

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2018-501397

(P2018-501397A)

(43) 公表日 平成30年1月18日(2018.1.18)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09J 133/04 (2006.01)	C09J 133/04	4J004
C09J 11/06 (2006.01)	C09J 11/06	4J040
C09J 11/08 (2006.01)	C09J 11/08	
C09J 7/20 (2018.01)	C09J 7/02	Z

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 42 頁)

(21) 出願番号	特願2017-552004 (P2017-552004)	(71) 出願人	505005049
(86) (22) 出願日	平成27年12月14日 (2015.12.14)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(85) 翻訳文提出日	平成29年6月21日 (2017.6.21)		ズ カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/US2015/065632		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(87) 国際公開番号	W02016/106003		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開日	平成28年6月30日 (2016.6.30)		フィス ボックス 33427, スリーエ
(31) 優先権主張番号	62/095,397		ム センター
(32) 優先日	平成26年12月22日 (2014.12.22)	(74) 代理人	100099759
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100128495
			弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低酸含有量を有する粘着付与アクリレート感圧性接着剤

(57) 【要約】

炭化水素粘着付与剤を含有する架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、3%以下の含有量を有することができ、架橋して感圧性接着剤を提供することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- a) アクリレートベースポリマーと、
- b) アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 0.1 重量部超の量の共重合した (II) 型光架橋剤と、
- c) 共重合した水素供与性モノマーと、
- d) アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 40 重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、

a)、b) 及び c) の総酸含有量はゼロであるか、又は a)、b) 及び c) の総酸含有量はゼロ超かつ 3% 以下であるかのいずれかである、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体。

10

【請求項 2】

共重合した (II) 型光架橋剤が、前記アクリレートベースポリマーとは異なる、架橋性ポリマー中のモノマーである、請求項 1 に記載の前駆体。

【請求項 3】

前記共重合した水素供与性モノマーが、前記アクリレートベースポリマーとは異なる、架橋性ポリマー中のモノマーである、請求項 1 又は 2 に記載の前駆体。

【請求項 4】

炭化水素粘着付与性樹脂の量が、アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 80 重量部超である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の前駆体。

20

【請求項 5】

前記共重合した (II) 型光架橋剤の量が、前記アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 0.18 ~ 0.7 重量部である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の前駆体。

【請求項 6】

前記共重合した水素供与性モノマーの量が、前記アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 0.1 ~ 3 重量部である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の前駆体。

【請求項 7】

前記共重合した (II) 型光架橋剤が、モノエチレン性不飽和芳香族ケトンからなる群から選択され、好ましくは、パラ - アクリロキシベンゾフェノン (ABP)、パラ - アクリロキシエトキシベンゾフェノン (AEBP)、パラ - N - (メチルアクリロキシエチル) - カルバモイルエトキシベンゾフェノン、4 - アクリロイルオキシジエトキシ - 4 - クロロベンゾフェノン、パラ - アクリロキシアセトフェノン、オルト - アクリルアミドアセトフェノン、アクリレート化アントラキノン、及びそれらの任意の組合せからなる群から選択される、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の前駆体。

30

【請求項 8】

前記共重合した水素供与性モノマーが、(メタ)アクリルアミド、少なくとも 1 個の窒素官能基を含有する(メタ)アクリレートモノマー、少なくとも 1 個の窒素官能基を含有するウレタン(メタ)アクリレートモノマー、少なくとも 1 つの窒素官能基を含有するビニル系モノマー、及びそれらの組合せからなる群から選択される、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の前駆体。

40

【請求項 9】

前記共重合した水素供与性モノマーが、N, N - ジメチル(メタ)アクリルアミド、N, N - ジエチル(メタ)アクリルアミド、N - ビニルカプロラクタム、N - ビニルピロリドン、N - イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N, N - ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、2 - [[(ブチルアミノ)カルボニル]オキシ]エチル(メタ)アクリレート、N, N - ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、N, N - ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、N, N - ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N, N - ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N, N - ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N, N - ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド

50

、N，N - ジエチルアミノエチル（メタ）アクリルアミド、（メタ）アクリロイルモルホリン、ビニルアセトアミド、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択され、好ましくはまた、本発明における使用のための共重合した水素供与性モノマーが、N，N - ジメチルアクリルアミド、N，N - ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、N，N - ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ビニルアセトアミド、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の前駆体。

【請求項 1 0】

請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の前駆体の架橋形態を含む接着剤。

【請求項 1 1】

請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の前駆体又は請求項 1 1 に記載の接着剤を含む物品。

【請求項 1 2】

1 つ以上の被着体を更に含む、請求項 1 1 に記載の物品。

【請求項 1 3】

テープである、請求項 1 1 又は 1 2 に記載の物品。

【請求項 1 4】

ラベルである、請求項 1 1 又は 1 2 に記載の物品。

【請求項 1 5】

剥離ライナーを更に含む、請求項 1 1 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本開示は、一般に接着剤の分野、より詳細には、相対的に高いレベルの粘着付与剤を含有する光架橋感圧性接着剤の分野に関する。本開示は、高度に粘着付与された光架橋感圧性接着剤を調製する方法も対象とする。

【背景技術】

【0 0 0 2】

接着剤は、様々なマーキング、保持、保護、封止及びマスキングの目的のために使用されてきた。接着剤テープは、バックング又は基材及び接着剤を一般に含む。接着剤の 1 つの型である感圧性接着剤は、多くの用途に特に好ましい。感圧性接着剤（Pressure sensitive adhesive、PSA）は、（1）強烈で恒久的な粘着、（2）指圧以下での接着、（3）被着体上へ保持するための十分な能力、及び（4）十分な密着強度を含めて、室温である特定の特性を有することが当業者に周知である。

【0 0 0 3】

感圧性接着剤としてよく機能することが見出された材料は、粘着、ピール接着力、及び剪断強度の所望のバランスをもたらす必須の粘弾特性を呈するように設計及び配合されているポリマーである。感圧性接着剤の調製のための最も一般に使用されるポリマーは、天然ゴム、合成ゴム（例えば、スチレン/ブタジエンコポリマー（styrene / butadiene copolymers、SBR）及びスチレン/イソプレン/スチレン（styrene / isoprene / styrene、SI S）ブロックコポリマー）、様々な（メタ）アクリレート（例えば、アクリレート及びメタクリレート）コポリマー及びシリコンである。

【0 0 0 4】

全ての型の表面に張り付く汎用テープ、及び殊に、低い表面エネルギー基材に非常によく張り付く感圧性接着剤は、高い量の粘着付与性樹脂の添加を典型的には必須とする。溶液ポリマーから調製される P S A は、架橋剤の適切な添加又はポリマー分子量の増加を用いて、低分子量粘着付与性樹脂の存在による密着強度の低減を補うことができる。とはいえホットメルト加工可能な配合物において、ポリマーは、押出機温度で十分に流れることができなければならない、そのため、最大分子量は制限される。更に、分子量の増加及び化学ネットワークの創出を介して、より高い密着強度を創出するための熱架橋剤との組合せ

10

20

30

40

50

は、ホットメルト加工中のその潜在的な影響により、常に実用的であるとは限らない。

【0005】

ポリマーの架橋は、それらの未架橋の直鎖又は分岐鎖の対応物と比較して、全く異なる機械的及び物理的特性を有するポリマーネットワークを生成することが知られている。例えば、ポリマーネットワークは、耐溶媒性、高い密着強度及びエラストマー特質のような独特の及び非常に望ましい特性を示すことができる。

【0006】

架橋ポリマーは、所望のポリマー生成物の形成中にその場で作製することができる。効果的な架橋機序及び良好な密着強度特性を達成するための技法を記載する多くの特許が知られている。そのため、溶媒及び架橋材料のバルク加工に関連する問題は、化学放射線加工の使用を介して回避することができる。米国特許第4,379,201号(Heilmannら)は、(メタ)アクリレートコポリマーの光硬化において使用されるポリアクリル系官能性架橋剤のクラスの例を開示している。

10

【0007】

米国特許第4,391,687号(Vesley)及び同4,330,590号(Vesley)は、アクリル系モノマー及び任意選択によりモノエチレン性不飽和モノマーと混合されるとともにUV放射に曝露される場合に架橋ポリアクリレート形成する速硬化性トリアジン光架橋剤のクラスを記載している。(メタ)アクリレート及びトリアジンの両方によって、これらの共重合において形成された架橋は、当初の光重合に続くホットメルトコーティング、反応性押し出し又は溶液コーティングのプロセスなどの任意の更なる加工を妨げる。しかしながら、ポリマー生成物の更なる加工が必要であることが多いので、最終加工ステップにおいて架橋材料に硬化される直鎖又は分岐鎖のポリマーから出発するのが、より典型的である。硬化又は架橋ステップは、水分、熱エネルギー又は化学放射線によって典型的には活性化される。後者は、特に放射線供給源として紫外光の使用において、広く行き渡った用途を見出している。

20

【0008】

過去において、様々な異なる材料、例えば多官能性アクリレート、アセトフェノン、ベンゾフェノン及びトリアジンが、化学放射線を使用する架橋薬剤として使用されてきた。前述の架橋薬剤は、しかしながら、高い揮発性、ある特定のポリマー系との非相容性、腐食性又は毒性副生成物の生成、望ましくない色の生成、架橋反応を開始するための別々の光活性化化合物及び酸素に対する高い感受性の必要性、のうちの1つ以上を含むある特定の欠点を有することがある。

30

【0009】

上に記載されている化学放射線加工に加えて、アクリレートPSAは、溶媒及びホットメルトコーティング技術によって基材に適用することができる。溶媒コーティング技術は広く使用されているが、ホットメルトコーティング技術は、一部の環境的及び経済的利点を提供する可能性がある。しかしながら、ポリマーコーティング及び架橋が同時に実施される溶媒コーティング技術とは異なり、ホットメルトコーティングは、コーティング及び架橋が順次に実施されることを必須とする。これは、競合する考慮：ポリマーは、それが滑らかにホットメルトコーティングされるのであれば、高度に架橋されるべきではないが、ポリマーがPSAである場合、ポリマーは架橋されることで、例えば高剪断などのある特定の望ましい性能特性を達成する必要があることによるものである。そのため、ホットメルトコーティングは、コーティングポリマーの架橋より前に実施される。

40

【0010】

ホットメルトコーティング技術は、高い量の熱エネルギー及び剪断を伴うので、後続の架橋手順は非熱エネルギー供給源を通常伴う。電子ビーム(e-beam)及び紫外(Ultraviolet, UV)エネルギー供給源が従来使用されてきたが、電子ビーム技法は、エネルギー集中的すぎることが多いので実用的でない。したがって、多くの関心は、ポリマーのUV放射線架橋に焦点が置かれてきた。

【0011】

50

コーティングポリマーのUV放射線架橋は、例えばベンゾフェノン又はアントラキノンなどの水素引き抜き剤がコーティングプロセスより前又は最中にコーティング混合物にブレンドされるとともに混合物が次いで適切なUV放射線に曝露される水素引き抜き技法に、ほとんど専ら頼ってきた。ある特定の多官能性ベンゾフェノンが、様々な光重合系における光架橋薬剤及び/又は光増感剤として検討されてきた。

【0012】

その上、粘着付与性樹脂がPSA配合物中に、殊に相対的に高い量で存在する場合、架橋ステップ中の曝露UV光の大部分は粘着付与性樹脂/光架橋剤系によって吸収され、その結果、架橋効率が低減し、PSAの密着強度が不十分となることがある。粘着付与PSA配合物を架橋するために放射線架橋が使用される場合、粘着付与性樹脂は、例えば所望されない連鎖移動又は連鎖停止反応などのいくつかの他の有害作用をもたらすことがある。高いレベルの粘着付与剤の使用が望ましいことがあり、なぜならば、それが感圧性接着剤の粘着性を増加させて、広い範囲の基材に強烈に接着させることができるからである。粘着付与性樹脂、殊に高いレベルの粘着付与性樹脂の添加は、感圧性接着剤の剪断及び密着強度に有害に作用することがあり、接着剤のTgを上昇させることさえある。高いレベルの粘着付与性樹脂の使用は、ホットメルト加工可能な感圧性接着剤に対して特に有害であり得る。

10

【0013】

米国特許第4,737,559号(Kellenら)は、アクリレートモノマー、及びオルト-芳香族ヒドロキシル基を含まない共重合性モノエチレン性不飽和芳香族ケトンモノマーのコポリマーであるPSAを開示している。国際公開第-(A1)-97/40090号(Starkら)は、a)引き抜き可能な水素原子、及び活性化されると水素原子を引き抜ける放射線活性化可能な架橋基を有する放射線架橋可能なポリマー、並びにb)活性化されると水素原子を引き抜ける非重合性の放射線活性化可能な架橋薬剤を含む放射線架橋可能な組成物を記載している。国際公開第-(A1)-96/35725号(ANG)は、高い密着強度及び高温剪断抵抗性を有すると主張されている色素化されたUV架橋のアクリル酸ベースの感圧性接着剤を開示している国際公開第-(A1)-96/35725号に開示されている接着剤は、色素及び水素引き抜き性光開始剤と化合されたアクリルコポリマーを含み、ここでアクリルコポリマーは、アクリル酸アルキル及び第3級アミン含有モノマーを共重合することによって得られる。国際公開第-(A1)-2012/044529号(Satrijoら)は、a)ホットメルト加工可能なエラストマー性(メタ)アクリレートランダムコポリマー、b)エラストマー性(メタ)アクリレートランダムコポリマー100重量部当たり50重量部超を含む少なくとも1種の粘着付与性樹脂、及びc)熱可塑性材料を含むホットメルト加工可能なPSAを記載している。

