

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

3737-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **22. 05. 96**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **26.05.95, 27.12.95**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **95/19519391, 95/19548842**

(33) Země priority: **DE, DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **13. 05. 98**
(Věstník č. 5/98)

(86) PCT číslo: **PCT/EP96/02194**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/37566**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 09 J 5/00
C 09 J 167/02
C 09 J 175/04
C 08 G 18/66

(71) Přihlášovatel:

**HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF
AKTIEN, Düsseldorf, DE;**

(72) Původce:

Ferencz Andreas, Düsseldorf, DE;
Hübner Norbert, Düsseldorf, DE;
Fischer Herbert, Düsseldorf, DE;
Unger Lothar, Haan, DE;
Peters Bernd, Solingen, DE;
Müller Wolf Rüdiger, Hilden, DE;
Donothek Horst, Monheim, DE;
Kuhn Jörg, Mönchengladbach, DE;

(74) Zástupce:

**Korejzová Zdeňka JUDr., Břehová 1, Praha
1, 11000;**

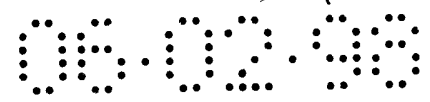
(54) Název přihlášky vynálezu:

Lepidlo, způsob jeho výroby a použití

(57) Anotace:

Při lepení substrátů bezvodým lepidlem, popřípadě lepidlem s malým obsahem vody částečně krystalickým a při pokojové teplotě pevným se lepidlo nejprve aktivuje vnitřním nebo vnějším třením. Potom se substráty lepidlem přivedeným do lepivého stavu vzájemně spojí. Konečnou pevnost dosáhne spoj v klidu po několika sekundách až několika dnech. Třením se krystalický stav poruší a lepidlo se stane lepkavým. Rekrystalizací dosáhne lepidlo konečné pevnosti a ztratí svou lepkavost. Lepidlo má stupeň krystalizace v rozmezí od - 40°C do 120°C, kterému odpovídá entalpie tání 10 až 150 mJ/mg a rychlost krystalizace, zjištěnou polarizačním mikroskopem, několik sekund až dní. Vyrábí se bezrozpouštědlovým způsobem, případně v přítomnosti katalyzátoru, smíšením přísad a formováním hotového produktu.

CZ 3737-97 A3



Způsob lepení a lepidlo

Lepidlo, způsob jeho výroby a použití

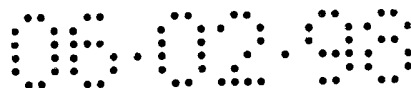
Oblast techniky

Vynález se týká způsobu lepení substrátů bezvodým lepidlem, popřípadě lepidlem s malým obsahem vody, které je částečně
5 krystalické, při pokojové teplotě pevné; lepidla a způsobu jeho výroby.

Dosavadní stav techniky

Způsob lepení substrátů lepidly pevnými při pokojové teplotě je znám. Při pokojové teplotě pevná lepidla se nejprve ohřejí, až se
10 stanou lepivými a potom se ve formě taveniny nanášejí na substráty určené k lepení. Po spojení se při ochlazení váží za fyzikálního zpevnění krystalizací nebo vzrůstem viskozity. Surovinami pro taková tavná lepidla jsou například polyethylenvinylacetát, polyamid, polyester a polyurethan. Takové PU-tavné lepidlo se popisuje ve WO
15 9413726. Nárokuje se ve vodě rozpustný vysokomolekulární neiontový částečně krystalický polyurethan jako základ pro tavné lepidlo. Polyurethan se vyznačuje následujícími strukturními jednotkami:

- a) $-O(CH_2-CH_2-O)_n-$,
kde n je 8 až 500, zvláště 20 až 300,
- 20 b) $-CO-NH-X-NH-CO-$,
kde X znamená alifatický nebo cykloalifatický zbytek, zvláště zbytek m-tetramethylxyloldiizokyanátu (TMXDI), a
- c) $-O-Y-O-$,
kde Y je hydrofobní zbytek, zvláště buď
25 $(-CH_2-CH(CH_3)-O)_m-CH_2-CH(CH_3)-$,
 $(-CH_2-CH(C_2H_5)-O)_m-CH_2-CH(C_2H_5)-$, a
 $(-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-O)_m-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-$
kde m = 8 až 500, zvláště 20 až 300

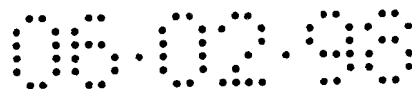


nebo alkylénové nebo cykloalkylénové skupiny s 2 až 44 atomy uhlíku, zvláště 6 až 36 atomy uhlíku, přičemž c) tvoří v polyurethanu 0 až 40, zvláště 2 až 30, zvláště 5 až 25 % hmotnostních, vztaženo na a) + c).

5 Tavná lepidla mají společnou nevýhodu, že totiž pro lepení je nutný zdroj tepla.

Jsou známa také při pokojové teplotě pevná lepidla, která jsou vhodná pro lepení bez tavení, například lepicí tyčinky. Pro lepení s jejich použitím se tyčinkou jednoduše přejede přes lepený substrát, který se potom spojí s druhým substrátem. Při pokojové teplotě lepidlo
10 lepidlo substráty spojí, přičemž se rozpouštědlo popřípadě voda odpaří nebo difunduje do substrátu.

Taková lepicí tyčinka se popisuje v EP 405 329. Lepicí tyčinka stabilního tvaru a s měkkým otěrem sestává z vodného prostředku na bázi polyurethanu jako pojiva (vazné látky) a mýdlového gelu jako
15 látky vytvářející formu lepidla, popřípadě z pomocných látek. Polyurethan je reakční produkt polyolu nebo směsi polyolů, 2- nebo vícefunkční izokyanátové složky, složky schopné tvořit soli v alkalickém vodném roztoku a/nebo neiontového hydrofilního modifikačního prostředku a popřípadě prostředku pro prodloužení
20 délky řetězce. V příkladu 1d byl vyroben polyurethan z: 29,7 hmotnostních dílů izoforondiizokyanátu, 100 hmotnostních dílů polyethylenpropylenglykolu s podílem EO 10 % a molekulovou hmotností 2000, 6,8 hmotnostních dílů kyseliny dimethylolpropionové a 2,2 hmotnostních dílů NaOH. Při acetonovém způsobu byla
25 vyrobena vodná disperze s obsahem pevných látek 36 % hmotnostních. Nakonec bylo vyrobeno lepidlo z 82 hmotnostních dílů této PU-disperze a 2 hmotnostních dílů vody, 7 hmotnostních dílů glycerolu, 3 hmotnostních dílů PPG-600 a vždy 3 hmotnostních dílů
30 palmitátu sodného a stearátu sodného. Při 60 °C mělo lepidlo viskozitu taveniny 2,4 Pas. Taková lepicí tyčinka má nevýhodu, že



vyžaduje těsné balení. Jinak je nebezpečí, že vyschne, a tím se zhorší její vlastnosti. Kromě toho se papír v důsledku vysokého obsahu vody vlní.

Tyto nevýhody se odstraní u lepicí tyčinky, sestávající z pevné
5 lepidlé složky a rozpouštědla v mikropouzdech (viz GB 995 524).
Nevýhodou je však to, že po použití vznikne na povrchu kůra, kterou je nutno před dalším použitím namáhavě odstraňovat.

Nevýhody lepicí tyčinky založené na obsahu vody je možno odstranit také lepicí tyčinkou na bázi vosku, polypropylenu a kalafuny
10 (viz DE 20 22 464). Tyčinka se aktivuje teplem z otírání, přičemž se
vrchní vrstva lepidla taví. Při ochlazení váže tyčinka téměř okamžitě,
čímž již není možná oprava. Kromě toho je zacházení ztíženo tvorbou vláken. Konečně je nutno také přítomnost kalafuny na zboží vyznačit.

