

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3923115号

(P3923115)

(45) 発行日 平成19年5月30日(2007.5.30)

(24) 登録日 平成19年3月2日(2007.3.2)

(51) Int. Cl.

F I

C O 9 J 131/00 (2006.01)

C O 9 J 131/00

C O 8 K 3/16 (2006.01)

C O 8 K 3/16

C O 8 K 3/24 (2006.01)

C O 8 K 3/24

C O 8 K 3/32 (2006.01)

C O 8 K 3/32

C O 8 K 3/34 (2006.01)

C O 8 K 3/34

請求項の数 14 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平8-327207
 (22) 出願日 平成8年12月6日(1996.12.6)
 (65) 公開番号 特開平9-176602
 (43) 公開日 平成9年7月8日(1997.7.8)
 審査請求日 平成15年11月7日(2003.11.7)
 (31) 優先権主張番号 195 45 608:4
 (32) 優先日 平成7年12月7日(1995.12.7)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 000004101
 日本合成化学工業株式会社
 大阪府大阪市北区大淀中一丁目1番88号
 (72) 発明者 マルティン・ヤコブ
 ドイツ連邦共和国、65779 ケルクハ
 イム、フライヘルー フォムー シュタイ
 ンー ストラーセ、35
 (72) 発明者 フォルカー・マッツ
 ドイツ連邦共和国、60529 フランク
 フルト、ガイゼンハイマー・ストラーセ、
 93
 (72) 発明者 ヘルマン・シントラー
 ドイツ連邦共和国、65817 エップシ
 ュタイン、ロッセルトブリック、33
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐水性接着剤用の分散物粉末

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

a) ビニルエステル単独 - および - 共重合体の群の内の基礎ポリマー、
 b) 70 ~ 100 モル% の加水分解度および4% 濃度水溶液で2 ~ 70 mPa・s の粘度を有する、基礎ポリマー a) の総重量を基準として2 ~ 20 重量% のポリビニルアルコール、
 c) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0 ~ 50 重量% の凝結防止剤、
 d) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0.001 ~ 5 重量% の、マスクされかつ、少なくとも3つの炭素原子を持ち少なくとも2官能性であって酸性媒体中でアルデヒド基を制御的に遊離することができる水溶性アルデヒド、
 e) 造膜性助剤および可塑剤より成る群から選択される、ポリマー成分 a) の総重量を基準として0 ~ 25 重量% の他の添加物、および
 f) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0 ~ 10 重量% の、固体として存在するかまたはキャリアー物質に吸着されている遊離のプレステッド酸またはルイス酸を含有する再分散性分散物粉末。

【請求項2】

存在する基礎ポリマー a) が少なくとも50 重量% のビニルエステル部分を含む単独 - または共重合体である請求項1に記載の再分散性分散物粉末。

【請求項3】

存在する基礎ポリマー a) が酢酸ビニル単独重合体である請求項1に記載の再分散性分散

物粉末。

【請求項 4】

ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として 0 . 1 ~ 0 . 5 重量% のマスクされたアルデヒド d) を含有する請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末。

【請求項 5】

存在するマスクしたアルデヒド d) がグルタルアルデヒドおよびスクシンアルデヒドの誘導体である請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末。

【請求項 6】

存在するマスクしたアルデヒド d) がグルタルアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) またはスクシンアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) である請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末。

10

【請求項 7】

ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として 0 . 1 ~ 5 重量% の酸 f) を含有する請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末。

【請求項 8】

酸 f) がメタリン酸、オルトリン酸の酸性結晶質塩、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、ジルコニウム - オキシクロライドおよび塩化鉄 (III) より成る群から選択される請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末。

【請求項 9】

請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末を製造する方法において、基礎ポリマー a) を含みそして使用されるポリビニルアルコール b) の一部で既に安定化されていてもよくそして使用されるポリビニルアルコール b) の残量および場合によっては 1 種類以上の成分 e) が添加されている分散物から出発し、場合によっては添加される凝結防止剤 c) と共に乾燥しそして次にマスクしたポリアルデヒド d) および場合によっては酸 f) を後から添加する、上記方法。