20

30

【0014】

高いレベルの炭化水素粘着付与性樹脂の使用は望ましいことがあり、なぜならば、それが感圧性接着剤の接着を増加させて、それを広い範囲の基材、殊に低い表面エネルギーを有する基材、例えばポリエチレン及びポリプロピレンに強烈に接着させることができるからである。しかしながら、炭化水素粘着付与性樹脂は、こうした高い粘着を得ることが必要なレベルで使用される場合に殊に、感圧性接着剤の剪断及び密着強度に有害に作用することが前から知られており、接着剤のTgを上昇させることがある。高いレベルの炭化水素粘着付与性樹脂の使用は、ホットメルト加工可能な感圧性接着剤に対して特に有害であり得る。

40

【0015】

このように、前に記述されている欠陥を克服するとともに、昇温での高い密着強度及び高温剪断抵抗性を特に提供する一方で様々な型の基材への優れた接着を確実にする高度に粘着付与された放射線架橋感圧性接着剤が必要である。

【0016】

本発明の感圧性接着剤、感圧性接着剤の前駆体、及び方法の他の利点は、以下の記載から明らかである。

50

【発明の概要】

【0017】

一態様によると、本開示は、

a) アクリレートベースポリマーと、

b) アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.1重量部超の量の共重合した(II)型光架橋剤と、

c) 共重合した水素供与性モノマーと、

d) アクリレートベースポリマー100重量部当たり40重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、

a)、b)及びc)の総酸含有量はゼロであるか、又はa)、b)及びc)の総酸含有量はゼロ超かつ3%以下であるかのいずれかである、放射線架橋可能な圧力接着剤前駆体に関する。

10

【0018】

別の態様によると、本開示は、

a) 上に記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を提供するステップと、

b) 放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋するステップと、を含む、放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法に関する。

【0019】

また別の態様において、本開示は、片側コーティングテープ若しくは両面テープなどの接着剤テープ、又はラベルを製造するための、上で記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体の使用に関する。

20

【発明を実施するための形態】

【0020】

本開示において、「a」、「an」及び「the」などの単数形が便宜上使用されることが多い。しかしながら、単数は、明示により又は文脈によって単数のみが称されていない限り、複数を含むと意味されると理解されるべきである。

【0021】

本発明は、昇温での高い密着強度が特に提供されている一方で様々な型の基材、特に低い表面エネルギー(low surface energy、LSE)基材、例えばポリエチレン及びポリプロピレンへの優れた接着を確実にする、高度に粘着付与された放射線架橋感圧性接着剤を提供する。特に、本発明は、多目的に使用できる高度に粘着付与された放射線架橋可能なPSA配合物、特に無溶媒アクリレートPSA配合物を提供する。

30

【0022】

開示されている前駆体は、アクリレートベースポリマーを含む。共重合した(II)型光架橋剤は、アクリレートベースポリマー100部当たり、0.1より高い、特に0.15、とりわけ0.3重量部超のレベルで含まれる。前駆体は、共重合した水素供与性モノマーも含む。カルボン酸、スルホン酸、リン酸、又は同様の酸官能基を含有するものなど、酸性モノマーが存在する場合、それらは、アクリレートベースポリマー、共重合した(II)型光架橋剤、及び共重合した水素供与性モノマーの総酸含有量が3%以下、ときには2%以下、1.5%以下、1.0%以下又は0.5%以下であり、一部の場合において、これらの3つの構成成分の酸含有量がゼロであるように存在する。前駆体は、アクリレートベースポリマー100重量部当たり40重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂も含む。予想外にも、特定された量の及び特定された酸含有量を有する要素のこの特別な組合せは、適当な架橋ステップ後に、有益な特性を有する高度に粘着付与された感圧性接着剤を提供する前駆体形成である。こうした有益な特性としては、例えば、特に低エネルギー表面上での良好な剪断特性、及びホットメルト加工性のうちの1つ以上が挙げられ得る。他の有益な特性が存在することがある。

40

【0023】

したがって、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、

50

- a) アクリレートベースポリマーと、
- b) アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 0.1 重量部超の量の共重合した (II) 型光架橋剤と、
- c) 共重合した水素供与性モノマーと、
- d) アクリレートベースポリマー 100 重量部当たり 40 重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含んでもよく、

a)、b) 及び c) の総酸含有量はゼロであるか、又は a)、b) 及び c) の総酸含有量はゼロ超かつ 3% 以下であるかのいずれかである。

【0024】

一部の場合において、共重合した (II) 型光架橋剤は、アクリレートベースポリマーの構成成分である。他の場合において、共重合した (II) 型光架橋剤は、アクリレートベースポリマーとは異なる、ポリマー中の共重合した水素供与性モノマーと共重合される。こうした場合において、追加のアクリレートポリマーも、共重合した水素供与性モノマー及び共重合した (II) 型光架橋剤と共重合することができる。また他の場合において、共重合した (II) 型光架橋剤が、アクリレートベースポリマー及び共重合した水素供与性モノマーの両方と共重合されることで、共重合した (II) 型光架橋剤は、アクリレートベースポリマー、及び共重合した水素供与性モノマーも含むそれと異なるポリマーの両方の構成成分である。こうした場合において、追加のアクリレートポリマーも、共重合した水素供与性モノマー及び共重合した (II) 型光架橋剤と共重合することができる。共重合した (II) 型光架橋剤を含有するアクリレートベースポリマー以外のポリマーは、架橋性ポリマーとときには称される。

10

20

【0025】

共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマーと共重合することができる。他の場合において、共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマーとは異なる、ポリマー中の共重合した水素供与性モノマーと共重合されている共重合した (II) 型光架橋剤と共重合される。こうした場合において、追加のアクリレートポリマーは、共重合した水素供与性モノマー及び共重合した (II) 型光架橋剤と共重合することができる。他の場合において、共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマー及び共重合した (II) 型光架橋剤の両方と共重合されることで、重合水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマー、及び共重合した水素供与性モノマーも含むそれと異なるポリマーの両方の構成成分である。こうした場合において、追加のアクリレートポリマーも、共重合した水素供与性モノマー及び共重合した (II) 型光架橋剤と共重合することができる。アクリレートベースポリマー以外のポリマーが共重合した (II) 型光架橋剤及び共重合した (II) 型光架橋剤の両方を含有する場合、そのポリマーは、上に参照されている架橋性ポリマーであってよい。

30

【0026】

「接着剤」という用語は、本明細書で使用される場合、2つの被着体を一緒に接着するのに有用なポリマー性組成物を指す。接着剤の例は、感圧性接着剤である。

【0027】

感圧性接着剤組成物は、(1) 強烈で恒久的な粘着、(2) 指圧以下での接着、(3) 被着体上に保持するための十分な能力、及び(4) 十分な密着強度を含む特性を有することが当業者に周知である。感圧性接着剤としてよく機能することが見出された材料は、粘着、ピール接着力及び剪断保持力の所望のバランスをもたらす必須の粘弾特性を呈するように設計及び配合されたポリマーである。

40

【0028】

「アクリレート」及び「メタクリレート」という用語は、モノマー性アクリル酸若しくはメタクリル酸又はそれらのエステルから誘導されるモノマー、オリゴマー又はポリマーを指す。アクリレート及びメタクリレートのモノマー、オリゴマー又はポリマーは、本明細書において総じて「(メタ)アクリレート」と称される。

【0029】

50

「酸含有量」という用語は、カルボン酸、スルホン酸又はホスホン酸部分などの酸部分を保有する重合モノマーの総含有量を指す。別段に注記されていない限り、酸含有量は、本明細書において重量パーセントとして記載されている。複数項目の「総酸含有量」は、列挙項目の全ての、上に記載されているものなど酸部分を保有する重合モノマーの重量パーセントを指す。

【0030】

「(II)型光架橋剤」という用語は、照射によってより高いエネルギー状態に励起する光架橋剤を指し、この状態において、それは、典型的にはノリッシュII型反応などのプロセスにおいて、水素供与性分子由来の水素原子を引き抜き、それによって、例えばフリーラジカル添加重合、フリーラジカル付加架橋などの更なる反応ができるフリーラジカルを水素供与性分子上に発生させることができる。「共重合した(II)型光架橋剤」という表現は、少なくとも1つのコポリマー中のモノマーとして存在する(II)型光架橋剤を指す。少なくとも1つのコポリマーは、アクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー、又は両方であってよい。

10

【0031】

「水素供与性モノマー」は、励起状態(II)型光架橋剤によって引き抜き可能である少なくとも1個の水素原子を含有するモノマーを指す。「共重合した水素供与性モノマー」という表現は、少なくとも1つのコポリマー中のモノマーとして存在する水素供与性モノマーを指す。少なくとも1つのコポリマーは、アクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー、又は両方であってよい。

20

【0032】

「アルキル」は、脂肪族炭化水素であるアルカンのラジカルである一価の基を指す。アルキルは、直鎖、分岐、環式、又はそれらの組合せであってよく、典型的には1~24個の炭素原子を有する。一部の実施形態において、アルキル基は、1~18個、1~12個、1~10個、1~8個、1~6個、又は1~4個の炭素原子を含有する。

【0033】

放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、アクリレートベースポリマーを含んでもよい。任意の適当なアクリレートベースポリマーが使用され得る。

【0034】

好ましくは、アクリレートベースポリマーは、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーの重合形態を含有し、ここで、アルキル(メタ)アクリレートモノマーの直鎖又は分岐鎖アルキル基は、好ましくは1~24個、より好ましくは4~20個、一層好ましくは6~18個、更に好ましくは8~12個の炭素原子を含む。アクリレートベースポリマーは、任意の適当な方法によって、上述されているモノマーの混合物を重合することにより調製することができ、適当な方法は当技術分野において知られている。この混合物は、3%以下の酸含有量を有するアクリレートベースポリマーを提供するために3%以下の酸含有量を有する。典型的には、酸含有量は2%以下、1.5%以下、1%以下又は0.5%以下である。特別な一態様において、本発明における使用のためのアクリレートベースポリマーは、アクリル酸、メタクリル酸、及び酸部分を保有する任意の他のモノマーを含まない。

30

40

【0035】

好ましい態様において、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーは、メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、例えばn-プロピルアクリレート及びイソプロピルアクリレート、ブチルアクリレート、例えばn-ブチルアクリレート及びイソブチルアクリレート、ペンチルアクリレート、例えばn-ペンチル及びイソ-ペンチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、例えばn-ヘキシルアクリレート及びイソ-ヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、例えばイソ-オクチルアクリレート及び2-エチルヘキシルアクリレート、ノニルアクリレート、デシルアクリレート、例えば2-プロピルヘブチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ラウリルアクリレート、オクタデシルアクリレート、例えば、2-ヘブチルウンデカニル

50

アクリレートであってよいゲルベアルコールから誘導されるC18アクリレート、並びにそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

【0036】

より好ましくは、本発明における使用のための少なくとも1つのアルキル(メタ)アクリレートモノマーは、イソ-オクチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、デシルアクリレート、例えば2-プロピルヘプチルアクリレート、オクタデシルアクリレート、例えばステアシルアクリレート、及びゲルベアルコールから誘導されるC18アクリレート、例えば2-ヘプチルウンデカニルアクリレート、並びにそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。更に好ましくは、本発明における使用のためのアルキル(メタ)アクリレートモノマーは、イソ-オクチルアクリレートを含む。

10

【0037】

典型的には、本発明における使用のためのアクリレートベースポリマーは、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーを、重量により50~100部、70~100部、80~100部又はなお90~100部含むモノマー混合物から調製され、ここで、アルキル(メタ)アクリレートモノマーの直鎖又は分岐鎖アルキル基は、好ましくは1~24個、より好ましくは4~20個、一層好ましくは6~18個、更に好ましくは8~12個の炭素原子を含む。

【0038】

任意選択により、アクリル酸、メタクリル酸、又は酸部分を保有する任意の他のモノマーのうち1つ以上は、アクリレートベースポリマー中に同様に含まれていてよいが、しかしながら、アクリル酸、メタクリル酸、及び酸部分を保有する任意の他のモノマーの合わせた重量は、アクリレートベースポリマーの合計重量に基づいて、重量により3%以下、例えば2%以下、1.5%以下、1%以下又は0.5%以下である。特別な一実施形態において、アクリレートベースポリマーは、酸部分を保有するモノマーを含まない。

20

【0039】

任意選択により、1つ以上のモノエチレン性不飽和コモノマーは、アクリレートベースポリマーを調製するために使用される(予備重合)モノマー混合物中に0.5~50部のコモノマーの量で存在することができ、したがって、アクリレートモノマーと典型的には重合される。適当なコモノマーの例としては、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、(メタ)アクリロニトリル、ビニルアセテート、イソボルニル(メタ)アクリレート、ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート、(メタ)アクリルアミド、ネオデカン酸、ネオノナン酸、ネオペンタン酸、2-エチルヘキサン酸又はプロピオン酸のビニルエステル(例えば、Union Carbide Corp. of Danbury, Conn.から「Vynates」という名称の下で利用可能)、塩化ビニリデン、アルキルビニルエーテル、エトキシエトキシエチルアクリレート及びメトキシポリエチレングリコール400アクリレート(新中村化学工業株式会社から「NK Ester AM-90G」という名称の下で利用可能)、並びにそれらの任意の組合せ又は混合物が挙げられる。

30

【0040】

存在する場合、モノエチレン性不飽和コモノマーは、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、0.5~25重量部、1.0~15重量部、1.0~8.0重量部、2.0~6.0重量部又はなお3.0~5.0重量部を範囲とする量で典型的には使用される。

40

【0041】

好ましくは、アクリレートベースポリマーは、少なくとも1つの(メタ)アクリレートモノマー、一層好ましくはアルキル(メタ)アクリレートモノマーを含有するコポリマーを含む。したがって、アクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合混合物も、好ましくは少なくとも1つの(メタ)アクリレートモノマー、一層好ましくはアルキル(メタ)アクリレートモノマーを含有する。