Na základě uvedeného stavu techniky existuje úkol vytvořit
15 způsob lepení a odpovídající vhodné lepidlo, které tyto nevýhody
nemá a snadno se s ním pracuje. Mělo by mít zvláště malé nebo
vůbec žádné balení, nanášení pod lehkým tlakem, složení
nevyžadující označení na obalu a v případě potřeby jednoduché
uvolnění spoje. Lepidlo by mělo být vhodné zvláště pro papír a
20 lepenku.

Podstata vynálezu

Podstata vynálezu spočívá zvláště ve způsobu lepení substrátů
lepidlem, které je při pokojové teplotě pevné, který se vyznačuje tím,
25 že se lepidlo aktivuje vnitřním a/nebo vnějším třením, vytvořená
lepkavá hmota substráty spojí a spoj při ponechání v klidu ztuhne
během několika sekund až několika dnů.

Pro dosažení vnitřního tření se objemové prvky lepidla vzájemně uvádějí do pohybu, například válením mezi prsty. Přitom se

stane lepidlo lepkavým a je možno ho použít jako lepicí hmotu. S výhodou se však lepidlo aktivuje vnějším třením, přičemž se vzájemně třou lepidlo a substrát. Tření by mělo být tak velké, že se při jednom přetření substrátu s lepidlem rychlostí 1 až 500 cm/s, s výhodou 2 až 100 cm/s při tlaku 1 kPa až 10 MPa, s výhodou 5 kPa až 5 MPa, s výhodou 10 kPa až 1,0 MPa, dosáhne tloušťky filmu 2 až 200 μm , zvláště 10 až 100 μm . Tyto hodnoty platí pro normální podmínky (20 °C a 50 % relativní vlhkosti vzduchu) a pro papír následující kvality: 5015 Spezial Copier firmy Soennecken.

Lepidlo podle vynálezu je při pokojové teplotě (20 °C) pevné a částečně krystalické. Vyznačuje se a) stupněm krystalizace, stanoveným DSC, v rozmezí od - 40 °C až 120 °C, kterému odpovídá entalpie tání 10 až 150 mJ/mg, s výhodou 15 až 80 mJ/mg, zvláště výhodně 20 až 70 mJ/mg, b) alespoň jednou teplotou krystalizace při 20 až 110 °C, zvláště při 30 až 80 °C a c) rychlostí krystalizace od několika sekund až několika dnů, zvláště od 30 s do 30 min.

Entalpie tání se určuje pomocí DSC.

Teplota krystalizace se určuje pomocí DSC, a to jako teplota, při které dosahuje vrchol křivky tavení svého extrému.

Rychlost krystalizace se určuje pozorováním lepidivé vrstvy polarizačním mikroskopem.

Na základě významu těchto parametrů pro lepení byla přijata následující pracovní hypotéza: krystalické oblasti se mechanickým účinkem tření převedou na amorfni formu. Tato amorfni forma způsobí lepkavost. Dokud lepidlo nerekrystalizuje, zůstává mu schopnost lepit. Po rekrystalizaci ztratí lepidlo svou lepidivost a získá svou konečnou pevnost.

Lepidlo podle vynálezu sestává z 25 až 100, zvláště 30 až 99 a s výhodou ze 60 až 98 % hmotnostních alespoň jednoho pojiva a z 0 až 75, zvláště 0,1 až 70 a s výhodou z 0,5 až 40 % hmotnostních

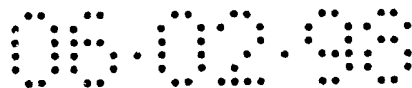


přísad. Pojivo je současně látkou, která dává lepidlu formu. Přísady slouží v první řadě k ovlivnění krystalizace, lepkavosti a otěrových vlastností. Nadto mohou také plnit obvyklé funkce, totiž stabilizační, konzervační, barvicí apod.

5 Ve výhodné formě provedení se skládá pojivo obecně z A) alespoň jedné částečně krystalické a B) alespoň jedné amorfni a/nebo kapalně polyesterové složky. Obě složky pojiva A a B jsou nerozpustné ve vodě, tzn. při 20 °C se ve 100 ml vody rozpouští méně než 10 g, zvláště méně než 1 g. Jejich průměrná molekulová hmotnost
10 je 1000 až 25 000, zvláště 2000 až 15 000. Při vhodném krystalickém stavu může tvořit složka A 100 %. Rozhodující je hmotnostní poměr krystalického a amorfniho podílu. Obecně by měl tvořit částečně krystalický polyester podíl 5 až 95 % hmotnostních, zvláště 15 až 60 % hmotnostních a s výhodou 20 až 40 % hmotnostních.

15 Složky A a B smí být spolu pouze omezeně mísitelné, takže je morfologicky rozeznatelné (pozorováním polarizačním mikroskopem, DSC, rentgenovou analýzou). Přesto vzniká makroskopicky zdánlivě homogenní rozdělení, které se s časem nesmí měnit a žádné separační jevy nesmějí nastat ani při zvýšených teplotách skladování.
20 Aby bylo kompatibility dosaženo, může být použito látky zprostředkující kompatibilitu, například zvláštního polyesterového změkčovadla, popřípadě speciálních blokových polymerů. S výhodou se však kompatibilita stabilizuje tím, že se složky A a B spolu vzájemně chemicky vážou, například dodatečnou chemickou vazbou
25 aktivních skupin s polyizokyanáty.

 Pod pojmem polyester se rozumí polymery s převládajícími esterovými skupinami v hlavním řetězci. Mohou sem však spadat také polymery s převažujícími esterovými skupinami v hřebenovitě uspořádaných postranních řetězcích, například polyakryláty, u kterých
30 alkoholová složka obsahuje 1 až 18 atomů uhlíku, s výhodou 1 až 8 atomů uhlíku. V případě ostatních skupin může jít o amidové skupiny



(polyesteramidy) nebo skupiny urethanové (polyesterurethany). S výhodou se používá čistého polyesteru, a to s esterovými skupinami v hlavním řetězci.

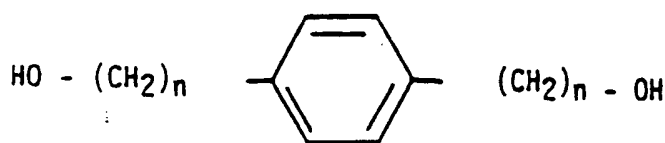
Pro výrobu PES jsou použitelné v zásadě všechny monomery, které tvoří v hlavním řetězci polymerizované esterové vazby (včetně polykarbonátů). Vedle atomů uhlíku mohou obsahovat také heteroatomy, jako síra, dusík, halogeny a fosfor. Vedle funkčních skupin kyselin a alkoholů mohou být přítomny také další funkční skupiny. Použitelné jsou zvláště všechny monomery, které se již používají jako složka PES nebo složka PES tavných lepidel PUR. Koncové skupiny polyesteru mohou být přeměněny dodatečnou reakcí, například esterifikací nebo přeesterifikací. S výhodou jsou koncové skupiny skupiny OH, COOH nebo skupiny urethanové. Stavební kameny polyesterů jsou dikarboxylové kyseliny, hydroxykarboxylové kyseliny a dioly.

