(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3742099号
(P3742099)
(45)発行日　平成18年2月1日(2006.2.1)　(24)登録日　平成17年11月18日(2005.11.18)

(51)Int.Cl.			F I	
C09J	9/00	(2006.01)	C09J	9/00
C09J	5/06	(2006.01)	C09J	5/06
C09J	7/02	(2006.01)	C09J	7/02
A47L	11/164	(2006.01)	A47L	11/164

請求項の数 3　(全 13 頁)

(21)出願番号	特願平5-502343
(86)(22)出願日	平成4年7月2日(1992.7.2)
(65)公表番号	特表平6-508878
(43)公表日	平成6年10月6日(1994.10.6)
(86)国際出願番号	PCT/US1992/005604
(87)国際公開番号	WO1993/001247
(87)国際公開日	平成5年1月21日(1993.1.21)
審査請求日	平成11年6月29日(1999.6.29)
審判番号	不服2003-8899(P2003-8899/J1)
審判請求日	平成15年5月19日(2003.5.19)
(31)優先権主張番号	725,188
(32)優先日	平成3年7月3日(1991.7.3)
(33)優先権主張国	米国(US)

(73)特許権者　590000422
スリーエム　カンパニー
アメリカ合衆国，ミネソタ　５５１４４－１０００，セント　ポール，スリーエム　センター
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100092624
弁理士　鶴田　準一
(74)代理人　100087871
弁理士　福本　積
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也
(74)代理人　100081330
弁理士　樋口　外治

最終頁に続く

(54)【発明の名称】マイクロ波活性化性接着物品及びその利用方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

被着体を接着するのに利用できる、電子レンジの中で利用するためのマイクロ波活性化性自己制御性接着部品であって：

ａ）ホットメルト又は熱硬化性接着剤から成る基体；及び

ｂ）前記基体の少なくとも一部の上に位置する少なくとも電気的に半導性であるマイクロ波放射線吸収材料のマイクロ波感受層；

を含んでなり、前記感受層は、前記基体を融解するのに十分なる所望のレベル以上に前記基体の温度を上昇させ、それ故前記の所望の温度レベルに達したら前記感受層が不活性化するようマイクロ波放射を吸収するのに十分な薄さであり、ここで前記感受層は不活性化することで分解して前記溶融した基体に混合される、前記物品。

【請求項２】

前記マイクロ波感受層の厚みが60～2000オングストロームである、請求項１記載の物品。

【請求項３】

ａ）ハブ；

ｂ）一対のパッド；

を含んで成り、前記の各パッドは第一面から突き出た複数の糸タフト及び第二面上に露出した複数の糸ステッチを含んで成り、ここで前記パッドは前記ハブの対立面に請求項１又は２に記載の物品によって接着されている、バフ集成体。

【発明の詳細な説明】

発明の背景

発明の分野

本発明はマイクロ波用接着剤に関する。より詳しくは、本発明はマイクロ波エネルギーにより活性化されるホットメルト接着剤又は熱硬化性接着剤に関する。

発明の背景

マイクロ波放射は物体、特に食品を加熱するために広く利用されるようになってきている。マイクロ波加熱の一つの利点は常用の加熱法に比べて物体をより迅速に加熱できうることにある。

マイクロ波加熱は赤外線と高周波との間の電磁スペクトルの領域に関与する。マイクロ波は電気双極子を有する材料を加熱する。水は最も一般的な双極子材料である。典型的には、マイクロ波は物体に透過し、そして双極子と並ぶ傾向にある。このマイクロ波領域は1秒間にそれ自身を数10億回反転させ、このことは双極子を回転させる傾向にある。回転する双極子により放出されるエネルギーは熱へと変換される。

極性材料、例えば水のみがマイクロ波受容体ではない。導電性材料、例えば金属もマイクロ波受容体である。しかしながら、金属は非常に薄くなくてはならず、そうでなければマイクロ波エネルギーを吸収するよりむしろ、入射するマイクロ波エネルギーのほとんど全て反射してしまうであろう。

適当な厚みの電導体はマイクロ波エネルギーで照射されたときにジュール加熱を受ける。非導電基体の上に導電層が置かれていると、この基体はその導電層からの熱エネルギーの伝達によって熱せられる。導電層のジュール加熱は一般に、単純な双極子加熱よりもずっと効率的であり、そしてこれは、マイクロ波エネルギーと双極子との相互作用を通じて達せられる加熱速度よりも数10倍高い加熱速度をもたらす。

マイクロ波エネルギーが導電層に衝突するとき、このマイクロ波エネルギーは導電層において電流を発生せしめる電子的挙動を誘発せしめる。導電層は抵抗、熱の形態におけるエネルギーを有するため、Hは、

$H = I^2 R$

（式中、Ｉはアンペアにおける導電層における電流であり、そしてＲはオームにおける層の抵抗である）であるジュールの法則に従って散逸されるであろう。しかしながら、ジュール加熱はその導電層が電気的に連続し続けている場合にのみ起こる。もし導電層が電気的に不連続となると、電流は下がる又はなくなり、従ってジュール加熱は対応して下がる又はなくなる。

更に、電子レンジの中で発生するマイクロ波放射は常にオーブンにわたって均一に分散されるわけではない。この不均一性は加熱すべき物体における様々な領域の示差加熱をもたらしうる。マイクロ波放射線の量が多いと、その物体はその領域においてより急速に熱せられ、そしてホットスポットが生ずる。

マイクロ波放射はホットメルト及び熱硬化性接着剤をその溶融又は活性化温度へと加熱するのにも利用できうる。産業上のホットメルト接着剤の利用はここで数年徐々に高まっており、水性及び溶媒ベース接着剤を代替えしている。ホットメルト接着剤が特に好ましく、なぜならそれらは大気に溶媒を放出させず、そして迅速な硬化時間特性にもかかわるからである。ホットメルト接着剤は、それが流れ出して被着体の表層上に接着するようにその溶融温度へと加熱せねばならない。この加熱時間は一般に非常に短いが、しかしもし接着剤が特に放熱子として働きうる大型の物体と接しているとき、又は接着剤が絶縁材料によって熱源から隔てられているとき、それはかなり長いときがある。かかる状況において、常用の熱的加熱よりも迅速な速さでホットメルト接着剤を加熱する方法の必要性が存在する。

熱硬化性接着剤は熱への暴露に基づいて化学的に活性化される接着剤である。この接着剤は、水もしくは溶媒が追い払われたとき、又はそれらが熱への暴露を経て架橋、結晶もしくはそうでなければ開始化されたときのいづれかで接着を形成する。

米国特許第4,906,497号はマイクロ波活性化性ホットメルト接着剤を開示している。この文献は接着剤に配合された電導性物質を有する接着剤を述べている。この電導性物質は接

着剤よりも速く熱せられ、この接着剤に熱を伝達する。
発明の概要
本発明は被着体を接着するために利用できる、電子レンジにおいて使用するためのマイクロ波活性化性（actuable）自己制御性接着物品を提供する。この接着物品は：
ａ．ホットメルト又は熱硬化性接着剤より成る基体；及び
ｂ．少なくとも電気的に半導性のマイクロ波放射線吸収材料のマイクロ波感受層；
を含んで成る。該感受層は該基体の少なくとも一部の上に位置し、そしてこれは、この基体を融解するのに十分な所望レベル以上にこの基体の温度を上昇させるマイクロ波放射に対する暴露に応答性である。この感受層はこの温度レベルが達せられたときに不活性化される。
本発明は更に、前記基体がホットメルト又は熱硬化性接着剤である物品を利用したバフパッド及びその製造方法を提供する。
【図面の簡単な説明】
図１は開示の物品の断面図である。
図２は本発明のマイクロ波加熱性接着基体を含んで成るバフの分解図である。
図３は図２のバフを集成するのに用いた構造体の分解図である。
図４はマイクロ波放射線へ暴露される際の、時間、対、バフ集成体の縁及び中央でのホットメルト接着剤の温度のグラフを示す。
図５は様々な蒸着厚みの本発明のホットメルト接着剤を加熱するための時間のグラフ図である。
図６は図５に示すグラフの一部の拡大図である。
図７はマイクロ波放射に付したときの様々な組成のホットメルト接着剤の加熱曲線を示す。
現状好ましい態様の詳細な説明
本発明は、熱溶融性又は熱変形性基体、及びこの基体の少なくとも一部に位置する少なくとも半導性のマイクロ波放射線吸収材料のマイクロ波感受層を含んで成る。
「自己制御性」とは、該接着物品の加熱速度が適温レベルに達すると減じることを意味し、これにより被着体は過剰の温度を被むることがない。
図１は開示物品10の断面図を示している。物品10は基体12及びマイクロ吸収薄層14を含んで成る。
該接着基体は、電子レンジの中で予め決定された温度まで熱せられたときに融解又は変形するであろう任意の材料でよい。この接着基体は、その融点が被着体の要件に適合するように選ばれうる。例えば、低融点接着剤が高温に感受性である被着体のために適宜利用されうる。非常に高い融点の接着剤は、最終製品が通常の使用において高温に付されるであろうときに利用されうる。その基体は低毒性を有し、特に融解又は変形されているときに強い又は望ましくない臭気を有さないことが好ましい。本発明において有用なホットメルト接着剤のタイプに本質的な制限はない。ホットメルト接着剤は融解段階において被着体に塗布される接着剤であり、そしてこの接着剤の固形状態に至る冷却によって接着を形成する。一般のホットメルト、例えばエチレンビニルアセテート、エチレンエチルアセテート、エチレンアクリル酸、エチレンメタクリル酸、ポリアミド、ポリエチレンエチレンビニルエステル、及びそれらの混合物は本物品に関して考えられる数多くのタイプのホットメルト接着基体のほんの一部である。更なる例にはアルキド、クマロン－インデン、フェノール系、ロージン又はテルペン樹脂、及びその混合物が含まれる。好ましいホットメルト接着剤はエチレンアクリル酸／ポリエチレン配合物である。
熱硬化性接着剤は熱への暴露によって活性化される。例えば、熱硬化性接着剤は加熱処理を通じての水又は溶媒の排除によって活性化されうる。他方、熱硬化性接着剤は熱への暴露によって架橋又は結晶化しうる。かかる接着剤の例にはフェノール系及びアミノ樹脂、ニトリル及びネオプレンゴム、エポキシ樹脂、一定のイソシアネートポリマー及び一定のビニルモノマー、例えばメチルメタクリレート及びメチルコーシアノアクリレートが含まれる。これらの熱硬化性接着剤の混合物も考えられる。

ホットメルト又は熱硬化性接着剤は一般に予め決定された厚みのシート形状で市販されている。他方、接着剤はネット又はメッシュ形態で獲得できうる。
ホットメルト又は熱硬化性樹脂に添加剤、例えば増粘剤、充填剤、酸化防止剤、ワックス及び、ホットメルト又は熱硬化性樹脂に一般的なその他の添加剤を加えてよい。
該マイクロ波感受層は金属性電導体又は半導体材料の層より成る。導電材料の感受層は単独の金属、金属の混合物、金属の酸化物、酸化物の混合物、又は以上の任意の組合せより成りうる。好ましくは、このマイクロ波感受層は0.2ohm／スクエアー以上のシート抵抗を有する。シート抵抗はASTM D 257-78（1983年に再承認）に従って決定される。この感受層は一般にこの物品の重量の１％以下、そして通常は0.01%以下である。この感受層に適する金属には、磁性金属、例えば鉄、ニッケル、磁性ステンレススチール又は合金；及び非磁性金属、例えばアルミニウム、スズ、タングステン、非磁性ステンレススチール、チタン、銀、金、マグネシウム、銅、クロム又は合金が含まれる。
該マイクロ波感受層は、金属化プロセス、例えば真空蒸着、スパッター蒸着、めっき、無電解めっき又はその他の適当な金属化プロセスによって基体に載せられうる。
該マイクロ波感受層は反射を防ぐために十分に薄いが、しかし意図する目的のために十分なるマイクロ波エネルギーを吸収する十分な厚みであることが好ましい。このマイクロ波吸収感受層の厚みは好ましくは60～1,000オングストロームにわたって変えることができ、そして蒸着金属にとっては70～170オングストローム、そして金属／酸化金属付着層にとっては200～2,000オングストロームがより好ましい。このマイクロ波吸収感受層の抵抗はその表層にわたって均一であることが好ましい。連続的なマイクロ波感受層の存在を確実とするため、基体の表層が粗いときは厚めの層が必要とされうる。
本発明の別の態様はマイクロ波放射線吸収感受層として働く電導性ポリマーのコーティングを提供する。かかるポリマーコーティングの例には、ポリピロル、ポリアニリン及びポリチオフェンポリマーコーティングが含まれ、ここでこれらのポリマーは電導性コーティングを形成するようにドープに付されている。これらのコーティングを形成するため、そのモノマーを酸化体及び少なくとも一種の非求核性アニオンの存在下で非常に低温で重合化させる。この非求核性アニオンはドーパントとしてポリマーの中に含ませる。かかる導電ポリマーを調製するため、有機溶媒又は水性有機溶媒中の酸化体／ドーパントを含む溶液を調製する；この溶液を、好ましくはドライアイスバスにより、マイクロ波エネルギーを吸収することのできるポリマーを調製するためのモノマーが基体上にコートされる前に重合しないような十分に低い温度にまで冷却する；次にマイクロ波エネルギーを吸収することのできるポリマーを調製するためのモノマーをこの冷却溶液に導入する；続いて、得られる溶液をこの基体上にコートする。コーティング温度を次に周囲温度にし、これによりポリマーコーティングが形成それる。次にこのコーティングを水で洗って副産物を除去し、そして乾かす。
このコーティング溶液の温度は、マイクロ波エネルギーを吸収できるポリマーを調製するためのモノマーを基体に付着させる前に重合化しないほど十分に低くなくてはならない。基体上での重合は約－20℃～70℃の温度で実施されうる。周囲温度が好都合であり、なぜなら更なる加熱又は冷却が必要とされないからである。高温では、重合反応は非常に迅速に、例えば約10秒で起こる。低温、例えば約－20℃～約30℃での重合が非常に導電性であるコーティングにとって好ましい。ポリピロルを調製するためのモノマーの場合、そのコーティング溶液は－25℃以下、好ましくは－40℃以下に保つべきである。ピロルは、酸化体の存在下で、－40℃でゆっくりと重合し始め、そして温度が上昇するにつれてより急速に重合する。
ピロルを調製するのに適切なモノマーはピロル、３－置換化ピロル、３，４－二置換化ビニル、Ｎ－置換化ピロル及びその混合物が含まれるがそれらに限定されず、ここで前記の置換基はアルキル又はアリール基より選ばれる。アルキル基は12個までの炭素原子を有する線状又は枝分れ成分でよく、そして任意的に酸素、窒素及び硫黄より成る群から選ばれるヘテロ原子を含む。
コーティング溶液にとって適切な有機溶媒には、６個までの炭素原子を有する脂肪アルコ

ール、例えばメタノール、エタノールが含まれる。有機溶媒は30容量％までの水を含んでいてよい。コーティング溶液にとって有用なその他の有機溶媒には１，３－ジオキサン、テトラヒドロフラン及びジエチルエーテルが含まれる。

