

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4987968号  
(P4987968)

(45) 発行日 平成24年8月1日(2012.8.1)

(24) 登録日 平成24年5月11日(2012.5.11)

|              |           |             |   |
|--------------|-----------|-------------|---|
| (51) Int.Cl. |           | F I         |   |
| C09J 133/04  | (2006.01) | C09J 133/04 |   |
| C09J 123/00  | (2006.01) | C09J 123/00 |   |
| C09J 123/08  | (2006.01) | C09J 123/08 |   |
| C09J 7/02    | (2006.01) | C09J 7/02   | Z |

請求項の数 14 (全 12 頁)

|               |                               |           |                                  |
|---------------|-------------------------------|-----------|----------------------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2009-509527 (P2009-509527)  | (73) 特許権者 | 510208712                        |
| (86) (22) 出願日 | 平成18年5月11日 (2006.5.11)        |           | ヘンケル・アーゲー・アンド・カンパニー              |
| (65) 公表番号     | 特表2009-536977 (P2009-536977A) |           | ・カーゲーアーアー                        |
| (43) 公表日      | 平成21年10月22日 (2009.10.22)      |           | ドイツ国40589デュッセルドルフ, ヘンケルシュトラッセ 67 |
| (86) 国際出願番号   | PCT/US2006/018275             | (74) 代理人  | 100140109                        |
| (87) 国際公開番号   | W02007/133199                 |           | 弁理士 小野 新次郎                       |
| (87) 国際公開日    | 平成19年11月22日 (2007.11.22)      | (74) 代理人  | 100089705                        |
| 審査請求日         | 平成21年5月8日 (2009.5.8)          |           | 弁理士 社本 一夫                        |
|               |                               | (74) 代理人  | 100075270                        |
|               |                               |           | 弁理士 小林 泰                         |
|               |                               | (74) 代理人  | 100080137                        |
|               |                               |           | 弁理士 千葉 昭男                        |
|               |                               | (74) 代理人  | 100096013                        |
|               |                               |           | 弁理士 富田 博行                        |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アクリルホットメルト接着剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光開始剤が共有結合したアクリルポリマーを50～80重量%、及び、半結晶性又は非晶性のポリオレフィンを含む放射線硬化性接着剤組成物。

【請求項 2】

粘着性付与剤をさらに含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

アクリルポリマーがC4～C8アルキルアクリレートを含む、請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

アクリルポリマーがUV硬化性であり、2-エチルヘキシルアクリレートを含む、請求項 3 に記載の組成物。

【請求項 5】

ポリオレフィンがエチレンコポリマーである、請求項 1～4 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 6】

エチレンコポリマーがエチレンビニルアセテート、エチレンn-ブチルアクリレート、又はそれらの組み合わせである、請求項 5 に記載の組成物。

【請求項 7】

粘着性付与樹脂が水素化ロジンエステル及びノ又はロジン酸である、請求項 2 に記載の組成物。

【請求項 8】

光開始剤がベンゾフェノン基を含み、ポリオレフィンがエチレンビニルアセテートを含む、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 9】