Stavební prvky dikarboxylové kyseliny mohou být použity v libovolné reaktivní formě, například jako volné kyseliny, chlorid kyseliny, ester (zvláště methylester) apod. Použitelné jsou: alifatické polykarboxylové kyseliny, zvláště dikarboxylové kyseliny s 1 až 36 atomy, a stejně tak nenasycené a aromatické dikarboxylové kyseliny a dikarboxylové kyseliny s heteroatomy sírou, dusíkem a halogeny (kyselina bromtereftalová, fluortereftalová). Konkrétně je možno uvést: kyselinu šťavelovou, malonovou, sebakovou, azelainovou, dekandikarboxylovou, dodekandikarboxylovou, dimethyl-1,4-cyklohexandikarboxylovou, p-fenylendioctovou, 2,5-dimethyltereftalovou, methyltereftalovou, 2,6-naftylidikarboxylovou, 4,4-izopropylidibenzoovou, 1,2-ethylendioxy-4,4'-dibenzoovou, 4,4'-dibenzoovou a sulfonyl-4,4'-dibenzoovou. Zvláště výhodné jsou: kyselina jantarová, glutarová, adipová, izoftalová, tereftalová, ftalová a makromomery (prepolymery) s více než 36 atomy uhlíku.



Stavební prvky hydroxykarboxylové kyseliny mohou být rovněž použity v libovolné reaktivní formě, například ve formě volné kyseliny, chloridu kyseliny, esteru (zvláště methylesteru) apod. Použitelné jsou alifatické hydroxykarboxylové kyseliny s více, s výhodou vždy s jednou hydroxylovou a karboxylovou skupinou a se 2 až 36 atomy. Totéž platí pro nenasycené a aromatické hydroxykarboxylové kyseliny a pro hydroxykarboxylové kyseliny s heteroatomy jako síra, dusík a halogeny. Konkrétně je možno uvést: kyselinu 4-hydroxybenzoovou, pivalolaceton, Σ -kaprolakton, kyselinu 6-hydroxy-2-naftoovou, mléčnou a glykolovou.

V libovolné reaktivní formě, například ve formě volného alkoholu, esteru (zvláště esteru s kyselinou octovou) apod. je možno použít také polyolové stavební prvky. Použitelné jsou alifatické polyoly, zvláště dioly s 1 až 36 atomy. Totéž platí pro nenasycené a aromatické polyoly a pro polyoly s heteroatomy sírou, dusíkem a halogeny. Konkrétně je možno uvést: 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,4-cyklohexandimethanol, 2,2-dimethyl-1,3-propantriol, dekandiol, 4,4'-dihydroxy-1,1'-bifenyl, di-p-hydroxyfenylpropan, 1,4-hydrochinon, bicyklo-[2.2.2]-oktandimethylenglykol, methyl-p-fenylenglykol



kde $n = 1$ až 30 (rovněž v poloze m).

Výhodné jsou: 1,4-pentandiol, ethylenglykol, 1,6-hexandiol, 2,3-butandiol, neopentylglykol, 2-methyl-1,4-butandiol a makromonomery (prepolymery) s více než 36 atomy, jako například polyethylenglykol nebo poly(tetrahydrofuran)diol.



Další konkrétní monomery stejně jako vztahy mezi monomery a krystaličností jsou odborníkům známy (viz například Encyclopedia of Polymer Science and Technology, heslo „Polyester“, str. 62 - 128).

Polyesteramidy jsou kopolymerizáty s amidovými a esterovými skupinami v hlavním řetězci. Statistický kopolymerizát se vyrábí společnou kondenzací monomeru. Monomery mohou být: dikyseliny, diaminy, dioly, aminokyseliny a hydroxykyseliny odpovídající výčtu pro polyester kromě koncových skupin. Mohou být použity v jakékoliv reaktivní formě. Blokované kopolymery je možno získat z různých polyesterových bloků reakcí například polyesterů zakončených karboxylovou kyselinou s diizokyanáty (např. prepolymeru zakončenými skupinou NCO). Mohou také reagovat (di)karboxylové kyseliny s bisoxazoliny nebo oxazolidin-2-ony. Blokované kopolymery je možno získat také z polyamidů a polyesterů pomocí izokyanátů nebo přeesterifikací, popřípadě přeamidací. Stavebními prvky polyesterů a polyamidů byly již uváděny u polyesterů. Jedná se o odpovídající sloučeniny s aminovými skupinami na místě skupin hydroxylových. Výhodnými stavebními kameny jsou opět diaminy a dikyseliny, popřípadě aminoskupinami a skupinami kyselin funkcionalizované monomery, jako je laktam.

V další výhodné formě provedení je pojivem polyurethan, který je možno získat z následujících složek:

- a) alespoň jednoho alifatického nebo aromatického diizokyanátu, zvláště MDI, TDI, HDI, IPDI a především TMXDI,
- b) alespoň jednoho krystalizujícího diolu, zvláště zvoleného ze skupiny:
 - polyethylenglykol s molekulovou hmotností (střední hodnota) 200 až 40 000, zvláště 1500 až 15 000 a s výhodou 4000 až 8000,
 - polytetrahydrofuran s molekulovou hmotností 200 až 4000, zvláště 1000 až 3000,



- kopolymer ethylenoxidu a propylenoxidu s molekulovou hmotností od 200 do 40 000, s výhodou od 400 do 10 000, přičemž kopolymerem je s výhodou blokový kopolymer typu PEG/PPG/PEG s podílem PEG 10 až 80 %,
5 popřípadě
- polyesterdiol, zvláště polykaprolaktondiol s molekulovou hmotností od 200 do 50 000, zvláště 200 až 5000,
- c) popřípadě alespoň jednoho diolu, schopného tvořit ionty, zvláště ionty karboxylátové, sulfátové nebo amoniové a
- 10 d) popřípadě alespoň tří nebo vícefunkčního polyolu jako glycerin a TMP a
- e) popřípadě alespoň jednoho hydrofobního diolu, zvláště ze skupiny:
 - polypropylenglykol s molekulovou hmotností od 200 do
15 4000, zvláště od 500 do 2000 a
 - alkandiol s 1 až 100, zvláště 2 až 50, zvláště výhodně 5 až 30 atomy uhlíku,přičemž poměr izokyanátových skupin k hydroxylovým skupinám může kolísat v rozmezí od 0,5 až 1,2 : 1, zvláště v rozmezí 0,7
20 až 1 : 1.

Polyurethany je možno vyrábět jak v jednostupňovém, tak i ve dvoustupňovém postupu. U dvoustupňového postupu se nejprve vyrobí prepolymer, ve kterém s diizokyanátem předem reaguje část polyolů, například hydrofilních. Potom se přidá další polyol.

- 25 S výhodou se však vyrábí polyurethan podle vynálezu jednostupňovým způsobem. Přitom se nejprve smísí všechny výchozí látky v přítomnosti organického rozpouštědla s obsahem vody méně než 0,5 % hmotnostních. Směs se zahřívá na 70 až 200 °C, zvláště na 80 až 170 °C a s výhodou na 130 až 170 °C 1 až 30, zvláště 1 až 5
30 hodin. Dobu reakce je možno zkrátit přítomností katalyzátorů. Použitelné jsou zejména terciární aminy, například triethylamin,



dimethylbenzylamin, bis-dimethylaminoethylether a bis-methylaminomethylfenol. Zvláště vhodné jsou 1-methylimidazol, 2-methyl-1-vinylimidazol, 1-allylimidazol, 1-fenylimidazol, 1,2,4,5-tetramethylimidazol, 1(3-aminopropyl)imidazol, pyrimidazol, 4-
5 dimethylamidopyridin, 4-pyrrolidinopyridin, 4-morfolinopyridin a 4-methylpyridin. S výhodou se však pracuje bez přítomnosti katalyzátoru. S výhodou se nepoužije ani rozpouštědla. Mezi rozpouštědla mohou patřit inertní organické kapaliny s teplotou varu pod 200 °C při normálním tlaku, zvláště aceton.