コーティング溶液にとって適切な酸化体／ドーパントには、非求核性アニオンと組合さったカチオン性酸化体、例えば（C_6H_5）$_3C^+$，Fe^{+3}，Cu^{+2}，Ce^{+4}の塩、例えば強無機酸の塩、例えば$FeCl_3$もしくは$Fe(ClO_4)_3$、有機モノ－もしくはジスルホン酸の塩、例えばｐ－トルエン－スルホン酸が含まれる。他方、モノマー及び酸化体の他にこの溶液に有機スルホン酸を加えることができる。本流において利用できうるその他の酸化体にはペルオキシ酸及びその塩が含まれる。酸化体／ドーパントの濃度は、特定の温度でのこの酸化体／ドーパントの溶解度の上限を伴って変えることができる。この酸化体／ドーパントは酸化体とドーパントとの混合物、又は酸化体及びドーパントとして機能する単一材料を含んで成りうる。溶媒中の酸化体及びドーパントの濃度は変えてよいが、溶媒中の酸化体／ドーパントの濃度の好ましい範囲は２～40重量％である。

モノマーの濃度は酸化体の酸化当量により決定され、酸化体のモノマーに対する好ましい比率はモルベースで約2.2：１である。すすぎの前の重合時間は20秒から４分に範囲しうる。

これらのポリマーは適当なコーティング技法、例えばグラビアコーティング、ロールコーティング、スロットダイコーティング、パターンコーティング、ノズル、スプレー塗布、ナイフコーティング及び任意のその他のコーティング手段によって基体に塗布できる。

該マイクロ波吸収感受層及び基体は、互いに密着して物理的に接してはいるが融合せずに置かれている独立層として供されうる。この形状においては、このマイクロ波吸収感受層は該物品を集成するのに十分な感受層にとっての構造補強を担う、独立した熱融解性又は変形性担体層を必要とするであろう。

担体層を含んで成る構築体はあまり好ましくなく、なぜならこれは追加の成分を含ませることを必要とするからである。該感受層のための構造補強は基体自体より供されることが好ましく、そしてこの感受層はこの基体に、例えば加熱、加圧コーティング又はその他の適当な手段によって融合されていることが好ましい。また、この感受層は基体と実質的に同一空間にわたって配置しているか、又は局所的な領域の予め決定されたパターンで配置していてよい。

本発明は放熱子を有する被着体、即ち、熱エネルギーを不均一状態で吸収する被着体のより均一な加熱を供するのにも役立つ。放熱子は被着体の一定領域が遅く熱せられることの原因となることがあり、なぜなら熱エネルギーがその放熱子へと伝達されるからである。反対に、放熱子とかかわりのない領域は迅速に熱せられるであろう。本発明の物品を採用すると、放熱子とかかわりのない領域はより迅速に基体の融解又は変形温度に到達し、そしてこの領域における加熱は遅まるであろう。しかしながら、放熱子に関係する領域は基体の融解温度又は変形温度に到達するまで迅速に加熱され続けるであろう。

マイクロ波放射を利用して加熱するホットメルト接着剤は伝統的な加熱接着剤に勝るいくつかの利点を有する。比較的短期間で融解温度に達し、同時に非常に均一な状態で熱せられうる接着剤が製造されうる。このホットメルト接着剤は、２個以上の被着体を結合させるのに必要な時間を短くすることが所望される任意の用途において利用されうる。好ましくはこのホットメルト接着剤は750ワットの電子レンジで発生するマイクロ波への50秒以内の暴露においてその融解温度又は活性化温度に到達するであろう。

該ホットメルト接着剤の融点は比較的低い、例えば100℃以下であることが好ましく、これによりこの接着剤は、被着体中の任意の有用な水を蒸発させることなく加熱されうる。驚くべきことに、接着剤の一側面上への感受層の配置は、該物品のマイクロ波放射線吸収面上への被着体の接着結合の妨げとならない。融解又は活性化温度にまで加熱された後、その吸収層は分解し、そして接着剤が両方の被着体に接することを可能にする。

本発明の他の態様は、ホットメルト又は熱硬化性接着剤上の局所領域の予め決定されたパターンの感受層を提供する。マイクロ波吸収材料のかかる限定されたコーティングは、特定の位置での部品の局所接着及びその他の位置において接着がないことを可能とし、これ

はたとえこのその他の位置がホットメルト又は熱硬化性接着剤と接していてもそうでありうる。

本発明のマイクロ波用接着基体を利用して構築すべき好ましい品目は、自動車の高速艶出等に一般に利用されているバフ用パッドである。かかるバフ用パッドは、引用することで本明細書に組入れる米国特許第4,607,412号、第4,907,313号及び第5,001,804号に図示されている。これは、本発明が特に有用である用途の優れた例であり、なぜならパッドが断熱材として働いており、そして中央ハブが放熱子として働いているからである。これらの要素は両者とも、独立の部品を互いに接着させる伝統的なホットメルト又は熱硬化性接着剤の利用において難しさをもたらす。

図２は好適なバフ30の分解図を示す。パッド32及び34は、第一面から突き出た多数の糸タフト及び第二面上に露出したステッチを含んで成る。パッド32及び34は、基体がホットメルト又は熱硬化性接着剤である開示の物品を代表する接着物品38，40，42，及び44；並びにマイクロ波放射線吸収感受層が施されていないホットメルト接着フィルムである接着剤39及び41によってプラスチックハブ36に接着されている。接着物品38には好ましくは接着剤39に向かって面している感受層が施されており、そして接着物品42には好ましくは接着剤39に向かって面している感受層が施されている。これにより、接着剤39も接着物品38及び39に存在しているマイクロ波感受層によって接触される。同様に、接着物品40には接着剤41に向かって面している感受層が施されていることが好ましく、そして接着物品44には接着剤41に向かって面している感受層が施されていることが好ましい。これらの接着剤及び接着物品は好ましくは一般にパッドと同一の空間にわたり、そして好ましくは直径が少なくとも５cmである。より好ましくは、これらの接着剤及び接着物品は直径が少なくともく10cm、そして特に直径が約20cmである。

第３は集成体50を利用する、図２において示すパッドの構造である。パッド52及び54は接着物品56，58，60及び62、並びに接着剤61及び63によって中央ハブ64に接着されている。パッド52及び54の外側上にマイクロ波透明ディスク66及び68が載っている。ディスク66及び68に用いるマイクロ波透明材料の例はテフロン（商標）ポリテトラフルオロエチレン及びレキサン（商標）ポリカーボネートである。上記の成分それぞれはボルト70の上にねじ込まれ、そして圧縮手段72及び74によって圧縮されている。例えば、圧縮手段72及び74はボルト70上にねじ込まれたナットでありうる。

好ましいバフを製造するうえで、図３に示す成分の積重ねを押し付け合い、そして好ましくは加圧を伴うマイクロ波加熱に暴露する。接着剤の冷却の際には加圧は必要ではないが、加圧し続けることは接着剤の糸ステッチへのより優れた浸透を供しうる。

中央のハブは中実ディスクであってよく、好ましくはこのハブにはハブの対立面上への個々の接着層の接着剤間結合を可能とする穴が施されている。このバフパッドの中央ハブは放熱子として働くことによって結合を助長する。被着体の温度が接着剤のそれに近づいたときに優れた接着結合が形成される。この中央ハブは熱エネルギーの一部を吸収するために働くため、この接着剤はよりゆっくりめに熱せられ、従って被着体よりゆっくり接着剤と熱的に平衡化することが可能となる。

図４はマイクロ波放射に暴露された際のバフ集成体の縁（曲線Ｃ）及び中央（曲線Ｄ）での時間、対、ホットメルト接着剤の温度のグラフを示す。

この図は、曲線Ｃ及びＤの高い初期の傾斜ａ及びｅにより反映される通り、初期加熱速度が比較的速いことを示している。基体の融解転移温度に達すると、これらの曲線は比較的平坦な領域ｂ及びｃを示し、その後曲線Ｃ及びＤの減衰傾斜により示される通り、この転移温度を経て、この融解物品はよりゆっくりとした速度で熱せられ続ける。バフパッドの中央はその縁よりもゆっくりと熱せられ、その理由は中実中央ハブの放熱子効果にある。従って、中央での加熱の減衰が認められる（領域ｄ）。曲線ｃ及びｄの波は47％の出力で利用しているオーブンに原因する。このことは、電子レンジがその時間の47％のみオンとなっており、そしてそれがオフとなっているときに若干の冷却が起きていることを意味する。このタイプの加熱サイクルの利用は、加熱すべき物体にわたる伝導により熱がより均一に伝達されることを可能とする。

下記の実施例は例示を目的としてのみ提供し、そして本発明の範囲を限定する意図はない。

実施例

実施例１

サンプルの説明：本実施例のサンプルは全て、厚さ89マイクロメーターのDow DAF 916ホットメルト接着フィルム上に蒸着したアルミニウムである。

実験方法：測定は700ワットのLitton Generation II電子レンジの中で行った。サンプルを28.6mm×28.6mmの正方形に切った。サンプルをガラススライドの上に載せた。これを電子レンジの中央にあるガラスウール層の上に載せた。更なるガラスウールをこのサンプルの上に載せた。ガラスウールの目的はサンプル熱損失を下げることにある。Luxtron（商標）MELファイバー光学温度プローブをサンプルの中心に置いた。サンプル120℃に達するのにかかる秒での時間を測定した。

表　I

コーティングの厚み オングストローム	時間　（秒）
0	244
45	244
55	244
77	12.7
90	11
115	10.5
147	8.5
165	14
190	31
230	75
290	93
690	118
2048	109

図５は上述の表Ｉに示されている情報のグラフ図である。線分Ａは、短いマイクロ波加熱について、アルミニウムコーティングに関する蒸着の厚みに最適範囲があることを示唆している。図６が図５に示す情報の拡大図であり、ここで線分Ｂは様々な厚みのアルミニウム蒸着コートに必要な加熱時間を示す。

実施例２

低温コーティング溶液を取扱うために常用のラブコーターを取付けた。このコーターには更に幅20cmの単一スロットスライドコーティングバー及びコロナ表面処理機が付いている。このコーターの上にポリ（エチレン－コ－アクリル酸）ホットメルト接着フィルム（DAF 916, Dow Chemical Corporationより入手可能、幅30.5cm、厚さ88ミクロン）を取付けた。－78℃に予備冷却した、25重量％のトシル酸第二鉄を含むメタノール溶液を、32ml／分の速度で定常ミキサーを通じてコーティングバーに汲み入れた。同時に周囲温度に維持した20容量％のピロルのメタノール溶液をそのストリームに、その定常ミキサーのすぐ前に、8ml／分の流速で注入した。フローライン、定常ミキサー及びコーティングバーを循

環フルオロカーボン冷却器によって－70℃に連続冷却した。その混合溶液を3.05m／分のウェブスピードでフィルム表面上にコートした。コーティングバーを超える直前で、このフィルム表面を1.0ジュール／cm^2のエネルギーレベルでコロナ処理した。それがウェブと一緒に移動するにつれ、このウェットコーティングは徐々に周囲温度に達し、溶媒が蒸発し、そしてポリピロルのコーティングが固形化副産物の外殻の下に形成された。この工程は30秒以内で終了する。この固形化外殻は、このフィルム表面を、水スプレーで連続的に濡らし、そしてウェブ方向と反対方向に回転したシリンダー状のブラッシの上を通過させることによって除去した。すすぎ工程はポリピロルトシレートの均一な感受性透明コーティングを供給した。その表面を風乾し、そしてコート化フィルムを巻直した。この連続状況において、100mのフィルムをコートした。この化フィルムの表面抵抗は、DELCOM Model 707R非接触型電導度モニターを用い、2500オーム／sqであると測定された。

実施例１に記載のマイクロ波エネルギーの適用により、このフィルムは５秒で120℃に達し、そしてアーク放電は認められなかった。

様々な蒸着レベルの評価

実施例３－12

厚さ3.5milのDow DAF 916接着剤のサンプルに、17，62又は3400オーム／スクエアーのコーティングレベルで一面にアルミニウム蒸着コートさせた。

ハブを下記の順に：

パッド（ステッチ露出面を上に）

接着物品（蒸着面を上に）

接着剤（3.5milのDow DAF 916接着剤）

接着物品（蒸着面を下に）

ハブ

接着物品（蒸着面を上に）

接着剤（3.5milのDOW DAF 916接着剤）

接着物品（蒸着面を下に）

パッド（ステッチ露出面を上に）

を重ねることによって構築した。

このバフを回転テーブルの付いた650ワットのTappan電子レンジ2450MHzの中に入れた。この実験は蒸着コーティング、マイクロ波時間及び型締圧（クランピング）の３要素が変動する３要素実験である。３通りの応答を試験した：１）結合したタフトの％（バフ当り10タフトのサンプルを検査した）；２）融解しなかったハブの％（目視検査）；及び３）ハブに対する接着剤の％（目視検査）。

実施例	圧力 (KPa)	時間 (min－sec)	蒸着 (ohms／スクエアー)
3	137.9	1 15	3400
4	620.5	1 15	3400
5	137.9	1 15	3400
6	620.5	2 30	3400
7	137.9	2 30	17
8	620.5	1 15	17
9	137.9	1 15	17
10	620.5	2 30	17
11	379.2	1 53	62
12	379.2	1 53	62

結　果

実施例	%タフト結合	%融しなかったハブ	%ハブへの結合
3	0	100	0
4	10	100	5
5	90	75	98
6	80	98	100
7	0	100	0
8	40	100	1
10	10	95	100
11	90	100	100
12	80	100	100

結果は、379.2KPa以上のエアーシリンダー圧が許容されることを示した。全ての蒸着コーティングレベルが接着剤を融解させるのに有効ではあったが、62オーム／スクエアーがバフ構築体にとって好ましかった。

実施例13－14

加熱時間に及ぼす蒸着コーティングの影響

比較例13は、蒸着に付していない厚さ3.5milのDow DAF 916フィルムである。

実施例14は62オーム／スクエアーにまでアルミニウムを蒸着させた同一のフィルム接着剤である。

装置：

回転テーブル付き650ワットのTappan電子レンジ2450MH_z。

実施例品をオーブンの中に入れた。マイクロ波を全出力でオンにし、そしてサンプルが融解するまでそのままにした。

実施例13

標準接着剤
10分

実施例14

蒸着接着剤
5秒

実施例15－17

実施例11に記載の通りにバフを集成した。３通りの加熱方法を利用した：

15．バフを固定具に留め、次いでこの集成体を121℃に設定した常用のオーブンの中に入れた。このバフの中に温度計を挿入した。次いで接着剤が融点（110℃）に達するのにかかる時間を記録した。

16．バフを加熱プレスで熱した。２枚のプレス盤を162℃に熱した。バフに温度計を挿入した。バフを181.4kgの圧力で圧縮した。接着剤が融点（110℃）に達するのにかかる時間を記録した。

17．バフを固定具に留め、そして実施例３－12に記載の650ワットの電子レンジに入れた。

実施例	加熱方法	融点に達する時間
15	常用のオーブン	3時間
16	加熱又はホット盤プレス	20分
17	マイクロ波	1分35秒

実施例18

Dow DAF 916ホットメルト接着剤に厚さの約250オングストロームのアルミニウムを、蒸着領域のパターンを作り出すためにマスクを用いながら蒸着させた。このマスクは紙より成り、その紙に面当りいくつかの6.35mm、12.7mm及び25.4mmの正方形の切り込みがある。

一部蒸着正方形を650ワットの台所用電子レンジに入れ、そして数秒加熱した。25.4mm及び12.7mmの正方形は融解したが、6.35mmの正方形はしなかった。１分間熱したときでさえも、6.35mmの正方形は縁の融解の微候しか示さなかった。

実施例19

実施例18の実験をRaytheonにより製造された６KWのオーブンで繰り返し、ここで保護のためにオーブンの中にダミー水負荷を入れた。この水負荷は約３KWのエネルギーを吸収し、接着物品により吸収するための３KWのエネルギーが残った。

25.4及び12.7mmの正方形はオーブンをオンにしてわずか１秒で融解し始めた。6.35mmの正方形はオーブンをオンにして30秒たっても融解しなかった。6.35mm×12.7mm、6.35mm×25.4mm、6.35mm×50.8mmのストリップ及び非常に小幅のストリップ0.8mm×50.8mmを切り取った。この非常に小幅のストリップ以外の全ては非常に迅速に融解した。融解が起きた各ケースにおいて、蒸着領域に近隣する接着剤の融解は認められなかった。

この特定の接着剤及び蒸着の厚みに関して、コート化領域は0.40cm^2以上であることが好ましい。

実験20

図７はマイクロ波放射に付した様々な組成のホットメルト接着剤の加熱曲線である。

曲線ｈ及びｉは、本発明の一態様である、アルミニウムにより蒸着されたホットメルト接着剤の加熱速度を示している。

曲線ｊは常用のオーブンに入れることにより、マイクロ波照射に付される前に融解させたアルミニウム蒸着ホットメルト接着の加熱速度を示す。この予備加熱した蒸着接着剤は、マイクロ波放射に付する前に冷却しておいた。

曲線ｋは非蒸着ホットメルト接着剤の加熱速度を示す。曲線ｊのサンプルと同様に、この

サンプルは、常用のオーブンの中で融解するまで加熱され、そしてサンプルをマイクロ波放射に付する前に冷却してある。
これらの曲線は、融解させていない蒸着ホットメルト接着剤が、予め融解させた非蒸着ホットメルト接着剤又は蒸着ホットメルト接着剤のいづれよりも迅速に加熱されることを示す。
予め融解させた蒸着接着剤及び予め融解させた非蒸着接着剤の両者はわずかなマイクロ波吸収を示し、そして比較的透明と認められ、開示の物品が融解又は変形温度に達するまで迅速に加熱され、そしてその後のマイクロ波放射に対して比較的に透明となることが示された。
実験
全ての接着剤サンプルはDow DAF 916接着剤とした。予め融解させた蒸着ホットメルト接着剤は、約140オングストロームのアルミニウムで蒸着した直径約20cmの厚さ3.51milのシート（約20ｇ）８枚を融解させることによって得た。これらのシートを約177℃の標準の実験室オーブンで、時折り攪拌しながら融解させた。同様に、当量の非蒸着接着剤を融解させた。
各融解サンプルの中に小さな穴を開け、そして各穴の中にLuxtron MELファイバー光学温度プローブを挿入した。更に、この蒸着接着剤の８枚のシートを互いに重ね、そして折った。このサンプルに２本のプローブを挿入した。これらの３つのサンプル全てをRaytheon工業用電子レンジ（6.4KW, 2450MH_z）に入れ、そして同時にマイクロ波放射に暴露させた。オーブンは47%の出力レベル（47%のオンと53%のオフのサイクル時間）で作動させた。サンプルの温度を挿入した温度プローブでモニターし、そして最高温度が300℃を超えたらマイクロ波を停止させた。

【図１】

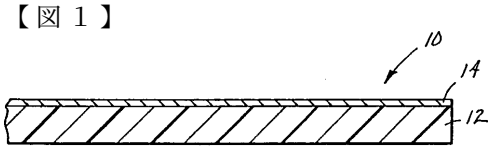
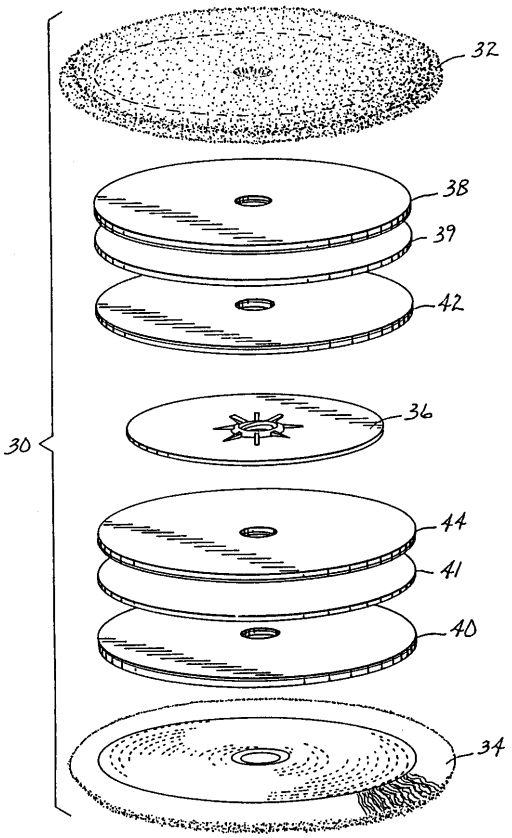


Fig. 1

【図２】

Fig. 2



【図３】

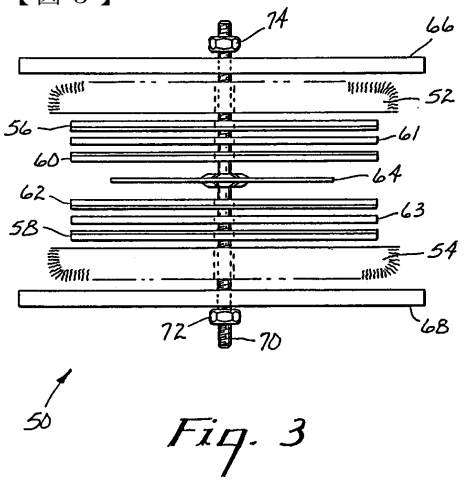


Fig. 3

【図４】

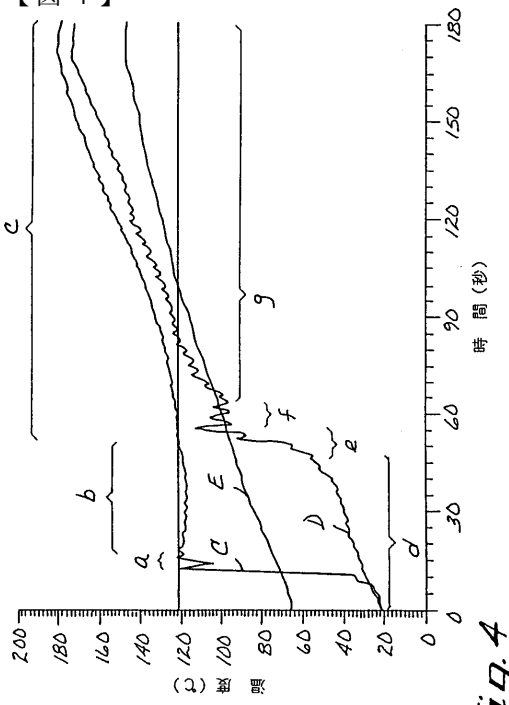


Fig. 4

【図５】

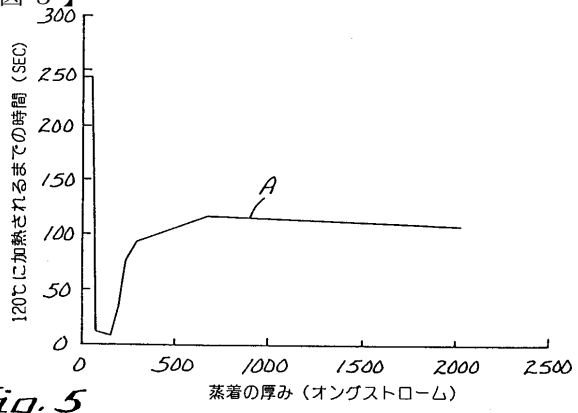


Fig. 5

【図６】

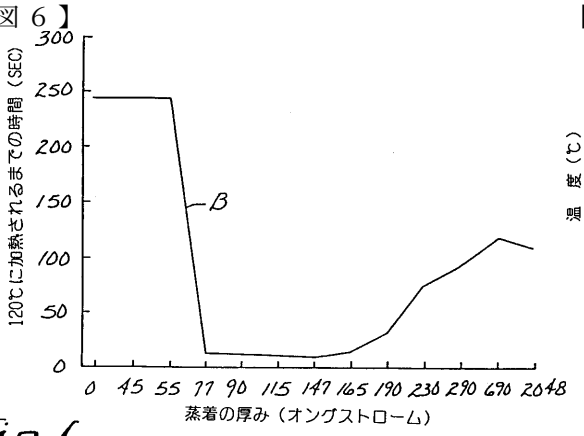


Fig. 6

【図７】

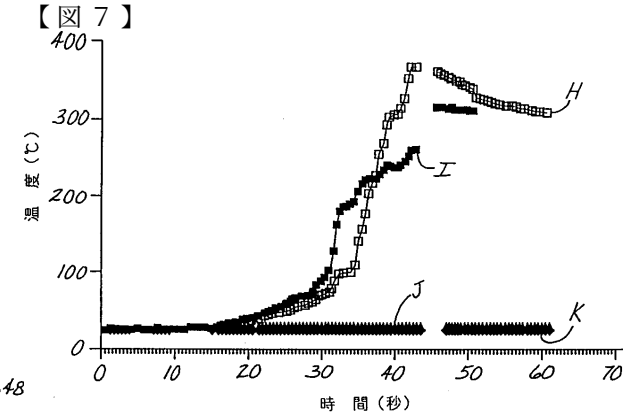


Fig. 7

フロントページの続き

(72)発明者　ローカー，デビッド　シー.
アメリカ合衆国，ミネソタ　５５１３３－３４２７，セントポール，ポスト　オフィス　ボックス　３３４２７
(72)発明者　スラマ，デビッド　エフ.
アメリカ合衆国，ミネソタ　５５１３３－３４２７，セントポール，ポスト　オフィス　ボックス　３３４２７
(72)発明者　シェフィールド，ウィリアム　エフ.
アメリカ合衆国，ミネソタ　５５１３３－３４２７，セントポール，ポスト　オフィス　ボックス　３３４２７

合議体
審判長　西川　和子
審判官　後藤　圭次
審判官　佐藤　修

(56)参考文献　特開昭５２－１５０４４７（ＪＰ，Ａ）
特開昭６３－４３６０６（ＪＰ，Ａ）
特開昭５４－５２３８４（ＪＰ，Ａ）
実開昭５９－５２６０（ＪＰ，Ｕ）
「接着ハンドブック」（第2版）１９８０年１１月１０日、日刊工業新聞社発行、第９５１－９５９頁