エチレンビニルアセテートが 28% のビニルアセテート含量を有する請求項 8 に記載の組成物。

【請求項 10】

多官能性アクリルモノマーをさらに含む請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の組成物。

10

【請求項 11】

UV 照射によって硬化されている請求項 1 ~ 10 の何れかに記載の組成物。

【請求項 12】

基材表面に接着される物品であって、その少なくとも一つの表面に請求項 11 に記載の組成物をコートした裏張り基材を含む物品。

【請求項 13】

テープである請求項 12 に記載の物品。

【請求項 14】

医療用テープである請求項 13 に記載の物品。

【発明の詳細な説明】

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の分野

本発明は放射線硬化性ホットメルト組成物及びその末端用途に関する。

発明の背景

感圧性接着剤 (PSA) 組成物は感圧性接着テープに使用され、この接着テープは裏張り材 (backing) 及び PSA 組成物を含む。

【0002】

放射線硬化性 PSA 組成物は UV 硬化性組成物を包含し、この UV 硬化性組成物は UV 硬化性ポリマー及び粘着性付与樹脂 (通常、炭化水素樹脂である) を含む。放射線硬化性 PSA 組成物は当業界で知られており、使用されている。UV 硬化性 PSA が知られている一方で、原料、特にそのような接着剤の製造に使用される必要があるアクリル樹脂は高価である。原料のコストは接着剤のコストを押し上げ、その接着剤を使用して作製される物品のコストを押し上げる。一方、過剰な粘着性付与剤が接着剤のコストを低減するために添加されており、接着剤を弱くし、UV 放射線を吸収する粘着性付与剤は有用な結合 (cohesive) 特性の損失をもたらす。

30

【0003】

有用な量の粘着性付与剤及び低減された量の高価なアクリル樹脂のみを使用して配合された放射線硬化性ホットメルトアクリル接着剤に対する需要が当業界に存在する。本発明は当業界のこの需要を解決する。

40

【0004】

発明の概要

本発明は、放射線硬化性接着剤組成物及び放射線硬化された接着剤を含む PSA 物品を提供する。

【0005】

本発明の一態様は、アクリルポリマー及びポリオレフィンコポリマーを含む放射線硬化性感圧性接着剤に関する。望まれるか必要な場合には粘着性付与樹脂及びノ又は光開始剤を含む。ポリオレフィンコポリマーが放射線硬化性接着剤組成物における添加物として使用できることが見出されたことは驚くべきことである。ポリオレフィンコポリマーは望ましい接着特性に求められるアクリル樹脂の量を低減する。

50

## 【 0 0 0 6 】

好ましいアクリルポリマーは、光反応性基に共有結合したアクリルコポリマーを含むUV硬化性アクリルポリマーである。特に好ましいUVアクリルコポリマーはC4～C8アルキルアクリレートを含み、側鎖ベンゾフェノン基を結合している。

## 【 0 0 0 7 】

本発明の別の態様は物品の基材に永久に接着する接着剤を含み、その物品を別の物品に取り外し可能に或いは剥離可能に取り付けるために使用されることができ、接着剤を含む製造物品に関する。本発明の物品はテープ類、ラベル転写フィルム類、などを包含し、パッケージング接着剤としても有用である。医療用プラスタ類、包帯類、テープ類などの皮膚に接着する物品も本発明に包含される。好ましくは、テープ類、転写フィルム類などの接着性物品であり、アクリルポリマー及びポリオレフィンを含む放射線硬化性接着剤を基材表面にコーティングし、その接着剤を硬化するに十分な時間塗布された接着剤を放射線エネルギーに曝露することによって調製される。一つの特に好ましい態様において、放射線硬化性接着剤はUV硬化性アクリルポリマー、EVA及び/又はEnBA及び粘着性付与剤を含む。一つの好ましい態様において、UV硬化性アクリルポリマーは共有結合されたベンゾフェノン基を含む2-エチルヘキシルアクリレートである。

10

## 【 0 0 0 8 】

発明の詳細な記述

放射線硬化性のアクリルポリマー類及びポリオレフィン類を使用して調製される接着剤組成物が、テープ類などの感圧性接着性物品の製造に利用できることが見出されている。UV透過性ポリオレフィンコポリマー類を使用することによって感圧性テープなどの接着性製品の製造に要求されるアクリル樹脂の量を低減できる。ポリオレフィン添加剤はUV吸収を妨げることがなく、接着特性の実質的な損失に寄与しない。ポリオレフィン添加剤を含む接着剤自体は高価ではない。その理由は、高価なアクリルポリマー類が本発明の配合物には少量の使用で済むからである。