20

【請求項 10】

マスクしたアルデヒド d) を水溶液の状態または固体としてポリビニルエステル分散物に乾燥工程の前に混入し、そして乾燥工程の温度がマスクしたアルデヒド d) の分解温度を超えない請求項 9 に記載の再分散性分散物粉末の製造方法。

【請求項 11】

請求項 7 に記載の分散物粉末から、該分散物粉末と水とを攪拌することによって安定な再分散物を製造する方法。

30

【請求項 12】

請求項 1 に記載の分散物粉末から安定な再分散物を製造する方法において、該分散物粉末と水とを攪拌しそして分散物粉末の再分散の間または後で酸 f) を添加する、上記の方法。

【請求項 13】

請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末を接着剤において用いる方法。

【請求項 14】

請求項 1 に記載の再分散性分散物粉末を、化学建材製品において、生じる pH で凝固する無機バインダーと一緒に用いる方法。

40

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は保護コロイドで安定化された分散物粉末、かゝる粉末の製造方法およびかゝる分散物粉末から安定な再分散性分散物を製造する方法および該再分散性分散物を接着剤に用いることに関する。

【0002】

【従来技術】

分散物粉末、特に保護コロイド、例えばポリビニルアルコールにて安定化されたポリ酢

50

酸ビニルの単独 - および - 共重合体の分散物粉末は接着剤組成物、例えばタイル用接着剤および壁紙糊の製造の際の成分として長い年月にわたって使用されて来た。分散物粉末は、多くの場合には助剤、例えば凝結防止剤、および後から添加されるポリビニルアルコールの添加下に一般にポリマーの水性分散物の噴霧乾燥によって製造される。専らポリビニルエステル、特にポリ酢酸ビニルでより成りそして保護コロイド、特にポリビニルアルコールで安定化されている分散粉末の再分散物は要するに木材および他の多孔質物質を接合するための白色接着剤として適している。再分散物で得られる接合部の接合強度は一般に匹敵する組成の慣用の分散物接着剤で得られる接合部の乾燥接合強度と同等である。

【0003】

木材および他の多孔質物質を接合するために白色接着剤として使用されるポリビニルエステル、特にポリ酢酸ビニルの分散物は、一般に特許文献または工業系専門書、例えば *Handbook of Adhesives* (接着剤便覧)、第三版、第21章、第381頁に説明されている。分散物接着剤の状態であるかまたは分散物粉末の再分散物の状態である上記の接着剤の根本的な欠点は、親水性安定剤、特にポリビニルアルコールが存在するために接合部が感湿性であり、その結果一般に基準に合う耐水性接合部を得るためにかかる系を使用することができない。

10

【0004】

分散物粉末組成物の耐水性を改善するために、ドイツ特許出願公開第4,402,408号明細書は噴霧乾燥すべき分散物の乳化重合の過程で珪素含有モノマーを使用することを提案している。ドイツ特許出願公開第4,402,409号明細書は珪素含有化合物を噴霧乾燥の前にエマルジョンの状態分散物に添加することを説明している。向上した水安定性の再分散性分散物粉末は、特開平6-157,565号公報によると、保護コロイドとしてアセトアセチル化ポリビニルアルコールを分散物の製造の間に使用することによって得られる。特開昭61-179,278号公報によると、メラミン樹脂と酢酸ビニル-エチレン-コポリマーの分散物粉末との粉末混合物も、向上した耐水性の木材用接着剤として使用することができる。

20

【0005】

更に、ポリビニルエステル分散物の耐水性を改善する方法が特許文献に挙げられている。例えば向上した耐水性が架橋性モノマー、例えばN-メチロール(メタ)アクリルアミドを共重合することによって(ドイツ特許(C)第2,620,738号明細書)または後から添加される架橋剤、例えばホルムアルデヒド樹脂(ドイツ特許(B)第2,261,402号明細書)またはイソシアネート化合物(ヨーロッパ特許出願公開第0,206,059号明細書)によって得ることができる。しかしながらこれらの系からの分散物粉末の製造は、架橋剤の反応性が高いために一般に不満足な結果をもたらす。