【0042】

好ましくは、アクリレートベースポリマーは、イソ-オクチルアクリレート、2-エチ

50

ルヘキシルアクリレート、2-プロピルヘブチルアクリレート又は直鎖若しくは分岐のオクタデシルアクリレートのコポリマーを含む。アクリレートベースポリマーは、任意選択によりアクリル酸を含む。この場合において、アクリル酸は、アクリレートベースポリマーの合計重量に基づいて、重量により3%以下、例えば2%以下、1.5%以下、1%以下又は0.5%以下で存在する。

【0043】

一部の他の好ましい態様において、アクリレートベースポリマー（又はアクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物）は、光架橋剤、好ましくは共重合した（II）型光架橋剤を更に含む。

【0044】

追加として、1つ以上の多官能性エチレン性不飽和モノマーは、アクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物中に、典型的には低い濃度で含まれてよい。こうした多官能性エチレン性不飽和モノマーの例としては、例えば、多官能性（メタ）アクリレートモノマーが挙げられる。多官能性（メタ）アクリレートとしては、トリ（メタ）アクリレート及びジ（メタ）アクリレート（すなわち、3個又は2個の（メタ）アクリレート基を含む化合物）が挙げられる。典型的には、ジ（メタ）アクリレートモノマー（すなわち、2個の（メタ）アクリレート基を含む化合物）が使用される。有用なトリ（メタ）アクリレートとしては、例えば、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、プロポキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート、トリス（2-ヒドロキシエチル）イソシアヌレートトリアクリレート、及びペンタエリスリトールトリアクリレートが挙げられる。有用なジ（メタ）アクリレートとしては、例えば、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,4-ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ（メタ）アクリレート、アルコキシ化1,6-ヘキサジオールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジ（メタ）アクリレート、アルコキシ化シクロヘキサジメタノールジアクリレート、エトキシビスフェノールAジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、及びウレタンジ（メタ）アクリレートが挙げられる。分岐剤1,6-ヘキサジオールジアクリレート（hexanediol diacrylate、HDDA）が特に適当である。典型的には、ジ（メタ）アクリレート分岐剤は、アクリレートベースポリマー100重量部当たり0~0.05重量部を範囲とする量で使用される。多官能性エチレン性不飽和モノマーのうち1つ以上が酸部分を含有する場合、酸部分を含有する1つ以上の多官能性エチレン性不飽和モノマー、アクリル酸モノマー及びメタクリル酸モノマーの合わせた重量は、アクリレートベースポリマーの合計重量に基づいて重量により3%以下、例えば2%以下、1.5%以下、1%以下又は0.5%以下である。

【0045】

一般に、アクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物は、適切な開始剤を含む。紫外光による重合には、光開始剤が含まれる。有用な光開始剤としては、置換アセトフェノン、例えばベンジルジメチルケタール及び1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、置換アルファ-ケトール、例えば2-メチル-2-ヒドロキシプロピオフェノン、ベンゾインエーテル、例えばベンゾインメチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、置換ベンゾインエーテル、例えばアニソインメチルエーテル、芳香族スルホニルクロリド、光活性オキシム及びアゾ型開始剤が挙げられる。光開始剤は、総モノマー100重量部当たり約0.001~約5.0重量部、好ましくは約0.01~約3.0重量部の量で、より好ましくは0.05~0.5重量部の量で、より好ましくは0.05~0.3重量部の量で使用することができる。

【0046】

10

20

30

40

50

アクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物は、熱重合によって又は熱重合及び放射線重合の組合せによって重合することもできる。熱重合には、熱開始剤が含まれる。本発明に有用な熱開始剤としては、アゾ、過酸化物、過硫酸塩及び酸化還元開始剤が挙げられるが、これらに限定されない。アゾ型開始剤、例えば Dupont Chemical Co から市販されている「Vazo」系列などが特に好ましい。熱開始剤は、総モノマー100重量部当たり約0.01~約5.0重量部、好ましくは0.025~2重量パーセントの量で使用することができる。

【0047】

本発明の第1の態様による放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、共重合した(II)型光架橋剤を更に含む。本発明における使用のための適当な共重合した(II)型光架橋剤は、本記載に照らして当業者によって簡便に特定される。

10

【0048】

一部の例証的な態様において、本発明における使用のための共重合した(II)型光架橋剤は、米国特許第4,737,559号(Kellenら)に開示されているものなど、オルト-芳香族ヒドロキシル基を含まないモノ及び多エチレン性不飽和芳香族ケトンコモモノマーからなる群から選択される。モノエチレン性不飽和芳香族ケトンコモモノマーの具体例としては、共重合性感光架橋剤パラ-アクリロキシベンゾフェノン(acryloxybenzophenone、ABP)、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン(acryloxyethoxybenzophenone、AEBP)、パラ-N-(メチルアクリロキシエチル)-カルバモイルエトキシベンゾフェノン、4-アクリロイルオキシジエトキシ-4-クロロベンゾフェノン、パラ-アクリロキシアセトフェノン、オルト-アクリルアミドアセトフェノン、アクリレート化アントラキノン、及びそれらの任意の組合せ又は混合物が挙げられる。

20

【0049】

好ましい態様において、本発明における使用のための共重合した(II)型光架橋剤は、パラ-アクリロキシベンゾフェノン(ABP)、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン(AEBP)、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

【0050】

共重合した(II)型光架橋剤は、アクリレートベースポリマー(又はアクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物)100重量部当たり、0.10~1重量部、0.11~1重量部、0.16~1重量部、0.18~0.70重量部又はなお0.20~0.50重量部の量で典型的には使用され得る。

30

【0051】

一部の場合において、共重合した(II)型光架橋剤は、アクリレートベースポリマーにおけるコモモノマーとして存在することができる。こうした場合において、それは、アクリレートベースポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物中の他のモノマーと一緒に共重合される。

【0052】

他の場合において、共重合した(II)型光架橋剤は、架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマー中のコモモノマーとして存在することができる。こうした架橋性ポリマーは、アクリレートベースポリマーとは異なるポリマーである。

40

【0053】

また他の場合において、共重合した(II)型光架橋剤は、架橋性ポリマー中のコモモノマーとして存在することができ、アクリレートベースポリマー中のコモモノマーとして存在することもできる。

【0054】

前駆体組成物は、1つ以上の共重合した水素供与性モノマーを更に含む。任意の適当な共重合した水素供与性モノマーが使用され得る。

【0055】

例証的な共重合した水素供与性モノマーとしては、窒素又は酸素原子に対してアルファ位の炭素原子上に典型的には位置されている又は重合中に潜在的に保護されている末端又

50

はペンダントメルカプト基によって保有されている少なくとも1つの引き抜き可能な水素原子を含むモノマーが挙げられるが、これらに限定されない。

【0056】

好ましくは、共重合した水素供与性モノマーは、炭素原子、窒素原子及び水素原子を含むモノマーの群から選択され、ここで少なくとも1個の水素原子は、窒素原子に対して位である炭素原子に共有結合的に結合される。

【0057】

共重合した水素供与性モノマーは、(メタ)アクリルアミド、(メタ)アクリレート、ウレタン(メタ)アクリレート、及び少なくとも1つの窒素官能基、好ましくは第3級アミン官能基を含有するビニル系モノマー、並びにそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択されることが多い。

10

【0058】

共重合した水素供与性モノマーの好ましい例としては、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチル(メタ)アクリルアミド; N-ビニルカプロラクタム; N-ビニルピロリドン; N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; 2-[(ブチルアミノ)カルボニル]オキシ]エチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; (メタ)アクリロイルモルホリン、ビニルアセトアミド、及びそれらの任意の組合せ又は混合物が挙げられる。より好ましくはまた、共重合した水素供与性モノマーは、N,N-ジメチルアクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

20

【0059】

共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、0.05~10重量部、0.05~5重量部、0.10~3重量部又はなお0.15~2重量部の量で典型的には使用される。

30

【0060】

一部の場合において、共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマー中のコモノマーとして存在する。

【0061】

他の場合において、共重合した水素供与性モノマーは、架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマーなど、アクリレートベースポリマーとは異なる、ポリマー中のコモノマーとして存在する。

【0062】

また他の場合において、共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマー中のコモノマーとして、及び架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマーなど、アクリレートベースポリマーとは異なる、ポリマー中のコモノマーとしての両方で存在する。

40

【0063】

この組成物は、1種以上の炭化水素粘着付与性樹脂を更に含む。任意の適当な炭化水素粘着付与性樹脂が使用され得る。

【0064】

1種以上の炭化水素粘着付与性樹脂は、前駆体の架橋で粘着付与感圧性接着剤を提供するレベルで存在する。典型的なレベルは、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、40重量部超、50重量部超、60重量部超、70重量部超又は80重量部超の炭化水素粘着付与性樹脂である。典型的なレベルは、アクリレートベースポリマー100重量

50

部当たり、150重量部以下、125重量部以下、110重量部以下又は100重量部以下の炭化水素粘着付与性樹脂である。

【0065】

一部の特別な態様において、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体に存在する炭化水素粘着付与性樹脂の量は、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、45重量部超、50重量部以上、60重量部以上又はなお80重量部以上又はなお100重量部以上である。一部の他の態様において、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、40～150重量部、60～125重量部、75～125重量部又はなお80～100重量部の炭化水素粘着付与性樹脂を含む。

【0066】

適当な炭化水素粘着付与性樹脂としては、テルペン、脂肪族C5炭化水素、芳香族C9炭化水素、それらの(部分的に)水素化されたバージョン、及びそれらの任意の組合せからなる群から選択されるものが挙げられる。有用な市販されている炭化水素粘着付与性樹脂としては、ExxonMobil Corp., Houston, TXから市販されているESCOREZ 1102、ESCOREZ 1310、ESCOREZ 2173及びESCOREZ 2203(脂肪族/芳香族炭化水素樹脂)の商品名で利用可能なもの;並びにEastman, Kingsport, Tennesseeから市販されているREGALITE 7100及びREGALITE 9100(部分的に水素化された炭化水素樹脂)の商品名で利用可能なものが挙げられる。

【0067】

予想外にも、これらの高い量の炭化水素粘着付与性樹脂は、本明細書に記載されている他の要素と併せて使用される場合、架橋で、こうした樹脂の不利な点のいずれも有しない強烈的粘着を提供する前駆体を形成する。

【0068】

好ましくは、炭化水素粘着付与性樹脂は、テルペン、脂肪族C5炭化水素、芳香族C9炭化水素、それらの(部分的に)水素化されたバージョン、及び任意の組合せからなる群から選択される。

【0069】

一部の場合において、放射線前駆体は架橋性ポリマーを含む。

【0070】

本発明における使用のための架橋性ポリマーを形成するための適当な組成物は、本開示に照らして当業者によって簡便に特定される。本発明における使用のための架橋性ポリマーを調製するのに有用な例証的な組成物としては、アクリル系モノマー、メタクリル系モノマー、ビニルエステルモノマー、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択されるモノマーを含むモノマー混合物を含むものが挙げられるが、これらに限定されない。

【0071】

したがって、本発明における使用のための架橋性ポリマーは、(メタ)アクリレート、ビニルエステル、及びそれらの任意の組合せ又は混合物であってよい。

【0072】

好ましい態様において、架橋性ポリマーはアクリレート架橋性ポリマーである。本発明における使用のためのアクリレート架橋性ポリマーを形成するのに有用なアクリレートモノマーは、本明細書で上に記載されている通りのアクリレートベースポリマーを形成するために使用される組成物と同一又は異なっていてよい。

【0073】

好ましい態様において、本発明における使用のためのアクリレート架橋性ポリマーは、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーを含むモノマー混合物から調製され、ここで、アルキル(メタ)アクリレートモノマーの直鎖又は分岐鎖アルキル基は、好ましくは、1～24個、より好ましくは4～20個、一層好ましくは6～18個、更に好ましくは8～12個の炭素原子を含む。

10

20

30

40

50

【0074】

好ましい態様において、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーは、メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、例えばn-プロピルアクリレート及びイソプロピルアクリレート、ブチルアクリレート、例えばn-ブチルアクリレート及びイソブチルアクリレート、ペンチルアクリレート、例えばn-ペンチル及びイソ-ペンチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、例えばn-ヘキシルアクリレート及びイソ-ヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、例えばイソ-オクチルアクリレート及び2-エチルヘキシルアクリレート、ノニルアクリレート、デシルアクリレート、例えば2-プロピルヘブチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ラウリルアクリレート、オクタデシルアクリレート、例えばステアリルアクリレート、及びゲルベアルコールから誘導されるC18アクリレート、並びにそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。より好ましくは、本発明における使用のためのアルキル(メタ)アクリレートモノマーは、イソ-オクチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。更に好ましくは、本発明における使用のためのアルキル(メタ)アクリレートモノマーは、イソ-オクチルアクリレートを含む(又はイソ-オクチルアクリレートからなる)。

10

【0075】

多くの場合、共重合した(II)型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーのうちの1つ以上は、架橋性ポリマー中のコモノマーとして存在する。

20

【0076】

本発明における使用のための適当な共重合した(II)型光架橋剤は、アクリレートベースポリマーに関して上記で定義されている通りである。

【0077】

好ましくは、共重合した(II)型光架橋剤は、パラ-アクリロキシベンゾフェノン(ABP)、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン(AEBP)、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

【0078】

本発明における使用のための適当な共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマーについて上記で定義されている通りであり、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチル(メタ)アクリルアミド; N-ビニルカプロラクタム; N-ビニルピロリドン; N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; 2-[[(ブチルアミノ)カルボニル]オキシ]エチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド;; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; (メタ)アクリロイルモルホリン、ビニルアセトアミド、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択されるモノマーが挙げられる。好ましくはまた、本発明における使用のための共重合した水素供与性モノマーは、N,N-ジメチルアクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

30

40

【0079】

前駆体組成物は、アクリレートベースポリマー100重量部当たり、0.5~30重量部、0.5~20重量部、1.0~10重量部又はなお2.0~8.0重量部の、架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマーを含んでもよい。

