

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6322193号
(P6322193)

(45) 発行日 平成30年5月9日(2018.5.9)

(24) 登録日 平成30年4月13日(2018.4.13)

(51) Int.Cl. F I
C O S G 63/672 (2006.01) C O S G 63/672

請求項の数 12 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2015-526904 (P2015-526904)	(73) 特許権者	398056207 クラリアント・ファイナンス・(ビーブイ アイ)・リミテッド
(86) (22) 出願日	平成25年8月14日(2013.8.14)		イギリス領ヴァージン諸島、トートーラ、 ロード・タウン、ウィックハムズ・ケイ、 シトコ ビルディング(番地なし)
(65) 公表番号	特表2015-524866 (P2015-524866A)	(74) 代理人	100069556 弁理士 江崎 光史
(43) 公表日	平成27年8月27日(2015.8.27)		
(86) 国際出願番号	PCT/EP2013/002452	(74) 代理人	100111486 弁理士 鍛冶澤 實
(87) 国際公開番号	W02014/029478		
(87) 国際公開日	平成26年2月27日(2014.2.27)	(74) 代理人	100139527 弁理士 上西 克礼
審査請求日	平成28年8月12日(2016.8.12)		
(31) 優先権主張番号	102012016444.0	(74) 代理人	100164781 弁理士 虎山 一郎
(32) 優先日	平成24年8月18日(2012.8.18)		
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエステル

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(a) テレフタル酸ジメチルエステル、および
 (b) エチレングリコール、および
 (c) 1, 2 - プロピレングリコール、および
 (d) 1000 ~ 2000 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種または2種以上のポリエチレングリコール、および
 (e) 1050 ~ 1350 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコール

を、
 (f) 重縮合することのできる3 ~ 6の官能基を有する1種または2種以上の架橋性化合物の存在下又は非存在下で
 重合させることによって得ることのでき、

前記ポリエステルが、成分(a) ~ (e)を成分(f)の存在下又は非存在下で、それぞれ成分(a) 1モルを基準にして次のモル比：

0.2 ~ 0.8モルの成分(b)、および
 1.0 ~ 2.0モルの成分(c)、および
 0.05 ~ 2.0モルの成分(d)、および
 0.01 ~ 1.0モルの成分(e)

で、0.00001 ~ 1.0モルの成分(f)の存在下又は成分(f)の非存在下で重合

させることによって得ることができるポリエステル。

【請求項 2】

ポリエステルが、1000～2000 g /モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のポリエチレングリコールを使用して重合することにより得ることができる、請求項 1 に記載のポリエステル。

【請求項 3】

1200～1800 g /モルの範囲の重量平均分子量を有するポリエチレングリコールから選択される1種または2種以上の化合物を成分 (d) として重合に使用する、請求項 1 又は 2 に記載のポリエステル。

【請求項 4】

1500 g /モルの重量平均分子量を有する1種のポリエチレングリコールを成分 (d) として重合に使用する、請求項 1～3 のいずれかに記載のポリエステル。

【請求項 5】

1100～1300 g /モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコールを成分 (e) として重合に使用する、請求項 1～4 のいずれかに記載のポリエステル。

【請求項 6】

1250 g /モルの重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコールを成分 (e) として重合に使用する、請求項 5 に記載のポリエステル。

【請求項 7】

ポリエステルが、成分 (f) の存在下で成分 (a)～(e) を重合させることによって得ることができる、請求項 1～6 のいずれかに記載のポリエステル。

【請求項 8】

クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、没食子酸、2, 2 - ジヒドロキシメチルプロピオン酸、ペンタエリトリール、グリセロール、ソルビトール、マンニトール、1, 2, 3 - ヘキサントリオール、ベンゼン - 1, 2, 3 - トリカルボン酸 (ヘミメリト酸)、ベンゼン - 1, 2, 4 - トリカルボン酸 (トリメリト酸) およびベンゼン - 1, 3, 5 - トリカルボン酸 (トリメシン酸) よりなる群から選択される1種または2種以上の化合物を成分 (f) として重合で使用する、請求項 7 に記載のポリエステル。

