては、遊星ロール押し機の充填区画および中央のスピンドルは好ましくは加熱せずその代わりに冷却して材料が充填用スクリューに焼き付くのを防ぎ、接着組成物と効果的に熱交換を行なうようにしなければならない。

【 0 0 5 0 】

本発明方法においては、すべての固体成分、例えばエラストマー、充填剤および助剤、樹脂、老化防止剤等を一緒に計量して遊星ロール押し機の充填区画に入れる。これらの物質はそれぞれ別々の成分として、または一緒にした予備混合物として、或いは部分的な予備混合物として配合装置に加えることができる。成分が同様な供給形態をしているか、或いは同様な嵩比重をもっている場合には成分を計量して予備混合物にすることは特に適切であり、この方法で計量システムの数を最小にすることができる。予備混合物は例えば粉末混合機の中で簡単につくることができる。個々の固体成分の計量は通常的设计の容積計量系または重量計量系により適当に行なわれる。他の可能性としては、流体成分を加える場合、その一部、例えば可塑剤油だけを予備混合する場合がある。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 1 】

計量して加えられた材料は充填区画のスクリュューにより遊星ロール押し機の第1のロール・シリンダーの中へ送られる。各ロールのシリンダーの間で流体成分、例えば可塑剤油、柔らかい樹脂または樹脂熔融物を進入リングの孔を介して加えることができる。切断エネルギーの影響を受ける前に加えられる液の量は、これを用いてエラストマーの切断の程度および圧感性接着剤組成物の配合温度の両方に影響を与えることができる。例えば摩擦エネルギーが未だ何の影響も及ぼしていない時点において、即ち可塑剤を固体の予備混合物に加えるか、或いは可塑剤油を充填スクリュューと第1のロール・シリンダーとの間で連続的に計量して加える時点において液体の可塑剤を加えるならば、エラストマーの分子量の減少を特に低い程度にすることができる。また液体の成分をいわゆる分割供給の形で胴部の長さ全体に互って細分化することも可能であり、これはエラストマーの切断と製品の温度に関し工程を制御する他のパラメータである。

10

【 0 0 5 2 】

本発明方法によれば、高性能の自己接着性組成物が製造でき、特に下手の被覆および交叉結合装置と組み合わせて特別の価格上の利点を伴い高性能の自己接着性テープを製造することができる。

【 0 0 5 3 】

本発明方法は実質的に上記の工程から成っており、これらの工程は随時不活性ガスの雰囲気下で行ない酸化による重合体の劣化を防ぐことができる。

【 0 0 5 4 】

第1の工程においては、エラストマーおよび自己接着性の製造に必要な公知の助剤、例えば充填剤、老化防止剤、可塑剤および粘着性賦与剤を含む組成物を遊星ロール押し機の中で溶媒を用いないでつくる。この組成物は最終温度が150より、好ましくは130より低く、特に好ましくは70~110である。組成物の遊星ロール押し機中の全体としての滞在時間は3分を越えてはいけない。得られた高温熔融接着剤組成物の粘度は130、100rad/秒の切断測度の下で300~1500Pa秒、特に800~1200Pa秒である。

20

【 0 0 5 5 】

第2の工程は遊星ロール押し機中における配合工程と組み合わせて行なうことが有利であり、この工程中本発明によって製造された高温で熔融した圧感性の接着剤組成物を溶媒を用いないで被覆装置を使用してウェブの形の担体に被覆する。

30

【 0 0 5 6 】

自己接着性組成物の粘度に依存して、ウェブの形の材料を被覆するには種々の方法が適している。切断速度1rad/秒の下で粘度が最高5000Pa秒の自己接着性組成物が得られ、例えば比較的高い割合の可塑剤油を用いるか、或いは非熱可塑性エラストマーに熱可塑性エラストマーを加えることにより、遊星ロール押し機の下手にある押し機のダイス型によって被覆することができる。使用する好適な押し機のダイス型はコートハンガーマニホールダイス型である。ウェブの形の材料の上に規定された区域全体に互り被覆を行なうためには、ダイス型の中に入れる前に、自己接着性組成物に揮発分除去処理を行なうことが有利であり、これは遊星ロール押し機の中で配合工程を行なう際に不活性ガスを使用する場合には特に重要である。

40

【 0 0 5 7 】

本発明方法に従えば、揮発分除去処理は、パイプラインおよび被覆用のダイス型の圧力低下を同時に克服することができるスクリュュー装置中において減圧を作用させることによって行なわれる。この目的に対しては、圧力制御系が付加され、従って被覆組成物の被覆量の変動範囲を非常に低くしてウェブの形の材料に被覆し得る単軸スクリュュー押し機が特に好適である。

【 0 0 5 8 】

本発明方法によって製造される自己接着性組成物を用いてウェブの形の単体材料を被覆する他の可能性は、好ましくは3個、特に好ましくは4個の被覆ロールから成るローラ被

50

膜被覆装置または多重ロール被膜カレンダー掛け装置を用いる方法であり、自己接着性組成物はそれが1個またはそれ以上のロールのニップを通った後ウエップの形の材料へと輸送される際に成形されて所望の厚さになる。この被覆方法は自己接着性組成物の粘度が1rad/秒の剪断速度の下で5000Pa秒を越える場合に特に好適である。何故ならこの場合押し出し機のダイス型を用いる被覆法では、被覆される組成物の量に関し必要な精度が得られないからである。