30

【0006】

本願出願前には公開されていないドイツ特許出願公開第4,420,484号明細書では、ポリビニルエステル単独 - または共重合体、ポリマー保護コロイド、ポリマー保護コロイドで錯塩化されていてもよい水溶性化合物および、水性の酸性媒体中でアルデヒド基を制御的に遊離することのできる少なくとも部分的にマスクされたポリアルデヒドを含む、実用上要求されるポットライフに近いポットライフを有しそしてその塗膜は向上した耐水性を有する分散物接着剤が提案されている。

40

【0007】

最終ユーザーによって水と攪拌することによって製造される再分散物が水安定性の意味で上記の文献に記載された接着剤分散物系に匹敵する塗膜を形成する粉末接着剤組成物は、一連の性能特性の他に例えば運搬重量が少ないことおよび容器が簡単に捨てられることという別の長所がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

従って本発明の課題は、高い耐水性を有しそして例えば耐水性接着剤の試験規格、例えば DIN EN 204のそれを満足する接合部を得るために再分散物が接着剤として使用で

50

きる再分散性分散物粉末を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、この課題がポリビニルエステル基礎ポリマーを、再分散物の酸性媒体中で制御的にアルデヒド基を遊離する、1種類以上の少なくとも部分的にマスクされた少なくとも二官能性の水溶性アルデヒド化合物および酸供与化合物と組合せて組成される粉末組成物によって実質的に達成できることを見出した。

【0010】

本発明は、

- a) ビニルエステル単独 - および - 共重合体の群の内の基礎ポリマー、
- b) 70 ~ 100 モル% の加水分解度および4% 濃度水溶液で2 ~ 70 mPa・s の粘度を有する、基礎ポリマー a) の総重量を基準として2 ~ 20 重量% のポリビニルアルコール、
- c) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0 ~ 50 重量% の凝結防止剤、
- d) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0.001 ~ 5 重量% の、マスクされかつ、少なくとも3つの炭素原子を持ち少なくとも2官能性であって酸性媒体中でアルデヒド基を制御的に遊離することができる水溶性アルデヒド、
- e) 造膜性助剤および可塑剤より成る群から選択される、ポリマー成分 a) の総重量を基準として0 ~ 25 重量% の他の添加物、および
- f) ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0 ~ 10 重量% の、固体として存在するかまたはキャリアー物質に吸着されている遊離のブレンステッド酸またはルイス酸を含有する再分散性分散物粉末に関する。

【0011】

適する基礎ポリマー a) は好ましくは少なくとも50 重量% のビニルエステル部分を含む単独 - および共重合体である。適するビニルエステルの例には、蟻酸ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ビニルイソブチラート、ビニルピバレート、ビニル - 2 - エチルヘキサノエート、酸残基中炭素原子数9 ~ 10の飽和した分岐状モノカルボン酸のビニルエステル、比較的長い鎖長の飽和 - または不飽和の脂肪酸のビニルエステル、例えばラウリル酸ビニル、ステアリン酸ビニルがある。これらの内、単独重合体を形成する酢酸ビニルを専ら使用するのが特に有利である。ビニルエステルと共重合し得るモノマーには、特にエチレン、
、
 - 不飽和カルボン酸、例えばアクリル酸、メタクリル酸、それらと炭素原子数1 ~ 18の第一 ~ 第二飽和一価アルコール、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、2 - エチルヘキサノール、環状脂肪族アルコールおよび比較的に長鎖の脂肪アルコールとのエステルがある。

【0012】

適する成分 b) は70 ~ 100 モル% の加水分解度および4% 濃度溶液で2 ~ 70 mPa・s の粘度を有するポリビニルアルコールである。80 ~ 94 モル% の加水分解度および4% 濃度溶液で2 ~ 30 mPa・s の粘度を有するポリビニルアルコールを使用するのが有利である。その量は基礎ポリマー a) の総重量を基準として2 ~ 20 重量% である。