【請求項 9】

前記ポリエステルが、成分 (a)～(e) を成分 (f) の存在下又は非存在下で、それぞれ成分 (a) 1モルを基準にして次のモル比：

0.3～0.7モルの成分 (b)、および

1.1～1.6モルの成分 (c)、および

0.1～1.0モルの成分 (d)、および

0.05～0.8モルの成分 (e)、

で、0.00001～0.5モルの成分 (f) の存在下又は成分 (f) の非存在下で重合させることによって得ることができる、請求項 8 に記載のポリエステル。

【請求項 10】

前記ポリエステルが、成分 (a)～(e) を成分 (f) の存在下又は非存在下で、それぞれ成分 (a) 1モルを基準にして次のモル比：

0.4～0.6モルの成分 (b)、および

1.2～1.5モルの成分 (c)、および

0.2～0.8モルの成分 (d)、および

0.1～0.5モルの成分 (e)、

で、0.0001～0.01モルの成分 (f) の存在下又は成分 (f) の非存在下で重合させることによって得ることができる、請求項 9 に記載のポリエステル。

【請求項 11】

前記ポリエステルが、700～50000 g /モルの範囲の重量平均分子量を有する、請求項 1～10 のいずれかに記載のポリエステル。

10

20

30

40

50

【請求項 1 2】

前記ポリエステルが 1 0 0 0 ~ 1 5 0 0 0 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する、請求項 1 1 に記載のポリエステル。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、テレフタル酸ジメチル、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリエチレングリコールモノメチルエーテル（又はメチルポリエチレングリコール）から誘導される単位および任意の架橋構造単位を含むポリエステルに関するものである。

10

【0 0 0 2】

本発明のポリエステルは、疎水性表面を修飾するために、特に、表面張力を上げて、修飾された表面の疎水性物質への親和力を下げて、疎水性表面の沈殿物による崩壊効果を減じるために、非常に有用である。これにより、例えば、紙および板のリサイクルプロセスにおいても利用することができる。本発明のポリエステルは、疎水性表面への高いレベルの親和性を有し、より疎水性である疎水性表面を有し、それによりその湿潤性が改善される。

【0 0 0 3】

また、本発明のポリエステルは、毒物学および生態毒性学的に極めて適合性がある。

【背景技術】

20

【0 0 0 4】

例えば、接着剤が混入した紙材料の粘着性の減少の関連で、テレフタル酸などの芳香族ジカルボン酸とアルキレングリコールなどのジオールとから形成されるポリエステルは長い間よく知られている。

【0 0 0 5】

US 5 4 1 5 7 3 9 には、紙製品に、様々なモノマーの蒸留物質から形成される水溶性ターポリマーを添加する、接着剤が混入した紙製品の接着性を減少させる方法が開示されている。当該モノマーは、ポリエチレングリコール、フタル酸エステルまたはフタル酸由来のフタル酸エステル部分、および単純グリコールから選択されることができる。フタル酸エステル部分は、例えば、テレフタル酸またはジメチルテレフタレート由来であることができる。特に、三酸化アンチモンがターポリマーの製造のための触媒として挙げられている。

30

【0 0 0 6】

このタイプのポリエステルは、防汚重合体（SRP）としてのその使用のための洗剤および洗浄用組成物における構成物としても、また、開示されている。

【0 0 0 7】

DE 1 0 2 0 0 8 0 2 3 8 0 3 には、芳香族ジカルボン酸および/又はその C₁ ~ C₄ アルキルエステルとエチレングリコール、任意に 1, 2 - プロピレングリコール、任意に 2 0 0 ~ 8 0 0 0 g / モルの平均モル質量を有するポリエチレングリコール、任意にポリアルキレングリコールエーテルについて 2 0 0 ~ 5 0 0 0 の平均分子量および任意に多官能性化合物を有する C₁ ~ C₄ アルキルポリアルキレングリコールエーテルとを縮重合させて得られる洗濯洗剤および洗浄用組成物用の添加剤が記載され、例えば、その固体硬度および加水分解安定性が称賛されている。明示的に開示されたポリエステルは、例えば、ポリエチレングリコール 6 0 0 0 およびメチルポリエチレングリコール 7 5 0 とメチルポリエチレングリコール 2 0 0 0 との混合物を使用して製造される。