【0059】

被覆すべきウエップの形の担体材料の性質に依存して、同方向回転方式または反対方向回転方式によって被覆を行なうことができる。

【0060】

ローラ被膜被覆装置または多重ロール被覆カレンダー掛け装置での被覆は温度が100よりも低い場合に可能であり、熱で賦活され得る交叉結合剤を含む自己接着性組成物でさえも被覆することができる。被覆された接着剤組成物の中に気泡をなくす機会を増大させる目的のために、遊星ロール押し出し機と被覆装置との間に真空による揮発分除去装置、例えば真空室、揮発分除去押し出し機等を装着することができる。

【0061】

第3の工程において組成物の製造と被覆とを組み合わせ、担体上の自己接着性組成物をイオン化用の放射線、例えば電子ビームによって交叉結合させ、得られる自己接着性テープを、剪断に対して抵抗性をもたせ温度に対して安定にすることが有利である。紫外線も交叉結合に使用することができ、この場合には自己接着性組成物に適当な紫外線促進剤を加えなければならない。

【0062】

さらに性能を改善するためには、或いはEBC感受性の担体の場合には、熱により賦活し得る交叉結合剤を用い温度の効果により交叉結合を行なうことができる。

【0063】

この目的に対して必要な圧感性の高温熔融接着剤組成物の加熱は、公知技術を用い、特に高温のダクトを用いるか、または赤外線ランプを用いるか、或いは高周波交流電磁場、例えばHF波、UHF波またはマイクロ波によって行なうことができる。

【0064】

圧感性の高温熔融接着剤組成物の交叉結合はさらにイオン化放射線および熱により賦活し得る交叉結合剤を組み合わせることで行なうことができる。

【0065】

結果として、溶媒を用いた方法で製造される同様な自己接着性組成物の性質と同等な性質をもった、剪断に対して高度の抵抗性を有する圧感性の自己接着性組成物が得られる。

【0066】

本発明方法を用いれば、実質的に例外なく、ゴムをベースにした自己接着性組成物の文献に記載されたすべての公知の成分を溶媒を用いずに処理することができる。

【0067】

非熱可塑性エラストマーは天然ゴムまたは合成ゴムから成る群から選ばれるか、或いは天然ゴムおよび/または合成ゴムの配合物から成っていることが有利であり、天然ゴムまたは合成ゴムは所望の純度および粘度のレベルに依存して、原則として入手可能な品質、例えばクレープ(creepe)級、RSS、ADS、TSRまたはCV級から選ぶことができ、合成ゴムは不規則に共重合したスチレン-ブタジエンゴム(SBR)、ブタジエンゴム(BR)、合成ポリイソプレン(IR)、ブチルゴム(IIR)、ハロゲン化されたブチルゴム(XIIR)、アクリレートゴム(ACM)、エチレン酢酸ビニル共重合体(EVA)およびポリウレタンおよび/またはそれらの配合物から成る群から選ぶことができる。

【0068】

エラストマー全体の含量に関し10~50重量%の割合で熱可塑性エラストマーを非熱可塑性エラストマーに加えて処理性を改善することも好適である。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 9 】

この点に関し代表的なものとしては、特に高度の相容性をもったスチレン - イソプレン - スチレン (S I S) およびスチレン - ブタジエン - スチレン (S B S) 級のものを挙げる
ことができる。

【 0 0 7 0 】

使用できる粘着性賦与剤の樹脂は例外なく現在公知の文献に記載された粘着性賦与剤樹脂
である。代表的なものとして挙げるべきものにはロジン、その不均化、水素化、重合化、
およびエステル化した誘導体および塩、脂肪族および芳香族炭化水素樹脂、テルペン樹脂
およびテルペン - フェノール樹脂が含まれる。これらの樹脂および他の樹脂の任意所望の
組合せを使用し、得られる接着剤組成物の性質を所望の性質に合うように調節すること
ができる。現時点の知識については特に Donatas Satas の「 Handbook
of Pressure Sensitive Adhesive Technology 」 (van Nostrand 社、1989年発行) を参照されたい。

10

【 0 0 7 1 】

使用可能な可塑性剤はすべて接着テープの技術として公知の可塑性物質である。この中には
特にパラフィン油およびナフテン油、(官能基をもった)オリゴマー、例えばオリゴブタ
ジエンおよびオリゴイソプレン、液体のニトリルゴム、液体のテルペン樹脂、動物油およ
び植物油並びに脂肪、フタレート、および官能基をもったアクリレートが含まれる。

【 0 0 7 2 】

熱で賦活し得る化学的な交叉結合剤に対しては、本発明方法ではすべての公知の熱で賦活
し得る化学的交叉結合剤、例えば促進された硫黄または硫黄供与系、イソシアネート系、
反応性メラミン樹脂、フォルムアルデヒド樹脂、および(随時ハロゲン化された)フェノ
ール - フォルムアルデヒド樹脂、および/または反応性フェノール樹脂、または対応する
賦活剤を加えたジイソシアネート交叉結合系、エポキシ化されたポリエステル樹脂および
アクリレート樹脂、およびこれらの組合せを使用することができる。