【0013】

適する凝結防止剤 c) は、慣用の珪酸アルミニウム、多孔質珪藻土、コロイド状シリカゲル、熱分解法シリカ、カオリン、粘土、軽量蛍石 (light spar)、マグネシウム - ヒドロシリケート、タルク、セメント、珪藻土、沈澱法珪酸、疎水性変性珪酸またはドイツ特許 (C) 第3, 101, 313号明細書に従う疎水性変性シリカがある。凝結防止剤の平均粒度は0.01 ~ 50 μm 、特に好ましくは0.01 ~ 15 μm である。ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準とする、使用される量は0 ~ 30 重量% である。

【0014】

成分 d) としては、ポリマー成分 a) および b) の総重量を基準として0.1 ~ 1.5 重量% の、少なくとも3つの炭素原子を持ち、水に少なくとも0.001 重量% の程度は溶

解し、酸性媒体中で架橋性アルデヒド基を制御的に遊離できるマスクされた少なくとも2官能性のアルデヒドを使用するのが有利である。適する例には、マロンアルデヒド、スクシンアルデヒド、2-ヒドロキシスクシンアルデヒド、グルタルアルデヒド、3-メチルグルタルアルデヒド、3-ヒドロキシグルタルアルデヒド、アジポアルデヒド、ヘプタンジアル、オクタンジアル、ノナネンアル、デカンジアルおよびシス-およびトランス-2-ブテンジアルまたはポリアクロレインおよびジアルデヒド澱粉がある。これらのアルデヒドの適する誘導体には亜硫酸水素アルカリ金属との完全にまたは部分的に形成された付加物、メタノールまたはエタノールとの完全アセタールおよびエチレングリコールまたはプロピレングリコールとの環状完全アセタールがあり、その際にこれらアセタールはマスクされていない別のアルデヒド基を有していてもよい。同様に、スクシンアルデヒドおよびグルタルアルデヒドの分子内環アセタール、例えば2,5-ジアルコキシテトラヒドロフランおよび2,6-ジアルコキシテトラヒドロ-2H-ピランが適する。亜硫酸水素ナトリウムまたは-カリウムとこれらアルデヒドとのビス付加物が有利である。特に有利な成分は亜硫酸水素ナトリウムまたは-カリウムとグルタルアルデヒドおよびスクシンアルデヒドとの粉末状ビス付加物、特にグルタルアルデヒド-ビス(亜硫酸水素ナトリウム)およびスクシンアルデヒド-ビス(亜硫酸水素ナトリウム)が有利である。勿論、異なる付加物の混合物も使用することができる。他の有利な化合物にはマロンアルデヒドのビスジメチル-およびビスジエチルアセタール並びにスクシンアルデヒドおよびグルタルアルデヒドの分子内環アセタールがある。

10

【0015】

20

成分e)としては場合によっては、基礎ポリマーa)の総重量を基準として好ましくは0.1~5重量%の別の添加物、例えば造膜助剤、例えば酢酸ブチルジグリコール、可塑剤、消泡剤および場合によっては別の添加物を使用する。新規の分散物粉末は、酸性成分f)としてポリマー成分a)とb)との総重量を基準として0.1~5重量%の、水に溶解しているか、固体状態またはそしてキャリア物質例えばアルミノ珪酸塩に吸着された状態で存在しているプレnstेटド酸またはルイス酸を含有している。有利に使用されるこれらの化合物は広義で、ポリビニルアルコールと錯塩化合物を形成することのできる化合物である。使用されるプレnstेटド酸は好ましくはポリアニオンを形成し得るもの、例えば硼酸、メタ燐酸または、オルト燐酸の酸性結晶質塩である。使用されるルイス酸は多価カチオンを有する結晶質の塩、特にAl(III)、Zr(IV)またはFe(III)の塩、例えば塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、ジルコニウム-オキシクロライドまたは塩化鉄(III)がある。2.5以下のpK_a値を有する他のプレnstेटド酸、例えばベンゼンスルホン酸またはp-トルエンスルホン酸は場合によっては低いpHを達成するために上記の酸と一緒に使用することができる。勿論、上記の化合物の混合物を使用することも可能である。