40

【0 0 0 8】

DE 1 9 8 2 6 3 5 6 には、ジカルボン酸又はそのエステル、エチレングリコールおよび/又はプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、アルキレンオキシドの C₁ ~ C_{2 4} アルコールへの水溶性付加生成物および 3 ~ 6 個ヒドロキシル基を有する 1 種または 2 種以上のポリオールを重縮合して得られ、かつ、例えば洗濯用洗剤における防汚重合

50

体として使用されるオリゴエステルが記載されている。明示的に開示されたポリエステルは、例えば、テレフタル酸ジメチル、エチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、ポリエチレングリコール1500、メチルポリエチレングリコール750とメチルポリエチレングリコール1820との混合物およびペンタエリトリトールから得られる。

【0009】

しかしながら、紙のリサイクルプロセスで使用される開示されたポリエステルの結果は、しばしば十分ではなかった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】米国特許第5415739号

【特許文献2】独国特許出願公開第102008023803号明細書

【特許文献3】独国特許出願公開第19826356号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明の目的は、疎水性表面、特に、その表面張力を強化のための、および、紙のリサイクルプロセスにおける望ましくない接着剤残留物の沈殿物を効果的に消失させるか、または著しく減少させるための新規の物質を提供することである。

【0012】

ここで、驚くべきことに、

(a) テレフタル酸ジメチルエステル、および

(b) エチレングリコール、および

(c) 1,2-プロピレングリコール、および

(d) 1000 ~ 2000 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種または2種以上のポリエチレングリコール、好ましくは1種のポリエチレングリコール、および

(e) 1050 ~ 1350 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコール

を、

(f) 重縮合することのできる3 ~ 6個の官能基、特に酸、アルコール又はエステル官能基を有する1種または2種以上の架橋性化合物の存在下又は非存在下で

重縮合することによって得ることのできるポリエステルにより、当該問題を解決することができることを見出した。

【0013】

したがって、本発明は、

(a) テレフタル酸ジメチルエステル、および

(b) エチレングリコール、および

(c) 1,2-プロピレングリコール、および

(d) 1000 ~ 2000 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種または2種以上のポリエチレングリコール、好ましくは1種のポリエチレングリコール、および

(e) 1050 ~ 1350 g / モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコール

を、

(f) 重縮合することのできる3 ~ 6の官能基、特に酸、アルコール又はエステル官能基を有する1種または2種以上の架橋性化合物の存在下又は非存在下で

重合させることによって得ることのできるポリエステルを提供する。

【0014】

本発明のポリエステルは、好ましくはチタンテトライソプロポキシド / 酢酸ナトリウム、酸化ジブチルスズ又はアルカリ金属若しくはアルカリ土類金属アルコキシドなどの従来技術のエステル交換反応触媒および縮合触媒の存在下において、成分(f)の存在下又は

10

20

30

40

50

非存在下で成分(a)~(e)のエステル交換および縮合を行うことによって得ることができる。本発明のポリエステルは、発癌性物質として分類される Sb_2O_3 を触媒として使用することなく得られる点で有利である。

【0015】

本発明のポリエステルは、毒物学および生態毒性学的に望ましくない、1000g/モル未満の重量平均分子量を有するポリエチレングリコールおよびメチルポリエチレングリコールから選択される残留単量体を含有しないことが注目に値する。

【0016】

1050~1350g/モルの範囲の重量平均分子量を有する単一のメチルポリエチレングリコールを、2種以上のメチルポリエチレングリコールの混合物としてではなく、単量体として使用することが本発明の本質的な特徴である。これにより、より狭い分子量分布および改善された品質のポリエステルが得られる。

