

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4309488号
(P4309488)

(45) 発行日 平成21年8月5日(2009.8.5)

(24) 登録日 平成21年5月15日(2009.5.15)

(51) Int. Cl.		F I	
C09J 133/06	(2006.01)	C09J 133/06	
C09J 11/04	(2006.01)	C09J 11/04	
E04F 15/12	(2006.01)	E04F 15/12	F

請求項の数 10 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平10-56713	(73) 特許権者	508020155
(22) 出願日	平成10年3月9日(1998.3.9)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
(65) 公開番号	特開平10-292164		BASF SE
(43) 公開日	平成10年11月4日(1998.11.4)		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
審査請求日	平成17年3月1日(2005.3.1)		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(31) 優先権主張番号	19709723.5	(74) 代理人	100061815
(32) 優先日	平成9年3月10日(1997.3.10)		弁理士 矢野 敏雄
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100094798
			弁理士 山崎 利臣
		(74) 代理人	230100044
			弁護士 ラインハルト・アインゼル

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シール及び被膜の製造並びにタイル又は床仕上げ材の結合方法並びにポリマー混合物の水性分散液

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも20重量%の充填剤含量を有し、かつ3重量%未満の有機溶剤、可塑剤及び変性又は未変性天然樹脂を含む水性アクリレートコポリマー分散液を適用することよくなる、シール及び被膜の製造並びにタイル又は床仕上げ材の結合方法において、充填剤少なくとも20重量%を含有し、かつ

a) K値5~55及びガラス転移温度-10 未満を有するポリマーA、該ポリマーの少なくとも50重量%はアクリル酸のエステルの少なくとも1種の共重合された単位を有する、及び

b) ガラス転移温度-50~+50 を有し、かつ20,000以上の分子量 M_n を有する(メタ)アクリレートコポリマーであるポリマーB

からなるポリマー混合物Mの水性分散液を適用することを特徴とする、シール及び被膜の製造並びにタイル又は床仕上げ材の結合方法。

【請求項 2】

ポリマーAが、微細な水性二次分散液の形であってもよい液状ポリマーである、請求項1記載の方法。

【請求項 3】

ポリマーAがガラス転移温度-20~-60 を有する、請求項1記載の方法。

【請求項 4】

ポリマーAがK値5~30を有する、請求項1記載の方法。

10

20

【請求項 5】

ポリマー A が

- a) ガラス転移温度 - 30 ~ - 60 を有するホモポリマーを形成するアクリレート 70 ~ 99 重量%、
- b) カルボキシル及び/又はヒドロキシル含有モノマー 1 ~ 30 重量%、及び
- c) 共重合した形のかつ K 値 5 ~ 55 を有する、別のオレフィン系不飽和モノマー 0 ~ 29 重量%

からなる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】

ポリマー A が、共重合した形の、

- a) ガラス転移温度 - 40 ~ - 60 を有するホモポリマーを形成するアクリレート 85 ~ 98 重量%、及び
- b) カルボキシル含有モノマー 2 ~ 15 重量%、

からなる、請求項 1 記載の方法。

【請求項 7】

ポリマー A が多分散性 M_w / M_n 1 ~ 5 を有する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】

ポリマー B が共重合した形でアクリレート及び/又はメタクリレート少なくとも 50 重量%を含有し、かつ - 25 未満のガラス転移温度を有する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 9】

混合物 M が、ポリマー A をアルカリ性条件下で乳化させ、かつ次いでポリマー B の水性エマルジョン中で混合又は乳化させるか、又はポリマー A を直接ポリマー B の水性分散液中で乳化させることにより製造されたものである、請求項 1 記載の方法。