20

【 0 0 7 3 】

交叉結合剤は好ましくは 50 よりも高い温度、特に 100 ~ 160 の温度、極めて好
ましくは 110 ~ 140 の温度で賦活される。

【 0 0 7 4 】

また交叉結合剤の熱的な励起は赤外線または高エネルギー交流電磁場で行なうことが
できる。

30

【 0 0 7 5 】

さらにウェッジの形の材料の少なくとも片側に自己接着性の組成物を被覆することにより
、該圧感性の高温熔融接着剤組成物を用いて製造された自己接着性テープも本発明の概念
に包含される。

【 0 0 7 6 】

接着テープの意図された用途に従って、本発明により処理され製造される自己接着性組成
物のための適当なウェッジの形をした担体材料はすべて、その被覆側に適当な化学的また
は物理的な表面処理が施され或いは施されておらず、また反対側には接着防止用の物理的
処理または被膜が施され或いは施されていない公知の担体である。例えばクレープ処理を
施されまたは施されていない紙、ポリエチレン、ポリプロピレンおよび一軸または二軸配
向性のポリプロピレン・フィルム、ポリエステル、PVC および他のフィルム、例えばポ
リエチレンおよびポリウレタンからつくられたウェッジの形の発泡体材料、織物、編物、
および不織布を挙げる
ことができる。最後に、ウェッジの形の材料は両側に接着防止用の
被膜が施された材料、例えば剥離紙または剥離フィルムであることができる。ウェッジの
形の材料の上の自己接着性組成物の厚さは 10 ~ 2000 μm 、好ましくは 15 ~ 150
 μm であることができる。

40

【 0 0 7 7 】

最後に、本発明の自己接着性組成物は剥離紙の上に 800 ~ 1200 μm の厚さで被覆す
ることができる。この種の接着剤組成物の層は、特に交叉結合後において、裏張りのない

50

両面自己接着テープとして種々の用途に使用することができる。

【0078】

本発明に従えば、素練りをしないエラストマーの高い分子量のために、圧感性接着剤組成物を交叉結合させないですませるか、或いは本発明方法で製造された接着テープを高温で使用できるようにするのに効果的な交叉結合をこの目的のための促進剤を必要としないで高エネルギー放射線によって行ない得るようににする可能性が初めて提供される。さらに温度範囲を低いレベルに保った結果として、非熱可塑性エラストマーをベースとした自己接着性組成物を溶媒を用いないで製造する場合に、熱によって賦活し得る交叉結合剤を初めて使用することができる。

【0079】

本発明方法により製造される自己接着性組成物は剪断に対し高度の抵抗性をもっている。使用するゴムは素練りを行なわれておらず、個々の工程において解重合過程が起こるが、自己接着性組成物の性質を永久的に損なうものではない。さらにこれらの過程は本発明方法の結果制限され、制御可能になっている。

【0080】

下記実施例により本発明をさらに詳細に例示する。これらの実施例は本発明を限定するものではない。

【0081】

下記に使用した試験法について簡単に説明する。

【0082】

組成物の接着強度（剥離強さ）はA F E R A 4001号により決定した。

【0083】

試験した接着剤組成物の剪断強さはP S T C 7（保持力）に従って決定した。与えられたすべての値は10Nまたは20Nの表記の荷重をかけ室温において20×13mm²の接合区域について決定した。結果は分単位の保持時間として報告される。

【0084】

下記実施例においてはE N T E X R u s t & M i t s c h k e社の遊星ロール押し機を使用した。ロール・シリンダーの直径は70mmであり、長さは400～1200mmの間で変化している。図1に下記実施例に使用した遊星ロール押し機の1種を示す。

【0085】

この遊星ロール押し機は充填区画（2）および直列に配置された3個のロール・シリンダー（5a～5c）から成る配合区域（5）をもっている。1個のロール・シリンダーの内部では中央のスピンダル（6）の回転により駆動される遊星スピンダル（7）によって中央のスピンダル（6）と遊星スピンダル（7）との間および遊星スピンダル（7）とロール・シリンダー（5a～5c）の壁との間で材料が交換される。中央のスピンダル（6）の回転速度を毎分最高110回転まで無段階で調節した。

【0086】

各ロール・シリンダー（5a～5c）の端には遊星スピンダル（7）を固定した場所に保持している進入リング（8）がある。

【0087】

充填ポート（1）により溶媒を含まない自己接着性組成物のすべての固体成分、例えばエラストマー、樹脂、充填剤、酸化防止剤等は計量された遊星ロール押し機の充填区画（2）の輸送用スクリュウ（3）へ加えられる。次いでこの輸送用スクリュウ（3）により材料は第1のロール・シリンダー（5a）の中央のスピンダル（6）へと送られる。中央のスピンダル（6）と遊星スピンダル（7）との間の材料の取り込みを改善するために、第1のロール・シリンダー（5a）の中では異なった長さの6個の遊星スピンダル（7）が交互に使用されている。