10 Polyesterurethany se vyrábějí známým způsobem z polyesterpolyolů a polyizokyanátů, zvláště z polyesterdiolů a diizokyanátů. Polyesterpolyoly byly již popsány výše. Mohou reagovat jak s alifatickými, tak i aromatickými izokyanáty. Výhodnými diizokyanáty jsou: NDI, HDI, CHDI, IPDI, TMDI, m-TMXDI, p-TMXDI,
15 H₁₂-MDI, PPDI, 2,4-TDI, 80 : 20 - TDI, 65 : 35 - TDI, 4,4'-MDI, polymerní MDI a n-TMI. Dalšími použitelnými izokyanáty jsou: DDI 1410, TDI, MDI, 2,4'-MDI; Desmodur R, Desmodur RI, IEM a m-fenylendiizokyanát.

Tyto a další polyizokyanáty jsou odborníkům v oboru známy (viz
20 Encyclopedia of Polymer Science and Technology, heslo „Polyurethane“, str. 244 - 248). Polyesterurethany mají s výhodou koncové skupiny OH, COOH, esterové skupiny a urethanové skupiny.

Polyesterurethany (polyetherurethany) s modifikovanými koncovými skupinami se vyrábí tak, že se nejprve vyrobí
25 polyesterurethany (polyetherurethany) s koncovými skupinami NCO. Potom se nechají reagovat volné koncové skupiny NCO se sloučeninami, s výhodou monoreaktivními, známými z chemie urethanů. Tak je možno například zavést prostřednictvím mastných alkoholů alkylové koncové skupiny se 4 až 22 atomy uhlíku. Dále je
30 možno jmenovat reakce s aromatickými alkoholy a polyestery se skupinou OH nebo COOH.



Výhodná je zvláště forma provedení lepidel podle vynálezu, při které se nejprve vyrobí prepolymer s koncovými skupinami NCO na bázi aromatického nebo cykloalifatického izokyanátu a polyglykolu a potom se nasytí při této méně než stechiometrické reakci
5 nezreagované skupiny NCO alifatickými alkoholy s 4 až 22 atomy uhlíku, aromatickými alkoholy nebo polyestery, zakončené skupinami OH, popřípadě COOH, takže vzniknou reakční produkty, které neobsahují reaktivní skupiny.

Jako pojiva je možno použít také směsi polyesteru a
10 polyurethanu, přičemž polyurethanem může být polyesterurethan nebo polyetherurethan. Jsou možné také směsi polyesterurethanu a polyetherurethanu.

Vedle pojiva může lepidlo obsahovat ještě následující přísady:

- a) 0 až 50, zvláště 0 až 20 % hmotnostních alespoň jedné
15 krystalický stav modifikující přísady, zvolené zvláště ze skupiny: soli aromatických a alifatických karboxylových kyselin (například stearan vápenatý), vosk, polyakrylát, polyethylen, polyvinylacetát, polyamid, polyurethan a polyvinylchlorid a polyester popřípadě polyurethan, pokud je pojivem polyurethan,
20 popřípadě polyester,
- b) 0 až 20 %, zvláště 0 až 10 % a s výhodou 0,1 až 5 % hmotnostních alespoň jednoho jemnozrnného ve vodě nerozpustného pigmentu nebo plnidla, zvláště ze skupiny: alkalický stearan, grafit, talek, TiO₂, vysoce disperzní kyselina
25 křemičitá (Aerosil), bentonit, wollastonit, křída, oxid hořečnatý a skelná vlákna,
- c) 0 až 30, zvláště 0 až 10 % hmotnostních alespoň jednoho netěkavého změkčovadla, především ze skupiny ftalátů, sebakátů a fosfátů, například: difenylftalát, benzylbutylftalát,
30 trioktylfosfát a n-ethyl-o,p-toluensulfonamid,



- d) 0 až 5, zvláště 0 až 2 % hmotnostní alespoň jedné z následujících přísad: antioxidanty, konzervační látky a barviva,
- e) vodu a
- f) 0 až 30, zvláště 0 až 10 % hmotnostních alespoň jednoho prostředku pro zvýšení lepivosti, především ze skupiny: terpenfenolová pryskyřice, ester glycerolu a kalafuny, polycyklopentadienová pryskyřice, uhlovodíková pryskyřice a kopolymer methylstyren/styren.

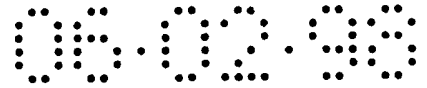
Množství a druh přísad se přirozeně liší v závislosti na použitém pojivu. Výše uvedené údaje platí především pro polyester. Pro polyurethan, zvláště polyetherurethan, se používá jako přísad modifikujících krystalický stav s výhodou 0 až 50, zvláště 10 až 40 % hmotnostních PEG, PPG, PTHF a/nebo polyesteru. Jako netěkavé změkčovadlo se doporučuje 0 až 50, zvláště 0 až 30 % hmotnostních a především 0 až 10 % hmotnostních alespoň jednoho s vodou mísitelného hydrofilního změkčovadla ze skupiny glycerol, ethylenglykol a diglym.

Obsah vody v lepidle je v rozmezí od 0 do 15 % hmotnostních, zvláště výrazně pod 5 % hmotnostních, měřeno metodou podle Karl Fischera. Udaná hmotnostní procenta se vztahují na lepidlo jako celek.

Změkčovadla mají všechna bod varu za normálního tlaku vyšší než 150 °C. Lepidlo tedy prakticky neobsahuje lehce těkavá rozpouštědla.

Pojivo a přísady se mísí v tavenině, s výhodou tak dlouho, dokud nejsou okem zjistitelné rozdíly v homogenitě.

Takto získaná hmota lepidla se tvaruje do jakékoliv požadované formy, například plátek, fólií nebo tyčinek. Výhodné jsou lepicí tyčinky, ať už s kruhovitým, eliptickým nebo hranatým průřezem.



Ve stavu připraveném pro použití již lepidlo neobsahuje žádné reaktivní skupiny. V konečné fázi obsahuje méně než 10 % hmotnostních, s výhodou méně než 5 % hmotnostních těkavých organických složek s teplotou varu nižší než 150 °C.

5 Lepidlo podle vynálezu je vhodné především k lepení substrátů, přičemž se lepidlo aktivuje vnitřním a/nebo vnějším třením, substráty se potom lepkavým lepidlem mezi sebou spojí a spoj se nakonec ponecháním v klidu po dobu od několika sekund až několika dnů vytvrdí.

10 Při klouzavém přetření papíru lepidlem rychlostí od 1 do 500 cm/s, s výhodou 2 až 100 cm/s při tlaku 1 kPa až 10 MPa, s výhodou 5 kPa až 5 MPa, s výhodou 10 kPa až 1,0 MPa, se dosáhne s výhodou tloušťky filmu 2 až 200 μm, zvláště 10 až 100 μm.

Lepidlo podle vynálezu má následující výhody:

- 15
- Při normálních klimatických podmínkách v místnosti (20 °C a relativní vlhkost vzduchu 50 %) není nutné žádné nebo pouze jednoduché balení.
 - Neobsahuje složky, které je nutno označovat na obalu.
 - Je těžko hořlavé.

20

 - Snadno se mechanicky aktivuje třením pod mírným tlakem.
 - Netáhnou se z něj žádná vlákna.
 - Spojení je opět uvolnitelné ohřátím.
 - Papír se při slepování nevlíní.

