(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2008-508367
(P2008-508367A)
(43)公表日　平成20年3月21日(2008.3.21)

| (51)Int.Cl. | | F I | | テーマコード（参考） |
|---|---|---|---|---|
| C08L 101/02 | (2006.01) | C08L 101/02 | | 4J002 |
| D21H 27/00 | (2006.01) | D21H 27/00 | F | 4L055 |

審査請求 未請求　予備審査請求 未請求　（全 25 頁）

(21)出願番号　特願2007-521468 (P2007-521468)
(86)(22)出願日　平成17年5月25日 (2005.5.25)
(85)翻訳文提出日　平成19年1月15日 (2007.1.15)
(86)国際出願番号　PCT/US2005/018618
(87)国際公開番号　WO2006/019459
(87)国際公開日　平成18年2月23日 (2006.2.23)
(31)優先権主張番号　10/893,094
(32)優先日　平成16年7月15日 (2004.7.15)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(71)出願人　504460441
キンバリー　クラーク　ワールドワイド　インコーポレイテッド
アメリカ合衆国　ウィスコンシン州　５４９５６　ニーナ　ノース　レイク　ストリート　４０１
(74)代理人　100082005
弁理士　熊倉　禎男
(74)代理人　100067013
弁理士　大塚　文昭
(74)代理人　100086771
弁理士　西島　孝喜
(74)代理人　100109070
弁理士　須田　洋之

最終頁に続く

(54)【発明の名称】低ブロッキングの室温硬化可能な結合材

(57)【要約】
家庭用紙タオル及び同様のものとして有用な、柔軟な吸収性紙シートに、湿潤強度を与えるために、局所的に付与された結合材材料は、カルボキシル官能性ポリマーのようなアゼチジニウム反応性ポリマー、アゼチジニウム官能性ポリマー、及び任意に製品内のシート対シート接着（ブロッキング）を減少するのに有益な成分を含む。これらの結合材材料は、周囲温度で数日間で硬化することができ、更に湿潤した時に、最終製品に不快臭を与えない。

【特許請求の範囲】
【請求項１】
アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの無反応性混合物を含む水性結合材化合物であって、前記アゼチジニウム官能性ポリマーの量に対して前記アゼチジニウム反応性ポリマーの量は、固形物基準で約０．５から約２５乾燥時重量パーセントであることを特徴とする化合物。
【請求項２】
前記アゼチジニウム反応性ポリマーは、カルボキシル基及びアミンから成るグループから選択されたペンダントアゼチジニウム反応性分子を含むことを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項３】
前記アゼチジニウム反応性ポリマーは、ペンダントカルボキシル基を含むことを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項４】
前記アゼチジニウム反応性ポリマーは、カルボキシレートビニルアセテート－エチレンターポリマーエマルジョンであることを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項５】
前記アゼチジニウム反応性ポリマーは、カルボキシレートアクリルコポリマーエマルジョンであることを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項６】
前記アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、ポリアミド－エピクロロヒドリン樹脂であることを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項７】
前記アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、ポリアミド－ポリアミン－エピクロロヒドリン樹脂であることを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項８】
前記アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、ポリジアリルアミン－エピクロロヒドリン樹脂であることを特徴とする請求項１に記載の化合物。
【請求項９】
第一及び第二外側表面を有する繊維性シートであって、少なくとも１つの外側表面は、アゼチジニウム反応性ポリマー及びアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの前記架橋結合反応から形成された、硬化した結合材化合物の局所的に付与された網目形状を含むことを特徴とするシート。
【請求項１０】
前記硬化した結合材化合物は、更に抗ブロッキング添加剤を含むことを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１１】
約１から約２３グラムのブロッキングテスト値を有することを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１２】
約１から約１５グラムのブロッキングテスト値を有することを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１３】
約０．４０から約０．７０の湿潤／乾燥比を有することを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１４】
約０．４５から約０．６５の湿潤／乾燥比を有することを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１５】
前記硬化した結合材化合物は、１つの外側表面だけに存在することを特徴とする請求項

９に記載のシート。
【請求項１６】
前記硬化した結合材化合物は、両方の外側表面に存在することを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項１７】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物とは異なることを特徴とする請求項１６に記載のシート。
【請求項１８】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状とは異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項１６に記載のシート。
【請求項１９】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物とは異なり、前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状とは異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項１６に記載のシート。
【請求項２０】
前記結合材網目形状は、規則的間隔で付着物を印刷したパターンであることを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項２１】
前記結合材網目形状は、ランダムな間隔で付着物をスプレーしたパターンであることを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項２２】
前記結合材の前記適用表面面積は、約５から約９０パーセントであることを特徴とする請求項９に記載のシート。
【請求項２３】
各々が外側表面及び内側表面を有する２つの外側積層を含む多層紙タオル又はティッシュ製品であって、１つ又は両方の外側表面は、アゼチジニウム反応性ポリマー及びアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの架橋結合反応から形成された、硬化した結合材化合物の局所的に付与された網目形状を含むことを特徴とする製品。
【請求項２４】
２つの層から成り、かつ第一外側表面及び第二外側表面を有することを特徴とする特許請求２３に記載の製品。
【請求項２５】
両方の外側表面は、硬化した結合材化合物の、局所的に付与された網目形状を含むことを特徴とする請求項２４に記載の製品。
【請求項２６】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物とは異なることを特徴とする請求項２４に記載の製品。
【請求項２７】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状とは異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項２４に記載の製品。
【請求項２８】
前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二外側表面上の前記硬化した結合材化合物とは異なり、前記第一外側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二外側表面上の硬化した結合材化合物の前記網目形状とは異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項２４に記載の製品。
【請求項２９】
２つの外側層と少なくとも１つの内側層から成ることを特徴とする請求項２３に記載の

製品。
【請求項３０】
少なくとも１つの内側層は、硬化した結合材化合物の表面に付与された網目形状を含まないことを特徴とする請求項２９に記載の製品。
【請求項３１】
各々が外側表面及び内側表面を有する、２つの外側層を含む多層紙タオル又はティッシュ製品であって、両方の内側表面は、アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの架橋結合反応から形成される硬化した結合材化合物の、局所的に付与された網目形状を含むことを特徴とする製品。
【請求項３２】
第一内側表面及び第二内側表面を有する２つの層から成ることを特徴とする請求項３１に記載の製品。
【請求項３３】
両方の内側表面は、硬化した結合材化合物の、局所的に付与された網目形状を含むことを特徴とする請求項３２に記載の製品。
【請求項３４】
前記第一内側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二内側表面上の前記硬化した結合材化合物と異なることを特徴とする請求項３３に記載の製品。
【請求項３５】
前記第一内側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二内側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状と異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項３３に記載の製品。
【請求項３６】
前記第一内側表面上の前記硬化した結合材化合物は、前記第二内側表面上の前記硬化した結合材化合物と異なり、更に前記第一内側表面上の前記硬化した結合材化合物の前記網目形状は、前記第二内側表面上の硬化した結合材化合物の前記網目形状と異なるパターンで付着されることを特徴とする請求項３３に記載の製品。
【請求項３７】
２つの外側層及び少なくとも１つの内側層から成ることを特徴とする請求項３１に記載の製品。
【請求項３８】
少なくとも１つの内側層は、硬化した結合材化合物の表面に付与された網目形状を含まないことを特徴とする請求項３７に記載の製品。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
ある種の接合された不織製品の製造においては、最終製品に付加的な強度を与えるために局所的に結合材を使用することが知られている。このような方法の例は、１９７５年４月２２日に付与された「Ａｂｓｏｒｂｅｎｔ Ｕｎｉｔａｒｙ Ｌａｍｉｎａｔｅ－Ｌｉｋｅ Ｆｉｂｒｏｕｓ Ｗｅｂｓ ａｎｄ Ｍｅｔｈｏｄ ｆｏｒ Ｐｒｏｄｕｃｉｎｇ Ｔｈｅｍ」という名称のＧｅｎｔｉｌｅ他の米国特許第３，８７９，２５７号に記載されており、引用によりここに組み入れられる。商業的に入手可能な局所的な結合材に関連する問題点は、望ましい強度を与えるためにかなり高い硬化温度が必要で、硬化用オーブン又は同等の装置を必要とすることである。これらの要求は、製品に関連する資本金及び製造費用を増加させることとなる。更に、商業的に入手可能な結合材は、ホルムアルデヒドのような危険な大気汚染物質を発生する可能性があるものがあり、かつ形成された製品が、特に湿潤した時に望ましくない臭いを示す可能性がある。
【０００２】
改善された結合材システムは、２００３年９月２日付けの「室温硬化可能な低臭気結合材」という名称のＧｏｕｌｅｔ他による係属中の米国特許出願一連番号１０／６５４，５