【0088】

内部が中空になった輸送用のスクリュウ（3）および中央のスピンダル（6）は互いに非

10

20

30

40

50

積極的な方法で (non-positively) 連結され、共通の温度制御回路をもっている。配合区画 (5) の各ロール・シリンダー (5a ~ 5c) は二つの別々の温度制御回路をもっている。充填区画 (2) はさらに他の温度制御回路によって冷却されている。使用した温度制御用の媒体は加圧された水であり、15 ~ 18 の水により冷却を行なった。

【0089】

第1のロール・シリンダー (5a) の前方にある注入リング (4) によるか、および/または孔を備えた進入リング (8a, 8b) を用いるか、或いは両者を組み合わせて可塑性油および/または交叉結合剤のような液を別々に計量して加えた。

【0090】

自己接着性組成物の温度は製品の取り出し点 (9) の所にあるプローブにより決定した。

【0091】

さらに他の添付図面を参照して下記に本発明方法を例示する。これらの説明は本発明を限定するものではない。

【0092】

図2を参照すれば、自己接着性組成物のストランド (11) は上手の装置、好ましくは遊星ロール押し機から輸送用の押し機 (12) に入る。この押し機 (12) の中で真空を用い孔 (16) を介して自己接着性組成物は空気を除去され、コートハンガーマニホールドをもった被覆ノズル (13) の中に送られ、このノズルにより自己接着性組成物は冷却ロール (14) の上を走行している担体材料 (15) に被覆される。

【0093】

図3は特に有利な具体化例の全工程の概観図である。第1の工程においては自己接着性組成物 (28) は遊星ロール押し機 (21) の中で配合される。仕上げられた自己接着性組成物 (28) は熔融ポンプ (22) へ送られ、これによって自己接着性組成物 (28) はロール被覆装置へ移される。

【0094】

不活性ガス雰囲気下で配合した後、気泡を含まない自己接着性組成物 (28) を得る目的で熔融ポンプ (22) とロール被覆装置の間に揮発除去用の押し機 (23) が配置されている。ロール被覆装置は計量用のロール (24)、担体材料 (29) 上の自己接着層 (28) の厚さを決定する被覆棒ロール (25)、および移送ロール (26) によりつくられている。最後に重ね合わせロール (27) の上で自己接着性組成物 (28) および担体材料 (29) は一緒にして積層品 (30) にされる。

【0095】

(実施例)

対照例 1 ~ 3

非熱可塑性エラストマーをベースにした自己接着性組成物を溶媒を用いないで製造する本発明方法に対し、多数のロール・シリンダーを直列に使用した場合に得られる通過処理量についての遊星ロール押し機の効率を対照例 1 ~ 3 により示す。使用した遊星ロール押し機は原理的には図1に示したものである。それぞれ1個、2個または3個のロール・シリンダーをもち、各ロール・シリンダーには6個の遊星スピンドルが装着され、各ロール・シリンダーの間に自由断面が44mmの進入リングを有する遊星ロール押し機を、同じ組成物を用い、他の点では条件を一定にして動作させた。中央のスピンドルの回転速度は毎分100回転に設定した。各形態の遊星ロール押し機に対して均一な配合物が得られるまでの製造速度 (Q_{max}) を決定した。

【0096】

対照例 1 ~ 3 では組成物 A を使用した。これらの対照例および以後のすべての実施例において、非熱可塑性エラストマーは平均粒径が8mmの粒状物の形で使用した。この粒状物を計量可能な状態に保つためにタルクで処理した。この粒状物は P a l l m a n n 社の切断用のミルを用いてつくった。

【0097】

10

20

30

40

50

【表 1】

例示用の組成物A

A	成分	重量割合 [phr]
	NR 空気乾燥シート	100
	酸化亜鉛, 活性	11.4
	Escorez 1202 ®	43.6
	Dercolyte S115 ®	20
	樹脂 731 D ®	50.9
	Ondina G 33 ®	8
	Lowinox AH 25 ®	2.5
	合計	236.4

10

【0098】

この組成物のすべての成分を使用して50gの粉末混合機の中で予備混合物をつくり、これを容積計量系を介して計量し遊星ロール押し機の充填区画に加えた。中央のスピンデルおよび充填区画の温度制御回路(TK1およびTK2)を水で冷却し、各ロール区画を100に加熱した。得られた最高製造速度をロール・シリンダーの数の関数として下記の表に掲げる。

20

【0099】

【表 2】

対照例	ロール・シリンダーの数	Q_{max} [kg/時間]
1	1	45
2	2	62
3	3	83

30

【0100】

実施例 4

紙の裏張り材を取付たマスキング・テープを製造するために、上記対照例1~3の組成物Aを使用した。この組成物は対照例3と同様にして遊星ロール押し機でつくった。組成物の取り出し温度は112であった。

40

【0101】

この方法で得た接着剤組成物を、つくった直後に、僅かにクレープ処理された紙の裏地の上に層の厚さ40 μ mで被覆した。この紙の裏地は坪量が68g/m²であり、標準的な工業的方法で含浸を行ない公知の剥離層および下塗り層を取付けたものである。この接着剤組成物をFarrel社の4-ロール・カレンダー掛け被覆装置を用い、被覆幅1200mmで単軸スクリュウ輸送用押し機を通して組成物を供給して動作させ被覆した。被覆は同期的に行なった。即ち接着剤を第3のカレンダー掛けロールによってクレープ処理した紙へ移送し、第3のロールがウエップを案内する接触ロール(ゴム)の助けを借りて

