

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5201836号
(P5201836)

(45) 発行日 平成25年6月5日(2013.6.5)

(24) 登録日 平成25年2月22日(2013.2.22)

(51) Int.Cl. F I
C O 9 J 153/02 (2006.01) C O 9 J 153/02
C O 8 F 297/04 (2006.01) C O 8 F 297/04
C O 9 J 11/06 (2006.01) C O 9 J 11/06
C O 9 J 11/08 (2006.01) C O 9 J 11/08
C O 9 J 157/02 (2006.01) C O 9 J 157/02

請求項の数 2 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2006-553585 (P2006-553585)	(73) 特許権者	501140348
(86) (22) 出願日	平成17年2月11日(2005.2.11)		クレイトン・ポリマーズ・リサーチ・ペー
(65) 公表番号	特表2007-530714 (P2007-530714A)		・ペー
(43) 公表日	平成19年11月1日(2007.11.1)		オランダ国、1030・ペー・ハー・アム
(86) 国際出願番号	PCT/EP2005/050616		ステルダム、ペー・オー・ボックス・37
(87) 国際公開番号	W02005/080461		666
(87) 国際公開日	平成17年9月1日(2005.9.1)	(74) 代理人	100062007
審査請求日	平成18年9月25日(2006.9.25)		弁理士 川口 義雄
審判番号	不服2011-23772 (P2011-23772/J1)	(74) 代理人	100140523
審判請求日	平成23年11月4日(2011.11.4)		弁理士 渡邊 千尋
(31) 優先権主張番号	60/545,837	(74) 代理人	100103920
(32) 優先日	平成16年2月19日(2004.2.19)		弁理士 大崎 勝真
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 不織布用のホットメルト接着剤組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 式 $[S - (I/B)]_n X$ の放射状混合ミッドブロックコポリマー [S は、主にポリ(スチレン)ブロックを表し、(I/B) は、重量比が 70 : 30 から 30 : 70 の範囲の、主にイソプレンとブタジエンの混合物のランダム共重合により得られたポリマーブロックを表し、n は 3 から 5 の範囲の整数であり、X はカップリング剤の残基であり、前記カップリング剤はアルコキシシランであり、前記ブロックコポリマーは、28 から 50 重量% のポリ(スチレン)含有率および 50 から 100% のカップリング効率を有し、200 / 5 kg で測定したメルトフローインデックスは 1.0 から 12 g / 10 分の範囲である。] 100 重量部と、

(b) 粘着性付与樹脂 250 から 300 重量部と、

(c) 可塑剤 50 から 150 重量部と、および

(d) 1 種または複数の安定剤および / または酸化防止剤 0 から 3 重量部と

を含む、不織布組立体に使用されるホットメルト接着剤組成物。

【請求項 2】

少なくとも 1 種の不織布成分を含み、請求項 1 に記載のホットメルト接着剤組成物を使用して組み立てられた、幼児用および成人用おむつまたは衛生ナプキン、失禁パッド、ベッドパッド、フェミニンパッドおよびパンティシールドからなる群から選択される使い捨て商品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、不織布用のホットメルト接着剤組成物に関する。より詳細には、本発明は、不織布材料製の少なくとも1種の成分を含む、幼児用および成人用おむつ、衛生ナプキン、失禁パッド、ベッドパッド、フェミニンパッド、パンティシールドなどの、衛生用品の製造用の、ホットメルト接着剤組成物に関し、および、これに使用されるブロックコポリマーにも関する。

【背景技術】

【0002】

末端のポリ(スチレン)ブロックおよび1種または複数の中央のポリ(イソブレン)ブロックを含むブロックコポリマーとりわけトリブロックコポリマーが使い捨て商品の製造用のホットメルト接着剤組成物に使用されることが、国際公開WO 9102039号、欧州特許公開EP 0532831A、および欧州特許公開EP 0802251Aにおいて教示されているように、当技術分野で一般に知られている。より具体的には、25~35重量%のポリ(スチレン)含有率を有し、140,000~145,000の全体の見掛け分子量を有する、トリブロックコポリマー(例えば、KRATON D-1165ブロックコポリマー)が、おむつ業界において、次の2つの形でホットメルト接着剤組成物に使用されている。

1. ポリ(エチレン)のおむつ本体を接着するための組立て用接着剤として。
2. 腰バンドおよび脚バンドとして使用される弾力性のある付着品を接着するための付着品用接着剤として。

【0003】

このような接着剤は、着色が軽く、透明であり、低臭気であり、149(300°F)で吹き付け可能であり、ポリ(オレフィン)フィルムに対して良好な接着性を示さなければならず、不織布製のバックシートに染み透ってはならない。これらはまた、比較的安価でなければならない。

【0004】

弾力性のある付着品用の接着剤は、弾力性のある腰バンドおよび脚バンドを形成するために、弾力性のある糸をポリエチレンおよび不織布フィルムに接着するのに使用される。弾力性のある糸の多数のストランドは、一般に300%延伸され、ポリ(オレフィン)と不織布ウェブの内側に挟まれる直前に、149(300°F)の温度で、接着剤組成物で被覆される。構造用接着剤と同様に、これらは、通常は渦巻き状に吹き付けられる。弾力性のある糸の両端が工程の後の方で裁断されるとき、この複合材料は収縮して、不織布とポリ(オレフィン)フィルムがしわになって弾力性のあるバンドを形成する。

【0005】

KRATON D-1165ブロックコポリマーなどのブロックコポリマーは、受け入れられるホットメルトの粘度/温度プロファイルを示し、一般に用いられる160(320°F)までのホットメルト温度で、十分に低い粘度を有し、これによって効率的な加工が可能になる。しかし、本明細書に前述した、他の魅力ある特性と共に、加工の効率の良い、さらなるブロックコポリマーの、経済的な必要がある。

【0006】

比較的低いホットメルト粘度は、深刻な量の規格外製品を生産せずに、おむつ製造ラインにおける高生産速度を可能にすることが知られている。通常、このような規格外製品となる問題は、例えば、接着剤の粘度低下、接着剤の変色、ポリエチレンフィルムへの損傷または炭化物の形成であり得る。このため、おむつ製造における開発の試みが、現在続けられている。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

したがって、本発明の一目的は、吹き付け性を可能にしながら、本明細書で前述した問

10

20

30

40

50

題を避けるために、138～160（280～320°F）の範囲の温度で適度な粘度を示す、改良された接着剤組成物を提供することである。

【0008】

本発明のもう1つの目的は、少なくとも1つの不織布層を含み、前記改良されたホットメルト接着剤組成物を用いて製造される、衛生用品の形成である。

【課題を解決するための手段】

【0009】

広範囲の研究および実験の結果、驚くべきことに、末端の主にポリ（スチレン）ブロックと中央の（I/B）ブロックとを含む放射状のブロックコポリマーが、おむつ業界において好んで用いられる温度、すなわち138～160（280～320°F）の範囲の温度で、良好に吹き付け可能なホットメルト粘度を提供することが、今回見出された。さらに、これらの放射状のポリマーは、卓越した色安定性、優秀な接着性能、およびS-I-Sブロックコポリマーに基づいた従来の接着剤組成物に比べてより優れた粘度安定性を提供する。

【0010】

さらに、ブロックコポリマーを含む前記S-（I/B）ブロックを含むホットメルト接着剤組成物は、増大した粘着力を示すことが見出された。

【0011】

（発明の開示）

本発明は、

（a）式 $[S-(I/B)]_n X$ のブロックコポリマー〔Sは、主にポリ（スチレン）ブロックを表し、（I/B）は、重量比が70：30から30：70の範囲の、主にイソプレンとブタジエンの混合物のランダム共重合により得られたポリマーブロックを表し、nは3から5の範囲の整数であり、Xはカップリング剤の残基であり、前記ブロックコポリマーは、28から50重量%のポリ（スチレン）含有率および50から100%のカップリング効率を有し、200/5kgで測定したメルトフローインデックスは1.0から12g/10分の範囲である。〕100重量部と、

（b）粘着性付与樹脂250から300重量部と、

（c）可塑剤50から150重量部と、および

（d）1種または複数の安定剤および/または酸化防止剤0から3重量部とを含む、不織布組立体に使用されるホットメルト接着剤組成物に関する。

【0012】

本発明の他の態様は、少なくとも1種の不織布成分を含み、本明細書で前述したホットメルト接着剤組成物の使用によって組み立てられる、幼児用および成人用おむつ、衛生ナプキン、失禁パッド、ベッドパッド、フェミニンパッド、パンティシールドなどの、使い捨て商品によって、またこれに使用されるこの特定のブロックコポリマーによって形成される。

【0013】

本発明の接着剤組成物は、使い捨ておむつ、生理用品、失禁パッド、ベッドパッド、外科用ドレープおよびガウン、および類似品などの用途に有用である。本発明の放射状混合ミッドブロックポリマーは、驚くほどに高い粘度においてさえも、良好な吹き付け性を有することが示された。従来のSISベースの不織布用接着剤に比した他の特徴は、改良された粘度安定性、熱老化させたときの改良された色安定性、および弾力性のある繊維を用いた付着品構成のための良好な耐クリープ性が含まれる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

本発明の接着剤組成物に使用される主要な成分は、ブロックコポリマー〔成分（a）〕、粘着性付与樹脂〔成分（b）〕、可塑剤〔成分（c）〕および場合によって安定剤または酸化防止剤〔成分（d）〕である。

【0015】

本発明のブロックコポリマーは、一般式 $[S - (I/B)]_n X$ の構造で表され、カップリング効率が 100% 未満であるときは、ジブロックコポリマー $S - (I/B)$ と場合によって混合している [上式中、 S は主にポリ(スチレン)ブロックを表し、 (I/B) は主にイソプレンとブタジエンのランダム共重合した混合物のブロックを表し、イソプレンのブタジエンに対する重量比は、70 : 30 から 30 : 70 の範囲 (または 1.1 / 0.55 から 0.45 / 1.3 のモル / モル比) であり、 n は 3 から 5、好ましくは 3 から 4 の範囲の整数であり、 X は本明細書でさらに後述するカップリング剤の残基である。]

【 0 0 1 6 】

イソプレンのブタジエンに対する重量比は、60 : 40 から 40 : 60 (または 0.89 / 0.75 から 0.75 / 0.89 のモル比) の範囲が好ましい。イソプレンのブタジエンに対する重量比は、55 : 45 から 45 : 55 の範囲がより好ましい。

10

【 0 0 1 7 】

本明細書では、用語の「主にポリ(スチレン)」および「主にイソプレンとブタジエン」は、主要なモノマー、すなわち一方ではスチレン他方ではイソプレンとブタジエンに加えて、1種または複数の副次的なコモノマーが、少量、すなわち共重合可能なモノマーの 5 重量% まで出発モノマー中に存在してもよいことを意味する。しかし、実質上純粋な(コ)モノマーが、それぞれのブロックの調製に使用されることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

スチレンに加えて使用される、副次的なコモノマーの例には、これらだけには限らないが、 α -メチルスチレン、 p -メチルスチレン、 o -メチルスチレン、 p - t -ブチルスチレン、ジメチルスチレン、ビニルトルエン、ビニルキシレン、ジフェニルエチレンおよびビニルナフタレンまたはこれらの混合物が含まれる。

20

【 0 0 1 9 】

混合ポリマーミッドブロック (I/B) は、共重合するモノマーとしてのブタジエンとイソプレンから作製され、少量の他のコモノマー、例えば、(ブロック全体の重量に対して) 5 重量% までのスチレンなどの共重合可能なモノマーを含んでもよいが、実質上純粋なイソプレンとブタジエンの混合物が好ましい。

【 0 0 2 0 】

本発明によるブロックコポリマーにおいて、ポリ(スチレン)含有率(いずれかのコモノマーを含んでもよい。)は、全ブロックコポリマーに対して、28 から 50 重量%、好ましくは 28 から 35 重量%、より好ましくは 29 から 33 重量% の範囲である。結合したブタジエンの割合は、全体で 18 から 80 重量%、好ましくは 40 から 70 重量% である。結合したイソプレンの割合は、15 から 70 重量%、好ましくは 30 から 70 重量% である。結合したモノマー(共重合可能なモノマーがある場合は、それを加えたもの)のこれらの量は、合計 100% になる。

30

【 0 0 2 1 】

ポリマーブロック S は、実分子量が、9,500 から 25,000 の範囲であることが好ましく、11,000 から 16,000 であることがより好ましい。

【 0 0 2 2 】

本発明による接着剤組成物に使用されるブロックコポリマーは、ゲル浸透クロマトグラフィ(GPC、ASTM D5293 ~ 97 に記載の方法に類似)で測定して、重量平均分子量(ポリスチレンとして表した分子量)が、250,000 から 500,000 の範囲であることが好ましく、150,000 から 230,000 であることがより好ましい。

40

【 0 0 2 3 】

ブロックコポリマーは、1.0 から 12 g / 10 分の範囲の、200 / 5 kg で測定したメルトフローインデックスを有する。

【 0 0 2 4 】

本発明による接着剤組成物に使用されるブロックコポリマーはそれぞれ、1, 2 - ビニ

50

ル結合および/または3,4-ビニル結合を、共役ジエンの重量に対して4から10重量%の範囲の(または、0.08から0.70モル/モル%の範囲の)割合で含むことが好ましい。

【0025】

(I/B)ブロックは、7から12重量%の範囲の重合ブタジエン中のビニル含有率および、4から8重量%の範囲の重合イソプレン中のビニル含有率を有することが好ましい。(I/B)ブロックは、7から9重量%の範囲の重合したブタジエン中のビニル含有率および、4から6重量%の範囲の重合したイソプレン中のビニル含有率を有することがより好ましい。

【0026】

接着剤組成物中の主成分(a)として使用される前記ブロックコポリマーは、ランダムに共重合したブロック(I/B)を有し、すなわち、混合ミッドブロックが、単一ホモポリマーブロックの著しい形成を示さない。このようなブロックコポリマーは、国際公開WO 02057386号に記載された方法など様々の方法で調製することができる。

【0027】

本発明によるブロックコポリマーは、例えば、アニオン重合で調製されたリビングジブロックコポリマーを、カップリング剤でカップリングすることによって作製することができる。カップリング剤は、メチルスズ三塩化物、四塩化スズなどのスズカップリング剤；四塩化ケイ素や四臭化ケイ素などのハロゲン化ケイ素カップリング剤；テトラメトキシシランなどのアルコキシシラン；およびトリクロロエタン、トリクロロプロパン、トリプロモプロパンなどのハロゲン化アルカンでよい。四塩化ケイ素、四臭化ケイ素、テトラメトキシシランまたは他のテトラ(アルコキシ)シランが好ましい。

【0028】

したがって、成分(a)の主なブロックコポリマーは、例えば、100/0から20/80、好ましくは100/0から80/20の重量比で、一般式 $[S - (I/B)]_n X$ のカップリングしたポリマーと、中間のジブロック $S - (I/B)$ との混合物を含み得る。

【0029】

主なブロックコポリマー成分(a)は、 $[S - B]_n X$ タイプ of ブロックコポリマーおよび/または $[S - I]_n X$ タイプ of ブロックコポリマーの調製に使用される一般のプロセスの単なる手直しによって、替わりにブタジエン/イソプレンの混合物を使用して作製することができる。本発明に従って使用されるブロックコポリマーの調製における重要点は、所望の(I/B)比を確保するために、ホモポリマーのジエンブロックの形成を避けることである。

【0030】

本発明のホットメルト接着剤組成物に使用する粘着性付与樹脂は、ホットメルト接着剤に適用可能であることが知られている多種多様な樹脂から選択することができる。これらの樹脂は、改変C5炭化水素樹脂(C5/C9樹脂)、スチレン化テルペン樹脂、全部または部分水素化C9炭化水素樹脂、水素化脂環式炭化水素樹脂、芳香族で改変した水素化脂環式炭化水素樹脂およびこれらの混合物などの改変脂肪族炭化水素樹脂から選択することができる。

【0031】

成分(b)として使用する好ましい樹脂の例には、これらに限定されないが、ESCOREZ(登録商標)5600、ESCOREZ5400、ESCOREZ5300などの、ESCOREZ(登録商標)樹脂シリーズの無色炭化水素樹脂、またはREGALITE(登録商標)1090、7100、S-5100樹脂などのREGALITE(登録商標)樹脂シリーズ、もしくはARKON(登録商標)PおよびM樹脂などのARKON(登録商標)樹脂シリーズの炭化水素樹脂が含まれる。

【0032】

固体の粘着性付与樹脂は、90 から105 の範囲の環球式軟化点を有し、0から3

10

20

30

40

50

0 % の、好ましくは 0 から 12 % の H - NMR 芳香族含有率を有する。

【0033】

本発明のホットメルト接着剤組成物において、成分 (b) は、ブロックコポリマー成分 (a) 100 重量部につき、粘着性付与樹脂 250 から 300 重量部の量で存在する。好ましい接着剤組成物において、成分 (b) は、ブロックコポリマー成分 (a) 100 重量部につき、粘着性付与樹脂 250 から 280 重量部の量で存在する。

【0034】

適切な可塑剤は主に、性質がパラフィン系またはナフテン系 [DIN 51378 に従って測定して、芳香族炭素分布 (carbon aromatic distribution) 5 % であり、好ましくは 2 % であり、より好ましくは 0 % である。] であり、示差走査熱量測定法で測定して、ガラス転移温度が -55 より低い、可塑化用オイルを含む。これらの製品は、SHELLFLEX (登録商標)、CATENEX (登録商標)、ONDINA (登録商標) oils などのロイヤルダッチシェル企業グループ (the Royal Dutch Shell Group of companies) から市販されている。他のオイルには、Witco からの KAYDOL (登録商標) オイル、Arco からの TUFFLO (登録商標) オイル、NYNAS からの NYPLAST (登録商標)、または CALUMET LUBRICANTS からの CALSOL (登録商標) 5555 が含まれる。他の可塑剤には、REGALREZ (登録商標) R-1108 または WINGTACK (登録商標) 10 などの相溶性の液状粘着性付与樹脂が含まれる。

【0035】

オレフィンオリゴマー、低分子量ポリマー ($\leq 30,000$ g/mol) (液状ポリブテン、液状ポリイソプレンコポリマー、液状スチレン/イソプレンコポリマー、または液状水素化スチレン/共役ジエンコポリマーなど)、植物油およびその誘導体、またはパラフィンおよびマイクロクリスタリンワックスなどの、他の可塑剤を添加してもよい。

【0036】

本発明によるホットメルト接着剤組成物は、全体の組成物重量に対して 10 から 30 重量 % の割合で可塑剤を含み、および、ブロックコポリマー成分 (a) 100 重量部につき、50 から 150 重量部の可塑剤を含む。ホットメルト接着剤組成物は、ブロックコポリマー 100 重量部につき 100 から 125 重量部の可塑剤を含むことが好ましい。

【0037】

成分 (a) の各ブロックコポリマーは、このコポリマーの製造者によって、少量の可塑剤と事前ブレンドされているものでもよいことを理解されたい。

【0038】

他の様々なゴム成分を、本発明による接着剤組成物に組み込んでもよい。接着剤の、粘着性、臭気、色を改変するために、他の様々な成分を添加することができることも、当技術分野で知られている。

【0039】

熱、光、および加工によってまたは貯蔵中に引き起こされる劣化から、接着剤を保護するために、酸化防止剤、および ENDEX (登録商標) 160 のようなエンドブロック相溶性樹脂 (end block compatible resins) など他の安定化成分を添加することもできる。ヒンダードフェノールなどの第 1 の酸化防止剤、または亜リン酸塩誘導体などの第 2 の酸化防止剤のいずれか、またはこれらの混合物など、いくつかのタイプの酸化防止剤を使用することができる。

【0040】

市販の酸化防止剤の例には、Ciba-Geigy からの IRGANOX (登録商標) 565 [2, 4 - ビス - (n - オクチルチオ) - 6 - (4 - ヒドロキシ - 3, 5 - ジ - t - ブチルアニリノ) - 1, 3, 5 - トリアジン]、Ciba-Geigy からの IRGANOX 1010 [テトラキス - エチレン - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシ - ヒドロシナメート) メタン] および Uniroyal からの POLYGARD (登録商標) HR [トリス - (2, 4 - ジ - t - ブチル - フェニル) ホスフィット] が含まれる

。SumitomoからのSUMILIZER GS (2 [1 - (2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジ - t - ペンチルフェニル) エチル] - 4 , 6 - ジ - t - ペンチルフェニルアクリレート) ; SumitomoからのSUMILIZER (登録商標) T - PD [ペンタエリスリチルテトラキス (3 - ドデシルチオ - プロピオネート)] ; またはこれらの混合物など、ポリブタジエンセグメントのゲル化を防止するために開発された他の酸化防止剤も使用することができる。

【0041】

本発明のホットメルト接着剤組成物に、1種または複数の安定剤および/または酸化防止剤が場合によって存在する。したがって、1種または複数の安定剤および/または酸化防止剤が、ブロックコポリマー成分(a) 100重量部につき、安定剤および/または酸化防止剤0から3重量部の量で存在する。好ましい接着剤組成物においては、成分(d) が、ブロックコポリマー成分(a) 100重量部につき、成分(d) 0.5から3重量部の量で使用され、より好ましくは、成分(d) 0.5から2.5重量部の量で使用される。

10

【0042】

接着剤組成物の調製方法は、特定の制限はない。したがって、ロール、バンブリミキサーまたはダルトンニーダーを利用した機械的混合プロセス; ターボミキサー、高剪断ブレードミキサー (Z - blade mixer)、単軸または二軸スクリュウ押出機など、攪拌機を備えた熔融用ケトルを使用して加熱および混合を行うことを特徴とする、ホットメルトプロセス; 配合成分を適当な溶媒に注ぎ攪拌して感圧粘着剤組成物の完全な溶液を得る、溶媒プロセスなど、任意の方法を使用することができる。

20

【0043】

本発明によるホットメルト接着剤組成物は、ポリエチレン製の基本構造および少なくとも1種の不織布製ライニング要素を含む衛生用品、特におむつを組み立てるための、組立て用接着剤組成物または付着品用接着剤組成物として有効に使用される。

【0044】

本発明による配合されたホットメルト接着剤組成物に、以下の利点が見出された。

【0045】

初期および熱老化後の色安定性の改善
粘度変化に対する抵抗の増大
弾力性繊維接着におけるクリープ特性の改善
高粘度においても良好な吹き付け性

30

【0046】

本発明を例示するために次の実施例を提供する。これらの実施例は、本発明の範囲を限定することを意図したものではなく、そのように解釈すべきではない。

【実施例】

【0047】

ポリスチレン含有率を¹H - NMRで求めた。

【0048】

ホットメルトの粘度を、ASTM D - 3236 - 78に従って回転式粘度計を用いて測定した。スピンドルを液体に浸した状態で一定速度で回転させるのに必要なトルクによって粘度を測定した。ブルックフィールドサーモセル (Brookfield Thermocell) を備えたRVTDV - II内にサンプルを置き、110 から160 の温度範囲でホットメルト粘度を測定した。結果をパスカル秒 (Pas) で表した。

40

【0049】

(ブロックコポリマーA ~ Dの合成)

シクロヘキサン、スチレン、ブタジエンおよびイソプレンを活性アルミナで精製し、4で窒素雰囲気下で貯蔵した。合成の前に、ブタジエンとイソプレンのモノマー混合物 (表1に示した重量/重量比のもの) を調製し、4で窒素雰囲気下に貯蔵した。この混合物をそのまま使用した。

50

【 0 0 5 0 】

らせん状撹拌機を備えたオートクレーブにシクロヘキサンを装入し、中身を50から60に加熱した。開始剤として、sec-ブチルリチウムを添加し、直ちにスチレンモノマーを添加し、完全に重合させた。反応温度を70に上げ、この温度でブタジエン/イソプレンモノマー混合物(B/I)を添加し反応させた。得られたジブロックを、活性ポリマーリチウム鎖末端1モルにつき通常1/2モル未満の化学量論比で添加したカップリング剤とカップリングさせた。この超過量を、場合によってはsec-ブチルリチウムで捕捉し、次いでエタノールを添加して重合を停止した。反応混合物を40に冷却し、ブレンダーに移し、安定化パッケージ(IRGANOX 565およびIRGANOX 168 0.08/0.35 phrをシクロヘキサン溶液として含むもの)を添加し、室温で撹拌した。水蒸気凝集処理(steam coagulation finishing)をし、次いでオープンで乾燥することによって、乾燥したゴムを得た。

10

【 0 0 5 1 】

表1に成分(a)と(b)の使用した量を記載する。ポリマーをGPCで分析した。その結果を表2に含める。

【 0 0 5 2 】

ポリマーA、BおよびCをGPTS[(3-グリシドキシプロピル)トリメトキシシラン]とカップリングさせた。平均分岐数3.2アーム(arm)を有した。ポリマーDをEPON(登録商標)826とカップリングさせた。これは直鎖状構造を有する。

【 0 0 5 3 】

20

これらのポリマーは、また本明細書で前述した順次/再開始技術(sequential/reinitiation technology)で重合させることも可能である。

【 0 0 5 4 】

【表1】

表1

ポリマー	A	B)*	C*	D
シクロヘキサン(l)	262.4	320.8	320.8	77
開始剤(mmol)	680.0	998.7	998.7	20.5
スチレン(g)	9100	15230	15230	638
B/I(比)	60/40	1	1	1
B/I(g)	21000	35220	35220	1490
EPON826(g)				0.24
GPTS(g)	40.2	38.25	23.98	
		added to 126.4 kg セメント	added to 120.7 kg セメント	
GPTS/Li比	0.25	0.29	0.23	

30

40

*ポリマーBおよびCはジブロックのマスターバッチから作製し、次いで分離して、異なるカップリング効率の放射状ポリマーを作製した。

【 0 0 5 5 】

50

【表 2】

表2

ホ ^o リマー	A	B	C	D
GPC Mw				
ホ ^o リスチレン*10 ³	13.3	15.0	15.4	14.8
GPC M _w *10 ³	152.7	200.3	190.1	134
カップリング効率 %	75	78	66	81
ホ ^o リスチレン含有率 重量%	29.3	29.4	29.4	31
Bd/Ip 比 重量/重量	60/40	50/50	50/50	50/50
Bd中ヒ ^o ニル 重量%	10	9	9	9
Ip中ヒ ^o ニル 重量%	6	6	6	6

【0056】

試験した接着剤組成物に使用されたさらなる成分は次のとおりである。

【0057】

DEXCOからのVECTOR（登録商標）4211は、30%ポリスチレン含有率およびメルトフローレート13g/10分を有し、順次的に作製されたので事実上ジブロック部分のない、直鎖のスチレン-イソプレン-スチレンブロックコポリマーである。

【0058】

本発明の実施例において数種類の粘着性付与剤を使用した。ESCOREZ 5600は、EXXON MOBIL CHEMICALからの炭化水素樹脂である。ESCOREZ 5400は、EXXON MOBIL CHEMICALからの炭化水素樹脂である。CALSOL 5555は、CALUMET LUBRICANTSからのナフテンオイルである。ENDEX 160は、EASTMAN CHEMICALからのスチレンブロック相溶性樹脂である。IRGANOX 1010は、CIBAからの酸化防止剤である。

【0059】

本明細書で後に指定する成分を含む、次のホットメルト接着剤組成物は、表3および5に記載の構成であった。さらに、これらの配合に基づく試験結果を表3～5に示す。

【0060】

10

20

30

40

【表 3】

表3 ホットルト接着剤配合物の粘度および剥離接着力

	F1	F2	F3	F4	ベンチマーク*
ホリマーD直鎖	20				
ホリマーA		20			
ホリマーB			20		
ホリマーC				20	
ESCOREZ 5600	56.5	56.5	56.5	56.5	
CALSOL 5550	23	23	23	23	
IRGANOX 1010	0.5	0.5	0.5	0.5	
149°C (300° F) での粘度 (cps)	1480	3000	4790	5710	2960
渦巻き剥離ピーク値 (g)	249	293	246	285	259
渦巻き剥離平均値 (g)	148	154	121	136	134

*ベンチマーク配合

20 phr SISポリマー [Dexco VECTOR (登録商標) 4211]

55.6 phr ESCOREZ 5400

9 phr ENDEX 160

15 オイル

0.4 IRGANOX 1010

【0061】

熱安定性を試験するために、各接着剤300gをガラスジャーに入れ、149 (300 ° F) に96時間保った。24時間間隔で、それぞれから10.5gを取り出し、ガードナーカラスケール、および149 (300 ° F) におけるブルックフィールド粘度を調べた。

【0062】

【表 4】

表4 熱安定性データ

	F1	F2	F3	F4	ベンチマーク k
149°C (300° F) での初期粘度 (cps)	1480	3000	4790	5710	2960
24 時間	1390	2520	4140	4940	2475
48 時間	1160	1970	3170	4210	1660
72 時間	985	1580	2810	3010	1130
96 時間	910	1410	2150	2570	970
変化%	-38	-53	-55	-55	-67
初期ガードナーカースケール	2	1	1	1	3
24 時間	3	2	1	2	3
48 時間	4	3	2	2	4
72 時間	5	4	2	3	5
96 時間	6	5	3+	4+	5

【 0 0 6 3 】

弾力性のある付着品を試験するために、各接着剤の 2 0 0 0 g バッチを、1 6 3 (3 2 5 ° F) に設定した高剪断シグマブレードミキサーで調製した。次いで、接着剤を 1 4 9 (3 0 0 ° F) に設定した熔融炉に移し、W e r e n i c z の米国特許第 4 , 8 4 2 , 6 6 6 号に記載された方法を用いて、N o r d s o n 渦巻き吹き付け装置でライクラ系 (L y c r a) の 3 本のストランド上に塗布した。室温に平衡させた後、ラミネーションを最大伸びの 9 5 % に延伸し、堅いボール紙片に留めた。次いで、弾力性の系の両端をポリエチレンフィルムごと裁断し、試験板を 3 8 (1 0 0 ° F) に設定した定温器に入れた。4 時間後、試験板を取り外し、次式を用いてクリープ率を算出した。(初期長さ - 最終長さ) ÷ 初期長さ × 1 0 0

【 0 0 6 4 】

10

20

30

【表 5】

表5 弾力性付着品の粘度およびクリープ率データ

	F1	F2	F3	F4	対照*
ホリマ-D直鎖	23				
ホリマ-A		23			
ホリマ-B			23		
ホリマ-C				23	
ESCOREZ 5400	56.5	56.5	56.5	56.5	
CALSOL 5550	13	13	13	13	
ENDEX 160	7	7	7	7	
IRGANOX 1010	0.5	0.5	0.5	0.5	
149°C (300° F) での ブルックフィールド粘度 (cps)	4940	9350	13900	13900	5725
クリープ%	16.8	13.3	11.6	13	12.3
ライクラXA-940(延伸%)	300	300	300	300	300

*対照の配合

20 phr SISポリマー (Dexco VECTOR 4211)

55.6 phr ESCOREZ 5400

9 phr ENDEX 160

15 オイル

0.4 IRGANOX 1010

【0065】

SIS放射状ポリマーの対照に比べて、本発明の直鎖および放射状混合ミッドブロックポリマーは共に、粘度低下に対する抵抗が優れている。放射状ポリマーは、不織布製品の生産において重要な性質である優れた色安定性を示した。LYCRA XA-940に対する弾力性接着では、放射状ポリマーA～Cは直鎖のものに比べて優れたクリープ特性を示した。1つの予期しない結果は、非常に高い粘度においてさえ、放射状混合ミッドブロックポリマーは吹き付け性に優れていることであった。これは放射状混合ミッドブロックポリマーの重要な1つの特徴であり、より広い配合範囲を可能にする。

フロントページの続き

(72)発明者 デュボイス, ドン・エイ
アメリカ合衆国、テキサス・77079、ヒューストン、シンデイウツド・14310

合議体

審判長 吉水 純子

審判官 小川 進

審判官 大橋 賢一

(56)参考文献 国際公開第02/57386(WO, A2)

特開平5-345885(JP, A)

特開平6-107745(JP, A)

特開平7-238129(JP, A)

特開平7-238131(JP, A)

特開平7-238207(JP, A)

特開平2-135256(JP, A)

特開平2-102212(JP, A)

特表2006-520826(JP, A)

特表2007-523244(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 1/00 -201/10