10

【0017】

成分(d)として使用するのに好ましいのは、1200~1800g/モルの範囲の重量平均分子量を有するポリエチレングリコールから選択される1種または2種以上の化合物である。

【0018】

成分(d)として1500g/モルの重量平均分子量を有する1種のポリエチレングリコールを使用することが特に好ましい。

【0019】

成分(e)は、1100~1300g/モルの範囲の重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコールであることが好ましい。

20

【0020】

成分(e)は、1250g/モルの重量平均分子量を有する1種のメチルポリエチレングリコールであることが特に好ましい。

【0021】

本発明の好ましい一実施形態では、本発明のポリエステルは、成分(f)の存在下で成分(a)~(e)を重合させることによって得ることができる。

【0022】

成分(f)として使用するのに好ましいのは、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸、没食子酸、2,2-ジヒドロキシメチルプロピオン酸、ペンタエリトリール、グリセロール、ソルビトール、マンニトール、1,2,3-ヘキサントリオール、ベンゼン-1,2,3-トリカルボン酸(ヘミメリト酸)、ベンゼン-1,2,4-トリカルボン酸(トリメリト酸)およびベンゼン-1,3,5-トリカルボン酸(トリメシン酸)よりなる群から選択される化合物である。

30

【0023】

成分(f)としての使用のために、ペンタエリトリールおよびグリセロールからなる群から選択される化合物が特に好ましい。

【0024】

成分(f)としての使用のためにペンタエリトリールが極めて好ましい。

40

【0025】

本発明のさらに好ましい一実施態様では、本発明のポリエステルは、成分(f)の非存在下で成分(a)~(e)を重合させることによって得ることができる。

【0026】

好ましいのは、成分(a)~(e)を成分(f)の存在下又は非存在下で、それぞれ成分(a)1モルを基準にして次のモル比：

0.2~0.8モル、好ましくは0.3~0.7モル、より好ましくは0.4~0.6モル、最も好ましくは0.5~0.6モルの成分(b)、および
1.0~2.0モル、好ましくは1.1~1.6モル、より好ましくは1.2~1.5モル、最も好ましくは1.3~1.4モルの成分(c)、および

50

0.05 ~ 2.0モル、好ましくは0.1 ~ 1.0モル、より好ましくは0.2 ~ 0.8モル、最も好ましくは0.25 ~ 0.5モルの成分(d)、および
 0.01 ~ 1.0モル、好ましくは0.05 ~ 0.8モル、より好ましくは0.1 ~ 0.5モル、最も好ましくは0.11 ~ 0.3モルの成分(e)、
 で、0.00001 ~ 1.0モル、好ましくは0.00001 ~ 0.5モル、より好ましくは0.0001 ~ 0.01モル、最も好ましくは0.0002 ~ 0.01モルの成分(f)の存在下又は成分(f)の非存在下で重合させることによって得ることのできる本発明のポリエステルである。

【0027】

本発明のポリエステルは、好ましくは700 ~ 50000g /モルの範囲、より好ましくは800 ~ 25000g /モルの範囲、さらに好ましくは1000 ~ 15000g /モルの範囲、さらに好ましくは1200 ~ 12000g /モルの範囲の重量平均分子量を有する。重量平均分子量は、基準として狭い分布のポリアクリル酸ナトリウムによる較正を使用した水溶液でのサイズ排除クロマトグラフィーによって決定される。

10

【0028】

本発明のポリエステルは、好ましくは、成分(f)の存在下又は非存在下で(a) ~ (e)成分を重合させることにより得られる。

【0029】

本発明のポリエステルは、好ましくは、非イオン性ポリエステルである。

【0030】

本発明の特に好ましい一実施形態では、本発明のポリエステルは、成分(f)の存在下又は非存在下で成分(a) ~ (e)を重合させることによって得ることができ、ここで、重合に使用される成分(d)の量は、< 80.0質量%、好ましくは< 70.0質量%、より好ましくは< 50.0質量%であり、これらは全て重合に使用する成分(a) ~ (e)又は(a) ~ (f)の総質量に基づく。

20

【0031】

本発明のさらに特に好ましい実施形態では、本発明のポリエステルは、成分(f)の存在下又は非存在下で成分(a) ~ (e)を重合させることによって得られ、ここで、本発明のポリエステルにおける成分(d)から誘導される構造単位の量は< 80.0質量%、好ましくは< 70.0質量%、より好ましくは< 50.0質量%であり、これらは全て本発明のポリエステルの総質量に基づく。

30

【0032】

本発明の別の特に好ましい実施形態では、本発明のポリエステルは、成分(f)の存在下又は非存在下で成分(a) ~ (e)を重合させることによって得ることができ、ここで、重合に使用される成分(d)および(e)の量は、合わせて< 80.0質量%、好ましくは< 70.0質量%であり、両方とも、重合に用いられる成分(a) ~ (e)又は(a) ~ (f)の総質量に基づく。

【0033】

本発明の別の特に好ましい実施形態では、本発明のポリエステルは、成分(f)の存在下又は非存在下で成分(a) ~ (e)を重合させることによって得ることができ、ここで、本発明のポリエステルにおける成分(d)および(e)から共に誘導される構造単位の量は、< 80.0質量%、好ましくは< 70.0質量%であり、両方とも本発明のポリエステルの総質量に基づく。

40

【0034】

上記のように、本発明のポリエステルは、疎水性表面を修飾するために、特に、その表面張力を強化のために非常に有用であり、したがって、疎水性表面上の沈殿物による破壊効果を減少させるのに非常に有用であり、例えば、紙および板のためのリサイクルプロセスにおいて特に有利に利用できる

【0035】

したがって、本発明のさらなる対象としては、好ましくは、紙および板のためのリサイ

50

クルプロセスにおいて、疎水性表面を修飾するための一つまたは二つ以上の本発明のポリエステルを使用である。

【0036】

本発明のポリエステルは、さらに、特に紙のリサイクルプロセスにおいて、好ましくない接着剤残留物の沈殿物を減少させるのに非常に有用である。

【0037】

したがって、本発明のさらなる対象としては、特に紙のリサイクルプロセスにおいて、好ましくない接着剤残留物の沈殿物を減少させるための一つまたは二つ以上の本発明のポリエステルを使用である。

【0038】

1種または2種以上の本発明のポリエステルは、好ましくは水性分散液の形態で使用され、例えば紙および板のためのリサイクルプロセスにおいて水性分散液として取り入れられる。水性分散液の使用には、ポリエステルをそのまま使用するよりも容易に計量できかつ取り扱いが改善されるという利点がある。

【0039】

したがって、本発明のさらなる対象としては、1種または2種以上の本発明のポリエステルを含む水性分散液である。

【0040】

水性分散液は、1種または2種以上の本発明のポリエステルを、全て最終水性分散液の総質量に基づいて好ましくは5.0~50.0質量%、より好ましくは10.0~30.0質量%、さらに好ましくは15.0~25.0質量%の量で含む。本発明の特に好ましい実施形態では、水性分散液は、1種または2種以上の本発明のポリエステルと水とからなる。

【0041】

本発明のポリエステルは、水中での有利な分散性および溶解性が注目すべき点である。本発明のポリエステルをと水とからなる水性分散液は、有利な貯蔵安定性を有し、かつ、沈降を示さないか、(たとえあったとしても)わずかししか示さない。

【0042】

次の実施例をさらに明確にするために与えるが、本発明を限定するものではない。特に明記しない限り、全てのパーセンテージは質量を基準とする(質量%)。

【実施例】

【0043】

例1：ポリエステル1の製造

例1：ポリエステル1

まず、KPG攪拌器と、内部温度計と、Vigreuxカラムと、蒸留ブリッジと、N₂供給(5L/時)と、Anschuetz-Thieleアダプターとを備えた1Lの4つ口フラスコに、164.4g(0.85モル)のテレフタル酸ジメチルエステル、87.9g(1.155モル)の1,2-プロパンジオール、29.5g(0.475モル)のエチレングリコール、1.14g(0.008モル)のペンタエリトリールおよび0.75g(0.0009モル)の酢酸ナトリウムに装入し、その後、この反応混合物をN₂ブランケット(5L/時)下で50~100rpmの攪拌速度で攪拌しながら60の内部温度まで加熱した。N₂ラインを閉じ、その後0.2g(0.0007モル)のチタンテトライソプロポキシドを添加した。その後、攪拌速度を300rpmに増加させ、そしてバッチを2時間かけて150の内部温度にまで、そしてさらに2時間かけて200の内部温度にまで加熱した。N₂ラインを170の内部温度で再度開いた。この反応混合物を2時間にわたって200で加熱し、そして形成したメタノールを留去し、氷冷した容器中で濃縮させた。その後、この反応混合物を室温まで冷却し、328.7g(0.219モル)のポリエチレングリコール1500および137.8g(0.11モル)のポリエチレングリコールモノメチルエーテル1250を添加した。この混合物を、N₂ブランケット(5L/時)下において300rpmの攪拌速度で攪拌しながら215

10

20

30

40

50

の内部温度まで加熱し、 N_2 ラインを閉鎖し、そして圧力を2時間かけて150 mbarまで低下させ、そしてさらに2時間かけて10 mbarまで低下させると共に、グリコールを留去した。2時間にわたる215 および10 mbarでの補助的な凝縮後に、溶融物を140～150 に冷却した。その後、この系を N_2 でベントし、そしてホットメルトを排出させた。固化したベージュ色の重合体溶融物を得た。

【0044】

比較例のポリエステル1の製造：

まず、KPG攪拌器と、内部温度計と、Vigreuxカラムと、蒸留ブリッジと、 N_2 供給(5 L/時)と、Anschuetz-Thieleアダプターとを備えた1 Lの4つ口フラスコに以下の出発材料を装入した：41.53 g (0.25 mol)のテレフタル酸ジメチルエステル、27.13 g (0.437 mol)のエチレングリコール、362.5 g (0.29 mol)のメチルポリエチレングリコール1250、0.5 gの無水酢酸ナトリウム(NaOAc)および0.13 gのチタンテトライソプロポキシド($Ti(iPr)_4$)。

10

【0045】

この反応混合物を約160 に加熱し(約15～20分)、そして形成したメタノールを留去した。蒸留の間に、(約180 の内部温度から N_2 供給(5 L/時)をとおして)その温度を3時間の間に210 までに徐々に上げた。頭部温度が55 未満(少なくとも4時間/210 それに続く攪拌)になるまでメタノールを留去した。続いて1時間のうちに195 まで冷却し、10 mbarまで減圧し、そしてグリコールを留去した(頭部温度約150 まで)。それに続いて、補助濃縮を10 mbar/195 で4時間行った(最終的に頭部温度は75～80 未満であった)。5 mbarに5分間減圧し、その後、装置を N_2 下におき(フラスコの下のお浴、 T_i 185 - 195)、熱融解物を金属トレイに排出させた。

20

【0046】

表面張力の測定：

【0047】

【表1】

表1：未処理のポリエステル繊維X(ポリエステル繊維Xは、本発明のポリエステル製ではない)、および、本発明のポリエステル1の0.04質量%水性分散液により処理したポリエステル繊維X、および比較例ポリエステル1の0.04質量%水性分散液により処理したポリエステル繊維Xの表面張力

30

ポリエステル繊維X	表面張力 [mN/m]
未処理	45.5
本発明のポリエステル1	61.2
較例ポリエステル1	53.3

【0048】

装置：SITA Pro Line T15 気泡圧力張力計

設定：オートモード

気泡寿命：15 ms～15 s

測定：15 sで

40

サンプル溶液：蒸留水に0.04質量%の本発明のポリエステル1または比較例ポリエステル1を溶解させた溶液

温度：20

【0049】

沈殿物の測定：

【0050】

【表 2】

表 2： a) 未修飾の表面を有するポリエステル網、 b) 本発明のポリエステル 1 に修飾されたポリエステル網、 c) 比較例ポリエステル 1 に修飾されたポリエステル網上に接着剤材料を含む紙料の沈殿物

サンプル	ポリエステル 濃度 [質量%]	沈殿前の ポリエステル網 [g]	15分の接触後の ポリエステル網 [g]	質量増加 [mg]	沈殿の減少 [%]
a (対照)	0	308.7	315.9	7.2	0
b (本発明のポリエステル 1)	0.1	311.0	311.7	0.7	90.3
c (比較例ポリエステル 1)	0.1	305.6	310.2	4.6	36.1

【0051】

使用したポリエステル網は、本発明のポリエステル製ではない。

【0052】

75gの紙、並びに、80質量%のポリ(2-エチルヘキシルアクリレート-アクリル酸)コポリマーおよび20質量%のスチレンブタジエンコポリマーから成る25gの感圧性接着剤から構成される接着ラベルを、漂白されたカバ材から得られた10gのプルプシートに適用した。このシートに750mlの水道水を添加し、混合器中で高スピードで50で2分間攪拌し、均一な紙料を形成した。得られた混合物を水道水で1000mlの全体量となるように調整し、200mlのサンプルに分割した。

【0053】

本発明のポリエステル 1 および比較例ポリエステル 1 を、各々、100mlの水道水により0.1質量%の溶液を作成した。30×50mmとしたPrimobond SFブランド(Heimbach)の3つのポリエステル網を、近接小数点まで検量した。各々のポリエステル網を、水道水、または0.1質量%の本発明のポリエステル 1、または0.1質量%の比較例ポリエステル 1 に10秒間、室温で浸し、その後、水道水、または0.1質量%溶液を除去し、空の400mlのガラスビーカーに置いた。この400mlのガラスビーカーの各々に200mlの紙料を挿入した。未処理(水道水、対照試料)または各々(本発明のポリエステル 1 または比較例ポリエステル 1 により)上記のように処理された各々のポリエステル網を、200mlのサンプル a)、b) または c) 中におき、サンプルを15分間、200回転/分で攪拌した。当該ポリエステル網を、サンプルから取り出し、冷水で洗浄し、乾燥させ、秤量した。

【0054】

その結果によれば、未処理のポリエステル網(0%の改善)と比較して、または比較例ポリエステル 1 (30.6%の改善)の使用した場合と比較して、本発明のポリエステル 1 を使用することにより、ポリエステル網に接着する接着材の量を明確に少なくすることができる(90.3%の改善)。

10

20

30

フロントページの続き

- (72)発明者 フィッシャー・ディルク
ドイツ連邦共和国、5 5 2 7 0 クライン・ヴィンテルンハイム、アム・ローゼンガルテン、3
- (72)発明者 モルシュホイザー・ローマン
ドイツ連邦共和国、5 5 1 2 2 マインツ、アン・デア・フィンネンジードルング、8
- (72)発明者 ナウマン・ペーター
ドイツ連邦共和国、6 5 2 3 2 タウヌスシュタイン、アイヒェンドルフストラッセ、7
- (72)発明者 レオネ・カムラー・アントネツラ
スイス連邦、4 1 4 2 ミュンヒェンシュタイン、カスパー・プファイファーストラッセ、2 1
- (72)発明者 カウマン・ジョン・ステュアート
イギリス国、ビーディー9・5 ビーダブリュー ブラッドフォード、ヒートン、シェイ・クレセント、1 2
- (72)発明者 コーラー・アヒム
ドイツ連邦共和国、7 5 0 8 1 ハイルブロン、ヴァーゲンブルクストラッセ、8

審査官 水野 明梨

- (56)参考文献 特開2000-026492(JP,A)
特表2011-521025(JP,A)
特表2002-504948(JP,A)
特表2015-532664(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 63/00-64/42