50

接着剤の被覆量を決定するようにした。

【0102】

輸送用押し出し機から出る接着剤を速度を変えてコンベヤ・ベルトによりカレンダー掛け装置の上方のロールのニップの中に送り込む。カレンダー掛け装置の2個の上方のロールの間につくられたニップにより組成物を予備計量し、これによって厚さ約2～3cmの接着剤フィルムをつくる。この予備成形した組成物のフィルムを第3のロールによって取り出し、第3のロールに関してつくられたニップにより組成物の所望の用途に適した形に成形する。第3のロールは基質への移送を行なうが、基質は接触ロールによってウェブの速度で同期して案内される。

【0103】

ロールの間では6：1の割合の速度差が着けられている。すべてのロールは温度が113に制御されている。被覆速度は150m/分であった。

【0104】

この方法で得られた接着テープは接合強度が3.5N/cm、剪断保持時間(10N)が1000分より長く、短期間における熱安定性が最高80であるマスキング・テープとして適している。

【0105】

冷却後、このようにして得られた接着テープに被覆された接着剤組成物を、電子ビームによって交叉結合させた。TuebingenのPOLYMER PHYSIK社の走査加速器を用い、加速電圧175kV、放射量20kGyで照射を行なった。

【0106】

接合強度を変えずに同じ方法で測定した剪断保持時間(10N)は5000分よりも大きな値に増加し、得られたテープは短期間における熱安定性が最高120であるマスキング・テープとして適している。

【0107】

実施例 5

紙の裏地を用いた高温用のマスキング・テープを下記の例示用の組成物Bを用いてつくった。

【0108】

【表3】

10

20

30

例示用の組成物B

B	成分	重量割合 [phr]
	NR 空気乾燥シート	100
	酸化亜鉛, 活性	11.4
	ステアリン酸	1.1
	Escorez 1202 ®	20
	Dercolyte S115 ®	43.6
	樹脂 731 D ®	50.9
	Ondina G 33 ®	8
	Lowinox AH 25 ®	2.5
	Rhenogran S 80 ®	3.1
	Rhenogran ZEPC 80 ®	4.4
	Rhenocure HX ®	0.5
	合計	245.5

10

20

【0109】

図1に示したような3個のロール・シリンダーを有する遊星ロール押し機中で組成物をつくった。第1のロール・シリンダーには6個の遊星スピンドルが装着され、第2および第3のロール・シリンダーにはそれぞれ7個が装着されている。中央のスピンドルに対して選ばれた回転速度は110rpmであった。

【0110】

温度制御回路1~3および7~8は18の冷却水を用いて動作させ、温度制御回路4~6は95に加熱した。組成物の取り出し温度は99であった。

30

【0111】

すべての成分を予備混合し、この予備混合物を毎時66kgの速度で連続的に計量して遊星ロール押し機の充填区画に加えた。

【0112】

製造工程の直後に、この方法で得られた接着剤組成物を層の厚さ55μmで坪量が85g/m²の中程度にクレープ処理された紙の裏地に被覆した。この紙の裏地は前以て標準的な工業的方法により含浸され、公知の剥離層および下塗り層が取付られたものである。

【0113】

実施例4と同様に作業幅500mmで接着剤組成物を被覆した。すべてのロールは113に温度制御した。被覆速度は毎分60mであった。

40

【0114】

冷却後、この方法で得られた接着剤テープに被覆された接着剤組成物を実施例4と同様にして電子ビームにより交叉結合させた。照射量は25kGyであった。

【0115】

この方法で得られた接着テープは接合強度が4.5~5N/cm、剪断保持時間(10N)が10,000分より長く、短期間における熱安定性が最高140のマスキング・テープとして適している。

【0116】

50

実施例 6

実施例 5 でつくられた接着テープの接着剤を、電子ビームを用いずに、温度をかけて化学的に交叉結合させた。

【0117】

加硫用のトンネルを用い滞在時間を 120 で 4 分間として交叉結合を行なった。

【0118】

この方法で得られたテープの温度安定性は 160 に増加した。

【0119】

実施例 7

下記の例示用の組成物 C を用いフィルムをベースにした包装用テープの試作品をつくった

10

【0120】

【表 4】

例示組成物C

C	成分	重量割合 [phr]
	SMR L	100
	Dercolyte S 115 ®	104
	ASM Lowinox AH 25 ®	2
	合計	206

20

【0121】

上記成分を容積計量系を通して連続的ではあるが別々に遊星ロール押し機の充填区画に供給する。その他の処理パラメータは実施例 4 と同じである。製品取り出し温度は 122 と測定された。

【0122】

製造工程の直後に、この方法で得られた接着剤組成物を層の厚さ 20 μm で工業的な標準品である 30 μm の BOPP フィルムに被覆した。このフィルムにはイソシアネートをベースにした工業的な標準品の下塗層並びにカーバメートをベースにした工業的な標準品の剥離層が取付られている。