25

 - Rychlost tuhnutí je velmi vysoká. V průběhu několika sekund po natření se chová lepidlo zase jako suché (není již lepkavé).
 - Lepidlo je možno díky rychlé rekrystalizaci a nízké viskozitě taveniny snadno vyrábět.



Výše uvedené vlastnosti platí především pro pojiva PES. Při použití jiných pojiv by se mohly objevit jiné pozitivní vlastnosti. Tak mohou být například polyetherurethany snadno vypratelné z textilií nebo lze spojení alespoň snadno rozpustit vodou. Je možno také
5 zpomalit rekrystalizaci, takže je možná oprava slepení.

Vynález bude osvětlen s použitím následujících příkladů:

Příklady provedení vynálezu

I. Výchozí látky

10 1). Výchozí látky pro PES

- Dynacoll 7360, částečně krystalický kopolyester na bázi kyseliny adipové a hexandiolu s hydroxylovým číslem 27 až 34 mg KOH/g (DIN 54240), číslem kyselosti < 2 mg KOH/g (DIN 53402) teplotou tání 60 °C (DSC), bodem měknutí 65 °C (R + B,
15 ISO 4625), viskozitou přibližně 2000 mPas při 80 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností (z hydroxylového čísla) přibližně 3500.
- Dynacoll 7140, amorfni kopolyester na bázi kyseliny tereftalové, izoftalové, ethylenglykolu, 1,4-butandiolu a hexandiolu s
20 hydroxylovým číslem od 18 do 24 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti < 2 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou skelného přechodu přibližně + 40 °C (DSC), bodem měknutí 90 °C (R + B, ISO 4625), viskozitou 100 mPas při 130 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 5500, vypočteno z
25 hydroxylového čísla.
- Dynacoll 7110, amorfni kopolyester z větší části na bázi kyseliny tereftalové, 1,4-pentandiolu a hexandiolu s hydroxylovým číslem od 50 do 60 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti 8 až 12 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou
30 skelného přechodu + 10 °C (DSC), bodem měknutí 60 °C (R + B,



- ISO 4625), viskozitou 10 Pas při 100 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností 2000, vypočteno z hydroxylového čísla.
- 5 - Dynacoll 7220, kapalný kopolyester na bázi kyseliny tereftalové, adipové, 2-methyl-1,4-butandiolu a 1,4-butandiolu s hydroxylovým číslem od 27 do 34 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti < 2 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou skelného přechodu přibližně - 20 °C (DSC), viskozitou 5 Pas při 100 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 3500, vypočteno z hydroxylového čísla.
 - 10 - Dynacoll 7340, částečně krystalický kopolyester s hydroxylovým číslem od 27 do 34 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti < 2 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou tání 92 °C (DSC), teplotou skelného přechodu - 40 °C (DSC), bodem měknutí 100 °C (R + B, ISO 4625), viskozitou 3 Pas při 130 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 3500, vypočteno z hydroxylového čísla.
 - 15 - Dynacoll 7220, kapalný kopolyester na bázi kyseliny tereftalové, adipové, 2-methyl-1,4-butandiolu a 1,4-butandiolu s hydroxylovým číslem od 27 do 34 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti < 2 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou skelného přechodu přibližně - 20 °C (DSC), viskozitou 5 Pas při 100 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 3500, vypočteno z hydroxylového čísla.
 - 20 - Dynacoll 8350, karboxylové skupiny obsahující kopolyester s hydroxylovým číslem od 26 do 30 mg KOH/g (DIN 53240), teplotou skelného přechodu - 50 °C (DSC), viskozitou 140 Pas při 20 °C (Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 4000, vypočteno z hydroxylového čísla.
 - 25 - Dynacoll 8250, karboxylové skupiny obsahující kopolyester s číslem kyselosti od 15 do 19 mg KOH/g (DIN 53240), teplotou skelného přechodu - 50 °C (DSC), viskozitou 140 Pas při 20 °C
 - 30



(Brookfield LVT4) a molekulovou hmotností přibližně 6000, vypočteno z hydroxylového čísla.

Dynacoll je známka firmy Hüls AG.

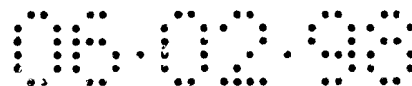
- 5 - Capa 240 je známka firmy Interox Chemicals Ltd pro lineární poly-epsilon-kaprolakton s hydroxylovým číslem 28 mg KOH/g (DIN 53240), číslem kyselosti < 0,5 mg KOH/g (DIN 53402), teplotou tání v rozmezí 55 až 60 °C a molekulovou hmotností přibližně 4000.
- 10 - PES1 je polyesterurethan ze složek Dynacoll 7360 a Desmodur W v molárním poměru 2 : 1.
- PES2 je polyesterurethan ze složek Dynacoll 7360, Dynacoll 7140 a Desmodur W v molárním poměru 1 : 2 : 2.
- PES3 je polyesterurethan ze složek Dynacoll 7360 a TMXDI v molárním poměru 2 : 1.
- 15 - PES4 je polyesterurethan ze složek Dynacoll 7360 a IPDI v molárním poměru 2 : 1.
- PES5 je polyesterurethan ze složek Dynacoll 7360 a 2,4'-MDI v molárním poměru 2 : 1.
- 20 - PES6 je oktyldodekanolovými koncovými skupinami modifikovaný polyesterurethan: Dynacoll 7360 a IPDI reagují v molárním poměru 2 : 3. V dalším kroku probíhá reakce s oktyldodekanolem, takže obsah NCO je pod 0,01 % a molární poměr polyester : diizokyanát : alkohol = 2 : 3 : 2.
- 25 - Foral-85 je známka firmy Hercules pro hydrogenovaný ester kalafuny a glycerolu s číslem kyselosti 9 mg KOH/g, teplotou měknutí 80 °C (R + B) a viskozitou 100 mPas při 160 °C (Brookfield).
- Kristalex F85 je známka firmy Hercules pro α -methylstyren/styrenový kopolymer s teplotou měknutí přibližně 30 85 °C (R + B).
- Bevitak 95 je známka firmy Bergvik pro prostředek pro zvýšení lepivosti.



- Desmodur W je známka firmy Bayer pro 12-H-MDI.

2. Výchozí látky pro polyurethany

- a) - Diizokyanát = TMXDI, IPDI, MDI
- 5 - Triizokyanát z hexamethylandiizokyanátu (Tolonate HDT, firma Rhone-Poulenc)
- b) Dioly:
 - Loxanol = 1,12-C₁₈-diol
 - DMPA = kyselina dimethylolpropionová
 - 10 - Pluronic 6800 = blokový kopolymer PEG-PPG-PEG s 20 % PPG a molekulovou hmotností 8500
 - PTHF 2000 = polytetrahydrofuran s molekulovou hmotností 2000
 - 15 - PEG 6000 = polyethylenglykol s molekulovou hmotností 6000
 - Abitol E je obchodní známka firmy Hercules pro technický hydroabiethylalkohol s 4,75 % OH a viskozitou 40 000 mPas při 40 °C,
 - 20 - Terathane 1000 je obchodní známka firmy BASF pro polytetramethylenetherglykol s molekulovou hmotností 1000,
 - WS 1 je reakční produkt prostředků Terathane 1000 a Desmodur V 44 v poměru OH : NCO = 1 : 1,5, přičemž
 - 25 přebytečné skupiny NCO reagují s alkoholem C-12/C-10 v poměru 20 : 80,
 - WS 2 je reakční produkt následujících výchozích látek v uvedeném poměru: Terathane 1000/Tolonate HDT/Abitol E/C-16-alkohol = 31,4/35,6/9,4/23,6,
 - 30 - WS 3 je reakční produkt následujících výchozích látek v uvedeném poměru: Terathane 1000/Tolonate HDT/Abitol E/C-12-alkohol = 22,5/31,8/14,7/16,1,



- WS 4 je reakční produkt následujících výchozích látek v uvedeném poměru: Terathane 1000/Tolonate HDT/Abitol E/C-14-alkohol/C-16-alkohol = 21,5/35,6/14,3/5,1/13,5.