【請求項 10】

少なくとも 20 重量%の充填剤含量を有し、かつ

- a) K 値 5 ~ 55 及びガラス転移温度 - 10 未満を有するポリマー A、該ポリマーの少なくとも 50 重量%はアクリル酸のエステルの少なくとも 1 種の共重合された単位を有する、及び

b) ガラス転移温度 - 50 ~ + 50 を有し、かつ 20,000 以上の分子量 M_n を有する(メタ)アクリレートコポリマーであるポリマー B

からなるポリマー混合物 M の水性分散液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、少なくとも 20 重量%の充填剤含量を有し、かつ大量の揮発性有機溶剤、可塑性剤及び低分子量の変性又は未変性天然樹脂を含まない水性アクリレートコポリマー分散液をベースとする組成物を適用することよりなる、シール及び被膜の製造並びにタイル及び床仕上げ材の結合方法に関する。本発明はまた、このような組成物をシーラント、塗料又は片面接着剤(一方の側に適用される接着剤)に関する。

【0002】

【従来の技術】

アクリレートをベースとする新たな種類のポリマー分散液の開発は 25 年以上前、シーラントの処理において並びにタイル及び床仕上げ材の敷設を含む作業において重要な転機を見た。処理において、その当時支配的であったゴム溶液の処理に比較して危険度が著しく軽減されたシーラント、塗料又は片面接着剤を施工者に提供することが可能になった。それというのも、可燃性溶剤が 75% 放出されていたのに対して 5% だけ放出されるに過ぎないからである。シーラント、及びタイル又は床仕上げ材のために使用される片面接着剤は、感圧接着剤とはそれらの用途及び使用のために要求される特性において根本的に異なっている。感圧接着剤は、一般に、全体的に高い粘着度を有する系でありかつ未充填系である、即ち充填剤を含有していない。これらは、シーラント及び片面接着剤とは異なり、

10

20

30

40

50

薄い被膜（被膜の厚さ約20～200nm）として塗被されかつこの理由だけのために極めて異なったポリマー機構を要求する。片面接着剤のための要求は、組成物を片面だけに塗被し、かつまた敷設したタイル又は床仕上げ材を処理過程で修正することができ、組成物の新鮮な残渣をタイル又は床仕上げ材及び道具から水を使用して除去することができること、及びまた優れた耐老化性を有することである。これらの特殊な要求は、また特殊な試験基準、例えば剥離及び剪断強度の試験及び湿式結合能力（wet bonding capacity）及び乾燥グリップ能力（dry gripping capacity）の試験を導き出した。

【0003】

今日までシーラントとして又はタイルもしくは床仕上げ材の固定敷設のために市場で入手することができたアクリレートコポリマーベースの水性分散液は、充填剤少なくとも20重量%だけでなく、また比較的大量の有機溶剤及び/又は可塑剤を含有しており、これらの一部は該系が硬化する際に大気中に飛散するか、又はこれらは比較的大きな割合の低分子量樹脂、例えばバルサム樹脂又はコロホニー樹脂（ロジン）を含有している。しかしながら、これらの樹脂の存在は問題である。それというのも、これらは低分子量の化合物として移行することがあり、洗い流され、例えば酸化もしくは混合物内の不純化に基づき色変化を起こし、ポリマー強度を低下するか、さもなければ毒物学的に懸念があるからである。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、含浸系を含むシール及び被膜の製造並びにタイル及び床仕上げ材の結合用の、充填剤少なくとも20重量%を含有する、水性アクリレートコポリマー分散液をベースとする組成物であって、可能な限り揮発性有機溶剤、可塑剤及び低分子量樹脂、例えば天然樹脂又は変性された天然樹脂を有せず、かつ、該方法のために一般に使用された水性アクリレートコポリマー分散液の前記欠点を有していないか、又はこのような欠点を著しく減少した範囲まで有するに過ぎない、前記の改良された組成物を見出すことであった。