30

【0123】

輸送用の押し機から出てくる接着剤組成物を曲げ剛性をもった 2 - ロールの被覆装置を用いて被覆する。接着剤フィルムは下塗りしたフィルムの側に直接被覆した。被覆する厚さに対応する被覆先端部は第 1 および第 2 のロール、およびウエップ案内用被覆ロールの間につくられている。第 1 のロールの温度を 100 に制御し、ウエップ案内用ロールは 90 に温度制御した。輸送用押し機から出てくる接着剤組成物の温度は 120 であった。被覆は毎分 50 m の速度で行なった。

40

【0124】

この方法で得られた接着テープの接合強度は 3 ~ 4 N / cm、剪断保持時間 (20 N) は 10,000 分より長く、包装用の接着テープとして適していた。

【0125】

実施例 8

下記の例示用組成物 D を使用してフィルムを裏地にした両面接着テープを製造した。

【0126】

【表 5】

例示組成物D

D	成分	重量割合 [phr]
	ゴム ADS	100
	Dercolyte S 115 ®	104
	Sunpar Oil 2280 ®	2
	ASM Lowinox AH 25 ®	2
	合計	208

10

【0127】

この組成物は実施例7と同様にして製造した。さらに第1のロール・シリンダーの上手にある注入リングを介して膜ピストンポンプを用い可塑剤を連続的に計量して加えた。製品の取出し温度は105 と測定された。製造速度は毎時68kgであった。

【0128】

製造工程の直後に、この方法で得られた接着剤組成物を層の厚さを $2 \times 40 \mu\text{m}$ にして市販の $38 \mu\text{m}$ のE-PVCフィルムの両面に被覆した。

20

【0129】

実施例5記載の被覆装置を用いて被覆を行なった。接着剤組成物は反対のモードで間接的にE-PVCフィルムに被覆した。輸送ロールをウェブの85%の速度で作動させた。ロール1およびロール2はそれぞれ100 および80 の温度に制御した。ウェブ案内用ロールの温度は30 に制御した。冷却直後に接着剤の側を両面シリコン紙でライニングする。次にこのアSEMBリーを第1の側と同じ方法で被覆し、ロールに巻取る。

【0130】

この方法で得られた接着テープの接合強度は 7.5 N/cm 、剪断保持時間(10N)は5000分より長く、広い範囲の用途、例えば印刷工業において版を接着剤で接合する場合のような両面接着テープとして適している。

30

【0131】

実施例 9

下記の例示用組成物Eを用い織物の裏地を有する絨毯配置用両面テープをつくった。

【0132】

【表6】

例示用組成物E

E	成分	重量割合 [phr]
	SMR L	100
	Escorez 1202 ®	55
	Dercolyte S 135 ®	55
	Wingtack 10 ®	15
	酸化亜鉛 Harzsiegel ®	22
	ASM Lowinox AH 25 ®	2
	合計	247

10

【0133】

この組成物は、実施例5に記載した形の遊星ロール押し機を用い、中央のスピンドルの回転速度を95rpmにしてつくった。液体を計量する目的で第1および第2のロール・シリンダーの後にある進入リングに半径方向の孔を取付た。この実施例において進入リングの自由断面はそれぞれ46および44mmである。

20

【0134】

温度制御回路4~6によりロール・シリンダーを105に加熱し、温度制御回路1~3および7~8は温度15の水で冷却した。

【0135】

EscorezおよびDercolyte樹脂以外、組成物の成分を別々の容積計量系で計量する。この2種の樹脂は予め粉末混合機の中できり、次いで計量を行なった。粘稠な柔らかい樹脂Wingtack 10は計量を容易にするために予め60に加熱し、第1のロール・シリンダーの上手において電氣的な加熱を伴うパイプラインによって注入リングの中に計量して加える。使用した計量ポンプは二重作用を行なうピストンをもった計量ポンプであり、その受器は加熱され断熱されたジャケットを有し、その温度は60に制御されている。製品取り出し温度は109と測定された。製造速度は毎時65kgであった。

30

【0136】

このようにして得られた接着性組成物を、製造工程の直後に、層の厚さを2×120μmにして市販の紡績レーヨン(糸の密度19/17)の織物の両側に被覆した。

【0137】

移動被覆法によって織物の裏地をもった絨毯配置用の両面テープをつくった。実施例4の方法により両面をシリコン処理した剥離紙に直接厚さ120μmで被覆した。積層化ステーションにより市販の粗く紡績したレーヨン繊維布を積層化し、第2の操作としてこのアSEMBリーの露出した側に直接120μmの接着剤を被覆した。接着剤組成物の温度は103であった。被覆ロールの温度は90に制御した。粗い紡績したレーヨン繊維布を加熱した積層化ステーションにより供給し、シリコンが被覆された表面をもつ第1の積層化ロール、および第2のウエップ案内用積層化ロールの温度を80に制御する。被覆は毎分30mの速度で行なった。

40

【0138】

この方法で得られた接着テープは接合強度が7N/cmよりも大きく、剪断時保持時間(10N)は200分よりも長かった。この接着テープは種々の目的、特に絨毯を敷く場合の両面接着テープとして適している。