【0080】

架橋性ポリマーを調製するために使用される予備重合モノマー混合物は、適切な開始剤を含むことが多い。代替として、開始剤は、架橋が行われる直前に予備重合混合物に添加

50

することができる。

【0081】

熱重合のためには、熱開始剤が含まれる。本発明において有用な熱開始剤としては、アゾ、過氧化物、過硫酸塩及び酸化還元開始剤が挙げられるが、これらに限定されない。アゾ型開始剤は、例えばDuPont Chemical Coから市販されている「Vazo」系列などが特に好ましい。熱開始剤は、総モノマー100重量部当たり約0.01~約5.0重量部、好ましくは0.025~2重量パーセントの量で使用することができる。

【0082】

紫外光による重合には、光開始剤が含まれる。有用な光開始剤としては、アクリレートベースポリマーにおける使用のための、本明細書で上に記載されているものが挙げられる。光開始剤は、総モノマー100部当たり約0.001~約5.0重量部、総モノマー100重量部当たり約0.01~約5.0重量部、又は総モノマー100重量部当たりなお0.1~0.5重量部の量で使用することができる。

10

【0083】

放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体混合物は、任意選択の成分として、連鎖移動剤を更に含むことで、ポリマーの分子量を制御することができる。有利には、連鎖移動剤は、アクリレートベースポリマー及び/又は架橋性ポリマーを調製するために使用される(予備重合)モノマー混合物中に含まれる。連鎖移動剤は、フリーラジカル重合を調節する材料であり、一般に当該技術分野において既知である。適当な連鎖移動剤としては、ハロゲン化炭化水素、例えば四臭化炭素；硫黄化合物、例えばラウリルメルカプタン、ブチルメルカプタン、エタンチオール、イソオクチルチオグリコレート(isooctylthioglycolate、IOTG)、2-エチルヘキシルチオグリコレート、2-エチルヘキシルメルカプトプロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキス(3-メルカプトプロピオネート)、2-メルカプトイミダゾール及び2-メルカプトエチルエーテル；並びに溶媒、例えばエタノール及びイソプロパノールが挙げられる。

20

【0084】

当業者に明らかである通り、本発明による放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体混合物は、得られる架橋感圧性接着剤についての想定特性に依存して、様々な追加の添加剤を更に含んでもよい。例証的な追加の添加剤としては、1種以上の可塑剤、UV安定剤、帯電防止剤、着色料、酸化防止剤、殺真菌剤、殺細菌剤、有機及び/又は無機充填剤粒子、色素、並びにそれらの任意の組合せが挙げられるが、これらに限定されない。有利には、本発明における使用のための追加の添加剤は、非重合性添加剤である。当業者に明らかである通り、本発明における使用のための追加の添加剤は、適切なタイミングで、及び適切なポリマー性又はプレポリマー性マトリックス中に含むことができる。

30

【0085】

放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体の有利な態様において、アクリレートベースポリマー、共重合した(II)型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び炭化水素粘着付与剤の量は、静的剪断試験ASTM D3654に従って測定される場合、少なくとも2000分、好ましくは少なくとも4000分、より好ましくは少なくとも6000分、一層好ましくは少なくとも8000分、更に好ましくは少なくとも10000分の70での静的剪断を有する放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋すること、好ましくはUV放射線架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤を提供するように選択される。

40

【0086】

有利な態様において、70での静的剪断は、ライナーにコーティングされたUV架橋感圧性接着剤層上で測定され、基材上に適用され、ここで、感圧性接着剤層の厚さは、約25 μm ~約100 μm で変動し、UV架橋は、150~1200 mJ/cm^2 の総UV(EIT inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和)を用いて典型的には操作される。250 mJ/cm^2 のUV-B光及び5

50

0 m J / c m ² の U V - C に対応する、中圧 U V ランプから 8 0 0 m J / c m ² の U V 。

【 0 0 8 7 】

本発明の好ましい一態様によると、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、

a) アクリレートベースポリマーと、

b) アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり、0 . 1 ~ 1 重量部、0 . 1 1 ~ 1 重量部、0 . 1 6 ~ 1 重量部、0 . 1 8 ~ 0 . 7 0 重量部又はなお 0 . 2 0 ~ 0 . 5 0 重量部の共重合した (I I) 型光架橋剤と、

c) アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり、0 . 0 5 ~ 3 0 重量部、0 . 0 5 ~ 1 0 重量部、0 . 0 5 ~ 5 重量部、0 . 1 0 ~ 3 重量部又はなお 0 . 1 5 ~ 2 重量部の共重合した水素供与性モノマーと、

アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり、4 0 ~ 1 5 0 重量部、4 5 ~ 1 2 5 重量部又はなお 6 0 ~ 1 0 0 重量部の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、

a) 、 b) 及び c) の総酸含有量はゼロであるか、又は a) 、 b) 及び c) の総酸含有量はゼロ超かつ 3 % 以下であるかのいずれかである。

【 0 0 8 8 】

有利には、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、ホットメルト加工可能である。しかしながら、本発明は、こうした放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体に限定されないが、というのは、別の有利な態様によると、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、溶媒系接着剤系として、そのため溶媒加工可能であり、又は水ベース系として提供することができるからである。

【 0 0 8 9 】

ホットメルト加工可能な放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、典型的に、アクリレートベースポリマー、アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 0 . 1 0 重量部超の量の共重合した (I I) 型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー、及びアクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 4 0 重量部超の量の粘着付与性樹脂を含むホットメルト混合ブレンドである。典型的には、ホットメルト加工可能な放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、熱可塑性材料を更に含んでもよい。

【 0 0 9 0 】

ホットメルト加工可能な放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、様々なホットメルト技法によって調製することができる。一般に、この方法は、ホットメルト混合器具を提供すること、アクリレートベースポリマー、アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 0 . 1 0 重量部超の量の共重合した (I I) 型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマーを提供すること、及びアクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 4 0 重量部超の量の粘着付与性樹脂を提供すること、ホットメルト混合器具においてアクリレートベースポリマー、共重合した (I I) 型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び粘着付与性樹脂を混合することでホットメルトブレンドを調製すること、ホットメルト混合器具からブレンドを除去することでホットメルト加工可能な感圧性接着剤を形成することを含む。

【 0 0 9 1 】

下に記載されている通り、1 種以上の可塑剤、架橋剤、U V 安定剤、帯電防止剤、着色料、酸化防止剤、殺真菌剤、殺細菌剤、並びに有機及び / 又は無機充填剤粒子などを含めて、様々な追加の添加剤がホットメルトブレンド中に含まれてよい。任意選択により、低レベルの可塑剤 (例えば、約 1 0 重量部より少ない) が、ホットメルトブレンドに添加され得る。「可塑剤」として記載されている多種多様な市販材料は、添加された可塑剤が、ホットメルトブレンドの他の構成成分と相容性である限り適当である。代表的な可塑剤としては、ジアルキルアジペート、ジ (2 - エチルヘキシル) アジペート、ジブトキシエトキシエチルホルマール、及びジブトキシエトキシエチルアジペートが挙げられる。

【 0 0 9 2 】

様々なホットメルト混合装置を使用する様々なホットメルト混合技法が、ホットメルト加工可能な感圧性接着剤前駆体及びホットメルト加工可能な感圧性接着剤を調製するのに

10

20

30

40

50

適当である。バッチ及び連続的混合装置の両方が使用され得る。バッチ方法の例としては、BRABENDER（例えば、C. W. Brabender Instruments, Inc.; South Hackensack, NJから市販されているBRABENDER PREP CENTER）又はBANBURY内部混合及びロールミル装置（例えば、Farrel Co.; Ansonia, CNから利用可能な装置）を使用するものが挙げられる。連続的方法の例としては、一軸押し出し、二軸押し出し、ディスク押し出し、往復一軸押し出し、ピンバレル一軸押し出し、プラネタリ押し出し、及びリング押し出しが挙げられる。連続的方法は、配分要素、ピン混合要素、静的混合要素、並びに分散要素、例えばMADDOCK混合要素及びSAXTON混合要素を利用することができる。ホットメルトブレンド及びホットメルト加工可能な感圧性接着剤を調製するために、単一のホットメルト混合器具が使用され得るか、又はホットメルト混合装置の組合せが使用され得る。一部の実施形態において、1台超のホットメルト混合装置を使用するのが望ましくあり得る。例えば、1つの押出機、例えば一軸スクリュウ押出機などは、熱可塑性のパウチ内に含有されるホットメルト加工可能なエラストマー性（メタ）アクリレートランダムポリマーをホットメルト加工するために使用することができる。この押出機の生産物は、第2の押出機、例えば、追加構成成分とホットメルト混合するための二軸押出機に送給することができる。上に記載されているホットメルトブレンドは、ホットメルトブレンドプロセスの完了でホットメルト加工可能な感圧性接着剤を形成するために使用される。

10

【0093】

20

ホットメルト混合の生産物は、接着剤層を形成するために基材上にコーティングされる。バッチ器具が使用されるならば、ホットメルトブレンドは、この器具から除去し、ホットメルトコーター又は押出機に入れ、基材上にコーティングすることができる。ホットメルトブレンドを調製するために押出機が使用されるならば、このブレンドは基材上に直接押し出されることで、連続的成形方法で接着剤層を形成することができる。連続的成形方法において、接着剤は、フィルムダイから引き出し、引き続いて、移動プラスチックウェブ又は他の適当な基材に接触させることができる。接着剤がテープの一部になるのであれば、基材はテープバックグッドであってよい。一部の方法において、テープバックグッド材料は、接着剤とともにフィルムダイから共押し出され、次いで多層構築物が冷却されることで、単一のコーティングステップでテープを形成する。接着剤が転写テープになるのであれば、接着剤層はフリースタANDINGフィルムであってよく、基材は剥離ライナー又は他の剥離基材であってよい。形成した後、接着剤層又はフィルムは、直接的方法（例えばチルロール又は水バッチ）及び間接的方法（例えば、空気又はガス衝突）の両方を使用してクエンチすることによって固化することができる。

30

【0094】

しかしながら、本発明の代替の態様において、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、例えば溶液コーティング、共押し出しコーティング、無溶媒コーティング、水系コーティング、及びそれらの任意の組合せなど、当技術分野において周知である任意の他の従来技術を使用してコーティングすることができる。

【0095】

40

得られた放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体層は、次いで、架橋を達成するために適当な放射線に、特に高強度UV放射に曝露することによる架橋ステップにかけられる。典型的に、架橋ステップは、一般に知られているUVランプを使用して250~400ナノメートル（nm）の発光スペクトル及び約0.1~約1000mW/cm²の強度の高強度紫外（UV）放射線への曝露によって実施される。

【0096】

別の態様によると、本発明は、

a) 上に記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を提供するステップと、

b) 放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋するステップと、を含む、放射

50

線架橋感圧性接着剤を調製する方法に関する。

【0097】

本発明による放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体は、感圧性接着剤配合物を配合する、当業者に一般に知られている技法を使用して得ることができる。ポリマー性前駆体は、例えば溶液技法、バルク技法又は乳化重合技法を使用する従来の方式で得ることができる。アクリレートベースポリマーは、有利には、熱的技法又はUV技法を使用するバルク又は溶液重合を使用して得ることができる。架橋性ポリマーは、有利には、溶液重合を使用し、続いて、溶媒を取り除き、それによってポリマーメルトを形成することによって得ることができる。

【0098】

(II)型光架橋剤及び/又は水素供与性モノマーがアクリレートベースポリマーと及び/又は架橋性ポリマーと共重合されるかに依存して、様々な予備重合配合物及び対応するモノマー混合物は、本記載に照らして当業者に簡便に明らかであろう。

【0099】

典型的に、アクリレートベースポリマーのための重合ステップは、米国特許第4,181,752号(Martensら)に記載されている通り、紫外(UV)放射線への曝露によって達成される。一部の実行において、重合は、280~400ナノメートル(nanometers, nm)のそれらの発光スペクトルの60パーセント超又は75パーセント超を有するUV黒光を用いて約0.1~約25mW/cm²の強度で実施される。

【0100】

共重合した(II)型光架橋剤を有するポリマー(即ち、アクリレートベースポリマー及び/又は架橋性ポリマー)の重量平均分子量は、有利には、約50,000~約3,000,000、又は約100,000~約1,800,000、及びより典型的には約200,000~約1,500,000を範囲とし得る。

【0101】

有利な一態様において、放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法は、

a)上に記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を提供するステップと、

b)放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋するステップと、を含む。

【0102】

例証的な一態様によると、放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法は、

a)アクリレートベースを提供するステップと、

b)アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.10重量部超、0.15重量部超又はなお0.30重量部超の量の共重合した(II)型光架橋剤を提供するステップと、

c)共重合した水素供与性モノマーを提供するステップと、

d)アクリレートベースポリマー100重量部当たり40重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂を提供するステップと、

e)アクリレートベースポリマー、共重合した(II)型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び粘着付与性樹脂を混合し、それによって、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を形成するステップと、

f)放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋、好ましくはUV放射線架橋し、それによって、放射線架橋感圧性接着剤を形成するステップと、を含む、

a)、b)及びc)の総酸含有量はゼロであるか、又はa)、b)及びc)の総酸含有量はゼロ超かつ3%以下であるかのいずれかである。

【0103】

放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法の特別な一態様において、共重合した(II)型光架橋剤及び/又は共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマーと、及び/又はアクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマーと共重合される。

10

20

30

40

50

【0104】

放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法の別の特別な態様において、共重合した（II）型光架橋剤及び／又は共重合した水素供与性モノマーは、アクリレートベースポリマーと共重合される。

【0105】

放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法のまた別の特別な態様において、共重合した（II）型光架橋剤及び／又は共重合した水素供与性モノマーは、架橋性ポリマー、好ましくはアクリレート架橋性ポリマーと共重合される。

【0106】

放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法の好ましい実行において、アクリレートベースポリマー、共重合した（II）型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び炭化水素粘着付与剤の量は、静的剪断試験ASTM D3654に従って測定される場合、少なくとも2000分、好ましくは少なくとも4000分、より好ましくは少なくとも6000分、一層好ましくは少なくとも8000分、更に好ましくは少なくとも10000分の70での静的剪断を有する放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋、好ましくはUV放射線架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤を提供するように選択される。