20

## 【 0 0 0 9 】

以下に使用する「ホットメルト感圧性接着剤」又は「ホットメルト感圧性接着剤組成物」の用語は、紙、生地、プラスチックフィルムなどの基材に接着剤又は接着剤組成物を塗布することによって接着性テープ類、接着性シート類などの接着性商品を製造する際に、ホットメルトとして基材に塗布することによって基材上に感圧性接着剤又は感圧性接着剤組成物の層を形成することができる接着剤又は接着剤組成物を意味する。

30

## 【 0 0 1 0 】

本明細書で使用する「感圧性接着剤」の用語は、わずかな圧力をかけるとほとんどの物質に瞬間的に接着し、永続的に粘着性であり続ける粘弾性材料を指す。

本明細書で使用する「粘着性付与剤」の用語は、ホットメルト接着剤組成物に粘着性を付与するために使用される全ての組成物を意味する。ASTM D-1878-1Tは粘着性を「別の表面に接触すると直ちに測定可能な強度の結合を形成することを可能にする材料の性質」として定義している。

## 【 0 0 1 1 】

本明細書で使用する「放射線硬化性接着剤」の用語は、化学線及び/又はイオン化放射線に曝露すると硬化できる接着剤組成物を意味する。本明細書で使用する「放射線」の用語は、紫外線などの化学線の放射線、及び電子又は中性子、アルファ粒子などの高度に加速された核粒子の放射によって生成されたイオン化放射線を含む。

40

## 【 0 0 1 2 】

本発明の実施に有用な放射線硬化性接着剤は通常、ベース樹脂としてアクリルポリマー及びポリオレフィンを含む。本発明の企図する硬化性組成に応じて、本組成物はまた光開始剤及び/又は粘着性付与剤を含む。

## 【 0 0 1 3 】

使用できる光開始剤の例としては、以下のもの：  
ベンゾフェノン、ベンジルジメチルケタール、イソプロピルチオキサントン、ビス (2,6-

50

ジメトキシベンゾイル)(2,4,4-トリメチルペンチル)フォスフィンオキサイド、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノン、ジフェニル(2,4,6-トリメチルベンゾイル)ホスフィンオキサイド類、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ベンジル-2-(ジメチルアミノ)-1-4-(4-モルホリニル)フェニル-1-ブタノン、アルファ、アルファ-ジメトキシ-アルファ-フェニルアセトフェノン、2,2-ジエトキシアセトフェノン、2-メチル-1-4-(メチルチオ)フェニル-2-(4-モルフォリニル)-1-プロパノン、2-ヒドロキシ-1-4-(ヒドロキシエトキシ)フェニル-2-メチル-1-プロパノン

の内の一以上を挙げることができる。

【0014】

一つの好適な放射線硬化性接着剤は、ベース樹脂としてアクリルポリマーを含む。アクリルポリマー類の混合物又はブレンド物が本発明の実施において使用できる。望ましくは、アクリルポリマーは、望ましくは、光反応性基に結合してもよい(本明細書ではUV硬化性アクリルポリマーとして示す)。好ましいUV硬化性アクリルポリマーは、アクリルポリマー鎖に化学的に結合したポリマー化光反応性基、例えば変性ベンゾフェノン基、で変性されたアクリルポリマー主鎖分子を含む。このポリマーはUV照射によって光開始剤を励起することによって起こる化学的なグラフト化によって架橋される。

10

【0015】

特に好ましいUVアクリルコポリマー類は、C4～C8アルキルアクリレートを含み、側鎖ベンゾフェノン基がそこに結合している。そのようなUV硬化性ポリマー類はBASFからacResin(登録商標)UVの商品名で市販されている。これら材料は感圧性テープ類及びラベル類の製造に使用できる無溶媒の及び無水のアクリル原料である。これらポリマー類は室温で高粘度の液体であり、紙又はプラスチックキャリア上のコーティングプロセス用に十分な(約40Pa sの粘度)流体となるために約120～130の温度に加熱されなければならない。この温度でそれらは慣用のホットメルトコーティング系で裏張り基材又はキャリアに施すことができる。従ってそれらはホットメルトとして取り扱うことができる。キャリア上にコートされた後、そのポリマーフィルムはUV照射によって架橋されて求められている接着特性を生成する。