５６号に記載されている。この結合材システムは、エポキシ反応性ポリマー及びエポキシ官能性ポリマーの混合物を利用するものである。しかしながら、例えば紙タオルの商業用製造に有益な結合材システムに関して、継続的な改善の必要性がある。

【０００３】

【特許文献１】米国特許第３，８７９，２５７号公報

【特許文献２】米国特許出願一連番号１０／６５４，５５６

【特許文献３】米国特許第５，５９３，５４５号公報

【非特許文献１】「Ｗｅｔ　Ｓｔｒｅｎｇｔｈ　Ｒｅｓｉｎｓ　ａｎｄ　Ｔｈｅｉｒ　Ａｐｐｌｉｃａｔｉｏｎｓ」２章１４－４４頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００４】

アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの間の反応を含む結合材システムは、紙ウエブ、特にティッシュ又は紙タオルベースシートのような繊維性ウエブに局所的に付与された時に、周囲の温度又は低温でホルムアルデヒドを放出せず、かつ形成された製品に不快臭を与えないで、硬化することができることがわかった。更に、このような結合材システムは、粘性安定性、使い易さ、及び低価格などの付加的な商業上の利点をもたらす。特定的には、これらの結合材システムは、数時間後には粘性が大幅に増加して結合材の付与が困難になる他の低温硬化結合システムと比較して、長時間（週）にわたり低粘性値を維持する。使い易さに関しては、アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、他の結合材システムでは必要とされるような強度のベースを使用する活性段階を必要としないので、準備が容易で、取り扱いが安全で更に、全体の結合材の費用を減少させることができる。更に費用に関しては、アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、紙の湿潤目的添加剤のように大きな商業的市場が存在するので、エポキシ官能性樹脂よりかなり安価なものとすることができる。

【０００５】

理論に縛られることなく、紙ウエブを乾燥する間又は乾燥した後に、ラテックスポリマー上の官能性分子がアゼチジニウム官能性反応剤と反応して、共有結合の接合ポリマー網目形状を形成すると推定される。同時に、アゼチジニウム官能性反応剤は、繊維表面上に存在するカルボキシル酸又は他の官能基と反応して、ベースシートを更に強化することができると推定される。更に、ポリ（アミノアミド）－エピクロロヒドリン樹脂に対して、アゼチジニウム官能基は、樹脂上に存在するアミン官能基と自己架橋結合することができる。更に同時に、ブロッキングを減少するように形成された架橋結合添加剤を含む結合剤配合物に対して、これらの架橋結合添加剤は熱乾燥段階の間に活性化されて、ラテックスポリマー及び／又は不織ベースシート繊維と反応し、ポリマーをその位置に保持し、流出する可能性を減少させ、更に接合されたベースシートのブロッキング抵抗特性を増加させることができる。

【０００６】

ここで、一態様においては、本発明は、アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの無反応性混合物を含む水性結合材化合物であり、アゼチジニウム反応性ポリマーの量に対するアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの量は、固形物基準で約０．５から約２５乾燥時重量パーセントとする。

【０００７】

別の態様においては、本発明は、ウエブの１つ又は両方の外側表面に水性結合材化合物を局所的に付与する時の繊維性ウエブの強度を増加する方法であり、結合材化合物は、アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの無反応性混合物を含み、アゼチジニウム反応性ポリマーの量に対するアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの量は、固形物基準で約０．５から約２５乾燥時重量パーセントとする。処理済ウエブは、この後任意に捲縮される。

【０００８】

別の態様においては、本発明は、第一及び第二外側表面を持つ繊維性ウエブ又はシートにあり、少なくとも１つの外側表面は、アゼチジニウム反応性ポリマー及びアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの架橋結合反応から形成された、局所的に付与される網目形状の硬化済み結合材化合物を含む。ここで用いられる「網目形状」という用語は、シートを互いに接合するように機能するあらゆる結合材パターンの意味で使用される。パターンは、規則的又は不規則的とすることができ、かつ連続又は非連続状のものとすることができる。

【０００９】

本発明の繊維性ウエブを組み込んだ製品は、単一層又は多層（２、３又はそれより多い層）とすることができる。結合材化合物は、製品内の層の１つ又はそれより多い表面に付与される。例えば、単一層製品は、結合材化合物で処理された１つ又は両方の表面を持つことができる。２層製品は、結合材化合物で処理された１つ又は両方の外側表面及び／又は結合材化合物で処理された１つ又は両方の内側表面を持つことができる。２層製品の場合には、手触り又は吸収性の目的のために、結合材処理済み表面一方又は両方が内側に積層され、製品の外側に処理されていない層の表面が露出されるようにすることが有益である。結合材が多層製品の内側表面に付与される場合には、結合材は又、層を互いに接合する手段を提供する。このような場合には、機械的接合は必要とされない。３層製品の場合においても、同じ選択肢が可能である。更に、例えば、中央層を結合材で処理されていないものとし、２つの外側層は上記したように結合材で処理されたものとすることが望ましい場合もある。

【００１０】

ここで用いられる「ポリマー」は、少なくとも５つのモノマーユニットから成る高分子である。より特定的には、重合の程度は与えられた試料の平均ポリマーユニットにおけるモノマーユニットの数で表され、この数は、約１０又はそれより大きく、より特定的には約３０又はそれより大きく、より特定的には約５０又はそれより大きく、更により特定的には約１０から約１０，０００とすることができる。

【００１１】

本発明による使用に適当なアゼチジニウム反応性ポリマーは、アゼチジニウム官能性分子と反応する官能性ペンダント基を含むポリマーである。このような反応性官能性基は、カルボキシル基、アミン基及びその他を含む。特に適当なアゼチジニウム反応性ポリマーは、カルボキシル官能性ラテックスエマルジョンポリマーを含む。より特定的には、本発明による有益なカルボキシル官能性ラテックスエマルジョンポリマーは、界面活性剤及び開始剤の存在において重合化されたエチレン性モノマーのような水性エマルジョン付加共重合不飽和モノマーを含むことができ、エマルジョン・重合化ポリマー粒子を形成することができる。不飽和モノマーは、炭素対炭素二重結合不飽和を含み、一般的にはビニルモノマー、スチレン性モノマー、アクリル性モノマー、アリル性モノマー、アクリルアミドモノマー、同様にカルボキシル官能性モノマーを含む。ビニルモノマーは、ビニルアセテート、ビニルプロピオン酸塩及び同様のビニル低アルキルエステルのようなビニルエステル、ビニルハロゲン化物、スチレン及び置換スチレンのようなビニル芳香族炭水化物、アルファオレフィン及び複合ジエンなどのビニル脂肪族モノマー、及びメチルビニルエーテル及び同様のビニル低アルキルエーテルなどのビニルアルキルエーテルを含む。アクリル性モノマーは、１から１２の炭素原子のアルキルエステル鎖を持つアクリル酸塩又はメタクリル酸の低アルキルエステル、同様にアクリル酸及びメタクリル酸の脂肪族派生物を含む。有益なアクリル性モノマーは、例えば、メチル、エチル、ブチル及びプロピルアクリル酸塩及びメタクリル酸塩、２－エチルヘキシルアクリル酸塩及びメタクリル酸塩、シクロヘキシル、デシル、及びイソデシルアクリル酸塩及びメタクリル酸塩、及び同様の様々なアクリル酸塩及びメタクリル酸塩を含む。

【００１２】

本発明によると、カルボキシル官能性ラテックスエマルジョンポリマーは、アクリル酸及びメタクリル酸、フマール酸又はマレイン酸又は同様の不飽和ジカルボキシル酸などの

共重合化カルボキシル官能性モノマーを含むことができ、好ましいカルボキシルモノマーは、アクリル酸及びメタクリル酸である。カルボキシル官能性ラテックスポリマーは、他の共重合化エチレン性モノマーと平衡を保つ状態で、約１重量％から約５０重量％の共重合化カルボキシルモノマーを含む。好ましいカルボキシル官能性ポリマーは、Ａｉｒ Ｐｒｏｄｕｃｔｓ Ｐｏｌｙｍｅｒｓ，ＬＰより商業的に入手可能なＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６エマルジョンなどのカルボキシル化ビニルアセテート－エチレンターポリマーエマルジョンを含む。

【００１３】

適当なアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーは、ポリアミド－エピクロロヒドリン（ＰＡＥ）樹脂、ポリアミド－ポリアミン－エピクロロヒドリン（ＰＰＥ)樹脂、ポリジアリルアミン－エピクロロヒドリン樹脂及びアミン官能性ポリマーとエピハロヒドリンの反応を介して一般的に形成される他の樹脂を含む。これらの樹脂の多くは、ＴＡＰＰＩ Ｐｒｅｓｓの「Ｗｅｔ Ｓｔｒｅｎｇｔｈ Ｒｅｓｉｎｓ ａｎｄ Ｔｈｅｉｒ Ａｐｐｌｉｃａｔｉｏｎｓ」の第２章、１４－４４ページに記載されており、引用によりここに組み入れられる。