10

【0107】

放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法の有利な態様において、70での静的剪断は、基材上にコーティングされたUV架橋感圧性接着剤層上で測定され、ここで、感圧性接着剤層の厚さは典型的に約25 μm ～約100 μm であり、UV架橋は典型的に150～1200 mJ/cm^2 の総UV（EIT inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和）で操作される。有利には、放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法は、アクリレートベースポリマー、共重合した（II）型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び粘着付与性樹脂をメルト混合し、それによって、ホットメルト加工可能な放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を形成するステップを含む。

20

【0108】

本発明の別の態様によると、上で記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤が提供される。

30

【0109】

別の態様において、基材上にコーティングされた上で記載されている通りの放射線架橋感圧性接着剤が提供され、ここで、放射線架橋感圧性接着剤コーティングは、好ましくは、少なくとも25 μm 、少なくとも40 μm 、50 μm 以上、70 μm 以上、80 μm 以上、90 μm 以上、又はなお100 μm 以上の厚さを有する。

【0110】

有利には、上で記載されている通りの放射線架橋感圧性接着剤は、ホットメルト加工可能である。

【0111】

本発明の放射線架橋感圧性接着剤及び放射線架橋感圧性接着剤前駆体、特にホットメルト及び溶液加工可能な接着剤及び前駆体は、広範囲の接着剤テープ及び物品を調製するために有利に使用することができる。これらのテープ及び物品の多くは、接着剤の層を支持するためのバックグランド又は他の基材を含む。他の接着剤テープ及び物品は、バックグランド又は基材層を含まず、そのため、自立接着剤層である。両面テープは、こうした接着剤物品の例である。「転写テープ」とも呼ばれる両面テープは、両露出表面上に接着剤を有する接着剤テープである。一部の転写テープにおいて、露出表面は、単純に、単一の接着剤層の2つの表面である。他の転写テープは、同じ又は異なっていてよい少なくとも2つの接着剤層、及び一部の例において、接着剤層でない可能性のある介在層を有する多層転写テープである。例えば、多層転写テープは、接着剤層、フィルム層及び別の接着剤層を有する3層構築物であり得る。フィルム層は、取扱い強度及び／若しくは引裂き強度又は他の

40

50

望ましい特性を提供することができる。この開示において、感圧性接着剤の1つの自立層を含む両面接着剤が調製される。

【0112】

両面接着剤は自立型なので、支持層の存在がなくて取り扱われるための十分な取扱い強度を有していなければならない。しかしながら、多くの態様において、接着剤層は容易に引裂き可能であること、すなわち、接着剤層は、ナイフ、剪刀又はかみそり刃などの切断用具の使用を必要とせずに容易に手で引き裂くことができることが望ましい。

【0113】

有利には、この開示に記載されている方法は、様々な接着剤物品を形成するために使用することができる。これらの接着剤物品の中に、転写テープを含めたテープがある。上に記載されている通り、転写テープは、両露出表面上に接着剤を有する自立接着性フィルムであり得る。転写テープは、フライングスプライスを作製するための印刷及び製紙産業において広く使用され、同様に、産業及び消費者の両方によって、様々な結合用途、装着用途及びマット用途のために使用される。

10

【0114】

転写テープは、特に、剥離ライナーなどの剥離表面上に、上に記載されているホットメルトブレンドをホットメルトコーティングすることによって調製することができる。「剥離ライナー」は、接着剤、殊に感圧性接着剤に対して低い親和性を有する周知のフィルム物品である。多種多様な剥離ライナーが知られており、この開示の感圧性接着剤との使用に適当である。例証的な剥離ライナーとしては、紙（例えば、クラフト紙）又はポリマー性材料（例えば、ポリオレフィン、例えばポリエチレン又はポリプロピレン、エチレン酢酸ビニル、ポリウレタン、及びポリエステル、例えばポリエチレンテレフタレートなど）から調製されるものが挙げられる。少なくとも一部の剥離ライナーは、シリコン含有材料又はフッ化炭素含有材料などの剥離剤の層でコーティングされている。例証的な剥離ライナーとしては、ポリエチレンテレフタレートフィルム上にシリコン剥離コーティングを有する「T-30」及び「T-10」の商品名でCP Film (Martinsville, Va.) から市販されているライナーが挙げられるが、これらに限定されない。ライナーは、その表面上に、接着剤層の表面上にミクロ構造を形成するために接着剤に付与されるミクロ構造を有することができる。ライナーは次いで除去されることで、ミクロ構造表面を有する接着剤層を露出することができる。

20

30

【0115】

多くの転写テープ実施形態において、転写テープは手で引裂き可能であること、すなわち、分配された接着剤は、転写テープを切断する必要なく手で引裂くことができることが望ましい。これは、転写テープが、3M Company, St. Paul, MNから市販されているSCOTCH A T G ディスペンサーなど刃のない手持ち式ディスペンサーから分配される場合に特に当てはまる。本開示の感圧性接着剤は、転写テープに必要とされる取扱い強度を有するだけでなく、典型的に手で引裂き可能でもある。

【0116】

したがって、別の態様では、本発明は、接着剤テープ、好ましくは両面テープを製造するための、上で記載されている通りの放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体の使用に関する。

40

【0117】

項目1は、

- a) アクリレートベースポリマーと、
- b) アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.1重量部超の量の共重合した(II)型光架橋剤と、
- c) 共重合した水素供与性モノマーと、
- d) アクリレートベースポリマー100重量部当たり40重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、
- a)、b)及びc)の総酸含有量はゼロであるか、又はa)、b)及びc)の総酸含有

50

量はゼロ超かつ3%以下であるかのいずれかである、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体である。

【0118】

項目2は、共重合した(II)型光架橋剤の量が、アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.15重量部超又は0.30重量部超の量である、項目1に記載の前駆体である。

【0119】

項目3は、アクリレートベースポリマー、共重合した(II)型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び炭化水素粘着付与剤の量が、静的剪断試験ASTM D3654に従って測定された場合に少なくとも2000分、好ましくは少なくとも4000分、より好ましくは少なくとも6000分、一層好ましくは少なくとも8000分、更に好ましくは少なくとも10000分の70%での静的剪断を有する放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋、好ましくはUV放射線架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤を提供するように選択される、項目1又は2に記載の前駆体である。

10

【0120】

項目4は、70%での静的剪断が、基材上にコーティングされたUV架橋感圧性接着剤層上で測定され、感圧性接着剤層の厚さが典型的に約25~約100 μm であり、UV架橋が、150~1200 mJ/cm^2 の総UV(EIT Inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和)で典型的に操作される、項目3に記載の前駆体である。

20

【0121】

項目5は、粘着付与性樹脂の量が、アクリレートベースポリマー100重量部当たり45超、好ましくは50以上、より好ましくは60以上、より好ましくは80以上、一層好ましくは100以上の重量部である、項目1~4のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0122】

項目6は、

a) アクリレートベースポリマーと、

b) アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.1~1重量部、0.11~1重量部、0.16~1重量部、0.18~0.70重量部又はなお0.20~0.50重量部の共重合した(II)型光架橋剤と、

30

c) アクリレートベースポリマー100重量部当たり0.05~30重量部、0.05~10重量部、0.05~5重量部、0.10~3重量部又はなお0.15~2重量部の共重合した水素供与性モノマーと、

d) アクリレートベースポリマー100重量部当たり40~100重量部、40~80重量部又はなお50~60重量部の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、

a)、b)及びc)の総酸含有量はゼロであるか、又はa)、b)及びc)の総酸含有量はゼロ超かつ3重量%以下、任意選択により2%以下、1.5%以下、1%以下又は0.5%以下であるのいずれかである、項目1~5のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0123】

項目7は、

a) アクリレートベースポリマーと、

b) アクリレートベースポリマーの重量に基づいて0.10~1重量%、0.10~0.5重量%、0.15~0.30重量%の共重合した(II)型光架橋剤と、

40

c) アクリレートベースポリマーの重量に基づいて0.05~30重量%、0.05~10重量%、0.05~5重量%、0.1~3重量%、又はなお0.15~2重量%の共重合した水素供与性モノマーと、

d) アクリレートベースポリマーの重量に基づいて40~150重量%、45~100重量%、又はなお60~80重量%の炭化水素粘着付与性樹脂と、を含み、

a)、b)及びc)の総酸含有量はゼロであるか、又はa)、b)及びc)の総酸含有量はゼロ超かつ3重量%以下、任意選択により2%以下、1.5%以下、1%以下又は0

50

・5%以下であるのいずれかである、項目1～6のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0124】

項目8は、アクリレートベースポリマーが、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーを含む重合性混合物から得られ、ここでアルキル(メタ)アクリレートモノマーの直鎖又は分岐鎖アルキル基は、好ましくは、1～24個、より好ましくは4～20個、一層好ましくは6～18個、更に好ましくは8～12個の炭素原子を含む、項目1～7のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0125】

項目9は、直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーが、メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、例えばn-プロピルアクリレート及びイソプロピルアクリレート、ブチルアクリレート、例えばn-ブチルアクリレート及びイソブチルアクリレート、ペンチルアクリレート、例えばn-ペンチル及びイソ-ペンチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、例えばn-ヘキシルアクリレート及びイソ-ヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、例えばイソ-オクチルアクリレート及び2-エチルヘキシルアクリレート、ノニルアクリレート、デシルアクリレート、例えば2-プロピルヘプチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ラウリルアクリレート、オクタデシルアクリレート、例えばステアリルアクリレート、及びゲルベアルコールから誘導されるC18アクリレート、例えば2-ヘプチルウンデカノールからなる群から選択される、項目8に記載の前駆体である。項目10は、アルキル(メタ)アクリレートモノマーが、イソ-オクチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-プロピルヘプチルアクリレート、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される、項目8又は9に記載の前駆体である。

10

20

【0126】

項目12は、アクリレートベースポリマーが共重合した(II)型光架橋剤を含む、項目1～11のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0127】

項目13は、アクリルのベースポリマーとは異なる第2のポリマーを更に含み、第2のポリマーが、共重合した(II)型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーのうちの1つ以上を含み、1つ以上のアクリル系モノマーを任意選択により更に含む、項目1～12のいずれか一項に記載の前駆体である。

30

【0128】

項目13は、アクリレートベースポリマーが、イソ-オクチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-プロピルヘプチルアクリレート、分岐オクタデシルアクリレート、例えば2-ヘプチルウンデカノールのようなゲルベアルコールから誘導されるC-18アクリレート、又はそれらの任意の組合せ若しくは混合物のコポリマー、及び任意選択のアクリル酸を含む、項目1～12のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0129】

項目14は、共重合した(II)型光架橋剤が、モノエチレン性不飽和芳香族ケトンの群から選択され、好ましくは、パラ-アクリロキシベンゾフェノン(ABP)、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン(AEBP)、パラ-N-(メチルアクリロキシエチル)-カルバモイルエトキシベンゾフェノン、4-アクリロイルオキシジエトキシ-4-クロロベンゾフェノン、パラ-アクリロキシアセトフェノン、オルト-アクリルアミドアセトフェノン、アクリレート化アントラキノン、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される、項目1～13のいずれか一項に記載の前駆体である。

40

【0130】

項目15は、共重合した(II)型光架橋剤が、パラ-アクリロキシベンゾフェノン(ABP)、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン(AEBP)、及びそれらの任意の組合せ又は混合物の群から選択される、項目1～14のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0131】

50

項目16は、共重合した水素供与性モノマーが、窒素、酸素又は硫黄原子に対して位における炭素原子上に少なくとも1個の水素原子を含むモノマーの群から選択される、項目1～15のいずれか一項に記載の前駆体である。より好ましくは、共重合した水素供与性モノマーは、(メタ)アクリルアミド、(メタ)アクリレート、ウレタン(メタ)アクリレート、及び少なくとも1つの窒素官能基を含有するビニル系モノマーからなる群から選択され、窒素官能基は、好ましくは、第3級アミン官能基である。

【0132】

項目17は、共重合した水素供与性モノマーが、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチル(メタ)アクリルアミド; N-ビニルカプロラクタム; N-ビニルピロリドン; N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; 2-[[(ブチルアミノ)カルボニル]オキシ]エチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリルアミド; (メタ)アクリロイルモルホリン、ビニルアセトアミド、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される、項目1～16のいずれか一項に記載の前駆体である。好ましくはまた、本発明における使用のための共重合した水素供与性モノマーは、N,N-ジメチルアクリルアミド; N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、及びそれらの任意の組合せ又は混合物からなる群から選択される。

10

20

【0133】

項目18は、共重合した水素供与性モノマーが、N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート; N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、及びそれらの任意の組合せからなる群から選択される、項目1～17のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0134】

項目19は、共重合した(II)型光架橋剤が、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目1～18のいずれか一項に記載の前駆体である。

30

【0135】

項目20は、共重合した(II)型光架橋剤が、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目1～19のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0136】

項目21は、共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目1～20のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0137】

項目22は、共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目1～21のいずれか一項に記載の前駆体である。

40

【0138】

項目23は、共重合した(II)型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目1～22のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0139】

項目24は、共重合した(II)型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目1～23のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0140】

項目25は、架橋性ポリマーがアクリレート架橋性ポリマーである、項目20～24の

50

いずれか一項に記載の前駆体である。

【0141】

項目26は、架橋性ポリマーが、少なくとも1つの直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーを含む重合性混合物から得られ、ここで、アルキル(メタ)アクリレートモノマーの直鎖又は分岐鎖アルキル基は、好ましくは1~24個、より好ましくは4~20個、一層好ましくは6~15個、更に好ましくは6~10個の炭素原子を含む、項目20~25のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0142】