30

【0016】

本発明は更に、請求項1に記載の再分散性分散物粉末を製造する方法において、基礎ポリマーa)を含みそして使用されるポリビニルアルコールb)の一部にて既に安定化されていてもよくそして使用されるポリビニルアルコールb)の残量および場合によっては1種類以上の成分e)が添加されている分散物から出発し、場合によっては凝結防止剤c)を添加しながら乾燥しそして次にマスクしたポリアルデヒドd)および場合によっては酸f)を後から添加する、上記方法にも関する。

40

【0017】

耐水性接着剤のための新規の分散物粉末の製造は、ポリビニルエステル基礎ポリマーa)を含有し、使用するポリビニルアルコールb)の一部または全部で既に安定化されていてもよい分散物から出発する。ポリビニルアルコールb)は分散物に後から、好ましくは水溶液の状態で添加してもよい。場合によっては、e)群の内の1種類以上の成分を分散物に添加してもよい。特に純粋なポリ酢酸ビニル単独重合体分散物を使用する場合には、最低造膜温度(MFT)を下げるために慣用の造膜助剤を添加する。この関係での混合プロセスの手順には制限がない。

50

【 0 0 1 8 】

分散物混合物を次いで乾燥する。好ましくは噴霧乾燥または凍結乾燥、特に好ましくは噴霧乾燥する。特に分散物混合物が非常に低い造膜温度、例えば 0 である場合には、分散物粉末に最適な保存性を保証するために、凝結防止剤 c) を噴霧乾燥の過程で添加すべきである。凝結防止剤は、水性分散物混合物と同時に、ただし別々に噴霧乾燥塔に供給する。二種類のポリマー分散物の水性混合物から、本発明の意図に合う分散物粉末を噴霧乾燥によって製造する。この噴霧乾燥は液体を噴霧乾燥するのに適する当業者に知られているあらゆる装置、例えば二成分ノズルまたは回転式アトマイザーディスクを備えた装置で実施される。

【 0 0 1 9 】

好ましい噴霧乾燥分散物混合物を次いでマスクされたポリアルデヒド d) とおよび場合によっては酸性成分 f) と同時にまたは相前後して混合する。混合手順は当業者に知られておりそしてこの種の目的で慣用される混合装置、例えばドラム型 - 、タンブラー型ミキサーまたは攪拌式混合機にて実施することができる。成分 d) および f) の添加順序には制限がない。

【 0 0 2 0 】

新規の分散物粉末を製造するためのこの実施形態の一つの変法は、マスクしたポリアルデヒド d) を好ましくは水性液の状態または固体としてポリビニルエステル分散物に乾燥工程よりも前に混入するものである。この手順は成分 b) および e) を添加する前または添加に続くあらゆる時点で実施することができ、制限がない。噴霧乾燥の場合には、乾燥ガスの温度を、マスクされたポリアルデヒド化合物の熱分解温度を超えないように選択する。d) 群の内の有利な化合物として例えばグルタルアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) を使用する場合には、ガス流の温度は 1 2 0 の水準を超えるべきでない。乾燥操作の後に、酸性成分 f) を粉末組成物に添加してもよい。

【 0 0 2 1 】

本発明に従って製造される分散物は驚く程に良好な保存性があり、かつ良好な自由流動性を有している。

更に本発明は、耐水性接着剤として適する再分散物を新規の分散物粉末組成物から製造する方法に関する。

成分 f) を既に含有している分散物粉末から出発する場合には、水との攪拌混合後に一成分系接着剤として使用することのできる再分散物が直接的に得られる。この分散物はマスクされたポリアルデヒド d) がゆっくり加水分解される範囲内にある酸性 p H を有しており、アルデヒド基を制御された速度で経時的に遊離することができる。この p H の範囲は好ましくは 2 ~ 6 、特に 2 . 5 ~ 4 である。

【 0 0 2 2 】

別のやり方では、二成分系または二つのピークのある系の状態の酸性成分 f) を、追加の酸、好ましくはブレンステッド酸、例えば 2 . 5 より小さい p K_a 値を持つ有機酸または鉍酸を添加してまたは添加せずに粉末混合物を再分散する操作の間または後まで、粉末接着剤組成物の再分散物に添加しない。この場合には成分 f) を水溶液の状態で有利に添加することができる。