【0005】

【課題を解決するための手段】

ところで、前記課題は、a) 共重合されたアクリル酸のエステル単位少なくとも50重量%を含有する、K値5～55及びガラス転移温度-10未満を有するポリマーA、及びb) ガラス転移温度-50～+50を有するアクリレートコポリマーであるポリマーBからなるポリマー混合物の充填剤含有水性分散液ベースとする組成物を使用すれば、シーラント、塗料（含浸材料を含む）又は片面接着剤として、充填剤少なくとも20重量%を含有する、水性アクリレートコポリマー分散液をベースとする組成物を適用することより解決されることが判明した。

【0006】

従って、本発明は、少なくとも20重量%の充填剤含量を有し、かつ大量の有機溶剤、可塑剤及び低分子量の変性された又は未変性天然樹脂を含まない水性アクリレートコポリマー分散液を適用することよりなる、シール及び被膜（含浸系を含む）の製造並びにタイル又は床仕上げ材の結合方法を提供し、該方法は、充填剤少なくとも20重量%を含有する

a) K値5～55及びガラス転移温度-10未満を有するポリマーA、該ポリマーの少なくとも50重量%はアクリル酸のエステルの少なくとも1種の共重合された単位を有する、及び

b) ガラス転移温度-50～+50を有するアクリレートコポリマーであるポリマーBからなるポリマー混合物の水性分散液を適用することを特徴とする。

【0007】

床仕上げ材のために溶剤不含の片面接着剤として充填剤含有水性アクリレートコポリマーを使用することは、欧州特許出願公開第490191号明細書から公知である。しかしながら、該明細書に記載された組成物は、必須成分として、可塑剤及び樹脂を含有する。実

10

20

30

40

50

質的に有機溶剤、可塑剤及び樹脂を含まない充填剤含有水性アクリレートコポリマーは、欧州特許出願公開第743965号明細書に記載されている。該明細書に記載された、ガラス転移温度 - 25 未満を有するアクリレートポリマーの分散液は、本発明に基づく有利なポリマー B に相当する。欧州特許出願公開第743965号明細書には、ポリマー B とポリマー A との新規混合物は記載されていない。ポリマー B とポリマー A との新規の混合物の分散液は、欧州特許出願公開第743965号明細書に記載されたポリマー B の分散液に比較すると、床仕上げ材のための片面接着剤として使用した場合、改良された加工特性、換言すれば湿った状態及び乾燥した状態での良好な固着及び臭気不含の特性を有する。更に、これらはゴムに対する付着力及び特に高い熱安定性に関して驚異的利点を有する。

10

【0008】

本発明に基づき使用される分散液は、前記の溶剤、可塑剤及び天然樹脂有利には3重量%未満、特に1重量%未満を含有する。特に有利には、該分散液はこれらの成分を完全に不含である。

【0009】

ポリマー B との混合物のために本発明に基づき使用されるポリマー A は、K 値 5 ~ 55、有利には 5 ~ 30 及びガラス転移温度 - 10 未満、有利には - 20 ~ - 60 を有し、かつ、少なくとも1種のアクリル酸のエステルの共重合された単位少なくとも50重量%を含有する。該ポリマー A は、それぞれのポリマーの分子量分布の幅の1つの尺度である多分散性 M_w / M_n 1 ~ 10、有利には 1 ~ 5 を有する。

20

【0010】

本発明に基づき使用されるポリマーの K 値は、DIN 53726 に基づき 25 でテトラヒドロフラン中の 1% 濃度の溶液で測定される。ガラス転移温度 T_g は、ASTM 3418 / 82 に基づく DSC (示差走査熱量分析) 法で測定される。コポリマーに関しては、近似値的にフォックスの方程式 [T. G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc. (Ser. II) 1 (1956) 123] :

【0011】

【数1】

$$\frac{1}{T_g} = \frac{X^1}{T_{g^1}} + \frac{X^2}{T_{g^2}} + \dots + \frac{X^s}{T_{g^s}}$$