5 3. Přísady

- PEG 600 = polyethylenglykol s molekulovou hmotností 600
- PEG 1550 = polyethylenglykol s molekulovou hmotností 1550
- PEG 35 000 = polyethylenglykol s molekulovou hmotností 35 000
- Bentonit
- Stearan vápenatý

10

II. Způsob výroby

- 15 1. V příkladech I. 1a - g a III. byl PU vyroben analogicky k příkladu I. 2; kromě toho byly odvodněny také dioly.
2. V příkladech I. 2a - k byl PU vyroben následujícím způsobem: PEG 6000 (Lipoxol, Hüls) a kyselina dimethylolpropionová (Angus Chemie) byly 2 hodiny odvodňovány při 80 °C ve vakuu olejové pumpy. Potom byl přidán m-TMXDI (Cyanamid) a směs byla zahřáta na 145 °C. Po dvou hodinách se dosáhne teoretického obsahu skupin NCO = 0 % zbytkového NCO.
- 20 3. Lepidlo bylo vyrobeno následujícím způsobem z pojiva a přísad: Jednotlivé složky byly spolu smíseny a společně za míchání roztaveny. Míchání probíhá tak dlouho, až vznikne homogenní směs. Tavenina se nalije do formy, ze které se vyjme po 24 hodinách.

25

Příklady mají následující složení (údaje v hmotnostních dílech):

4. Složení směsí

Příklady I. 1a - g:

a) PU (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 8,4 : 0,8 : 9,7

PEG 600

Stearan vápenatý

b) Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 8,4 : 0,8 : 9,7

PEG 600

Bentonit

c) PU (PEG 6000 : DMPA : Loxanol : TMXDI : PTHF 2000 = 0,76 : 8,4 : 0,8 : 9,2 : 0,24

PEG 600

d) Pluronic 6800 : DMPS : Loxanol : TMXDI = 1 : 8,4 : 0,8 : 9,7

PEG 600

e) PU (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 16,7 : 0,8 : 17,6

PEG 600

f) PU (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 16,7 : 0,8 : 17,6)

[% hmotnostní]

75 %

20 %

5 %

75 %

20 %

5 %

85 %

15 %

85 %

15 %

70 %

30 %

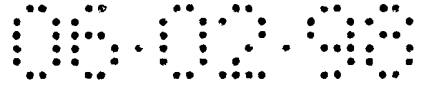
69 %

3033

PEG 600	30 %
PEG 35 000	1 %
g) PU (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 16,7 : 0,8 : 17,6)	70 %
PEG 1550	30 %

Příklady I. 2a - k:

	[% hmotnostní]
a) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	100 %
b) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 0,86 : 1,67)	100 %
c) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 15 : 15,2)	100 %
d) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 15 : 15,2)	50 %
PEG 200	50 %
e) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	100 %
f) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9) neutralizováno NaOH	100 %
g) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	90 %



Glykol	10 %
h) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	70 %
Glykol	30 %
i) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	70 %
Diglym	30 %
j) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	50 %
Glycerin	50 %
k) PU (PEG 6000 : DMPA : TMXDI = 1 : 8,37 : 8,9)	50 %
PEG 200	50 %

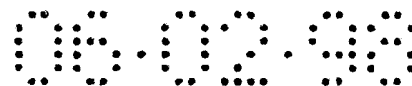


Příklady II. 1a - y

- a Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 = 30 : 70
- b Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 : stearan vápenatý = 30 : 70 : 5
- 5 c Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 = 30 : 70
- d Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 = 20 : 80
- e Dynacoll 7340 : Dynacoll 7140 = 30 : 70
- f Dynacoll 8350 : Dynacoll 7220 = 30 : 70
- g Dynacoll 8350 : Dynacoll 8250 = 50 : 50
- 10 h Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 : butylbenzylftalát = 28,5:66,5:5
- i Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 : butylbenzylftalát = 27 : 63 : 10
- j Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 : butylbenzylftalát = 24 : 56 : 20
- k Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : Foral 85 = 30 : 60 : 10
- l Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : Bevitack 95 = 30 : 60 : 10
- 15 m Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : Kristalex r F85 = 30 : 60 : 10
- n Dynacoll 7110 : PES1 = 70 : 30
- o Dynacoll 7360 : PES 2 = 10 : 90
- p Capa 240 : Dynacoll 7110 = 30 : 70
- q Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : bentonit = 30 : 70 : 10
- 20 r Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : butylbenzylftalát = 20 : 80 : 2,5
- s Dynacoll 7110 : PES3 = 70 : 30
- t Dynacoll 7360 : Dynacoll 7110 : polyethylakrylát = 20 : 80 : 5
- u Dynacoll 7110 : PES4 = 70 : 30
- v Dynacoll 7110 : PES5 = 70 : 30
- 25 w Dynacoll 7110 : PES6 = 60 : 40

Směsi polyesterurethanů a polyetherurethanů

- x - PES4 33,3 %
- (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 8,4 : 0,8 : 9,7)
30 66,7 %
- y - PES4 7,5 %



- (Pluronic 6800 : DMPA : Loxanol : TMXDI = 1 : 8,4 : 0,8 : 9,7)
63,7 %

- Dynacoll 7110 17,5 %

- PEG 600 11,3 %

5

Příklady III. 1a - m

a) Terathane 1000 : Desmodur 44 : Abitol E : Dynacoll 7360 : C-14-alkohol

10 51,3 : 20,1 : 5,7 : 19,6 : 3,3,

b) Terathane 1000 : Desmodur 44 : Abitol E : Dynacoll 7360 : C-14-alkohol

56,0 : 22,0 : 6,3 : 10,9 : 4,9

c) Terathane 1000 : Tolonate HDT : Abitol E : C-14-alkohol

15 32,7 : 37,1 : 17,6 : 15,3,

d) Terathane 1000 : Tolonate HDT : C-14-alkohol

34,7 : 39,4 : 25,9,

e) Terathane 1000 : Tolonate HDT : Abitol E : C-16-alkohol

31,4 : 35,6 : 9,9 : 23,6

20 f) Terathane 1000 : Tolonate HDT : Abitol E : C-16-alkohol : C-8-alkohol

32,6 : 36,9 : 14,8 : 10,2 : 5,5

g) WS1 : Dynacoll 7360 : Dynacoll 7130

62,5 : 33,3 : 4,2

25 h) WS2 : Dynacoll 7360 : Dynacoll 7140 : butylbenzylftalát : hlinitokřemičitan : Kristallex F 85

60 : 26,7 : 3,3 : 5,3 : 1,3 : 18,3,

i) WS1 : Dynacoll 7360 : Dynacoll 7100 : Abitol E : butylbenzylftalát : hlinitokřemičitan : Kristallex F 85

30 57,3 : 21,3 : 1,0 : 1,3 : 8,5 : 2,6 : 5,3,

k) WS3 : Dynacoll 7360 : Dynacoll 7100 : butylbenzylftalát : hlinitokřemičitan



57,7 : 30,8 : 3,9 : 6,2 : 1,5,

l) WS4 : Dynacoll 7140

88,3 : 11,8,

m) WS4 : Dynacoll 7140

5 65,2 : 34,8

III. Testy

1. Lepené spoje

10 Lepení bylo prováděno za následujících obecných podmínek:
tlak přibližně 500 kPa, rychlost přibližně 100 cm/s, pokojová
teplota, tloušťka filmu: přibližně 50 μm .