【 0 0 2 3 】

本発明は接着剤、特に耐水性接着剤において新規の分散物粉末を使用することにも関する。

新規の分散物粉末組成物の再分散物から得られる生成物は接着剤、特に木材の接着のための接着剤として適しており、この用途では優れた湿潤接合強度を少なくとも 8 時間の実質的ポットライフにおいて達成する。木材用接着剤として使用する場合には、試験規格 D I N E N 2 0 4 に従う要求、少なくともクラス D 2 、好ましくは D 3 、特に好ましくは試験規格 D 4 の要求に適合する。それ故にこのものは、気候条件の極端な変動および水の作用に曝される地域での屋内での用途、例えば室内スイミングプールおよびシャワー室、および気候的に大きい影響に曝される屋外の用途、例えば窓および屋外用ドアにも適して

10

20

30

40

50

いる。更にこのものは非常にしばしば接合する用途に使用するのに極めて適している。

【0024】

別の使用例には紙、厚紙、段ボール紙、発泡体、レザー、繊維複合体または圧縮複合材料、例えば床、壁または天井の接着剤または家具用ベニア接着剤またはカーペット裏面用接着剤として、酸に敏感でない表面のためのタイル用接着剤、木材繊維ボードまたは再生皮革のための耐水性バインダー、および紙または合成繊維より成る絶縁材料のバインダーまたは織物または不織布のバインダーがある。

【0025】

他の用途分野には、生じるpHのもとで凝固し得る特に石膏材料のような無機系バインダーと共に用いられる化学建材製品がある。

10

以下の実施例によって本発明を更に詳細に説明する。全ての部および百分率は他に指摘がない限り重量に関する。

【0026】

【実施例】

【0027】

【実施例】

粉末接着剤の製造

実施例 1

100部の^(R) Mowilith 粉末DS (ヘキスト社; ポリビニルアルコールで安定化されたポリ酢酸ビニル) に1部のグルタルアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) および2.6部の塩化アルミニウム6水和物を添加し、そしてこれらの成分をタンブラー型ミキサーで混合する。

20

【0028】

実施例 2

2部のブチルジグリコール - アセテートを、約10% (ポリ酢酸ビニルを基準として) の部分鹸化ポリビニルアルコールで安定化された100部の市販のポリ酢酸ビニル単独重合体中に攪拌混入する。次いでこの分散物を37%の固形分含有量に希釈しそして、固形分含有量を基準として1%の市販の凝結防止剤 (10 μ の粒度の疎水性化珪酸) を用いてディスク式アトマイザー (Niro社製) によって噴霧乾燥する。噴霧乾燥条件: 導入温度 = 125、出口温度 = 75、乾燥ガス導入量 = 900 m³ / 時、生成物処理量 = 20 kg / 時、アトマイザーディスクの回転速度 = 23,000 回転 / 分。

30

【0029】

この様にして得られた、良好な自由流動性の粉末100部に次にグルタルアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) 1部および塩化アルミニウム・6水和物2.6部を添加し、そしてこれらの成分をタンブラー型ミキサー中で混合する。

実施例 3

約10% (ポリ酢酸ビニルを基準として) の部分鹸化ポリビニルアルコールで安定化された74.5部の市販のポリ酢酸ビニル単独重合体を、櫛型攪拌機を用いて、約10% (ポリマーの総重量を基準として) の部分鹸化ポリビニルアルコールで安定化されそして約25%のエチレン含有量および-10の凝固温度を有した25.5部の安定化酢酸ビニル - エチレン分散物と混合する。次いでこの分散物を回転式アトマイザーディスクを用いて、噴霧乾燥塔にて実施例2に規定した条件のもとで噴霧乾燥する。

40

【0030】

この様にして得られた、良好な自由流動性の粉末100部に次にグルタルアルデヒド - ビス (亜硫酸水素ナトリウム) 1部および塩化アルミニウム・6水和物2.6部を添加し、そしてこれらの成分をタンブラー型ミキサー中で混合する。

実施例 4

実施例3の粉末組成物を9月の間、室温で貯蔵する。

【0031】

実施例1~4から木材用接着剤として適する再分散物を製造する:

50

実施例 1 ~ 4 からの粉末組成物は容易に再分散することができそして凝集塊を含まない再分散物をもたらす。水を添加しそして 2 . 8 ~ 3 . 5 の範囲内の pH 値を有する 5 0 % 濃度再分散物を製造する。実施例 2 および 3 の再分散物の最低造膜温度はそれぞれ 5 および 0 である。比較例として 3 0 % 濃度再分散物を、他の添加物を含まない^(R) M o w i l i t h 粉末 D S から製造する(比較例 1)。

【 0 0 3 2 】

木材用接着剤としての再分散物の性能試験

木材接着試験は D I N E N 2 0 4 / D 4 に従って実施する。試験体は D I N E N 2 0 5 の処方で製造する。接着および試験は次のパラメーターのもとで実施する：

接着剤塗布：	$150 \pm 20 \text{ g} / \text{m}^2$ (底部側)	10
開放待ち時間：	3 分	
密閉待ち時間：	3 分	
圧縮時間：	2 時間	
圧縮圧：	$0.7 \pm 0.1 \text{ N} / \text{mm}^2$	
各試験当たりの試験体の数：	2 0	
貯蔵順序 D 4 / 5：	標準の温度および湿度条件で 7 日*)	
	沸騰水中で 6 時間	20
	冷水中で 2 時間。	

【 0 0 3 3 】

試験温度：	$23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$
進行速度：	5 0 mm / 分

グループ D 4 / 5 への分類は $> 4 \text{ N} / \text{mm}^2$ の引裂強度の場合である。

*) 標準条件： 23 ± 2 および $50 \pm 5 \%$ の相対湿度

D I N E N 2 0 4 / D 4 に従う湿潤接合強度を表 1 に示す。この表には得られた再分散物の 2 3 で測定された粘度(ブルックフィールド粘度、スピンドル 6、2 0 回転 / 分)並びに 8 時間経過後の粘度を示す。 30

【 0 0 3 4 】

表 1：実施例 1～4 および比較例 1 の再分散物の性能試験データ

実施例	粘度 [Pa・s]	8時間経過後の粘度 [Pa・s]	D 4 / 5 [N/mm ²]
1	12.1	14	4.8
2	20.5	24.0	7.2
3	19.3	17.9	6.2
4	30	35	4.1
比較例 1	11.2	12	全ての試験体が不合格

10

この表から、実施例 1～4 だけが沸騰水に対して耐久性があり、試験規格 D 4 / 5 に合格する。一方、新規成分 d) および f) を用いていない比較例 1 はどうな耐水性も示さない。

20

フロントページの続き

(51) Int.Cl.

F I

C 0 8 K	5/07	(2006.01)	C 0 8 K	5/07
C 0 8 L	29/04	(2006.01)	C 0 8 L	29/04
C 0 8 L	31/00	(2006.01)	C 0 8 L	31/00
C 0 9 J	129/04	(2006.01)	C 0 9 J	129/04

審査官 橋本 栄和

(56) 参考文献 国際公開第 9 5 / 0 2 0 6 2 6 (W O , A 1)
国際公開第 9 5 / 0 2 0 6 2 7 (W O , A 1)
特開平 0 8 - 0 6 0 1 1 6 (J P , A)
特開昭 6 1 - 1 9 7 6 4 9 (J P , A)
特開平 0 2 - 0 2 2 3 5 3 (J P , A)
特表平 0 9 - 5 1 2 8 6 0 (J P , A)
特開平 0 4 - 0 3 7 5 9 3 (J P , A)
特公昭 5 3 - 0 4 7 3 8 2 (J P , B 1)
特開昭 5 7 - 0 5 9 9 7 1 (J P , A)
特開昭 5 9 - 1 9 1 7 8 0 (J P , A)
特開昭 5 6 - 0 8 1 3 8 0 (J P , A)

(58) 調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C09J 4/00-201/10

C08L 1/00-101/16