30

【0012】

[式中、 X^1, X^2, \dots, X^s はモノマーの質量画分 1 ~ s であり、かつ、 $T_{g^1}, T_{g^2}, \dots, T_{g^s}$ はケルビンにおけるそれぞれのモノマー 1 ~ s のホモポリマーのガラス転移温度である] により相応するモノマーのホモポリマーのガラス転移温度から計算することができる。通常モノマーのホモポリマーのガラス転移温度は、公知でありかつ技術文献、例えば J. Brandrup, E. H. Immergut, Polymer Handbook, 2nd Ed., J. Wiley, New York 1975 に見ることができる。

40

【0013】

多分散性 M_w / M_n は、ポリスチレンで分子量校正を実施する、慣用のゲル透過クロマトグラフィーの方法により測定することができる。

【0014】

ポリマー A は、大抵の場合、微細な水性二次分散液の形であってもよい液状ポリマーである。高度に有利なポリマー A は、共重合した形で、

a) ガラス転移温度 - 30 ~ - 60、有利には - 40 ~ - 60 を有するホモポリマー

50

を形成するアクリレート70～99重量%、

b) カルボキシル及びノ又は場合によりヒドロキシル含有、オレフィン系不飽和の、共重合可能なモノマー1～30重量%、及び

c) その他のオレフィン系不飽和の、共重合可能なモノマー0～29重量%を含有する。

【0015】

また極めて有利には、ポリマーAは、共重合した形で、

a) ガラス転移温度-40～-60を有するホモポリマーを形成するアルキルアクリレート85～98重量%、

b) カルボキシル及び場合によりヒドロキシル含有モノマー2～15重量%からなる。

10

【0016】

適当なモノマーa)の例は、n-ブチルアクリレート、n-ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、デシルアクリレート及びドデシルアクリレートである。適当なモノマーb)の例は、3～5個の炭素原子を有するモノオレフィン系不飽和の共重合可能なカルボン酸、それらの無水物及びモノエステル、例えばアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、無水マレイン酸及びモノブチルマレエートである。ヒドロキシルを含有する適当なモノマーb)の例は、2-ヒドロキシエチルアクリレート及び-メタクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート及び-メタクリレート、並びに4-ヒドロキシブチルアクリレート及び-メタクリレートである。適当なモノマーc)は、2～18個の炭素原子を有するモノカルボン酸のビニルエステル、例えばビニルアセテート又はビニルプロピオネート、a)には含まれないアクリレート及びメタクリレート、例えばメチルメタクリレート又はエチルアクリレート、8～18個の炭素原子を有するビニル-及びアルケニル芳香族モノマー、例えばスチレン、-メチルスチレン又はビニルトルエン、3～5個の炭素原子を有するオレフィン系不飽和カルボン酸のアミド、例えばアクリルアミド又はメタクリルアミド、N-ビニルモノマー、例えばN-ビニルピロリドン又はN-ビニルカプロラクタム、及びアミノ含有オレフィン系不飽和モノマー、例えばジメチルアミノエチルアクリレート又はジメチルアミノブチルアクリレートである。共重合した形で1～10重量%、有利には1～5重量%の量でカルボキシル含有モノマー、例えばアクリル酸又はメタクリル酸からなるアクリレートコポリマーAが特に有利である。混合物中のモノマーの性質及び量は、ポリマーのモノマー量及びガラス転移温度に関する前提条件に適合するポリマーAを生じるように選択すべきである。明らかに乾燥後に混合物Mの粘着性を増大するような特性を有するポリマーAを製造するのが賢明であることが判明した。