【００１４】

アゼチジニウム反応性ポリマーとアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの相対量は、各々の化合物に存在する官能性基の数（分子における官能基置換度）による。一般的には、例えば、使い棄て紙タオルに望ましい特性は、乾燥時固形物基準で、アゼチジニウム反応性ポリマーのレベルが、アゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーのレベルを超える時に形成されることが発見された。より特定的には、乾燥時固形物基準で、アゼチジニウム反応性ポリマーの量に対するアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーの量は、約０．５から約２５重量パーセント、より特定的には約１から約２０重量パーセント、更により特定的には、約２から約１０重量パーセント、更により特定的には約５から約１０重量パーセントとすることができる。他の用途は、望ましい最終使用特性を達成するために、高いレベルのアゼチジニウム官能性架橋結合ポリマーを必要とする。

【００１５】

繊維性ウエブの結合材化合物の表面適用面積は、約５パーセント又はそれより大きく、より特定的には約３０パーセント又はそれより大きく、更により特定的には約５ないし約９０パーセント、より特定的には約２０ないし約７５パーセントとすることができる。結合材化合物は、印刷、スプレー、被膜、発泡及び同様のものなどのあらゆる適当な方法によって、繊維性ウエブの１面又は両面に付与される。

【００１６】

結合材化合物の硬化温度は、約２６０℃又はこれより小さい値、より特定的には約１２０℃又はこれより小さい値、より特定的には約１００℃又はこれより小さい値、より特定的には約４０℃又はこれより小さい値、より特定的には約１０℃ないし約２６０℃、更により特定的には約２０℃ないし１２０℃とすることができる。本発明の結合材化合物は、比較的低い温度で硬化することができるものであるが、従来の結合材の硬化に関連する高い温度のもとでは、硬化速度を速めることができる。しかしながら、このような高い硬化温度は、本発明の結合材化合物の場合には必要ではない。

【００１７】

本発明による紙タオルの「湿潤／乾燥比」は、与えられたタオル試料のＣＤ湿潤時引張強度をＣＤ乾燥時引張強度で割った比であり、約０．４０又はそれより大きい値、より特定的には約０．４０ないし約０．７０、更により特定的には約０．４５ないし約０．６５とすることができる。

【００１８】

本発明の結合材化合物は、非常に望ましい抗ブロッキング特性を有しているが、本発明の結合材化合物は、ベースシート上の結合材フィルムの表面化学物質すなわち特性を変成するように意図された抗ブロッキング添加剤を任意に含むことができる。適当な抗ブロッキング添加剤は、１）ウエブの乾燥後すぐにラテックスポリマーの架橋結合のレベルを増

加するように意図された、グリオキサル、グルタルアルデヒド及びグリオキシレートポリアクリルアミドを含む多官能性アルデヒドのような、化学的反応性添加剤、２）ブロッキングを減少するための、ウエブの少なくとも１つの外側表面の表面化学物質を変成するように意図された、シリコン、ワックス、オイルなどの無反応性添加剤、及び、３）結合材フィルムの表面上に存在して、近接するウエブ表面をブロッキングする傾向を減少するように意図された、砂糖、タルク、陶土及び同様のものなどの可溶性又は不溶性結晶を含む。結合材化合物内の抗ブロッキング添加剤の量は、アゼチジニウム反応性ポリマーの量と比較して、固形物基準の重量パーセントで約１ないし約２５パーセント、より特定的には約５ないし約２０パーセント、更により特定的には約１０ないし約１５パーセントとすることができる。

【００１９】

抗ブロッキング添加剤の有効性は、ブロッキングテスト（後で定義する）に従って計測される。本発明による繊維性シート、特に紙タオルに対するブロッキングテスト値は、約２３グラム又はこれより小さい、より特定的には約２０グラム又はこれより小さい、更により特定的には約１グラムないし約２３グラム、更により特定的には約１グラムないし１５グラムとすることができる。

【００２０】

テスト法

ここで用いられる「機械方向（ＭＤ）引張強度」は、試料が機械方向に引っ張られて破れる時の、試料の幅当たりのピーク荷重を表す。これと比較して、機械横方向（ＣＤ）引張強度は、試料が機械横方向に引っ張られて破れる時の、試料の幅当たりのピーク荷重を表す。特記しない限り、引張強度は、乾燥時引張強度である。

【００２１】

引張強度テストのための試料は、ＪＤＣ　Ｐｒｅｃｉｓｉｏｎ　Ｓａｍｐｌｅ　Ｃｕｔｔｅｒ（ペンシルベニア州フィラデルフィアのＴｈｗｉｎｇ－Ａｌｂｅｒｔ　Ｉｎｓｔｒｕｍｅｎｔ　Ｃｏｍｐａｎｙの型番号ＪＤＣ３－１０、一連番号３７３３３）を使用して、機械方向（ＭＤ）或いは機械横方向（ＣＤ）にいずれの方向においても、幅が３インチ（７６．２ｍｍ）長さが５インチ（１２７ｍｍ）のストリップに切り取って準備される。引張強度の測定に使用される器具は、ＭＴＳ　Ｓｙｓｔｅｍｓ　Ｓｉｎｔｅｃｈ　１１Ｓ一連番号６２３３である。データ取得ソフトウエアは、ウインドウズ３．１０バージョン（ノースカロライナ州リサーチトライアングルパークのＭＴＳ　Ｓｙｓｔｅｍｓ　Ｃｏｒｐ．）のＭＴＳ　ＴｅｓｔＷｏｒｋｓ（登録商標）である。ロードセルは、ピーク荷重値の大部分がロードセル全体のスケール値の１０－９０％の間になるように、テストされる試料の強度に応じて、最大５０ニュートン又は１００ニュートンのいずれかから選択される。ジョーの間のゲージ長さは、４±０．０４インチ（１０１．６±１ｍｍ）である。ジョーは、空気力作用を使用して操作され、ゴムで被膜される。グリップ面の最小幅は、３インチ（７６．２ｍｍ）で、ジョーのおよその高さは、０．５インチ（１２．７ｍｍ）である。クロスヘッドの速度は、１０±０．４インチ／秒（２５４±１ｍｍ／秒）で、破断感度は、６５％に固定される。試料は、器具のジョーの中の垂直方向及び水平方向の両方の中央部分に置かれる。テストが開始され、試料が破断した時に終了する。ピーク荷重は、テストされた試料に応じて、被験物の「ＭＤ引張強度」又は「ＣＤ引張強度」のいずれかとして記録される。少なくとも６つの代表的被験物が、各々の製品からテストされ、すべての個々の被験物テストの数学平均が、製品のＭＤ又はＣＤ引張強度とする。

【００２２】

湿潤時引張強度測定値は、同じ方法で計測されるが、典型的には、試料の機械横方向においてのみ計測される。テストの前に、ＣＤ試料ストリップの中央部分は、引張テスト装置に被験物を負荷する直前に、室温の生水で飽和させる。ＣＤ湿潤時引張測定は、製品が形成された直後及び製品をある程度の時間自然エージングさせた後の両方で成される。自然エージングを模倣するために、実験用製品試料は、試料が時間の経過により強度を増加しないように、テストの前におよそ２３℃で相対湿度５０％の環境状態に、１５日間又は

それより多く貯蔵される。この自然エージングに続いて、試料は個々に湿潤されて、テストされる。代替的には、試料は、付加的なエージングの時間を持たないで製造後直ぐにテストされる。これらの試料においては、引張ストリップは、テストの前に、１０５℃のオーブンで５分間又は１０分間人工的に調整する。この人工的エージング段階の後、試料は個々に湿潤されて、テストされる。テストより２週間以上前に形成された試料を測定する時は、これらは固有に自然にエージされており、これらの条件は必要ではない。