2. Byly provedeny testy na:

15 a) Pevnost slepení po 10 s: slepení kartonového proužku do
tvaru kruhu s následným vyhodnocováním doby lepení (údaj
času): používá se proužků kartonu o velikosti 29,1 cm x 5 cm a
tloušťce 250 g/m^2 . Měřeno od okraje, nanese se ve 2 cm
širokém pruhu na úzkou stranu proužku lepidlo. Potom se
proužek složí do kruhu a místo slepení se stlačí na 10 s. Měří se
doba, do které kruh opět praskne.

20 b) síla slepení po 1 dnu: lepení kopírovacího papíru firmy
Soennecken, a to speciálního kopírovacího papíru 5015. Test na
roztržení papíru po 1 dnu (údaje procentuálního roztržení papíru
popřípadě roztržení (P) / rozpojení (T).

25 c) pevnost v tahu-stříhu slepení dřevo/dřevo: dvě buková
zkušební tělíska byla na koncích potřena lepidlem a složena tak,
aby se oba konce opatřené lepidlem překrývaly 2 cm (plocha
lepení 2 cm x 2,5 cm). Zkušební tělíska byla fixována dvěma
svorkami a měření bylo prováděno po 24 hod. Měřená hodnota
se udává v N/mm^2 .

30 d) otěr: natíráním na kopírovací papír firmy Soennecken, a to
speciální kopírovací papír 5015.



e) krystalický stav: měření křivek DSC (S: tavná entalpie, teplota vrcholu tavení. Vrchol může být strukturován, popřípadě se skládat z více vrcholů. Udává se teplota pro největší vrchol.

5

1. zahřívání; R: rekrystalizace, teplota vrcholu rekrystalizace. -
2. zahřívání; - 60 °C až + 100 °C, 10 °C/min, ochlazování v proudu dusíku).

f) chování při tuhnutí - posouzení krystaličnosti v polarizačním mikroskopu (údaj sklonu ke krystalizaci - rychlá, pomalá, žádná).

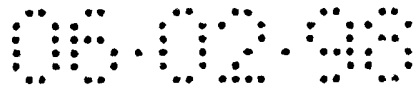
10

g) viskozita taveniny (Epprecht): 125 °C [Pas]

2. Výsledky testů

Tabulka 1: Příklad I.

		Metoda testování						
	a	b(%)	c(N/mm ²)	d	e(mJ/mg °C)	f	g(Pas)	
1.1a	> 24 h	40	0,1	3	S:52/40 R:-28/-31	-	-	
1b	> 24 h	70	0,2	3	S:53/42 R:-42/-30	-	-	
1c	> 24 h	50	0,3	4	S:55/47 R:-47/-2	pomalů	-	
1d	> 24 h	95	0,5	4	S:48/42 R:-30/-23	pomalů	-	
1e	> 24 h	10	0,4	4	S:44/40 R:-38/-16	pomalů	-	
1f	> 24 h	50	0,2	4	S:40/44 R:-34/-15	pomalů	-	
1g	> 24 h	95	1,4	5	S:69/51 R:-39/-20	pomalů-rychle	-	
1.2a			2,2				50	
2b			2,0				40	
2c			1,8				> 256	
2d			0,6				-	
2e			4				70	
2f			0,2				100	
2g			0,4				-	

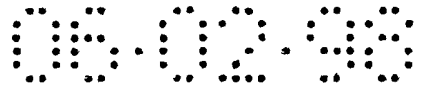


Tabulka 1 - pokračování: Příklad I.

	Metoda testování						
	a	b(%)	c(N/mm ²)	d	e(mJ/mg °C)	f	g(Pas)
2h			3,7				-
2i			0,1				-
2j			0,3				-
2k			0,3				-

Tabulka 2: Příklad II. 1a) - f)

Příklad	Metoda testování					
	d) otěr	a) počát.slepení	c) pevn.tah/střih	b) roztrž.papíru	e) vrchol tavení	e) vrchol rekryst.
II.1a)	3-4	> 24 h	0	0	31mJ/66°	-11mJ/-3°,46°
b)	3-4	> 24 h	0	0		
c)	2	> 24 h	0,2	50	30mJ/58°	
d)	2-3	> 24 h	0,5	90		
e)	3-4	1,5 h	0,77	0		
f)	4	> 24 h	0,34	0		



Tabulka 2 - pokračování: Příklady II. 1g) - t)

Příklad	Metoda testování					
	d) otěr	a) počát.slepení	c) pevn.tah/střih	b) roztrž.papíru	e) vrchol tavení	e) vrchol rekryst.
g)	1	20 min	0	0		
h)	3-4	> 24 h	0	0	27mJ/62°	-17mJ/0°,34°
i)	3	> 24 h	0,33	90	29mJ/53°	-18mJ/26°
j)	4	> 10, > 24 h	0,13	100	26mJ/56°	-21mJ/26°
k)	2-3	> 24 h	0,02	0		
l)	2-3	> 24	0,35	0	29mJ/57°	-10mJ/43°
m)	2-3	> 24 h	0,23	0	33mJ/59°	-7mJ/45°
n)	2	> 24 h	1,30	90	29mJ/59°	-8mJ/44°
o)	6	> 24 h	1,76	0		
p)	3	> 24 h	0,24	95	31mJ/59°	
q)	3	> 24 h	0,23	90	28mJ/53°	-16mJ/42°
r)	3	> 24 h	0,56	95		
s)	2-3	> 24 h	0,12	95		
t)	2-3	> 24 h	0,11	70		

Tabulka 2 - pokračování: Příklady II. 1u) - y)

Příklad	Metoda testování				
	d) otěr	a) počát.slepení	c) pevn.tah/střih	b) roztrž.papíru	e) vrchol tavení vrchol rekryst.
u)	2-3	> 24 h	1,30	95	25mJ/52° -4mJ/38°
v)	2	> 24 h	0,85	95	27mJ/51° -12mJ/32°
w)	2	> 24 h	0,26	95	31mJ/48° -16mJ/29°
x)	3	> 24 h	1,42	90	53mJ/42° -19mJ/-5°
y)	3	> 24 h	0,67	95	38mJ/40° -30mJ/-2,6°

Tabulka 3: Příklady III. 1a) - m)

Příklad	Metoda testování					vrchol tavení (mJ/mg/°C)	vrchol rekryst. (mJ/mg/°C)
	d) otěr	a) počát.slepení	c) pevn.tah/střih (N/mm ²)	b) roztrž.papíru (%)	e) vrchol tavení (mJ/mg/°C)		
III.1a	5	> 1 h	0,35	30	9/45		
b)	4	> 3 h	0,81	60	11/42	-13/44	
c)	5	> 4 h	0,51	40	7/45		
d)	4	> 5 h	0,35	30	19/40		
e)	2	> 24 h	0,45	30	32/40	-17/28	
f)	1	> 24 h	1,13	100	41/56		
g)	2	> 24 h	1,46	100	51/49	-20/33	
h)	3	> 24 h	0,28	30	31/50		
i)	2	> 24 h	1,27	80	37/54		
j)	5	> 24 h	0,52	30	22/47	-10/30	
k)	3	2h	0,96	80	34/51		
l)	4	> 24 h	1,71	100	39/59		
m	2	> 24 h	0,89	30	28/49		