20

30

【0017】

ポリマーAは自体公知方法で製造することができる。極めて狭い分子量分布(M_w/M_n 1に近似)を有するポリマーAを製造するためには、公知の高温重合方法を使用すべきである。ポリマーAは、有利には塊状で又は溶液中で60～220で場合により、溶液重合のためには慣用の有機溶剤、例えば適当な沸点範囲を有する炭化水素(例えばトルエン)、アルコール(例えばイソブタノール)、エステル(例えばエチルアセテート)又はケトン(例えばメチルエチルケトン)を使用して又は揮発性溶剤の場合には密閉反応器内で加圧(15バール以下)下に比較的高い重合温度を確定して重合させることにより製造することができる。慣用の重合開始剤を公知の量で使用することができる。ポリマーAの所望の低いK値及び分子量の見地において、重合調節剤、例えばメルカプタンを使用するのが好ましく、この例はメルカプトエタノール、メルカプトコハク酸、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン及び特にドデシルメルカプタンを包含する。本発明に基づき使用されるポリマーAの性質に関して、使用前に揮発性不純物、例えば残留モノマーをポリマーAから除去するのが好ましい。

40

【0018】

製造後に、ポリマーAを更に処理し、有利には、pH値を監視しかつ調整しながら、液状

50

ポリマー A を直接ポリマー B の分散液に乳化させることにより、本発明に基づき使用されるポリマー B との混合物を形成することができる。特にカルボキシル含有ポリマー A の場合には、しばしばまたポリマー A をアルカリ性条件下でポリマー乳化の慣用の方法により処理して二次分散液を形成し、次いで即座に該分散液を例えばポリマー B の水性分散液と一緒に攪拌することができる。生ずる混合物 M 中のポリマー A と B の割合は著しく異なっているとしてもよいが、但し一般にはポリマー A は A + B の混合物中のポリマー B よりも少量で存在するのが好ましい。A + B の混合物は、有利にはポリマー A 1 ~ 49 部及びポリマー B 51 ~ 99 部、有利にはそれぞれの場合ポリマー 100% 基準として、ポリマー A 25 ~ 45 重量% 及びポリマー B 55 ~ 75 重量% を含有する。

【0019】

ポリマー B は、ガラス転移温度 -50 ~ +50、特に -25 未満、有利には -30 未満を有する(メタ)アクリレートである。これらは有利には分子量 M_n 20,000 以上を有する。より好適なポリマー B は、共重合した形で、少なくとも 1 種のアクリル酸及び/又はメタクリル酸のエステル少なくとも 50 重量%、特に 60 ~ 100 重量% を含有する。好適なエステルの例は、 $C_1 \sim C_{12}$ -アルキルアクリレート、例えばメチルアクリレート、エチルアクリレート、*n*-プロピルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、デシルアクリレート及びドデシルアクリレート及びまた *n*-ブチルメタクリレート及び *n*-ヘキシルメタクリレートである。

【0020】

ガラス転移温度 -40 ~ -60 を有するホモポリマーを形成する前記モノマーを使用するのが有利である。有利なポリマー B は、共重合した形で 3 ~ 5 個の炭素原子を有する共重合可能なオレフィン系不飽和カルボン酸又はそれらの無水物もしくはモノエステル、例えばアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸及び無水マレイン酸又はモノ-*n*-ブチルマレエート 0.5 ~ 10 重量%、特に 0.5 ~ 5 重量% を含有する。

【0021】

更に、ポリマー B のために特に好適であるモノマーは、ポリマー A の b) 及び c) に関して前記に特定したモノマーである。

【0022】

極めて好適なコポリマー B の例は、またアルキル(メタ)アクリレート 50 重量% 以上に
30 加えて、メチルメタクリレート、ビニルアセテート、ビニルプロピオネート及び/又はスチレンを 30 重量% 以下の量で、またカルボキシル及び場合によりヒドロキシル含有モノマーをそれぞれの場合 5 重量% 以下の量で含有するものであり、この場合該コポリマー B はガラス転移温度 25 未満を有する。ポリマー B は、有利には溶液重合により製造しかつ引き続き好ましくはポリマー分散液に変換することができるが、しかしながら、これらは、水性ポリマー分散液を直接得ることができるように、エマルジョン重合により製造するのが有利である。ポリマー B の製造は、欧州特許出願公開第 743965 号明細書に記載されている。生ずるポリマー分散液の固体濃度は、特に 40 ~ 75 重量% である。