【００２３】

試料の湿潤は、最初に、単一のテストストリップを１枚の吸い取り紙（Ｆｉｂｅｒ Ｍａｒｋ，Ｒｅｌｉａｎｃｅ Ｂａｓｉｓ１２０）の上に置くことにより実施される。試料ストリップをテストする前に湿潤させるために、パッドが使用される。パッドは、Ｓｃｏｔｃｈ－Ｂｒｉｔｅ（登録商標）ブランド（３Ｍ）の汎用市販擦り用パッドである。テスト用パッドを準備するために、パッドは、全体の寸法が、長さがおよそ２．５インチ（６３．５ｍｍ）、幅が４インチ（１０１．６ｍｍ）になるように切り取られる。１枚のマスキングテープで、４インチ（１０１．６ｍｍ）の長さの縁部の１つを覆う。テープで覆われた側が、湿潤パッドの「上部」縁部となる。引張用ストリップを湿潤するために、テスターはパッドの上部縁部を支えて、湿潤用皿の中に置かれた生水に、底部縁部をおよそ０．２５インチ（６．３５ｍｍ）浸漬させる。パッドの端部が水で飽和された後、パッドは、湿潤用皿から取り出され、ワイヤメッシュスクリーンで湿潤縁部を三回軽くたたいて、パッドから余分な水を除去する。次に、パッドの湿潤縁部を、試料ストリップのおよそ中央で、試料の幅に平行に試料の上に静かに置く。パッドをおよそ１秒その位置に置き、次に除去して湿潤用皿に戻す。湿潤試料は、湿潤領域が上方と下方グリップの間のおよそ中央になるように、すばやく引張用グリップ内に挿入される。テストストリップは、グリップ間の水平方向及び垂直方向の両方の中央部分に置かれなければならない。（湿潤部分がグリップ面と接触した場合は、被験物は廃棄され、ジョーは、テストを再開する前に乾燥されなければならないことに留意しなければならない。）引張テストが実施され、ピーク荷重が、その被験物のＣＤ湿潤時引張強度として記録される。乾燥時引張テストの場合と同じように，製品の特性が、６つの代表的試料の測定を平均して求められる。

【００２４】

引張強度に加えて、測定された各々の試料に対して、ウインドウズバージョン３．１０プログラムのＭＴＳ ＴｅｓｔＷｏｒｋｓ（登録商標）により延伸量が記録される。延伸量は、パーセントで記録され、ピーク荷重が形成される時点での被験物の緩み修正済み伸びを、緩み修正済みゲージ長さで割った割合として定義される。

【００２５】

ここで用いられるブロッキングテスト値は、Ｈｏｏｋ ａｎｄ Ｌｏｏｐ Ｔｏｕｃｈ ＦａｓｔｅｎｅｒｓのＡＳＴＭ Ｄ５１７０－９８－Ｓｔａｎｄａｒｄ Ｔｅｓｔ Ｍｅｔｈｏｄ ｆｏｒ Ｐｅｅｌ Ｓｔｒｅｎｇｔｈ（「Ｔ」Ｍｅｔｈｏｄ)により求められるが、フック・ループ用テストからティッシュ用テストに適合させるために、次のような例外が必要である（変成したＡＳＴＭセクション番号は、括弧に入れて示している）：

（ａ）「フック・ループ接触型締結用具」という用語のすべてを「ブロックしたティッシュ試料」に置き換える。

（ｂ）（セクション３．３）１つの計算方法、すなわち「積算平均」すなわち測定された距離にわたる平均力だけが使用される。

（ｃ）（セクション４．１）ローラー装置は使用しない。

（ｄ）（セクション６　被験物の準備）すべての内容を次のように置き換える。

【００２６】

試料を加圧状態でオーブン中で調整することにより、巻き取りロール内での圧力のもとで長期にわたる保存により自然に起こるブロッキングのレベルが擬似される。試料を人工的にブロックするために、ブロックされる２枚の被験物を共に、機械横方向に７６．２±１ｍｍ（３±０．０４インチ）、機械方向に１７７．８±２５．４ｍｍ（７±１インチ）に切り取る。被験物は、次に、６６℃で作動中のオーブンの平坦な表面上に置かれる。被

験物の上部に、軽量のポリカルボネート皿を置く。試料ストリップの中央に置かれたポリカルボネート皿の上部に、およそ１１，８００グラムで底部面積が１０．２ｃｍｘ１０．２ｃｍの鉄製ブロックが置かれる。試料は、重りを付与された状態で１時間オーブン内に貯蔵される。試料をオーブンから除去してから、ブロッキングテストを実施する前に、標準ＴＡＰＰＩ条件（２５℃で相対湿度５０％）に、更には重量を与えずに、少なくとも４時間置いて平衡を保たせる。

（ｅ）（セクション８　手順）すべての内容を次のように置き換える。

【００２７】

「ＣＤ（３インチ）縁部に沿って被験物の上部及び底部シートを分離する。上部及び底部シートのおよそ５１ｍｍ（２インチ）を機械方向に剥ぎ取る。引張テスターのクランプを、２５．４±１ｍｍ（１±０．０４インチ）離して置く。引張テスターのクランプの中に、被験物後部がフレームから対向するようにして、テストされる被験物の自由端部を置く。被験物の分離点は、クランプの間のおよそ中央にし、更にクランプにおよそ平行に配列させる。積算計算のために、平均して２５．４ｍｍ（１インチ）の分離の後に開始し、平均して８８．９ｍｍ（３．５インチ）の分離の後で終了するように、ソフトウエアを設定する。ソフトウエアは、全体で１０１．６ｍｍ（４インチ）で試料を分離するように設定しなければならない。」

（ｆ）（セクション９　計算）９．２以外はすべて省く。

（ｇ）（セクション１０　記録）次のようにすべての内容を置き換える。

「各々の被験物を積算計算して記録する。」

（ｈ）（セクション１１．１）次のようにすべての内容を置き換える。

「確信できる試料平均のために、少なくとも５つの被験物をテストすべきである。」

【００２８】

ここで使用する「嵩」は、ミクロンで表わされる製品の厚さ（後で定義する）を平方メートル当たりグラムで表される基本重量で割った商として、計算される。形成された製品の嵩は、グラム当たりの立法センチメートルで表わされる。厚さは、製品の１０枚の代表的シートの束全体の厚さとして計測し、束全体の厚さを１０で割って求め、この時、束内の各々のシートは、同じ側を上にして置かれる。厚さは、束ねられたシートのＮｏｔｅ３で、ＴＡＰＰＩテスト法Ｔ４０２「Ｓｔａｎｄａｒｄ　Ｃｏｎｄｉｔｉｏｎｉｎｇ　ａｎｄ　Ｔｅｓｔｉｎｇ　Ａｔｍｏｓｐｈｅｒｅ　Ｆｏｒ　Ｐａｐｅｒ，　Ｂｏａｒｄ，　Ｐｕｌｐ　Ｈａｎｄｓｈｅｅｔｓ　ａｎｄ　Ｒｅｌａｔｅｄ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓ」及びＴ４１１　ｏｍ－８９「Ｔｈｉｃｋｎｅｓｓ（ｃａｌｉｐｅｒ）ｏｆ　Ｐａｐｅｒ，Ｐａｐｅｒｂｏａｒｄ，ａｎｄ　Ｃｏｍｂｉｎｅｄ　Ｂｏａｒｄ」にしたがって測定される。Ｔ４１１　ｏｍ－８９を実行するために使用されるマイクロメーターは、オレゴン州ニューバーグのＥｍｖｅｃｏ，Ｉｎｃ．より入手可能なＥｍｖｅｃｏ２００－Ａ　Ｔｉｓｓｕｅ　Ｃａｌｉｐｅｒ　Ｔｅｓｔｅｒである。マイクロメーターは、２．００キロパスカル（１３２グラム／平方インチ）の負荷、２５００平方ミリメートルの加圧脚部面積、５６．４２ミリメートルの加圧脚部直径、３秒の放置時間、及び０．８ミリメートル／秒の低下率を有する。厚さが計測された後、１０枚の束の上部シートが除去され、残りのシートは、基本重量を求めるために使用される。

【００２９】

本発明の製品（単一層又は多層）又はシートは、グラム当たり約１１立方センチメートル又はこれより大きい値、より特定的にはグラム当たり約１２立方センチメートル又はこれより大きい値、より特定的にはグラム当たり約１３立方センチメートル又はこれより大きい値、より特定的にはグラム当たり約１１から約２０立方センチメートル、更により特定的にはグラム当たり約１２から約２０立方センチメートルの嵩を持つものとすることができる。本発明の特定の製品は、紙タオル、浴用ティッシュ、フェース・ティッシュ、テーブルナプキン、拭き布及び同様のものを含む。

【発明を実施するための最良の形態】

【００３０】

図１を参照すると、予め形成されたベースシート又はウエブに局所的に結合材材料を付与する方法を示している。結合材材料は、ウエブの１つ又は両方の側部に付与することができる。湿潤堆積ベースシートに関しては、ウエブの少なくとも１つの側部が、後でクレープ加工される。一般的には、ほとんどの用途に対して、ベースシート又はウエブは、結合材材料が付与された後、１つの側部上にだけクレープ加工される。しかしながら、ある状況においては、ウエブの両方の側部をクレープ加工することが望ましいことが理解される。代替的には、例えば空気堆積製紙法などのクレープ加工段階を含まない不織物製造法は、ウエブに構造的一体性を与えるために、本発明の低臭気結合材を利用することができる。このような場合には、局所的結合材材料での後処理は任意なものである。