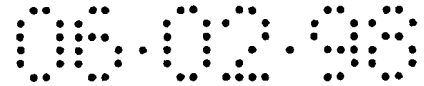
Zastupuje:

9999



PATENTOVÉ NÁROKY

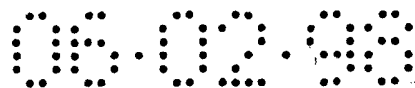
1. Způsob lepení substrátů bezvodým lepidlem popřípadě lepidlem s nízkým obsahem vody, které je částečně krystalické a při pokojové teplotě pevné, vyznačující se tím, že se lepidlo aktivuje vnitřním a/nebo vnějším třením, takto získaným lepidlem v lepkavém stavu se substráty vzájemně spojí a nakonec se spojení vytvrdí ponecháním v klidu po dobu od několika sekund do několika dnů.
5
2. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že pevné lepidlo při smykovém tření s rychlostí 1 až 500 cm/s, s výhodou 2 až 100 cm/s a při tlaku 1,0 kPa až 10 MPa, s výhodou 5,0 kPa až 5,0 MPa a ještě výhodněji 10 kPa až 1 MPa při teplotě 20 °C vytvoří na papíru tloušťku filmu 2 až 200 μm, s výhodou 10 až 100 μm.
10
15
3. Bezvodé lepidlo, popřípadě lepidlo s malým obsahem vody, které je částečně krystalické a při pokojové teplotě pevné, vyznačující se tím, že má a) stupeň krystalizace, stanovený DSC, v rozmezí od - 40 °C až 120 °C, kterému odpovídá entalpie tání 10 až 150 mJ/mg, s výhodou 15 až 80 mJ/mg, zvláště výhodně 20 až 70 mJ/mg, b) alespoň jednu teplotu krystalizace, zjištěnou DSC, při 20 až 110 °C, s výhodou při 30 až 80 °C a c) rychlost krystalizace, zjištěnou pozorováním polarizačním mikroskopem, od několika sekund do několika dnů.
20
25
4. Lepidlo podle nároku 3, vyznačující se tím, že se skládá z 25 až 100 % hmotnostních pojiva a 0 až 75 %
30



5 hmotnostních přísad, přičemž pojivo sestává z a) alespoň jednoho částečně krystalického a b) alespoň jednoho amorfního a/nebo kapalného polyesteru, polyesteramidu nebo polyesterurethanu s molekulovými hmotnostmi od 1000 do 20 000.

5. Lepidlo podle nároku 3 nebo 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e kromě pojiva obsahuje ještě následující přísady:
- 10 a) 0 až 50 % hmotnostních alespoň jedné přísady modifikující krystalický stav,
 - b) 0 až 20 % hmotnostních alespoň jednoho jemnozrnného ve vodě nerozpustného pigmentu nebo plnidla, zvláště ze skupiny: alkalické stearáty, grafit, talek, TiO_2 , bentonit, wollastonit, křída a pyrogenní kyselina křemičitá, jako Aerosil, 15 oxid hořečnatý a skleněná vlákna,
 - c) 0 až 20 % hmotnostních, s výhodou 0 až 10 % alespoň jednoho netěkavého změkčovadla,
 - d) 0 až 5 % hmotnostních alespoň jedné z následujících 20 přídatných látek: antioxidanty, konzervační prostředky, barviva a parfémy,
 - e) 0 až 15, zvláště 0 až 5 % hmotnostních vody a
 - f) 0 až 30 % hmotnostních alespoň jedné látky pro zvýšení lepivosti.

- 25 6. Lepidlo podle nároku 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e se skládá z 25 až 100 % hmotnostních pojiva a 0 až 75 % hmotnostních přísad, přičemž pojivo je na bázi polyurethanu, popřípadě směsi polyurethanů, vyrobitelné z následujících složek:



a) alespoň jednoho alifatického nebo aromatického diizokyanátu, zvláště ze skupiny: MDI, TDI, HDI, IPDI a především TMXDI,

5 b) alespoň jednoho krystalizujícího polyester- nebo polyetherdiolu, zvoleného zvláště ze skupiny:

- polyethylenglykol s molekulovou hmotností (vypočtená střední hodnota) 200 až 40 000,
- polytetrahydrofuran s molekulovou hmotností 200 až 4000,
- 10 - kopolymer ethylenoxidu a propylenoxidu s molekulovou hmotností od 200 do 40 000, přičemž kopolymerem je s výhodou blokový kopolymer typu PEG/PPG/PEG s podílem PEG 10 až 80 % hmotnostních, popřípadě
- polyesterdiol, zvláště polykaprolakton s molekulovou
15 hmotností od 200 do 50 000,

c) popřípadě alespoň jednoho diolu, schopného tvořit ionty, zvláště ionty karboxylátové, a

d) popřípadě alespoň jednoho tří- nebo vícefunkčního polyolu jako glycerin a TMP a

20 e) popřípadě alespoň jednoho hydrofobního diolu, zvláště ze skupiny:

- polypropylenglykol s molekulovou hmotností od 200 do 4000, a
- alkandiol s 1 až 100, zvláště 2 až 50, zvláště výhodně 5
25 až 30 atomy uhlíku,

přičemž poměr izokyanátových skupin k hydroxylovým skupinám se může pohybovat v rozmezí od 0,5 až 1,2, zvláště v rozmezí 0,7 až 1.



7. Lepidlo podle nároku 3 nebo 6, vyznačující se tím, že vedle pojiva obsahuje ještě následující přísady:
- a) 0 až 50 % hmotnostních alespoň jedné přísady modifikující krystalický stav, zvláště ze skupiny PEG, PPG, THF a polyester,
 - b) 0 až 20 % hmotnostních alespoň jednoho jemnozrnného ve vodě rozpustného pigmentu nebo plnidla, zvláště ze skupiny: alkalické stearáty, grafit, talek, TiO_2 , bentonit, wollastonit, křída a pyrogenní kyselina křemičitá, jako Aerosil,
 - c) 0 až 50 % hmotnostních, s výhodou 0 až 30 % a zvláště 0 až 10 % alespoň jednoho netěkavého změkčovadla, zvláště ze skupiny následujících s vodou mísitelných hydrofilních změkčovadel: glycerol, ethylenglykol a diglym, a
 - d) 0 až 5 % hmotnostních alespoň jedné z následujících přídatných látek: antioxidanty, konzervační prostředky, barviva a parfémy,
 - e) 0 až 15, zvláště 0 až 5 % hmotnostních vody.
8. Lepidlo podle alespoň jednoho z nároků 3 až 7, vyznačující se tím, že neobsahuje žádné reaktivní skupiny a obsahuje méně než 10, zvláště méně než 5 % těkavých rozpouštědel.
9. Lepidlo podle alespoň jednoho z nároků 3 až 8, vyznačující se tím, že je v geometrickém tvaru, zvoleném zvláště z tvarů tyčinky s kruhovitým, elipsovitým nebo hranatým průřezem.

10. Způsob výroby lepidla podle alespoň jednoho z nároků 3 až 9,
v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e s e
- vyrobí pojivo bezrozpouštědlovým způsobem, popřípadě
v přítomnosti katalyzátoru,
 - 5 - pojivo se mísí s přísadami až do dosažení viditelně
homogenního stavu a
 - lepidlo se formuje.
11. Způsob lepení substrátů podle alespoň jednoho z nároků 1 až
10, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e s výhodou
alespoň jedním substrátem je papír, lepenka, dřevo nebo textil.
12. Způsob podle nároku 11, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e s e slepený spoj ohřátím nebo účinkem vody opět uvolní.

15

Zastupuje: