

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成20年5月15日(2008.5.15)

【公表番号】特表2003-535158(P2003-535158A)

【公表日】平成15年11月25日(2003.11.25)

【出願番号】特願2001-572639(P2001-572639)

【国際特許分類】

| | |
|---------------|-----------|
| C 09 J 125/14 | (2006.01) |
| C 09 J 133/02 | (2006.01) |
| C 09 J 133/04 | (2006.01) |
| C 09 J 133/26 | (2006.01) |
| C 09 J 175/04 | (2006.01) |

【F I】

| |
|---------------|
| C 09 J 125/14 |
| C 09 J 133/02 |
| C 09 J 133/04 |
| C 09 J 133/26 |
| C 09 J 175/04 |

【手続補正書】

【提出日】平成20年3月28日(2008.3.28)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 増粘剤、および場合により充填剤、顔料、防腐剤、溶剤、可塑剤および助剤を含む水性ポリマー分散体に基づく接着剤であって、以下の成分：

A) 分散体の固体含量が30～80質量%の範囲にあり、少なくともスチレン並びにアルキル基に1～12個の炭素原子を含むアルキルアクリレートまたはアルキルメタクリレートのコポリマーの少なくとも1つの水性分散体10～98質量%，

B) a) 高分散シリカ等の無機増粘剤0.4～6質量%

b) 固体含量10～40質量%を有する少なくともアクリル酸およびアクリルアミドに基づくポリマーの水性系1～10質量%、ただし、この水性系の90質量%までは、固体含量20～40質量%を有する、アクリレート系ポリマー、アクリル酸およびメタクリル酸系コポリマーまたはポリウレタンに基づく分散体の少なくとも1つにより交換可能である

を組み合わせた増粘剤

C) 充填剤0～88質量%

D) 顔料0～2質量%

E) 助剤0～3質量%

F) 可塑剤0～40質量%

G) 水

から製造できることを特徴とする接着剤。

【請求項2】 A) スチレン／アクリレートコポリマー分散体51～98質量%、

B) a) 高分散シリカ1～3質量%

c) アクリル酸／アクリルアミドコポリマー油中水エマルション1～5質量%を含む請求項1に記載の接着剤。

【請求項 3】 pHが7以上、特に7～10の範囲であることを特徴とする請求項1または2に記載の接着剤。

【請求項 4】 少なくともアクリル酸およびアクリルアミドに基づくポリマーの水性系(成分Bb)を最終工程で他の成分に添加することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の接着剤の製造方法。

【請求項 5】 接着剤をカートリッジから適用することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の接着剤の使用。

【請求項 6】 接着剤を30mmまでおよび特に20mmまでの層厚で基材に適用することを特徴とする請求項5に記載の接着剤の使用。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0001】

(技術分野)

本発明は、増粘剤および場合により充填剤、顔料、防腐剤、溶剤、可塑剤および他の助剤を含む水性ポリマー分散体に基づく接着剤に関する。本発明は、その製造方法および二次接着剤(組立用接着剤)としての使用にも関する。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

二次接着剤の好ましい用途は、天井、壁および床への物体の急速かつ永久的固着である。これについて特別な要求は、(例えば、レンガ、硬質レンガ、パネル、天井板などの接着において)接着剤の適用後に更なるいかなる固定も必要なしに、重い物体を急速かつ簡単に組み立てることである。接着剤組成物は、どのような表面むらをも「ブリッジ」(隙間ブリッジ)出来なければならない。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

(その解決方法)

本発明により提供された解決方法は、請求項中に定義され、以下の成分:

A) 分散体の固体含量が30～80、特に40～65質量%の範囲にあり、少なくともスチレン並びにアルキル基に1～12個の炭素原子、特に2～8個の炭素原子を有するアルキルアクリレートまたはアルキルメタクリレートのコポリマーの少なくとも1つの分散体10～98、特に51～88およびとりわけ60～70質量%、

B) a) 高分散シリカ等の無機増粘剤0.4～6、特に0.5～5およびとりわけ1～3質量%、および

b) 固体含量10～40、特に25～35質量%を有する少なくともアクリル酸およびアクリルアミドに基づくコポリマーの水性系1～10、特に1.5～5質量%、ただし、この水性系の90質量%まで、特に50%までは、固体含量20～40、特に25～35質量%を有する、アクリレート系ポリマー、アクリル酸およびメタクリル酸に基づくコポリマーおよび水溶性ポリウレタンを含む水性ポリマー分散体の少なくとも1つにより、交換可能である