【００３１】

ウエブに結合材材料を付与する前に、アゼチジニウム反応性ポリマー及びアゼチジニウム官能性ポリマーは、他の結合材配合物成分のいずれかと混合することができる。したがって、結合材材料は、異なった方法で準備することができるが、準備の便利な方法は、アゼチジニウム官能性ポリマーとアゼチジニウム反応性ポリマー、水、脱泡剤（任意）、ｐＨ制御化学剤（任意）及び抗ブロッキング添加剤（任意）を単純に混合することであり、形成された混合済み結合材配合物は、印刷、スプレー、被膜、発泡剤、サイズプレス法又は同様の手段などによって、繊維性ウエブに付与される。形成された混合された結合材配合物の安定性に応じて、結合材化合物の混合とウエブに付与する間の経過時間は、１週間より少なく、より特定的には４８時間又はそれより少なく、より特定的には２４時間又はそれより少なく、更により特定的には約４時間又はそれより少ないものとすることができる。

【００３２】

図１に戻って、適当な湿潤堆積法又は空気堆積法のいずれかに従って形成された繊維性ウエブ１０は、第一結合材材料付与装置１２を通過する。装置１２は、平滑な圧接用ゴムロール１４及びパターン済み輪転グラビア印刷ロール１６によって形成されたニップを含む。輪転グラビアロール１６は、第一結合材材料２０を含むリザーバ１８と連通する。輪転グラビアロールは、予め選択されたパターンで、ウエブの１つの側部に結合材材料を付与する。

【００３３】

ウエブ１０は、ロール２４を通過した後、加熱ロール２２と接触する。加熱ロール２２は、少なくとも部分的にウエブを乾燥するように作用する。加熱ロールは、例えば、約１２１℃まで、更に特定的には約８２℃から約１０４℃の温度まで加熱することができる。一般的には、ウエブを乾燥し、更にあらゆる水を蒸発するのに十分な温度までウエブを加熱することができる。ウエブが加熱される間、シート状の結合材の硬化が起こる。

【００３４】

加熱ロール２２の他に、どんな適当な加熱装置も、ウエブを乾燥するために使用することができる。例えば、代替的実施形態においては、ウエブを乾燥するために、通気式乾燥機又は赤外線加熱器と連通して配置される。他の加熱装置は、例えば、あらゆる適当な対流式オーブン、電子レンジ又は他の適当な電磁波をエネルギー源とする装置を含むことができる。

【００３５】

加熱ロール２２から、ウエブ１０は、全体を２８で示されている第二結合材材料付与装置に引っ張りロール２６によって進ませることができる。装置２８は、輪転グラビアロール３２と接触する移送ロール３０を含み、第二結合材材料３６を含むリザーバ３４と連通する。装置１２と同様に、第二結合材材料３６は、予め選択されたパターンで、ウエブ１０の対向する側部に付与される。第二結合材材料が付与されると、ウエブ１０は、圧接用ロール４０によってクレープ用ロール又はドラム３８に粘着される。ウエブは、ある程度の距離をクレープ用ロールの表面上を運搬され、クレープ用ブレード４２の作用によってそこから除去される。クレープ用ブレードは、紙ウエブの第二側部上で、制御されたパターンのクレープ加工作動を実施する。

【００３６】
本発明によると、第二結合材材料３６は、ウエブ１０がクレープ用ドラム３８に粘着して、クレープ用ドラム３８からクレープ加工されるように選択される。例えば、本発明によると、クレープ用ドラムは、６６℃ないし１２１℃の間の温度に維持される。この範囲外での作動も可能である。一実施形態においては、例えば、クレープ用ドラム１０８は、１０４℃とすることができる。代替的には、クレープ用ドラムは、加熱する必要がないか或いは比較的低い温度にまで加熱するだけでよい。
【００３７】
クレープ加工されると、紙ウエブ１０は、乾燥装置４４を通して引っ張られる。乾燥装置４４は、赤外線加熱、電子エネルギー、熱風又は同様のものにより励起されたオーブンなどの、加熱ユニットのあらゆる形態を含むことができる。代替的には、乾燥装置は、光硬化、ＵＶ硬化、コロナ放電処理、電子ビーム硬化、反応性ガスでの硬化、通気式加熱又は衝撃ジェット加熱、赤外線加熱、接触加熱、誘導加熱、電子又はＲＦ加熱、及び同様のもののような加熱空気による硬化、などの他の乾燥方法を含むものとすることができる。乾燥機は又、移動するウエブに空気を吹き込むファンを含むことができる。乾燥装置４４は、ウエブを乾燥し及び／又は第一及び第二結合材材料を硬化するために、幾つかの用途において必要とすることができる。しかしながら、他の用途において、選択された結合材材料に応じて、乾燥装置は必要ではない。
【００３８】
紙ウエブが乾燥装置４４内で加熱される量は、使用される特定の結合材材料、ウエブに付与される結合材材料の量、及び、使用されるウエブの形式に応じたものとすることができる。例えば、幾つかの用途においては、紙ウエブは、結合材材料を硬化するために、約２６５℃の温度で、空気のような気体流を使用して加熱することができる。一方、低硬化温度結合材材料を使用する場合には、気体は約１３０℃より低い温度、より特定的には約１２０℃より低い温度とすることができる。代替的実施形態においては、乾燥用装置４４は、ウエブに付与された結合材材料を硬化するためには使用されない。代わりに、乾燥用装置は、ウエブを乾燥し更にウエブ内に存在する水を除去するために使用される。この実施形態においては、約９０℃から約１２０℃の温度のような、水を蒸発させるのに十分な温度にまでウエブを加熱することができる。他の実施形態においては、室温の空気（２０－４０℃）で、ウエブを乾燥するために十分なものとすることができる。更に他の実施形態においては、乾燥用装置は、迂回したり又は工法から全部を除去することができる。
【００３９】
乾燥用装置を通過すると、ウエブ１０は、最終製品へのその後の変換のために、材料のロール４６に巻き取られる。他の実施形態においては、ウエブは中間ロールに巻き取られることなく、最終製品を形成するために更なる変換操作を直接実行することができる。
【実施例】
【００４０】
実施例１（エポキシ官能性反応剤制御）
一般的には、単一層のクレープ加工されていない通気式乾燥（ＵＣＴＡＤ）シートが、概略的に、ここに引用により組み入れられる、１９９７年１月１４日付けのＲｕｇｏｗｓｋｉ他の米国特許第５，５９３，５４５号に記載されているようにして形成された。ティッシュ用機械で製造された後、ＵＣＴＡＤベースシートは、ラテックスベース結合材で各々の側部上に印刷された。結合材処理済みシートは、シートを再乾燥するためにヤンキー乾燥機の表面に接着されて、その後、シートはクレープ加工され、付加的熱硬化をせずにロールに巻き取られた。形成されたシートは、室温（約２３℃）及び室内湿度（相対湿度約５０％）で自然エージングされた後、物理的特性をテストされた。
【００４１】
より特定的には、ベースシートは、繊維の２つの外側層と、その間に位置する繊維の中央層とからなる層状化した繊維原料により形成された。ＵＣＴＡＤベースシートの両方の外側層は、１００％北方軟材クラフトパルプ及び約３．５キログラム（ｋｇ）／メートル

トン（Ｍｔｏｎ）の乾燥繊維の接着解除剤であるＰｒｏＳｏｆｔ（登録商標）ＴＱ１００３（Ｈｅｒｃｕｌｅｓ，Ｉｎｃ．）を含んでいた。加えて、外側層は、シートの総繊維重量の５０％（各々の層に２５％）を含んでいた。シートの総繊維重量の５０％を含む中央層は、北方軟材クラフトパルプで形成された。この層の繊維も又、３．５ｋｇ／ＭｔｏｎのＰｒｏＳｏｆｔ（登録商標）ＴＱ１００３接着解除剤で処理された。

【００４２】

化学添加剤を含む機械チェスト原料は、およそ０．２パーセント濃度に希釈され、層状ヘッドボックスに供給された。布形成速度は、毎分およそ４４５メートルであった。形成されたウエブは、移送を補助するための真空箱を使用して、布形成より１５％遅い速度で移動する移送布（Ｖｏｉｔｈ　Ｆａｂｒｉｃｓ，８０７）に急速移送された。第二真空補助移送では、ウエブは移送されて、通気乾燥布（Ｖｏｉｔｈ　Ｆａｂｒｉｃｓ，ｔ１２０３－８）上に湿潤成型された。ウエブは、通気式乾燥機で乾燥され、およそ４５グラム／平方メートル（ｇｓｍ）の空気乾燥基本重量を持つベースシートを形成した。

【００４３】

形成されたシートは、図１に示しているのと同様に、約２００フィート／分（６１メートル／分）で移動するグラビア印刷ラインに給送され、ラテックス結合材がシートの表面上に印刷された。シートの第一側部は、直接輪転グラビア印刷を使用して接合剤配合物を印刷された。次に印刷されたウエブは、水を蒸発させるために、およそ１０４℃の表面温度を持つ加熱ロールを通過した。次に、シートの第二側部は、第二直接輪転グラビア印刷機を使用して接合剤配合物を印刷された。シートは、圧接され、およそ１０４℃の表面温度を有する回転ドラムで剥ぎ取られた。最後にシートは、ロールに巻き取られる前に、シートの間に室温の空気を通過させて冷却させた。巻き取りロールの温度は、およそ２４℃と測定された。

【００４４】

この実施例の接合剤配合物は、２つの別個の混合物、「ラテックス」及び「反応剤」として準備された。「ラテックス」材料はエポキシ反応性ポリマーを、「反応剤」はエポキシ官能性ポリマーを含んでいた。各々の混合物は独立して形成され、使用される前に混合された。ラテックスと反応剤混合物が結合された後、適当な量の「濃化剤」（Ｎａｔｒｏｓｏｌ溶液）が、粘性を調節するために付加された。次のような成分を含む「ラテックス」及び「反応剤」混合物が、付加される順に記されている。

ラテックス

| | |
|---|---|
| １．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物） | 8,555ｇ |
| ２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５） | 50ｇ |
| ３．水 | 1,530ｇ |
| ４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物） | 50ｇ |

反応剤

| | |
|---|---|
| １．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）２０６４（２０％固形物） | 1,356ｇ |
| ２．水 | 2,000ｇ |
| ３．ＮａＯＨ（１０％溶液） | 700ｇ |

【００４５】

ＮａＯＨが添加された状態で、反応剤混合物のｐＨは、およそ１２であった。すべての反応剤成分が添加された後、混合物は、ラテックス混合物が付加される前に、少なくとも１５分間混合させた。

濃化剤

１．Ｎａｔｒｏｓｏｌ２５０ＭＲ、Ｈｅｒｃｕｌｅｓ（２％固形物）600ｇ

【００４６】

すべての成分が加えられた後に、この印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマー（エポキシ反応性ポリマー）を基準にしたエポキシ官能性ポリマーの重量パーセント比は、約５％であった。

【００４７】
原子吸収分光器を使用してラテックス付加レベルを分析できるように、トレーサとして接合剤配合物に塩化リチウム（ＬｉＣｌ）塩が加えられた。正確な検出測定を保証するために、百万分の２５０（ｐｐｍ）より少ない量の塩化リチウムが接合剤配合物に付加された。塩化リチウムの顆粒を水に溶解させて、攪拌しながら接合剤配合物に付加した。接合剤配合物をベースシートに付与した後、接合剤配合物の試料及び接合されたシートの試料が分析のために集積された。
【００４８】
接合剤配合物及び接合されたシートは、ラテックス添加の割合を求めるために、原子吸収分光器を使用して分析された。最初に、吸収対塩化リチウム濃度ｐｐｍの目盛り定め曲線が、水の標準塩化リチウム溶液で形成された。接合剤配合物及び接合されたシートは、一連の燃焼及び水抽出段階を実施した後、それぞれの試料の中のすべてのリチウムイオンを捕捉するために、原子吸収分光器で分析された。接合剤配合物及び接合されたシート試料内の塩化リチウムの重量は、原子吸収値と塩化リチウム目盛り定め曲線を比較して得られた。接合剤配合物内の塩化リチウム濃度が計算されて、次に接合剤配合物の中の塩化リチウム含有量を基準に、各々の接合されたシートの試料の塩化リチウムの重量が、シートに付与される接合剤配合物（$W_t$（ＢＦ））の量に変換された。固形物全体の中で、接合剤配合物全体の含有量、$S_T$、及びラテックス固形物含有量、$S_L$、は知られているので、ラテックス固形物添加の割合（ラテックス％）が、次の方程式を使用して計算される。
【数１】

$$\text{ラテックス\%} = \frac{W_t(BF) \times S_T \times S_L}{W_t(\text{試料})} \times 100$$

ここで、$W_t$（ＢＦ）は、シートに付与された接合剤配合物のミリグラム（ｍｇ）重量であり、$W_t$（試料）は、接着されたシートのｍｇ重量であり、$S_T$は、接合剤配合物の中の固形物全体の含有量の重量パーセントであり、更に$S_L$は、固形物全体の中のラテックス固形物の重量パーセントである。
【００４９】
２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動させて、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は１２０ｃｐｓであった。印刷流体のオーブン乾燥固形物は、３８重量パーセントであった。印刷流体のｐＨは５．０であった。
【００５０】
その後、印刷／印刷／クレープ加工済みシートは、ロールから除去され、基本重量、引張強度及びシートブロッキングがテストされた。先ず、１０５℃のオーブン作動で１０分間、シートを人工的エージングした後、湿潤時引張強度が実施された。およそ６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６が、シートに加えられた。
【００５１】
実施例２（本発明）
単一層の接合されたシートが、異なる結合材配合物を使用して、実施例１で説明されたようにして形成された。この実施例においては、アゼチジニウム官能性反応剤であるＫｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（デラウエア州ウイルミントンのＨｅｒｃｕｌｅｓ Ｉｎｃ．）が使用された。「ラテックス」、「反応剤」及び「濃化剤」の成分を以下に述べる。
ラテックス
１．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物） 8,555ｇ
２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５） 54ｇ

３．水　1,530ｇ
４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物）　65ｇ
反応剤
１．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物）　1,356ｇ
２．水　1,875ｇ
濃化剤
１．Ｎａｔｒｏｓｏｌ２５０ＭＲ、Ｈｅｒｃｕｌｅｓ（２％固形物）700ｇ

【００５２】

ラテックス混合物に、攪拌しながら直接反応剤成分（Ｋｙｍｅｎｅ及び水）が添加された。すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、３．２％であった。

【００５３】

２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動させて、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ　Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は１２５ｃｐｓであった。印刷流体のオーブン乾燥固形物は、３８．２重量パーセントであった。印刷流体ｐＨは、３．７であった。

【００５４】

その後、印刷／印刷／クレープ加工済みシートがロールから除去され、基本重量、引張強度及びシートブロッキングがテストされた。先ず、１０５℃のオーブン作動温度で１０分間、シートを人工的エージングした後、湿潤時引張強度が実施された。およそ６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６が、シートに付与された。

【００５５】

実施例３（本発明）

単一層の接合されたシートが、完成したロールにおけるブロッキングを減少するように意図された結合材配合を使用して、実施例２で説明されたようにして形成された。「ラテックス」、「反応剤」、「抗ブロッキング添加剤」及び「濃化剤」の成分を以下に述べる。

ラテックス
１．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物）　6,920ｇ
２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５）　40ｇ
３．水　5,485ｇ
４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物）　40ｇ
反応剤
１．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物）　2,180ｇ

【００５６】

攪拌しながら、反応剤がラテックス混合物に直接添加された。すべての成分が加えられた後、印刷流体はおよそ５－３０分間、混合させた。

【００５７】

次に、抗ブロッキング添加剤が加えられ、その後、濃化剤により望ましい粘性を形成した。

抗ブロッキング添加剤
１．グリオキサル（４０％）　548ｇ
濃化剤
１．Ｎａｔｒｏｓｏｌ２５０ＭＲ、Ｈｅｒｃｕｌｅｓ（２％固形物）　1,010ｇ

【００５８】

すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマーを

基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、約６．２５％であり、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたグリオキサルの重量パーセント比は、約５％であった。２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動させて、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は８２．５ｃｐｓであった。印刷流体ｐＨは、３．５であった。

【００５９】

形成された単一層の接合されたシートは、室温条件で１４日間エージングされた後、引張強度及びシートブロッキングのテストを行った。

【００６０】

実施例４（本発明）

単一層の接合されたシートが、完成ロールにおけるブロッキングを減少するように意図された結合材配合を使用して、実施例２で説明されたようにして形成された。この実施例で使用された抗ブロッキング添加剤は、グリオキサル及びグリオキサレートポリアクリルアミド（Ｂａｙｅｒ Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ Ｃｏｒｐ．のＰａｒｅｚ（登録商標）６３１ＮＣ）を含んだ。「ラテックス」、「反応剤」、「抗ブロッキング添加剤」及び「濃化剤」の成分を以下に述べる。

ラテックス

| | |
|---|---|
| １．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物） | 6,920ｇ |
| ２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５） | 40ｇ |
| ３．水 | 3,670ｇ |
| ４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物） | 40ｇ |

反応剤

| | |
|---|---|
| １．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物） | 2,175ｇ |

【００６１】

攪拌しながら、反応剤がラテックス混合物に直接添加された。すべての成分が加えられた後、印刷流体はおよそ５－３０分間、混合させた。

【００６２】

次に、抗ブロッキング添加剤が添加され、その後、濃化剤により望ましい粘性を形成した。

抗ブロッキング添加剤

| | |
|---|---|
| １．グリオキサル（４０％） | 543ｇ |
| ２．Ｐａｒｅｚ６３１ＮＣ（６．０％） | 1,816ｇ |

濃化剤

| | |
|---|---|
| １．Ｎａｔｒｏｓｏｌ２５０ＭＲ、Ｈｅｒｃｕｌｅｓ（２％固形物） | 220ｇ |

【００６３】

すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、約６．２５％であり、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたグリオキサル及びＰａｒｅｚ６３１ＮＣの重量パーセント比は、それぞれ５％及び２．５％であった。２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動して、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は８５ｃｐｓであった。印刷流体ｐＨは、３．４であった。ラテックス結合材付加は、原子吸収を使用して計測された。およそ５．６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）が、シートに付与された。

【００６４】

形成された単一層の接合されたシートは、室温条件で１４日間エージングされた後、引

張強度及びシートブロッキングのテストを行った。

【００６５】

実施例５（本発明）

単一層の接合されたシートが、最終ロールにおけるブロッキングを減少するように意図された結合材配合を使用して、実施例２で説明されたようにして形成された。この実施例で使用された抗ブロッキング添加剤は、グリオキサル及びグリオキサレートポリアクリルアミド（Ｂａｙｅｒ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｃｏｒｐ．のＰａｒｅｚ（登録商標）６３１ＮＣ）を含んでいた。「ラテックス」、「反応剤」、「抗ブロッキング添加剤」及び「濃化剤」の成分を以下に述べる。

ラテックス

| | |
|---|---|
| １．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物） | 6,920ｇ |
| ２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５） | 40ｇ |
| ３．水 | 2,000ｇ |
| ４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物） | 40ｇ |

反応剤

| | |
|---|---|
| １．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物） | 3,488ｇ |

【００６６】

攪拌しながら、反応剤がラテックス混合物に直接添加された。すべての成分が加えられた後、印刷流体はおよそ５－３０分間、混合させた。

【００６７】

次に、抗ブロッキング添加剤が添加された。濃化剤は、この場合には加えられなかった。

抗ブロッキング添加剤

| | |
|---|---|
| １．グリオキサル（４０％） | 1,090ｇ |
| ２．Ｐａｒｅｚ６３１ＮＣ（６．０％） | 3,633ｇ |

【００６８】

すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、約１０％であり、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたグリオキサル及びＰａｒｅｚ６３１ＮＣの重量パーセント比は、それぞれ１０％及び５％であった。２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動して、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ　Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は１２０ｃｐｓであった。印刷流体ｐＨは、３．５であった。ラテックス結合材の添加量は、完成シートを基準として、およそ６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６であった。

【００６９】

形成された単一層の接合されたシートは、室温条件で１４日間エージングされた後、引張強度及びシートブロッキングのテストを行った。

【００７０】

実施例６（本発明）

単一層の接合されたシートが、最終ロールにおけるブロッキングを減少するように意図された結合材配合を使用して、実施例２で説明されたようにして形成された。この実施例で使用された抗ブロッキング添加剤は、グリオキサル及びグリオキサレートポリアクリルアミド（Ｂａｙｅｒ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｃｏｒｐ．のＰａｒｅｚ（登録商標）６３１ＮＣ）を含んでいた。「ラテックス」、「反応剤」、「抗ブロッキング添加剤」及び「濃化剤」の成分を以下に述べる。

ラテックス

| | |
|---|---|
| １．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６２．７％固形物） | 6,920ｇ |

２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５）　52ｇ
３．水　3,153ｇ
４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物）　42ｇ
反応剤
１．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物）　2,180ｇ
【００７１】
攪拌しながら、反応剤がラテックス混合物に直接添加された。すべての成分が加えられた後、印刷流体はおよそ５－３０分間、混合させた。
【００７２】
次に、抗ブロッキング添加剤が添加された。濃化剤は、この場合には加えられなかった。
抗ブロッキング添加剤
１．グリオキサル（４０％）　545ｇ
２．Ｐａｒｅｚ６３１ＮＣ（６．０％）　3,634ｇ
【００７３】
すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、約６．２５％であり、カルボキシル酸官能性ポリマーを基準にしたグリオキサル及びＰａｒｅｚ６３１ＮＣの重量パーセント比は、それぞれ５％及び５％であった。２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動して、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ　Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は９０ｃｐｓであった。印刷流体ｐＨは、３．６であった。ラテックス結合材付加は、シートに付与されたおよそ６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６であった。
【００７４】
形成された単一層の接合されたシートは、室温条件で１４日間エージングされた後、引張強度及びシートブロッキングのテストを行った。
【００７５】
実施例７（１つの印刷段階を持つ本発明）
単層ＵＣＴＡＤシートが、ほぼ実施例１に示されたようにして形成された。ティッシュ機械で製造した後、ＵＣＴＡＤシートは、ラテックスベースの結合材で１方の側に印刷された。結合材処理済みシートは、シートを再乾燥するためにヤンキー乾燥機の表面に接着されて、その後シートはクレープ加工され、付加的熱硬化をせずにロールに巻き取られた。形成されたシートは、室温（約２３℃）及び湿度（相対湿度約５０％）で自然エージングの後、物理的特性がテストされた。
【００７６】
もっと詳細に述べると、ベースシートが、繊維の２つの外側層とその間に位置する繊維の中央層とからなる層状化した繊維原料から形成された。ＵＣＴＡＤベースシートの両方の外側層は、１００％北方軟材クラフトパルプを含んでいた。１つの外側層は、８．０キログラム（ｋｇ）／メートン（Ｍｔｏｎ）の乾燥繊維の接着解除剤、ＰｒｏＳｏｆｔ（登録商標）ＴＱ１００３（Ｈｅｒｃｕｌｅｓ，Ｉｎｃ．）で処理し、他方の外側層は、３．０ｋｇ／ＭｔｏｎのＰｒｏｓｏｆｔ（登録商標）ＴＱ１００３で処理された。結合された状態で、これら外側層は、シートの総繊維重量の５０％（各々の層に２５％）を構成していた。シートの総繊維重量の５０％を含む中央層は、北方軟材クラフトパルプで形成された。この層の繊維も又、８．０ｋｇ／ＭｔｏｎのＰｒｏＳｏｆｔ（登録商標）ＴＱ１００３接着解除剤で処理された。
【００７７】
化学添加剤を含む機械チェスト原料は、およそ０．２パーセント濃度に希釈され、層状

ヘッドボックスに供給された。布形成速度は、毎分およそ４４５メートルであった。形成されたウエブは、移送を補助するための真空箱を使用して、布形成より２５％遅い速度で移動する移送布（Ｖｏｉｔｈ　Ｆａｂｒｉｃｓ，ｔ１２０７－６）に急速移送された。第二真空補助移送では、ウエブは移送されて、通気乾燥布（Ｖｏｉｔｈ　Ｆａｂｒｉｃｓ，ｔ１２０３－８）上に湿潤成型された。ウエブは、通気式乾燥機で乾燥され、およそ４８グラム／平方メートル（ｇｓｍ）の空気乾燥基本重量を持つベースシートを形成した。

【００７８】

形成されたシートは、図１に示しているのと同様に、１０００フィート／分（３０５メートル／分）で移動するグラビア印刷ラインに給送され、ラテックス結合材がシートの１側部上に印刷された。シートの印刷された側部は、圧接され、およそ８４℃の表面温度を有する回転ドラムで剥ぎ取られた。最後にシートは、どんな付加的熱硬化もされずに、ロールに巻き取られた。巻き取りロールの温度は、およそ３６℃と測定された。

【００７９】

この実施例の接合剤配合物は、「ラテックス」、「反応剤」、「抗ブロッキング添加剤」及び「ｐＨ制御化学物質」を含んでおり、付加される順に以下に示されている。

ラテックス

| | |
|---|---|
| １．Ａｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６（６３．３６％固形物） | 27,680ｇ |
| ２．脱泡剤（Ｎａｌｃｏ７５６５） | 173ｇ |
| ３．水 | 5,600ｇ |
| ４．ＬｉＣｌ溶液トレーサ（１０％固形物） | 178ｇ |

反応剤

| | |
|---|---|
| １．Ｋｙｍｅｎｅ（登録商標）５５７ＬＸ（１２．５％固形物） | 8,770ｇ |

抗ブロッキング添加剤

| | |
|---|---|
| １．Ｐａｒｅｚ６３１ＮＣ（６．０％） | 7,315ｇ |

ｐＨ制御化学物質

| | |
|---|---|
| １．ＮａＯＨ（１０％溶液） | 974ｇ |

【００８０】

ＮａＯＨが添加された状態で、反応剤混合物のｐＨは、およそ６であった。

【００８１】

すべての成分が添加された後、印刷液体は、グラビア印刷作動で使用される前におよそ５－３０分間混合された。この接合剤配合物に対して、カルボキシル酸官能性ポリマー（アゼチジニウム反応性ポリマー）を基準にしたアゼチジニウム官能性ポリマーの重量パーセント比は、約６．２５％であった。

【００８２】

２０ｒｐｍで＃１スピンドルを作動して、粘度測定器（マサチューセッツ州ストートンのＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ　Ｅｎｇｉｎｅｅｒｉｎｇ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ　Ｉｎｃ．のＢｒｏｏｋｆｉｅｌｄ（登録商標）Ｓｙｎｃｈｒｏ－ｌｅｃｔｒｉｃ粘度測定器ＲＶＴ型）を使用して、室温で計測したところ、印刷流体の粘性は１４０ｃｐｓであった。印刷流体のオーブン乾燥固形物は、３８．４重量パーセントであった。印刷流体ｐＨは、６．０であった。

【００８３】

その後、印刷／クレープ加工済みシートはロールから除去され、基本重量、引張強度及びシートブロッキングがテストされた。先ず、１０５℃のオーブン作動温度で５分間シートを人工的エージングした後、湿潤時引張強度が実施された。およそ６重量％のＡｉｒｆｌｅｘ（登録商標）４２６が、シートに付与された。前述した実施例１－７の結果の一覧が、下の表１に示されている。

| 実施例 | MD引張強度（g/3”） | MD延伸（%） | CD引張強度（g/3”） | CD延伸（%） | CD湿潤時引張強度（g/3”） | 湿潤/乾燥比 | ﾌﾞﾛｯｷﾝｸﾞﾃｽﾄ（g）* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1(対照) | 1818 | 42 | 1458 | 18 | 593 | 40% | 25（推測） |
| 2 | 1585 | 36 | 1248 | 17 | 591 | 47% | 計測されず |
| 3 | 1213 | 40 | 1116 | 13 | 541 | 48% | 3.3 |
| 4 | 1377 | 40 | 1142 | 12 | 526 | 46% | 5.6 |
| 5 | 1326 | 39 | 1239 | 12 | 565 | 46% | 3.8 |
| 6 | 1465 | 42 | 1455 | 12 | 660 | 45% | 2.8 |
| 7 | 1394 | 32 | 966 | 22 | 629 | 65% | 計測されず |

＊ブロッキング値は、ペアレントロール内のブロッキングを擬似するために、６６℃のオーブン内で、１．４４ｐｓｉ圧力を形成する重量のもとに一時間置く条件に試料を置いた後テストされた。

【００８４】

表１のデータは、高レベルの湿潤時引張強度、高度な湿潤／乾燥引張比及び低いブロッキングテスト値を備えた紙を形成する、本発明による低い硬化温度の結合材の能力を示している。

【００８５】

簡潔さ及び簡明さの視点においては、本明細書に述べられている値の範囲は、問題とされている特定の範囲内にあるすべての数値を末端値とする小範囲を記している特許請求の範囲を支持する説明として解釈されるであろう。仮定的な説明のための例としては、本発明の１－５という範囲の開示は、次のような小範囲、１－４；１－３；１－２；２－５；２－４；２－３；３－５；３－４及び４－５のいずれに対しても、特許請求の範囲を支持するものである。

【００８６】

説明の目的のために示された、前述した実施例は、特許請求の範囲及びすべての同等のものにより定められる本発明の範囲を制限するものとは解釈されない。

【図面の簡単な説明】

【００８７】

【図１】本発明による紙ウエブに局所的に結合材を付与する方法の図である。

【符号の説明】

【００８８】

１０　繊維性ウエブ
１２　付与装置
１４　圧接用ゴムロール
１６　輪転グラビアロール
１８　リザーバ
２０　結合材材料
２２　加熱ロール
２６　引っ張りロール
３０　移送ロール
４２　クレープ用ブレード
４４　乾燥装置

【図１】

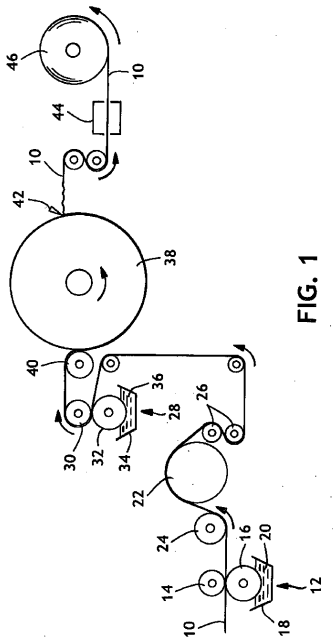


FIG. 1

【国際調査報告】

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2005/018618

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C08L101/02 D21F11/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C08L D21F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| X | EP 0 618 005 A (SANYO CHEMICAL INDUSTRIES, LTD; SANYO CHEMICAL IND LTD)<br>5 October 1994 (1994-10-05)<br>claim 1<br>page 2, line 57 - page 3, line 11<br>page 3, line 28 - page 4, line 27 | 1-3,5-7 |
| X | EP 0 662 542 A (HERCULES INCORPORATED)<br>12 July 1995 (1995-07-12)<br>claims 1,3,5,16 | 1-3,6,7,<br>9,15 |
| X | US 2004/109958 A1 (NIGAM ASUTOSH ET AL)<br>10 June 2004 (2004-06-10)<br>claims 1,4-7,14,15<br>column 11, paragraph 125 | 1-3,5 |
| | -/-- | |

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

| Date of the actual completion of the international search | Date of mailing of the international search report |
|---|---|
| 27 October 2005 | 04/11/2005 |

| Name and mailing address of the ISA | Authorized officer |
|---|---|
| European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2<br>NL - 2280 HV Rijswijk<br>Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,<br>Fax: (+31-70) 340-3016 | Niaounakis, M |

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2005/018618

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| X | WO 2004/005039 A (PIXTERRA, INC; NIGAM, ASUTOSH; RENDUCHINTALA, RAVI) 15 January 2004 (2004-01-15) claim 1 | 1 |

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (January 2004)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2005/018618

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---|---|---|
| EP 0618005 A | 05-10-1994 | CA 2118651 A1 | 01-10-1994 |
| | | DE 69408487 D1 | 19-03-1998 |
| | | JP 2654739 B2 | 17-09-1997 |
| | | JP 6287220 A | 11-10-1994 |
| | | US 5384368 A | 24-01-1995 |
| EP 0662542 A | 12-07-1995 | CA 2138891 A1 | 01-07-1995 |
| | | DE 69400997 D1 | 09-01-1997 |
| | | DE 69400997 T2 | 07-05-1997 |
| | | NL 9302294 A | 17-07-1995 |
| | | US 5525664 A | 11-06-1996 |
| US 2004109958 A1 | 10-06-2004 | AU 2003297995 A1 | 30-06-2004 |
| | | WO 2004052655 A1 | 24-06-2004 |
| WO 2004005039 A | 15-01-2004 | AU 2003245737 A1 | 23-01-2004 |
| | | US 2004202832 A1 | 14-10-2004 |

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2004)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

（特許庁注：以下のものは登録商標）
１．ウィンドウズ

(72)発明者 グールト マイク トーマス
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 ５４９５６ ニーナ リッジサイド ドライヴ ウェスト７５７５
(72)発明者 マシューズ トレイシー ホー
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 ５４９５６ ニーナ ウェストフィールド リッジ ３１５５
(72)発明者 ポムロイ ステイシー リン
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 ５４１１５ ディピア ソリテュード ロード ３６３９
(72)発明者 ティリマッコ マウリツィオ
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州 ５４９１５ アップルトン サウス メドーズ ドライヴ ６６

Ｆターム(参考) 4J002 AA031 BB041 BB061 BB071 BB081 BB091 BB101 BE031 CL002 CM012
CM022 EF036 FD176 FD206 GJ01 GK04 GT00 HA07
4L055 AA02 AC06 AG71 AG87 AH17 AH49 AJ06 BE08 BE20 EA07
EA32 EA40 FA13 FA16 GA29