項目27は、直鎖又は分岐鎖アルキル(メタ)アクリレートモノマーが、メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、例えばn-プロピルアクリレート及びイソプロピルアクリレート、ブチルアクリレート、例えばn-ブチルアクリレート及びイソブチルアクリレート、ペンチルアクリレート、例えばn-ペンチル及びイソ-ペンチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、例えばn-ヘキシルアクリレート及びイソ-ヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、例えばイソ-オクチルアクリレート及び2-エチルヘキシルアクリレート、ノニルアクリレート、デシルアクリレート、例えば2-プロピルヘプチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ラウリルアクリレート、オクタデシルアクリレート、例えばステアリルアクリレート、及び2-ヘプチルウンデカノールなどのゲルベアルコールから誘導されるC18アクリレートからなる群から選択される、項目26に記載の前駆体である。

【0143】

項目28は、架橋性ポリマーが、イソ-オクチルアクリレート及び2-エチルヘキシルアクリレートからなる群から選択されるモノマーを含む重合性混合物から得られる、項目20~27のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0144】

項目29は、架橋性ポリマーが、ゼロの酸含有量を有する又はゼロを超えるが3%以下、任意選択により2%以下、若しくは1.5%、若しくは1%、若しくは0.5%の酸含有量を有するのいずれかである重合性混合物から得られる、項目24~28のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0145】

項目30は、炭化水素粘着付与性樹脂が、テルペン、脂肪族C5炭化水素、芳香族C9炭化水素、前述のいずれかの部分的に水素化されたバージョン、前述のいずれかの完全に水素化されたバージョン、及びそれらの任意の組合せからなる群から選択される、項目1~29のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0146】

項目31は、炭化水素粘着付与性樹脂が、C5~C9炭化水素樹脂の群から選択される、項目1~30のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0147】

項目32は、ホットメルト加工可能である、項目1~31のいずれか一項に記載の前駆体である。

【0148】

項目33は、項目1~32のいずれか一項に記載の前駆体を架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤である。

【0149】

項目34は、基材上にコーティングされることによって架橋感圧性接着剤層を形成する、項目33に記載の放射線架橋感圧性接着剤であり、ここで、放射線架橋感圧性接着剤層は、好ましくは、少なくとも25µm、50µm以上、70µm以上、80µm以上、90µm以上、100µm以上の厚さを有する。

【0150】

項目35は、ホットメルト加工可能である、項目33又は34に記載の放射線架橋感圧性接着剤である。

10

20

30

40

50

【 0 1 5 1 】

項目 3 6 は、

a) 項目 1 ~ 3 1 のいずれか一項に記載の放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を提供するステップと、

b) 放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋するステップと、を含む、放射線架橋感圧性接着剤を調製する方法である。

【 0 1 5 2 】

項目 3 7 は、

a) アクリレートベースポリマーを提供するステップと、

b) アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 0 . 1 超、典型的には 0 . 1 5 超、より典型的には 0 . 3 0 超の重量部の量の共重合した (I I) 型光架橋剤を提供するステップと、

c) 共重合した水素供与性モノマーを提供するステップと、

d) アクリレートベースポリマー 1 0 0 重量部当たり 4 0 重量部超の量の炭化水素粘着付与性樹脂を提供するステップと、

e) アクリレートベースポリマー、共重合した (I I) 型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び粘着付与性樹脂を混合し、それによって、放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を形成するステップと、

f) 放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋、好ましくは UV 放射線架橋し、それによって、放射線架橋感圧性接着剤を形成するステップと、を含み、

a)、b) 及び c) の総酸含有量はゼロであるか、又は a)、b) 及び c) の総酸含有量は 3 重量% 以下、任意選択により 2 % 以下、1 . 5 % 以下、1 % 以下又は 0 . 5 % 以下であるかのいずれかである、項目 3 6 に記載の方法である。

【 0 1 5 3 】

項目 3 8 は、共重合した (I I) 型光架橋剤が、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目 3 6 又は 3 7 に記載の方法である。

【 0 1 5 4 】

項目 3 9 は、共重合した (I I) 型光架橋剤が、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目 3 6 ~ 3 8 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 5 5 】

項目 4 0 は、共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目 3 6 ~ 3 9 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 5 6 】

項目 4 1 は、共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目 3 6 ~ 4 0 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 5 7 】

項目 4 2 は、共重合した (I I) 型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーと共重合される、項目 3 6 ~ 4 1 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 5 8 】

項目 4 3 は、共重合した (I I) 型光架橋剤及び共重合した水素供与性モノマーが、アクリレートベースポリマーとは異なる架橋性ポリマーと共重合される、項目 3 6 ~ 4 2 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 5 9 】

項目 4 4 は、架橋性ポリマーがアクリレート架橋性ポリマーである、項目 3 8 ~ 4 3 のいずれか一項に記載の方法である。

【 0 1 6 0 】

項目 4 5 は、アクリレートベースポリマー、共重合した (I I) 型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び炭化水素粘着付与剤の量が、静的剪断試験 A S T M D 3 6 5 4 に従って測定された場合に少なくとも 2 0 0 0 分、好ましくは少なくとも 4 0 0 0 分、

10

20

30

40

50

より好ましくは少なくとも6000分、一層好ましくは少なくとも8000分、更に好ましくは少なくとも10000分の70での静的剪断を有する放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を放射線架橋、好ましくはUV放射線架橋することによって得られる放射線架橋感圧性接着剤を提供するように選択される、項目36~44のいずれか一項に記載の方法である。

【0161】

項目46は、70での静的剪断が、基材上にコーティングされたUV架橋感圧性接着剤層上で測定され、感圧性接着剤層の厚さが約100 μ mであり、UV架橋が、150~1200mJ/cm²の総UV(EIT Inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和)で典型的に操作される、項目45に記載の方法である。

10

【0162】

項目47は、アクリレートベースポリマー、共重合した(II)型光架橋剤、共重合した水素供与性モノマー及び炭化水素粘着付与性樹脂をメルト混合し、それによって、ホットメルト加工可能な放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体を形成するステップを含む、項目36~46のいずれか一項に記載の方法である。

【0163】

項目48は、接着剤テープ、好ましくは一面若しくは両面テープ又はラベルを製造するための、項目1~32のいずれか一項に記載の放射線架橋可能な感圧性接着剤前駆体の使用である。

20

【0164】

実施例

本発明は、以下の実施例によって更に例示される。これらの実施例は例示的な目的のためだけであり、添付の特許請求の範囲を限定していると意味されない。

【0165】

試験方法

別段に表示されていない限り、試験するより前に、全ての接着剤を12時間の間環境条件(23 \pm 2及び50% \pm 5%相対湿度)でコンディショニングした。代替で、実施例において示されている通り、接着剤を試験するより前に1週間空気循環オープン内にて70でエージングした。

30

【0166】

1. ステンレス鋼(stainless steel、SS)上での静的剪断強度

静的剪断強度試験方法は、テープ及び基材の表面と平行に適用させた一定荷重下で付着したままであるための感圧性接着剤テープの能力を決定する。この試験はASTM D3654に従って実施した。

【0167】

50mm \times 125mmの寸法(及び1.1mmの最小厚さ)を有するブライトアニール仕上げ(Specification ASTM A666に従う)を用いるステンレス鋼パネル上で、静的剪断強度を測定した。使用より前に、リントフリーのティッシュペーパーを用いて最初にメチルエチルケトン(methyl ethyl ketone、MEK)の通過でパネルを拭くことによって、続いてn-ヘプタンで拭くこと及び最終的にメチルエチルケトン(MEK)での別の通過によって、ステンレス鋼パネルを清浄した。溶媒の通過ごとにパネルを拭くことを常に乾燥まで行った。

40

【0168】

平行面に、刃の間隔が1インチ(2.54cm)である2つの片刃のかみそり刃を保持する標本カッターを使用することによって、1インチ(2.54cm)幅のストリップの接着剤をテープから切断した。次いで、接着性ストリップを清浄なステンレス鋼パネル上に置き、ステンレス鋼パネルの1インチ \times 1インチ(2.54cm \times 2.54cm)の面積を覆った。次いで、手持ち式のゴム被覆2kgハンドローラーを使用して10mm \pm 0.4mm/sの近似速度で、接着性ストリップを各方向に2回圧延した。この試験を

50

20分の滞留時間後に実施した。室温での静的剪断試験のために、1kg重量を静的荷重として使用し、試験試料を環境条件(23 ± 2 °C 及び50% ± 5%相対湿度)で空調部屋の中の自動計時器具上に置いた。70 °Cでの静的剪断試験のために、500グラム重量を静的荷重として使用し、試験試料を70 °Cで空気循環オープン内の自動計時器具上に置いた。荷重が落ちた時間を記録した(分)。荷重が10000分後に落ちなかった場合、試験を中断し、結果を10000+として特定した。報告されているデータは、3つの測定の前平均である。

【0169】

2.180°ピール接着力

180°ピール接着力をASTM Designation: D3330 / D330M - 04に従って測定した。180°ピール接着力をステンレス鋼、ポリエチレン(polyethylene、PE)及びポリプロピレン(polypropylene、PP)の試験基材に対して測定した。ステンレス鋼パネルはブライトアニール仕上げ(Specification ASTM A666、Type 302又は304に従う)を有していた。PE試験パネルは、アルミニウムパネルと同様の寸法を有する13ミル厚の(330マイクロメートル)ポリエチレンフィルムを選択し、ポリエチレン(PE)ペレットから作製されたPEフィルムは、Eastman Chemical Co. (Kingsport, Tenn., USA)から「VORIDIAN POLYETHYLENE 1550P」の商品名で利用可能であり、接着性フィルムを有するPEフィルムをアルミニウムプレートに固定することによって作製されたPE被覆アルミニウムパネルであった。選択されたPEの試験表面は、別段に表示されていない限り、滑らかな表面側であった。PP試験パネルは、ROCHOLL GmbHからSIMONA DWSTの商品名で得られる非着色パネルであった。使用より前に、リントフリーのティッシュペーパーで最初にメチルエチルケトン(MEK)の通過を用いてパネルを拭くことによって、続いて、n-ヘプタンで拭くこと、及び最終的にメチルエチルケトン(MEK)を用いる別の通過によって、ステンレス鋼試験パネルを清浄した。溶媒の通過ごとにパネルを拭くことを常に乾燥まで行った。PPパネルをイソプロピルアルコール(isopropylalcohol、IPA)及び水の90/10混合物で1回清浄した。PE被覆アルミニウムパネルは清浄しなかった。

【0170】

環境条件(23 ± 2 °C 及び50% ± 5%相対湿度)で設定された気候部屋において、接着剤の平行面に2つの片刃かみそり刃を保持する標本カッターを使用して、およそ300mmの長さを有する1インチ(2.54cm)幅の接着性ストリップを、コンディショニング試料から切断した。このストリップを(清浄された)試験パネル上に圧力を用いずに置き、この後に、2kgの手持ち式のゴム被覆ローラーを使用して10 ± 0.5mm/sの速度で、各方向における2回の通過を用いて、ストリップを試験パネル上に固定した。気候部屋における20分の滞留時間後、FP-2255 Peel Tester (Thwing-Albert Instrument Company製)を使用して、180°ピール試験を実施した。接着性ストリップを300mm/minの速度で引っ張った。1例ごとに3つの測定を行い、平均をN/インチで記録した。

【0171】

3.90°ピール接着力

90°ピール試験をTest Method, Finat No. 2, 8th edition 2009に従って行った。

【0172】

感圧性接着剤フィルムを、試験するより前に、50µm厚のPETバックリング(3Mから利用可能な、プライマーP94でプライムされたHostaphan RN 50として市販されている)上に積層した。

【0173】

1インチ(2.54mm)の幅及び少なくとも120mmの長さを有する接着性ストリップを機械方向に切断した。ライナーの除去後、軽い指圧を使用して、試験ストリップを

清浄試験パネル上に置いた。標準的 F I N A T 試験ローラー（重量 2 k g ）を用いて 1 秒当たりおよそ 1 0 m m の速度で試験試料を 4 回延伸することで、接着剤塊と表面との間に密接な接触を得た。試験試料を、試験するより前に、2 4 時間の間周囲室温（2 3 + / - 2 、 5 0 % 相対湿度 + / - 5 % ）で滞留させておいた。

【 0 1 7 4 】

ピール試験をするため、試験試料を、第 1 のステップにおいて、Z w i c k 引張試験器（Z w i c k / R o e l l G m b H , U l m , G e r m a n y から市販されている M o d e l Z 0 2 0 ）のより低い可動ジョーにクランプした。感圧性接着剤フィルムストリップを 9 0 ° の角度で折り曲げ、それらの自由端部を、9 0 ° 測定のために一般に利用される立体配置で引張試験器の上部ジョーに掴ませた。引張試験器を 1 分のジョー分離速度当たり 3 0 0 m m で設定した。試験結果を 1 インチ当たりのニュートン（N / i n ）で表した。引用されているピール値は、3 つの 9 0 ° ピール測定の平均である。

10

【 0 1 7 5 】

4 . 分子量

A S T M D 2 8 5 7 に従ってインヘレント粘度を測定することによって、アクリレートベースポリマー及び架橋剤の分子量を決定した。酢酸エチル中のベースポリマー又は架橋剤の 0 . 3 g / d l の溶液にて、2 5 ° で、C a n o n F e n s k e 粘度計を使用して、インヘレント粘度を測定した。インヘレント粘度の値は、d l / g で表されている。

。

【表1】

材料のリスト

名称	記載	供給元
NNDMA	N, N-ジメチルアクリルアミド	TGI
DMAEMA	N, N-ジメチルアミノエチルメタクリレート	Evonik
DMAEAA	N, N-ジメチルアミノ-プロピルアクリルアミド	KOHJIN
ビニルアセトアミド		Polysciences
NVP	N-ビニルピロリドン	ISP
ACMO	アクリロイルモルホリン	KOHJIN
アクリルアミド		TGI
2PHA	2プロピルヘプチルアクリレート	BASF
DMAEA	N, N-ジメチルアミノエチルアクリレート	Evonik
IOA	イソオクチルアクリレート	3M
AA	アクリル酸	BASF
ABP	4-アクリロキシベンゾフェノン	3M
AEBP	パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン	3M
Vazo 601	ジメチル-2, 2'-アゾビスイソブチレート	和光純薬有限 会社GmbH
エチルアセテート		DOW
ヘプタン		Exxon
IOTG	イソオクチルチオグリコレート	Arkema
Irgacure 651	2, 2-ジメトキシ-1, 2-ジフェニルエタン-1-オン	BASF
C18アクリレート	国際公開第2011/119363号、実施例GM4に従って調製された、 ゲルベアルコールから誘導されたアクリレート	
ビスアミド	1, 1'-(1, 3-フェニレンジカルボニル)-ビス-(2- メチルアジリジン)CAS番号7652-64-4	
Foral (商標) 85E	高度に水素化された精製ガムロジンのグリセロールエステル	Eastman
Regalite (商標) R9100	炭化水素樹脂、石油化学原料から誘導された部分的に 水素化された無色透明の不活性熱可塑性樹脂	Eastmann
Regalite (商標) R7100	炭化水素樹脂、石油化学原料から誘導された部分的に 水素化された無色透明の不活性熱可塑性樹脂。	Eastmann
Regalite (商標) R1100	炭化水素樹脂、石油化学原料から誘導された 低分子量の完全に水素化された無色透明の不活性熱可塑性樹脂	Eastmann
Piccotac 8090E	芳香族変性脂肪族炭化水素樹脂	Eastmann
Escorez (商標) 1102	脂肪族炭化水素樹脂	ExxonMobil
Escorez (商標) 1310LC	狭い分子量分布を有するプレミアム脂肪族炭化水素樹脂	ExxonMobil
Escorez (商標) 2173	狭い分子量の芳香族変性脂肪族炭化水素樹脂	ExxonMobil
Escorez (商標) 2203LC	狭い分子量分布を有するプレミアム芳香族変性脂肪族 炭化水素樹脂	ExxonMobil
Pinerez (商標) 2394E	ロジンエステル	Lawter
Pineclear (商標) 2498E	ロジンエステル	Lawter
Komotac (商標) KH85	ロジンエステル	Komo

【0176】

調製実施例 B 0 ~ B 1 8

アクリレートベースポリマー

実施例及び比較例において使用されるアクリレートベースポリマーの組成物は、下の表1に提供されている。

【0177】

10

20

30

40

50

溶液重合

酢酸エチル/ヘプタン(典型的には85/15の比で)の溶媒混合物中における溶液重合により、45%の固体で、アクリレートベースポリマーB0からB16を生成した。アクリレートモノマーを、任意選択のアクリル酸、共重合性(II)型光架橋剤及び/又は水素供与性モノマー(表1に示されている通り)とともに、溶媒混合物中に溶解させ、重合させておいた。重合をアゾ開始剤(Vazo 601;モノマーに基づいて0.2重量%)によって開始し、混合物を一定攪拌下にて20時間の間60 で重合した。重合後、インヘレント粘度を上記で概説されている方法に従って測定した。アクリレートベースポリマーの組成物は、表1に提供されている。

【0178】

ベースポリマーB17の調製:ホットメルト

アクリレートベースポリマーB17を、米国特許第6,294,249号(Hamerら)に記載されている通りのエチレン酢酸ビニルフィルムパウチ中に封止されているUV光下でバルク重合した。Evansville, INのPliant Corp.からのVA-24として市販されている、2.5ミル(51マイクロメートル)厚のエチレン酢酸ビニルの2つのシートを、側方縁部及び底部上に熱封止することで、液状形形成、充填及び封止機械上で矩形パウチを形成する。パウチに、99.5部のIOA、0.5部のAA、0.20phrのIrgacure 651、0.10phrのABP及び0.04のIOTGを有する予備接着剤組成物を充填した。次いで、充填されたパッケージを、最上部に横断方向でモノマーを介して熱封止することで、25グラムの予備接着剤組成物を含有する、寸法が13.4cm×4.3cm×約0.4cm厚さである個々のパウチを形成した。パウチを、約16 ~ 32 に維持される水浴に入れ、紫外放射線(発光の約90パーセントが300~400ナノメートル(nm)であり、351nmのピーク発光を有するランプによって供給)に、4.55mW/cm²の強度で21分間曝露した。アクリレートベースポリマーB17のIVは、1.04であった。

10

20

【表 2】

表 1 : アクリレートベースポリマーの組成物 (100分の1の量)

ベースポリマー	IOA	C-18アクリレート	2-PHA	AA	DMAEMA	ABP	IV(dl/g)
B0	100.0	/	/	/	/	0.15	0.90
B1	80.0	20.0	/	/	/	0.15	0.86
B2	60.0	40.0	/	/	/	0.15	0.80
B3	80.0	/	20.0	/	/	0.15	0.81
B4	60.0	/	40.0	/	/	0.15	0.81
B5	40.0	/	60.0	/	/	0.15	0.87
B6	99.5	/	/	0.5	/	0.10	0.92
B7	59.5	/	40.0	0.5	/	0.15	0.90
B8	59.5	/	40.0	0.5	/	/	0.91
B9	59.5	/	40.0	0.5	/	0.10	0.91
B10	59.5	40.0	/	0.5	/	0.15	0.77
B11	/	/	99.5	0.5	/	0.10	0.65
B12	59.3	40.0	/	0.5	0.2	0.10	0.90
B13	59.0	40.0	/	0.5	0.5	0.10	0.84
B14	39.5	/	60.0	0.5	/	0.10	0.86
B15	100.0	/	/	/	/	0.05	0.89
B16	100.0	/	/	/	/	/	1.01
B17*	99.5	/	/	0.5	/	0.10	1.04
B18	96	/	/	4	/	0.10	0.89

* : ホットメルト

【0179】

調製実施例XL1~XL9

架橋ポリマー

酢酸エチル中の溶液重合により、45%の固体で、実施例のために使用される架橋性ポリマーを生成した。そのため、別段に注記されていない限り、アクリレートモノマー、水素供与性モノマー及びAEBPを、酢酸エチル中に溶解させた。重合をアゾ開始剤(Vazo 601)によって開始し、重合を一定攪拌下にて20時間の間60で行った。そのように形成された架橋性ポリマー溶液を、溶液から調製された実施例のために、そのまま使用した。ホットメルト実験のために、溶媒を取り除いた。ポリマー性架橋剤の組成物及びそれらのIVを表2に表す。

10

20

30

【表 3】

表 2：架橋性ポリマーの組成物

架橋性ポリマー	IOA	水素供与性モノマー		AEBP	IV
		型	量		
XL1	90	DMAEA	5	5	0.4(**)
XL2	90	DMAEA	5	5	0.52
XL3	90	DMAEMA	5	5	0.4(**)
XL4	90	DMAEMA	5	5	0.69
XL5	90	NNDMA	5	5	0.55
XL6	90	DMAEAA	5	5	0.56
XL7	90	ビニルアセトアミド	5	5	0.58
XL8	90	NVP	5	5	0.55
XL9	90	ACMO	5	5	0.49

注記：(**)は、0.02部のIOTG連鎖移動剤を用いて65℃で作製した

【0180】

接着剤層を作製するための手順

溶液加工

溶液加工方法において、アクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー及び粘着付与剤を含む溶媒ベースの混合物を、75µmの厚さを有する白色の両面シリコン化紙ライナー(Mondi Akrosil, USAから利用可能)上にナイフコーティングすることによって、接着剤層を作製した。コーティングを室温で6分の間乾燥させ、続いて、85で7分の間乾燥させた。乾燥接着剤層の厚さは、実施例において記録されている通りに変動する。中圧水銀ランプ(TCS Technologiesから利用可能)を使用して、乾燥コーティングに150~1200mJ/cm²の総UV(EIT Inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和)を照射した。硬化した後、接着剤を50µm厚のPETライナー上に積層した。上記の試験方法に示されている通り接着剤特性(180°ピール及び静的剪断)を測定するために、ライナー側を常に使用した。

【0181】

ホットメルト加工

ホットメルト加工方法において、アクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー及び粘着付与剤のホットメルト化合物を、Werner & Pfleiderer (Stuttgart, Germany)からの二軸押出機内にて160及び320rpmのスクリー速度で実行した。ホットメルトコーティングそれ自体は、回転式ロッドダイを使用して行った。接着剤層の厚さは実施例に示されている。コーティングされた接着剤を、150~1200mJ/cm²の総UV(EIT Inc.からのPower Puckで測定された、UV-A、UV-B及びUV-Cの和)で、中圧水銀ランプ(TCS Technologiesから利用可能)下にて、オフラインで硬化した。使用されたライナーは、両側がシリコン化されている(Mondi Akrosil, Wisconsin, USAから利用可能)とともに75µmの厚さを有する紙ライナーであった。

【0182】

硬化した後、接着剤を50µm厚のPETライナー上に積層した。接着剤特性(上記の試験方法に示されている通りの180°ピール及び静的剪断)を測定するため、ライナー側を常に使用した。

【0183】

実施例1~7並びに比較例C-1及びC-2

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例 1 ~ 8 並びに比較例 C - 1 及び C - 2 を溶液から調製した。アクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー及び粘着付与剤を溶液中でブレンドし（表 3 に示される通りの量で）、次いで、上記で概説されている通りの接着剤層を作製する一般的手順に従ってコーティング及び硬化した。接着剤層のコーティング厚さは $50 \mu\text{m} + / - 2 \mu\text{m}$ であった。すでに記載されている通りの静的剪断及び 180° ピール測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 4 に示す。

【表 4】

表 3 実施例 1 ~ 7 並びに比較例 C - 1 及び C - 2 の組成物

実施例番号	ベースポリマー		架橋性ポリマー		粘着付与剤	
	型	部	型	部	型	部
1	B0	100	XL1	4.0	Regalite R7100	60
2	B0	100	XL3	4.0	Regalite R7100	60
3	B0	100	XL1	3.6	Regalite R7100	80
4	B0	100	XL1	3.6	Regalite R9100	80
5	B3	100	XL3	3.6	Regalite R7100	80
6	B4	100	XL3	3.6	Regalite R9100	80
7	B5	100	XL3	3.6	Regalite R9100	80
C-1	B0	100	XL1	3.2	Foral 85E	60
C-2	B0	100	XL1	4.5	Foral 85E	80

10

20

【表 5】

表 4 実施例 1 ~ 8 並びに比較例 C - 1 及び C - 2 の接着剤特性

実施例番号	180° ピール接着力(N/インチ)			静的剪断70°C(分) ステンレス鋼
	ステンレス鋼	ポリエチレン (滑らか)	ポリプロピレン	
1	28.0	13.4	26.4	10000+
1-aged ⁽¹⁾	30.6	16.8	NA	10000+
2	27.5	12.8	26.2	10000+
2-aged ⁽¹⁾	30.6	15.6	NA	10000+
3	31.6	12.0	NA	430
4	17.9	10.7	NA	10000+
5	31.0	13.3	29.5	10000+
6	29.4	16.3	28.5	10000+
7	29.2	17.3	27.8	10000+
C-1	17.6	7.7	NA	59
C-2	21.6	11.2	NA	29

30

40

注記：aged⁽¹⁾は、1週間70°Cでエージングしたことを意味する

【0184】

実施例 8 ~ 12

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例 8 ~ 12 を溶液から調製したアクリレートベースポリマー、架橋性ポリマー及び粘着付与剤

50

を溶液中でブレンドし（表 5 に示される通りの量で）、次いで、上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的な手順に従ってコーティング及び硬化した。接着剤組成物のコーティング厚さは $50 \mu\text{m} + / - 2 \mu\text{m}$ であった。すでに記載されている通りの静的剪断及び 180° ピール測定のために、試験片を調製した。

【 0 1 8 5 】

接着剤を、環境条件でコンディショニングされた後（「当初」と称される）に試験した。1週間空気循環オープン内にて 70°C でエージングした（「1週 70°C 」と称される）後にも、接着剤を試験した。試験結果を表 6 に示す。

【表 6】

10

表 5 実施例 9～13 において使用された接着剤の組成物

実施例番号	ベースポリマー		架橋性ポリマー		粘着付与剤	
	型	部	型	部	型	部
8	B1	100	XL3	3.6	Regalite R7100	80
9	B1	100	XL3	4.5	Regalite R7100	80
10	B1	100	XL3	3.6	Regalite R9100	80
11	B2	100	XL3	3.6	Regalite R9100	80
12	B2	100	XL3	5.0	Regalite R9100	100

20

【表 7】

表 6 実施例 8～12 からの接着剤の特性

実施例	180° ピール接着力 (N/インチ)				静的剪断 70°C (分)	
	ステンレス鋼		ポリエチレン(滑らか)		ステンレス鋼	
	当初	1週 70°C	当初	1週 70°C	当初	1週 70°C
8	28.8	NA	15.5	NA	8830	NA
9	32.1	30.4	16.0	16.3	10000+	10000+
10	23.8	26.8	14.8	16.6	10000+	10000+
11	24.7	NA	15.0	NA	10000+	NA
12	26.7	30.9	17.9	17.5	10000+	10000+

30

【 0 1 8 6 】

実施例 13～17

実施例 13～17 において、接着剤層の厚さの影響を評価した。上記に示される通りの接着剤層を作製するための手順に従って、接着剤配合物を溶液から調製した。表 7 に示されている通りの 100 部のアクリレートベースポリマー B0 又は B6、60 部の Regalite（登録商標）R7100 粘着付与剤、及び表 7 に示される通りの量の架橋性ポリマー XL1 を含有するブレンドから、接着剤を調製した。すでに記載されている通りの静的剪断及び 180° ピール測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 7 に示す。

40

【表 8】

表 7 異なる厚さを有するテープの評価

実施例	接着剤層の厚さ	ベースポリマー	架橋性ポリマー		180°ピール接着力SS (N/インチ)	180°ピール接着力PE (滑らか) (N/インチ)	静的剪断 @70°CSS ; 500g(分)	静的剪断 @RTSS ; 1kg(分)
			種類	部				
13	50 μm	B0	XL1	3.2	NA	13.4	10000+	10000+
14	75 μm	B0	XL1	5.0	NA	14.5	10000+	4620
15	48 μm	B6	XL2	5.0	24.0	12.2	10000+	NA
16	75 μm	B6	XL2	5.0	27.6	15.6	10000+	NA
17	130 μm	B6	XL2	5.0	36.9	22.7	2542	10000+

NA : 利用可能でない (試験されず)

【0187】

実施例 18 及び比較例 C - 3

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例 19 及び比較例 C - 3 を溶液から調製した。100部のベースポリマー B6 (0.5部のアクリル酸を含有する)、60部の炭化水素粘着付与剤 Regalite (登録商標) R7100 及び5部の架橋性ポリマー XL2 を含有するブレンドから、実施例 18 を調製した。100部のベースポリマー B18 (4部のアクリル酸を含有する)、60部のロジンエステル Foral 85 及び5部の架橋剤 XL5 を含有するブレンドから、比較例 C - 3 を調製した。接着剤のコーティング厚さは 100 μm + / - 2 μm であった。すでに記載されている通りの静的剪断及び 180°ピール測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 8 に示す。

【表 9】

表 8

実施例番号	180°ピール接着力 (N/インチ)		静的剪断 @RTSS ; 1kg(分)
	ステンレス鋼 (SS)	ポリエチレン (滑らか)	
18	33.1	17.5	10000+
C-3	18.3	8.4	10000+

【0188】

実施例 19 ~ 24

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例 19 ~ 24 を溶液から調製した。100部のベースポリマー B6、60部の Regalite (登録商標) R7100 粘着付与剤及び表 9 に示される通りの様々な架橋性ポリマー 3部を含有するブレンドから、全ての接着剤を調製した。接着剤のコーティング厚さは 50 μm + / - 2 μm であった。すでに記載されている通りの静的剪断及び 180°ピール測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 9 に示す。

【表 10】

表9

実施例	架橋剤	SS上の180°ピール 接着力(N/インチ)	PE(滑らか)上の 180°ピール 接着力(N/インチ)	静的剪断@70°C SS ; 500g(分)
19	XL6	21.4	10.5	10000+
20	XL7	23.1	13.1	10000+
21	XL8	23.1	13.2	10000+
22	XL9	23.2	13.2	10000+
23	XL5	23.6	12.7	10000+
24	XL2	26.9	12.4	10000+

10

【0189】

実施例 25

上記で概説されている一般の手順に従ってホットメルト加工により、実施例 25 を調製した。そのため、100部のアクリレートベースポリマー B 17、3部の架橋性ポリマー XL 2 及び 60部の粘着付与剤 Regalite (登録商標) R 7 1 0 0 のブレンドを、二軸押出機内で化合し、次いで、上記で概説されている通りのホットメルト加工のための一般の手順に従ってホットメルトコーティングした。接着剤層の厚さは 50 μm + / - 2 μm であった。上記で概説されている一般の手順に従って、接着剤性能を試験した。試験結果を表 10 に示す。

20

【表 11】

表 10

実施例	SS上の90°ピール 接着力(N/インチ)	PE(滑らか)上の 90°ピール 接着力(N/インチ)	静的剪断@70°C SS ; 500g(分)
25	21.2	17.7	10000+

30

【0190】

実施例 25 ~ 31

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般の手順に従って、実施例 26 ~ 31 を溶液から調製した。100部のベースポリマー B 7 又は B 8、60又は80部の Regalite (登録商標) R 9 1 0 0 粘着付与剤及び5部の架橋性ポリマー XL 3 を含有するブレンドから、表 10 に示されている組成物を有する全ての接着剤を調製した。接着剤のコーティング厚さは表 10 に示す。すでに記載されている通りの 180°ピール接着力及び静的剪断測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 11 に示す。

40

【表 1 2】

表 1 1

実施例	コーティングの厚さ(μm)	ベースポリマー	粘着付与剤 R9100	180°ピール接着力SS (N/インチ)	180°ピール接着力PE (滑らか) (N/インチ)	静的剪断 @70°CSS ; 500g(分)
26	50+/-2	B7	80	22.3	12.9	10000+
27	77+/-2	B7	80	26.2	15.7	10000+
28	99+/-2	B7	80	31.4	18.9	5500
29	128+/-2	B7	80	36.7	26.1	2000
30	125+/-2	B8	60	NA	18.4	10000+
31	128+/-2	B8	80	NA	26.9	880

10

【0191】

実施例 3 2 ~ 3 9 及び比較実施例 C - 4 ~ C - 7

接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例 3 2 ~ 4 9 及び比較例 C - 4 ~ C - 7 を溶液から調製した。表 1 1 に示されている通り、1 0 0 部のベースポリマー B 1 0、2 部の架橋性ポリマー X L 4 を含有するブレンドから、全ての接着剤を調製した。実施例 3 5 ~ 4 2 は 6 0 部の炭化水素粘着付与剤を含有し、一方で比較例 C - 3 ~ C - 6 は、6 0 部のロジンエステル粘着付与剤を含有していた。接着剤のコーティング厚さは 5 0 μ m + / - 2 μ m であった。すでに記載されている通りの 1 8 0 ° ピール接着力及び静的剪断測定のために、試験片を調製した。試験結果を表 1 2 1 に示す。

20

【表 1 3】

表 1 2 : 異なる粘着付与剤の評価示す

実施例	粘着付与剤	180°ピール接着力SS (N/インチ)	180°ピール接着力PE (滑らか) (N/インチ)	180°ピール接着力PP (N/インチ)	静的剪断 @RTSS ; 1kg(分)
32	Regalite R7100	18.2	9.2	20.6	10000+
33	Regalite R9100	19.0	10.3	21.4	10000+
34	Regalite R1100	14.4	9.2	21.4	10000+
35	Piccotac 8090E	24.1	13.1	23.2	10000+
36	Escorez 1102	17.4	11.0	18.2	10000+
37	Escorez 1310LC	21.4	12.9	21.7	10000+
38	Escorez 2173	23.9	11.8	21.4	10000+
39	Escorez 2203LC	22.8	12.8	22.2	10000+
C-4	Foral 85E	12.5	5.9	13.3	1489
C-5	Pinerez 2394E	23.3	12.1	22.2	886
C-6	Pineclear 2498E	22.6	10.5	21.6	1110
C-7	Komotac KH85	14.6	7.8	15.3	1353

30

40

【0192】

実施例 4 0 ~ 4 5

一般的手順に従って、実施例 4 0 ~ 4 5 を溶液から調製した。表 1 2 に示されている通

50

りの様々なアクリレートベースポリマー100部、2部の架橋性ポリマーXL4及び80部の粘着付与剤Escorez 1310を含有するブレンドから、全ての接着剤を調製した。接着剤のコーティング厚さは約50 μ mであった。すでに記載されている通りの180°ピール接着力及び静的剪断測定のために、試験片を調製した。試験結果を表13に示す。

【表14】

表13

実施例	アクリレートベースポリマー	接着剤層の厚さ(μ m)	180°ピール接着力SS (N/インチ)	180°ピール接着力PE (滑らか) (N/インチ)	180°ピール接着力PP (N/インチ)	静的剪断 @RTSS ; 1kg(分)
40	B11	51	29.9	26.3	28.8	4760
41	B9	52	20.8	18.1	24.6	6186
42	B12	50	40.4	23.4	25.7	10000+
43	B13	50	36.1	24.7	35.7	10000+
44	B10	52	28.1	21.8	25.4	2453
45	B14	52	24.9	20.9	30.8	5265

10

20

【0193】

実施例46~49

実施例46~49において、上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、炭化水素粘着付与剤の混合物を有する接着剤組成物を溶液から調製した。100部のアクリレートベースポリマーB0、2.5部の架橋性ポリマーXL2、並びに粘着付与剤Regalite(登録商標)R7100及びR9100の混合物を含有するブレンドから、接着剤を調製した。接着剤のコーティング厚さは50 μ m+/-2 μ mであった。接着剤を、環境条件でコンディショニングされた後(「当初」と称される)及び1週間空気循環オープン内にて70でエージングした後(「1週70」と称される)に試験した。試験結果を表14に示す。

30

【表15】

表14 炭化水素粘着付与剤の混合物を有する接着剤配合物

実施例	粘着付与剤	180°ピール接着力 (N/インチ)		静的剪断 @70°CSS ; 500g(分)
		SS	PE(滑らか)	
46(当初)	50部のR7100+10部のR9100	22.6	11.3	10000+
46(1週70°C)		26.7	13.8	10000+
47(当初)	40部のR7100+20部のR9100	23.7	12.5	10000+
47(1週70°C)		24.7	14.0	10000+

40

【0194】

実施例48~50

実施例48~50は、アクリル酸モノマーを有しないアクリレート接着剤の性能を更に例示する。上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、接着剤組成物を溶液から調製した。接着剤の組成物は表15に示されている。接着剤の

50

コーティング厚さは50 μm + / - 2 μm であった。接着剤を、環境条件でコンディショニングされた後（「当初」と称される）及び1週の間空気循環オープン内にて70 で寝させた後（「1週70」と称される）に試験した。試験結果を表16に示す。

【表16】

表15 酸フリーの粘着付与アクリレート接着剤の組成物

実施例番号	ベースポリマー		架橋性ポリマー		粘着付与剤	
	型	部	型	部	型	部
48	B15	100	XL4	3.5	Regalite R7100	50
49	B15	100	XL2	6.0	Regalite R7100	50
50	B16	100	XL4	3.5	Regalite R7100	50

10

【表17】

表16 性能結果

実施例	180°ピール接着力(N/インチ)						静的剪断 70°C(分); SS	
	SS		PE(滑らか)		PP		当初	1週70°C
	当初	1週70°C	当初	1週70°C	当初	1週70°C		
48	27.4	NA	12.6	NA	NA	NA	10000+	NA
49	24.7	NA	11.9	NA	NA	NA	10000+	NA
50	27.6	NA	13.3	NA	NA	NA	10000+	NA

20

【0195】

実施例51並びに比較例C-8及びC-9

上記で概説されている通りの接着剤層を作製するための一般的手順に従って、実施例51並びに比較例C-8及びC-9を溶液から調製した。100部のアクリレートベースポリマーB6、60部のRegalite（登録商標）R7100粘着付与剤、及び表17に示される通りの架橋剤を含有するブレンドから、接着剤を調製した。接着剤のコーティング厚さは50 μm + / - 2 μm であった。すでに記載されている通りの180°ピール接着力及び静的剪断測定のために、試験片を調製した。試験結果を表17に示す。

30

【表18】

表17

実施例	架橋剤	XLの部	SS上の180°ピール接着力(N/インチ)	PE(滑らか)上の180°ピール接着力	静的剪断 @70°C、 SS(分)
51	架橋性ポリマー-XL2	5	24.0	12.2	10000+
C-8	NO	/	32.5	17.0	3.0
C-9	ビスアミド	0.18	32.0	17.1	4.0

40

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International application No
 PCT/US2015/065632

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C09J133/08 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09J		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 2 733 186 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 21 May 2014 (2014-05-21) abstract; claims 1-16 example b6; table 1 examples XL1-3; table 2 -----	1-15
X	US 5 686 504 A (ANG T LIEM [US]) 11 November 1997 (1997-11-11) abstract; claims 1-44 -----	1-15
X	WO 2012/044529 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]; SATRIJO ANDREW [US]; LEHMANN MEGAN P) 5 April 2012 (2012-04-05) abstract; claims 1-20 -----	1-15
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents :		*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
E earlier application or patent but published on or after the international filing date		*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		*&* document member of the same patent family
O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		
P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 22 January 2016		Date of mailing of the international search report 28/01/2016
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Bergmans, Koen

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2015/065632

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
EP 2733186	A1	21-05-2014	CN 104797671 A	22-07-2015
			EP 2733186 A1	21-05-2014
			EP 2920264 A1	23-09-2015
			KR 20150087293 A	29-07-2015
			US 2015291853 A1	15-10-2015
			WO 2014078118 A1	22-05-2014

US 5686504	A	11-11-1997	AU 5635796 A	29-11-1996
			CA 2220409 A1	14-11-1996
			EP 0824551 A1	25-02-1998
			US 5686504 A	11-11-1997
			WO 9635725 A1	14-11-1996

WO 2012044529	A1	05-04-2012	CN 103210048 A	17-07-2013
			EP 2622032 A1	07-08-2013
			JP 2013538922 A	17-10-2013
			US 2013184394 A1	18-07-2013
			WO 2012044529 A1	05-04-2012

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(74)代理人 100093665

弁理士 蛸谷 厚志

(74)代理人 100146466

弁理士 高橋 正俊

(74)代理人 100173107

弁理士 胡田 尚則

(72)発明者 フランソワ セー . ダーセ

ベルギー国, 1 8 3 1 ディーゲーム, ヘルメスラーン 7

(72)発明者 ステイン ドランダール

ベルギー国, 1 8 3 1 ディーゲーム, ヘルメスラーン 7

(72)発明者 ペトラ エム . シュテークマイヤー

ドイツ連邦共和国, 4 1 4 5 3 ノイス, カール - シュルツ - シュトラッセ 1

(72)発明者 ミシェル アー . フランケン

ベルギー国, 1 8 3 1 ディーゲーム, ヘルメスラーン 7

(72)発明者 ラヒット エム . アイトルハディ

ベルギー国, 1 8 3 1 ディーゲーム, ヘルメスラーン 7

Fターム(参考) 4J004 AA10 AB01 AB03 AB06 CA06 CB03 CC02 CE01 DB02 FA01
FA08

4J040 DF021 DF022 DF061 DF062 DN032 GA06 GA15 GA22 JA09 JB01
JB07 JB09 KA16 KA26