を組み合わせた増粘剤、

C) 無機または有機充填剤、特に、チョーク、石灰石粉、砂、大理石粉または二酸化チタン、0 ~ 88、特に20 ~ 35質量%、

D) 無機または有機顔料、特に酸化鉄、0 ~ 2質量%、

E) 助剤、特にPigmentverteiler Aのような分散助剤および防腐剤、0 ~ 3、特に0 ~ 1質量%

F) 可塑剤、0 ~ 40、特に0 ~ 10質量%、および

G) 水

から製造できる組成物から、主として構成される。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

無機増粘剤は、親水性または疎水性の高分散、特に熱分解法シリカである。好ましい親水性シリカは、主要量の水、特に純水を有する水性系により湿潤され、火炎加水分解により得られる。疎水性シリカは、例えば、有機シランとの反応により、親水性シリカから得られる。比表面積は、DIN 66131のBET法により測定して、特に125 ~ 400 m² / g である。高分散シリカは、粉末としても水性分散体としても使用されてよい。その例は、HDK (Wacker) およびAerosil (Degussa-Huels) を含む。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0020】

有機増粘剤は、好ましくはオイル留分、特に石油留分中に乳化された少なくともアクリル酸およびアクリルアミドに基づくコポリマーの水性系を含む。

しかし、ごく一般的には、それはコポリマーの水性分散体または溶液であってもよい。系の固体含量は、DIN 53189またはISO 1625で測定して、10 ~ 40%の範囲、特に25 ~ 35%の範囲にある。ISO 1148またはDIN 53785で測定して、そのpH値は、特に7.5 ~ 9の範囲にある。油中水エマルションの例は、Collacral HP (BASF) およびTexipol types (Scott-Bader) である。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

助剤として用いられる有機増粘剤は、少なくともアクリル酸およびアクリルアミドに基づくコポリマーの水性系、好ましくは油中水エマルションの90質量%および特に50質量%までを交換してもよい水性分散体または溶液である。その例は：

1) 水溶性ポリウレタン増粘剤Nopco DSX 3290(Cognis)、

2) アクリレートおよびメタクリレートおよびカルボキシ官能性コモノマーのターポリマーの水溶液で、会合アニオン性増粘剤であるIndunal T 112(Indulor Chemie)、

3) 約30質量%の固体含量を有するアルカリ - 膨潤性アニオン性分散体であるアクリレートポリマー分散体Acrysol TT 615 (Rohm & Haas)、

4) アクリル酸およびアクリルアミドに基づくポリマー分散体である。

【手続補正8】**【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0022**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0022】**

充填剤の機能は、収縮を防止し、およびコンステンシーに影響を及ぼすことである。

その例は、特にOmyacarb chalks (Oyma) である。

【手続補正9】**【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0023**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0023】**

他の適当な無機充填剤粒子は、例えば、紅柱石、ケイ線石、ラン晶石、ムライト、葉口ウ石、イモゴライトおよびアロフェンである。適当な化合物は、アルミン酸ナトリウムまたはケイ酸カルシウムに基づく化合物である。適当なものは、ミネラルであり、例えば、シリカ、脱硫プラント排ガスから発生したものでない無水物、半水和物、二水和物の形の硫酸カルシウム(石膏)、シリカ粉末、シリカゲル、硫酸バリウム、二酸化チタン、ゼオライト、白リュウ石、カリウム長石、黒雲母、ソロ-、シクロ-、イノ-、フィロ-およびテクトケイ酸塩の群、石膏、硬石膏、または重晶石のような貧溶解性硫酸塩、および方解石、チョーク(CaCO3)である。例示した無機材料は個別に用いてよい。しかし、例示した化合物の2つ以上の混合物も同様に用いてよい。

【手続補正10】**【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0025**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0025】**

水溶性ポリマーであるかまたは水分散性ポリマーであるかを容易に決定することが出来ない有機充填剤粒子も適している。これらは、特にプラスチックのリサイクル中に見出される微粉碎プラスチック粉末、とりわけ、高架橋エラストマー、または熱硬化性高分子の微粉碎により得られるプラスチック粉末を含む。そのような粉末の一例は、例えば、自動車タイヤの微粉碎で得られるゴム粉末である。

【手続補正11】**【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0026**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0026】**

顔料の機能は、二次接着剤を着色することである。有機顔料および酸化鉄が好ましい。
その例は、Bayferrox型(Bayer)である。

【手続補正12】**【補正対象書類名】**明細書**【補正対象項目名】**0028**【補正方法】**変更**【補正の内容】****【0028】**

助剤は、

1) 菌およびバクテリアの繁殖を妨げるための防腐剤(防腐剤の例は、JMAC-LP 1%、(J

ohnson & Matthey製) およびMergal KM3 (Troy Chemie GmbH製) である)、
2) 開放時間および機械特性に影響を与える溶剤(例は、ブチルグリコールである)、
3) 接着剤の濡れ性を高める分散剤(例は、Pigmentverteiler A (Pigment Dispersant A)(BASF)である)、
を含む。

凝集剤は通常必要とせず、溶剤を更に添加する必要はない。

100質量%までの残量は水である。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

二次接着剤のpH値は、通常7以上、好ましくは、7~10の範囲である。このpH範囲で、用いられた増粘剤の増粘効果は、最も好適となる。10より高いpH値では、使用されたアクリレート増粘剤は分解し、その増粘効果に深刻な悪化をもたらす。pH値が7より低いと、使用された増粘剤の増粘効果が著しく悪化する。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

この接着剤は、従来知られる二次接着剤の場合のように、例えば、ホットメルトガン、UVランプなどの特殊な装置を必要とせず、または、ある比で成分を混合することや、プライマー処理すること等の複雑な作業なしに、使用することが出来る。

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

本発明の二次接着剤は、市販されているガンで容易に搾り出すことが出来るカートリッジの中に封入されている。しかし、接着剤は、バケツ、チューブ、および圧力容器(TRG300)に封入されていてもよい。

従って、本発明は、このように包装された接着剤、更に好ましくは、カートリッジ中の接着剤にも関する。

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

本発明による接着剤処方は、以下の特徴により区別され、水性系分散剤に基づく他の二次接着剤、特にGB2061990による接着剤の性能スペクトルから明確に区別される：

1. 記載の処方により達成される初期強度が、分散体に基づく二次接着剤について従来知られている接着強度より遥かに大きい。高分子分散体に基づく二次接着剤の試験は、10g/cm²という最大初期接着強度をもたらした。対照的に、前記の処方は、10を超える、より好ましくは15g/cm²または20g/cm²の初期接着値を発現した

。 2 . 上記接着剤処方は、非常にはっきりした擬似塑性挙動を示すので、それらは、加工しやすく、取り扱い容易である。ISO 9048により測定される押出量は、組成により広い範囲内で可変であり、通常、4 mmのノズル径に対して、23で、1000~7000、特に2000~5000 g /分の間である。その非常に高い粘度にもかかわらず、処方は、良好な濡れ挙動を示し、例えば、通常のカートリッジガンによりカートリッジから搾り出すことが出来る。それにもかかわらず、それらはほとんど瞬間に寸法的に安定であるのみならず、補助なしに、重量物でさえ固着することが出来る。

3 . 本発明の接着剤は、分散体に基づく接着剤であるので、接着剤の乾燥の間有機溶剤蒸気が発生せず、そのため、乾燥は実質上無臭である。加えて、溶剤蒸気による健康への危害がない。接着剤は、このように広い面積を伴う屋内接着に特に適当であり、特に、その開放時間を容易に変えることができ、一般に40分まで、特に30分までである。

4 . 加工は、例えば、ホットメルトに使用されるホットメルトガンのような特別な装置の使用を含まない。従って、本発明は、カートリッジによる発明による接着剤の適用にも関する。接着剤は、基材上に、例えばへらによって容易に塗り広げられる。

5 . 接着剤は、50で6ヶ月の貯蔵後、変化しないISO 9048押出量に基づき、18ヶ月を超える保存寿命を有する。

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

I I . 接着特性

本発明の接着剤の接着特性を、以下の試験により決定した。

1 . 初期接着の決定方法

片端に8 mmの大きさの穴があいた未処理の木材（ブナ合板）の長さ15×3 cm試験片に標線をつける。標線は、穴のあいていない3 cm巾の端から10 cmにある。

幅約2 cmおよび厚さ2 mmの接着剤の薄い層を10×3 cmの表示された領域に塗り広げる。次いで、直径2 mmの小球を、接着剤の薄い層の厳密な厚みを保証するため、接着剤ストリップの中央に押し込む。球の間の距離は、約2 cmである。球は、塗り広げられた接着剤の中央の仮想直線上に位置する。