【0023】

前記の記載のように実施することができるポリマー A 及び B からなる混合物 M を使用する
40 ためには、該混合物を無機充填剤、例えば平均粒径一般に 2 ~ 50 μm を有する微粉碎されたもしくは沈殿した白亜又は平均粒径 3 ~ 50 μm を有する石英、及びまた湿潤剤又は分散剤、及び所望により更に添加物、例えば消泡剤及び防腐剤と混合する。使用準備のできた組成物の含水率は、全体的水性製剤に対して一般に 7 ~ 50 重量%、特に 10 ~ 30 重量% である。

【0024】

ポリマー A 及び B からなる混合物 M を有する充填剤含有水性製剤は、木材、定規モルタル、コンクリート、セラミックタイルのような基体、金属基体又はその他の適当な基体上の、例えば多層被覆又は均質被覆として配置されたポリ塩化ビニルの床仕上げ材、繊維裏張り、例えばジュート、ポリエステル不織布を有するフォーム被覆材、ゴム被覆材、ポリウ
50

レタンフォーム、スチレン-ブタジエンコポリマーフォーム、繊維二次裏張りのような種々の裏張りを有する繊維被覆材、ニードルフェルト床仕上げ材、ポリオレフィン被覆材又はリノリウム被覆材のための片面接着剤として好適である。

【0025】

本発明に基づき使用される水性製剤は、例えば歯付きアプリケーション（toothed applicator）を使用して基体に塗被することができる。通常、ガス抜き後に、次いで床仕上げ材を敷設する。処理の点では、該新規組成物は溶剤含有片面接着剤に似ている。本発明に基づき使用される組成物は、剥離強度、剪断強度、湿式結合能力及び乾燥グリップ能力及び高い熱安定性のような良好な水準の性能特性を有する。

【0026】

【実施例】

以下の実施例及び比較実験は、本発明による方法を詳細に説明するためのものであり、本発明を制限するものではない。他に断りのない限り、部及び％は重量による。K値、ガラス転移温度及び M_w / M_n 比は、前記に示したようにして測定及び／又は計算したものである。

【0027】

実施例1：床仕上げ材のための使用

ガラス転移温度 - 25 を有するn-ブチルアクリレート40%、2-エチルヘキシルアクリレート30%及びビニルアセテート30%からなるコポリマー（ポリマーB）の分散液55%を、K値12.5及びガラス転移温度 - 33 を有するn-ブチルアクリレート90部及びアクリル酸10部からなる100%コポリマー（ポリマーA）40%（分散液のポリマーBを基準として）とブレンドしかつ生じた混合物のpH値をアンモニアを用いて7.5に調整した。引き続き、微細炭酸カルシウムを、ポリマー（ポリマーA+ポリマーB）の充填剤に対する重量比が45:55になるように、攪拌しながら混合物に加えた。24時間のガス抜き後に、PVC被覆材及びゴム被覆材（Norament）を敷設した。該片面接着剤の量は、300g/m²であった。剥離強度、熱安定性、湿式結合能力及び乾燥グリップ能力を、通常、樹脂含有片面接着剤（比較実験1）と比較して試験した。試験結果は表1に示されている。

【0028】

比較実験1：床仕上げ材のための使用

実施例1と同様に操作したが、但し比較目的のために以下の組成を有する床仕上げ材のための慣用の片面接着剤を処理しかつ試験した：

Acronal^(R) V 302；pH 7.5、Tg - 20 を有する

アクリレートをベースとするポリマー 35.0部

Emulphor^(R) OPS 25；乳化剤 0.5部

Lumiten(R) EL；消泡剤 0.2部

2%濃度のLatekoll D 溶液；増粘剤 8.5部

Plastilit(R) 3431；可塑剤（モノフェニルグリコールエーテル） 2.0部

樹脂融液（コロホニー樹脂80部及びPlastilit(R) 3431 20部） 20.0部

方解石（炭酸カルシウム） 33.8部

固体含有率： 75.6% 樹脂含有率： 16.0%

充填剤含有率： 33.8% ポリマー含有率： 19.3%

【0029】

【表1】

10

20

30

40

表 1：床仕上げ材のための使用に関する試験データ

被覆	実施例 1		比較実験 1		
	PVC	ゴム	PVC	ゴム	
剥離強度					
(N/cm)					
ガス抜き時間					
10分間	31	34	24	27	10
30分間	20	21	21	16	
熱安定性					
(分)	150	凝集	80	凝集	
湿式結合能力					
(N/5 cm)					20
10分間	6	凝集	8	凝集	
30分間	33	凝集	20	凝集	
乾燥グリップ能力					
(N/5 cm)	38	凝集	29	凝集	
30分間					30

【0030】

湿式結合能力の試験方法

基体 [Glasal 2000 (セメントファイバースラブ) 500 × 200 × 8 mm] 及びフロイデンベルク・スタジオ・ニードル・パンチド・ウェブ (Freudenberg Studio needle-punched web) (NFCストリップ 200 × 50 mm) を片面接着剤と同様に、標準気候条件 (23℃, 相対湿度 50%) で 24 時間状態調節した。片面接着剤を、2 mm の DIN ピールナイフを使用して長手方向で Glasal 2000 に塗被し、かつ 10 分間のガス抜き後に、ニードル・パンチド・ウェブ床仕上げ材 (NFCストリップ) をそれらの裏側を接着剤の床内に敷設し、かつ 2.5 kg のローラで 3 回往復ローリングさせることによりプレスした。被覆材をストリッパーを用いて記載の時間間隔で剥離し、かつ剥離抵抗における増大を N / 5 cm で測定した。試験のために使用した速度は 7.25 mm / 分であった。評価のために、N / 5 cm における 2 つの試料の平均を求め、かつ破壊時の外観を評価した。

【0031】

乾燥グリップ能力の試験方法

基体 [Glasal 2000 (500 × 200 × 8 mm)] 及び Pegulan B1 試験被覆材 (200 × 50 mm)] 及び片面接着剤を、標準気候条件 (23℃, 相対湿度 50%) で 24 時間状態調節した。片面接着剤を、1 mm の DIN 剪断ナイフを使用して長手方向で Glasal 2000 に塗被し、かつ 10 ~ 45 分間のガス抜き後に、PVC をそれらの裏側を接着剤の床内に敷設し、かつ 2.5 kg のローラで 3 回往復ローリングさせることによりプレスした。スト

40

50

リッパーを用いて剥離することにより試験を実施し、かつN / 5 cmにおける剥離抵抗を測定した。試験のために使用した速度は725 mm / 分であった。評価： N / 5 cmにおける試料の平均値、破壊時の外観の評価。

【0032】

熱安定性の試験方法

基体 [Glasal 2000 (60 × 50 × 8 mm) 及びPegulan B1 試験被覆材 (60 × 50 mm)] 及び片面接着剤を、標準気候条件 (23 , 相対湿度50%) で24時間状態調節した。片面接着剤を、1 mmのD I N 205 剪断ナイフを使用して横方向でGlasal 2000 に塗被した。P V C被覆材をボンディング・ステンシルを用いて20 × 50 mmの結合領域が生じるように結合させた。5分間のガス抜き後に、P V C試験被覆材を敷設しかつ手でのプレス及び圧力0.3 N / mm²で10秒間プレスした。標準気候条件下で14日間貯蔵した後に、サーマル・キャビネット内で50 で2 kg (± 1) のウエイト・ストレイン (weight strain) で試験を実施した。試験を開始する前に、試料を30分間熱的に状態調節した。評価： N / 5 cmにおける試料の平均値、破壊時の外観の評価。

10

【0033】

D I N 16860に基づく剥離強度の試験方法

基体 [Glasal 2000 (150 × 50 × 8 mm) 及びPegulan B1 試験被覆材 (250 × 50 mm)] 及び片面接着剤を、標準気候条件 (23 , 相対湿度50%) で24時間状態調節した。P V C被覆材を、その裏面をGlasal 2000 に向けて、3つの面が同一平面にありかつ被覆材が一方の面に覆い被さるように結合させた。10分間及び60分間のガス抜き後に、試験被覆材を敷設しかつ手によるプレス及び0.05 N / mm²で10秒間プレスした。試料を標準気候条件下で14日間貯蔵しかつ次いで剥離を実施した。その際、試験のために使用した速度は100 mm / 分であった。評価： N / 5 cmにおける5つの試料の平均値、破壊時の外観の評価。

20

【0034】

実施例2：シーラントとしての使用

ガラス転移温度 - 40 を有するn - ブチルアクリレート87%及びメチルメタクリレート13%からなるコポリマー (ポリマーB) の65%の分散液300部を、20%濃度の水酸化ナトリウム溶液を用いてpH8.2に調整しかつ生じた分散液を、K値11.5、ガラス転移温度 - 41 及びM_w / M_n比 2.1を有するn - ビニルアクリレート95.05%及びアクリル酸4.95%からなる100%コポリマー (ポリマーA) 100部と一緒にダイレクサー・ディスク (Dilixer disk) を使用して6000 rpmで30分間攪拌した。次いで再び、該混合物を、水酸化ナトリウム溶液を使用してpH8に調整した。一晩でpHは8.2から7.5に低下した。該混合物を再び水酸化ナトリウムを使用してpH8.2に調整した。これはスムーズに塗布することができた。プラネタリー・ミキサーで攪拌しながら、二酸化チタン15部、エチレンオキシド25モルを有するスルフェート化したオクチルフェノールエトキシレート3部、顔料分散剤としてのポリアクリル酸のナトリウム塩2部及び炭酸カルシウム580部を配合した。このようにして製造したシーラントの試験データは、表2に示されている。

30

【0035】

比較実験2

実施例2の操作法を繰り返したが、但しポリマーA 100部の代わりに可塑剤としてジ - 2 - エチルヘキシルフタレート100部を配合した、生じた組成物の試験データは、表2に示されている。

40

【0036】

【表2】

表 2 : シーラントのための試験データ

	実施例 2	比較実験 2	
安定性	DIN 52454 に基づく	良好	良好
体積損率 (%)			
	DIN 52451 に基づく	18	18
伸び率 (%)			
	DIN 53504 に基づく	445	385
引張応力 (N/mm ²)			
(規格棒 S 2)	100%	0.29	0.45
	200%	0.35	0.59
	300%	0.35	0.59
レジリエンス			
	DIN 52458 に基づく	52	58
貯蔵安定性			
50℃で4週間		良好	良好
4週間後の 残留粘着性		粘着性なし	僅かに粘着性
木材に対する付着性		良好	良好
舗装スラブに対する付着性		極めて良好	良好

10

20

30

40

フロントページの続き

- (72)発明者 ヨアヒム クロブ
ドイツ連邦共和国 ランダウ ヘルムバツハシュトラーセ 23
- (72)発明者 ペーター フィックアイゼン
ドイツ連邦共和国 デイルムシュタイン ハウプトシュトラーセ 45
- (72)発明者 ベルント ドイマー
ドイツ連邦共和国 バート デュルクハイム イム リートヴィンゲルト 31
- (72)発明者 ユルゲン パルヴィッヒ
ドイツ連邦共和国 ノイシュタット トリフトブルネンヴェーク 42ベー
- (72)発明者 エッケハルト ヴィストゥーバ
ドイツ連邦共和国 バート デュルクハイム イム オーバーガルテン 7

審査官 櫛引 智子

(56)参考文献 国際公開第95/021884(WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 1/00-5/10

C09J 9/00-201/10