50

【 0 1 3 9 】

実施例 1 0

下記の例示用組成物 F を用い異なった織物の裏地を有する汎用の接着テープをつくった。

【 0 1 4 0 】

【表 7】

例示用組成物F

F	成分	重量割合 [phr]
	SMR L	70
	Cariflex IR 305 ®	30
	Escorez 1202 ®	55
	Picco 5120 ®	55
	Wingtack 10 ®	50
	Sunpar Oil 2280 ®	15
	ZnO Harzsiegel ®	50
	ASM Butyl Zimate ®	2
	合計	325

10

20

【 0 1 4 1 】

実施例 9 と同じ実験工程を用い自己接着性組成物をつくった。

【 0 1 4 2 】

2 種の固体の樹脂、2 種の粉末成分および 2 種のエラストマーからそれぞれ予備混合物をつくり、容積計量装置によりこれらの予備混合物を遊星ロール押し機の充填区画に別々に加えた。膜ピストンポンプにより第 1 のロール・シリンダーの上手にある注入リングを介して可塑剤油を加え、60 に予熱した柔らかい樹脂を第 1 のロール・シリンダーの下手にある進入リングを介して二重動作ピストン計量ポンプにより加えた。すべての成分は製造速度が毎時 6 2 k g になるように計量した。製品取り出し速度は 1 0 5 であると計測された。

30

【 0 1 4 3 】

この方法で得られた接着剤組成物を層の厚さ 1 2 0 μ m で、8 0 μ m のポリエチレン層が積層化されている糸の密度が 2 2 / 1 0 のポリエステル / 綿配合物の繊維布に被覆した。この繊維布は反対側に工業的な標準品のカーバメート剥離用ワニスが付着している。

【 0 1 4 4 】

実施例 4 の方法により汎用の繊維布を裏地にしたテープをつくった。この場合紙を裏地にしたウェブの代わりに、ポリエステル / 綿配合物の繊維布およびポリエチレン・フィルムを接触ロールの上で案内し、ロールにより被覆を行なうカレンダー掛け装置によって成形された厚さ 1 2 0 μ m の接着層をポリエステル / 綿配合繊維布の上に被覆した。被覆は作業幅 1 2 0 0 mm において毎分 1 5 5 m の速度で行なった。被覆ロールは 6 : 1 の比で動作させた。この方法でつくられたテープは接合強度が 5 N / c m よりも大きく、極めて広い範囲の目的に使用される汎用の接着テープとして適している。

40

【 0 1 4 5 】

実施例 1 1

例示用組成物 G を用いて接着剤組成物をつくった。

50

【 0 1 4 6 】

【表 8】

例示用組成物G

G	成分	重量割合 [phr]
	SMR L	100
	スチアリン酸	1.1
	Escorez 1202 ®	55
	Dercolyte S 135 ®	55
	Wingtack 10 ®	15
	Zinkoxyd aktiv ®	22
	ASM Lowinox AH 25 ®	2
	Rhenogran S 80 ®	4.4
	Rhenogran ZEPC 80 ®	4.4
	Rhenocure HX ®	0.6
	合計	259.5

【 0 1 4 7 】

この接着剤組成物は3個のロール・シリンダーを有する図1に示した遊星ロール押出し機に図5に示した遊星スピンドルを装着して製造した。中央のスピンドルの回転速度は100rpmに設定した。

【 0 1 4 8 】

熱的な交叉結合剤を含む自己接着性組成物をつくるためには、温度制御回路1～3および7～8を16℃の冷却水で作動させ、温度制御回路4～5を110℃に加熱し、温度制御回路6を95℃に加熱した。この温度設定で組成物の取出し温度は98℃になった。

【 0 1 4 9 】

すべての固体成分を一緒にして計量可能な予備混合物にし、これを連続的に計量して遊星ロール押出し機の充填区画に供給した。液体の樹脂Wingtack 10はピストン計量ポンプによって実施例9と同様に予熱した形で加えた。熱的な交叉結合剤Rhenocure HXの高温における滞在時間をできるだけ短くするために、この交叉結合剤は第2の進入リングを介して、即ち第3のロール・シリンダーの上手において、臙動ポンプにより連続的に計量して加えた。この実施例においては毎時75kgの製造速度で操作を行なった。

【 0 1 5 0 】

この方法で得られた接着剤組成物を、製造工程の直後において、両側に剥離被膜をもった通常の剥離紙に層の厚さ1000μmで被覆した。

【 0 1 5 1 】

実施例7の方法により、両面にシリコーン処理を施した剥離紙に厚さが1000μmになるように直接被覆した。

【 0 1 5 2 】

次いで加硫用のトンネルの中で有効滞在時間を4分/80℃にして交叉結合を行なった。

【 0 1 5 3 】

10

20

30

40

50

この方法で得られた被覆された剥離紙は種々の用途に使用できる両面接着テープである。例えば組み立て助材として、接合すべき部品または彫像の自己接着処理に、また接着フィルムを他の担体に転写するのに使用することができる。

【0154】

実施例 1 2

織物の裏地をもった絨毯配置用の両面テープを下記の例示用組成物 H を用いてつくった。

【0155】

【表 9】

例示用組成物 H

H	成分	重量割合 [phr]
	ゴム ADS	100.0
	Hercrez C	54.9
	Escorez 1202	41.4
	可塑剤 Nipol	17.5
	酸化亜鉛, 活性	7.5
	Siltin Z 86	24.7
	スチレン酸	1.0
	ASM Lowinox AH 25	2.5
	合計	249.5

【0156】

この自己接着性組成物は、3個のロール・シリンダーを有する図 1 に示した遊星ロール押し機に図 5 に示した遊星スピンドルを装着して製造した。中央のスピンドルの回転速度を 110 rpm に設定して遊星ロール押し機を動作させた。

【0157】

温度制御回路 1 ~ 3 および温度制御回路 8 を 16 の冷却水で作動させた。温度制御回路 4 ~ 5 を 120 に加熱し、温度制御回路 6 ~ 7 を 100 に加熱した。これにより組成物の温度は遊星ロール押し機の出口の所で 112 になった。

【0158】

実施例 1 1 と同様にして、すべての固体成分を一緒にして計量可能な予備混合物にし、これを連続的に計量して遊星ロール押し機の充填区画に供給した。粘稠な可塑剤 N i p o l は計量を容易にするために 75 に予熱し、第 2 のロール・シリンダーの上手にある進入リングを介して実施例 9 記載の二重動作ピストン計量ポンプを用いて加えた。確立した製造速度は毎時 81 kg であった。

【0159】

転写被覆法を用い、この接着剤組成物を、厚さ 1000 μm 、密度 95 kg/m^3 の市販のポリエチレンをベースにした発泡体材料の両面に $2 \times 55 \text{ g}/\text{m}^2$ の厚さで被覆した。

【0160】

織物の裏地を有する絨毯配置用の両面テープが製造された。両面にシリコーン処理を施した剥離紙を実施例 8 の方法により 55 μm の厚さで直接被覆した。積層化ステーションにおいてポリエチレンの発泡体を積層化し、第 2 の操作としてこのアSEMBリーの露出した側に同様にして直接 55 μm の接着剤を被覆した。接着剤組成物の温度は 100 であっ

10

20

30

40

50

た。被覆ロールの温度は90℃に制御した。ポリエチレン発泡体材料を加熱した積層化ステーションによって供給し、シリコン処理を行なった表面を有する第1の積層化ロールおよび第2のウェブ案内用の積層化ロールの温度を80℃に制御した。被覆は毎分30mの速度で行なった。

【0161】

この方法で得られた接着テープは接合強度が3.5N/cmよりも大きく、剪断保持時間(10N)は250分よりも長かった。このものは許容度補償性および防振性をもつ両面接着テープとして広範囲の用途に適している。

【図面の簡単な説明】

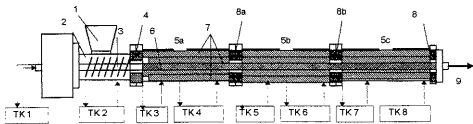
【図1】 実施例に使用した遊星ロール押し出し機の1種を示す図。

10

【図2】 上手の装置、好ましくは遊星ロール押し出し機から担体材料の上の被覆点まで自己接着性組成物を取り出す経路を示す図。

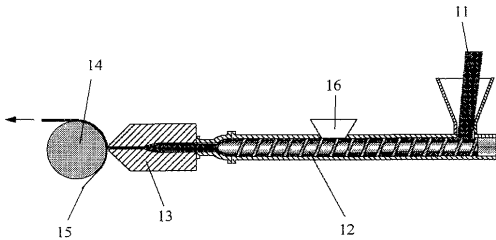
【図3】 特に有利な具体化例の全工程の概観図。

【図1】



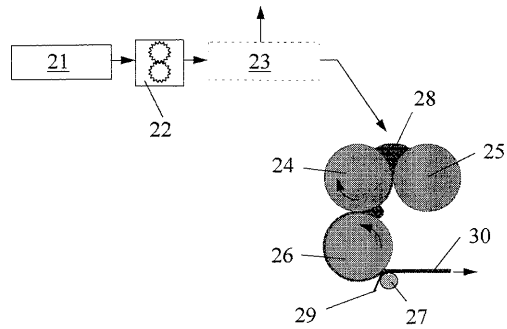
Figur 1

【図2】



Figur 2

【図3】



Figur 3

フロントページの続き

- (72)発明者 ヒルシュ,ラルフ
ドイツ・デー - 2 5 4 5 1 クイツクボルン・フィンケンベーク 2
- (72)発明者 ライデツカー,ハイコ
ドイツ・デー - 2 3 7 3 0 ノイスタット・クライエンレッツダー 1 0 0
- (72)発明者 マツソウ,クラウス
ドイツ・デー - 2 2 3 9 1 ハンブルク・ザゼラーシヨセー 5 5
- (72)発明者 シュテール,ヨヘン
ドイツ・デー - 3 0 1 7 9 ハノーバー・トレプトウベーク 8

審査官 川端 康之

(56)参考文献 特開平 1 1 - 2 1 6 7 6 4 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B29C47/00-47/96

C09J5/00

C09J7/02