20

【0016】

特に好ましいUVアクリルコポリマーは2-エチルヘキシルアクリレートを含み、そこには側鎖ベンゾフェノン基が結合されている。そのようなUVアクリルコポリマー類はBASFからacResin(登録商標)A203UV及びacResin(登録商標)A204UVの商品名で市販されている。主成分としてブチルアクリレートを含んでいるBASFのacResin(登録商標)A258UV製品もまた、本発明の実施に使用することができる。

30

【0017】

他の有用なUV硬化性ポリマー類としては、例えば、BASFから市販されているDS3552Xが挙げられる。

本発明の接着剤は代表的には約50重量%～約80重量%のUV硬化性ポリマーを含む。

【0018】

UV硬化性ポリマー類に加えて、本発明の接着剤はポリオレフィンポリマーを含む。ポリオレフィン類は充填材として有利に使用することができ、このために、最終PSA配合物のコストを低減できることが見出されている。エチレンコポリマー類はアクリルホットメルトポリマー類と非常に相溶性が良いことが見出されており、これはアクリルポリマー類が非常に極性であることから驚くべきことである。

40

【0019】

そのようなポリマー類は、半結晶性又は非晶性のポリオレフィン類及びエチレン含有ポリマー類又はコポリマー類及びそれらのブレンド物を含む。好適な態様において、接着剤は少なくとも1つのエチレンコポリマーを含み、2以上のポリマー類のブレンド物を含んでもよい。本明細書で使用するようにエチレンコポリマーとの用語は、エチレンのホモポリマー類、コポリマー類及び三元又は多元ポリマー類を示す。エチレンコポリマー類の例としては、エチレンと共重合できる1以上の極性モノマー類、例えば、ビニルアセテート

50

又はモノカルボン類の他のビニルエステル類、アクリル酸もしくはメタクリル酸又はメタノール、エタノール又は他のアルコール類とそれらのエステル類など、を有するコポリマー類が挙げられる。エチレンビニルアセテート、エチレンメチルアクリレート、エチレンn-ブチルアクリレート、エチレンアクリル酸、エチレンメタクリレート、それらの混合物及びブレンド物などが挙げられる。他の例としては、ポリエチレン、エチレン/ -オレフィンインターポリマー類、ポリ(ブテン-1-コ-エチレン)、アタクチックポリプロピレン、低密度ポリエチレン、均質線状エチレン/ -オレフィンコポリマー類、エチレンn-ブチルアクリレートコポリマー類、エチレンビニルエステルコポリマー類などが挙げられるが、これらに限定されない。ランダム及びブロックコポリマー類並びにそれらのブレンド物は、本発明の実施において使用されることができる。本発明の接着剤は好ま

10

**【0020】**

ポリオレフィン類は、代表的には約50重量%以下の、より代表的には約10重量%~約30重量%の量で使用されてもよい。

本発明の接着剤配合物におけるポリオレフィンの使用によって良好な耐水性及び耐溶剤性が与えられ、UVに対する透明性が与えられるが、UV硬化メカニズムのフリーラジカル反応を阻害しない。よって、より厚いフィルムのより深い侵入と増大した硬化時間が本発明の接着剤を使用したときに得られる。加えて、アクリル樹脂及びポリオレフィンのブレンド物が、使用されるポリオレフィン非相溶性粘着性付与樹脂Kristalex F85などの使用を可能にすることが判明している。

20

**【0021】**

上述したように、ポリオレフィン類は慣用の粘着性付与剤のようにUV硬化メカニズムのフリーラジカル反応を阻害しない。加えて、ポリオレフィン類は慣用の粘着性付与剤よりも良好なUV硬化可能なアクリルポリマー類の結合強度(10~20重量%)を保持することが観察されている。さらに、ポリオレフィンの添加は粘度を有意に増大させない。

**【0022】**

本発明の接着剤はまた、好ましくは、相溶性の粘着性付与剤を含む。当業者に理解されているように、相溶性の粘着性付与剤は、接着剤ポリマー、例えば、アクリルポリマーと混合することができる粘着性付与剤を意味する。一つの好ましい態様において、粘着性付与剤はロジンベースの粘着性付与剤であり、より特定的には、ロジンエステル類、ロジン酸類及びそれらの水素化されたものである。例としては、Foral 85 (Eastman)、Pine Crystal KE 311 (Arakawa)、Staybelite Ester 10 (Hercules)、ポリビニルエーテル類(例えば、the Lutonal M40 grade (BASFから))、などが挙げられる。他の有用な粘着性付与剤としては、脂肪族及び芳香族の炭化水素樹脂類(例えば、約110 未満の軟化点を有するアルファメチルスチレン樹脂)などが挙げられる。例としては、Kristalex 3085 (Kristalex F85)、Eastman Chemicalから市販されている約85 の軟化点を有するアルファメチルスチレン樹脂、などが挙げられる。

30

**【0023】**

粘着性付与剤の量は通常約40重量%以下であり、より代表的には、より好ましくは、約30重量%~約20重量%である。

40

本発明の組成物は当業者に知られている他の添加剤を含んでもよい。これらの添加剤としては、顔料、充填材、蛍光添加剤、流動添加剤及びレベリング添加剤、湿潤剤、界面活性剤、消泡剤、レオロジー改質剤、安定剤、酸化防止剤などが挙げられるが、これらに限定されない。場合によって添加されてもよい他の添加剤としては、アクリレート又はメタクリレート官能基を含む不飽和オリゴマー類及び多官能性モノマー類、例えば、SR 295、SR 355、SR 350などのSartomerから入手できるもの、追加の光開始剤、などが挙げられる。好ましい添加剤は、関連する波長において明確な吸収を有しないものである。

**【0024】**

酸化防止剤は、代表的には、接着剤組成物の製造及び使用中の劣化から構成成分を保護

50

し長期間の熱安定性を確保するために添加されるが、これはポリマーの放射線硬化を阻害するものではない。

【0025】

酸化防止剤の組み合わせは、様々なポリマー類が供される異なる劣化のメカニズムがあるので、しばしばより効果的であるといえる。ある種のヒンダードフェノール類、有機金属化合物、芳香族アミン類、芳香族ホスファイト類及び硫黄化合物がこの目的のために有用である。これら材料の有効なタイプの例としては、フェノール酸化防止剤、チオ化合物、トリス(ノニレート化フェニル)フォスファイト類などが挙げられる。

【0026】

一般に、3重量%以下の1以上の酸化防止剤が接着剤組成物に含まれる。通常0~約3重量%、好ましくは約0.1重量%~約3重量%、より好ましくは約0.4重量%~約2.0重量%である。

【0027】

本発明の実施に使用されることができ代表的な酸化防止剤としては、例えば、1,3,5-トリメチル 2,4,6-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、ペンタエリスリチルテトラキス-3(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロピオネート、4,4'-メチレンビス(2,6-tert-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(6-tert-ブチル -o-クレゾール)、2,6-ジ-tert-ブチルフェノール、2-t-ブチル-6-(3-t-ブチル-2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェニルアクリレート、6-(4-ヒドロキシフェノキシ)-2,4-ビス(n-オクチルチオ)-1,2,5-トリアジン、ジ-n-オクタデシル 3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル ホスホネート、2-(n-オクチルチオ)エチル3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、ソルビトールヘキサ[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)-プロピオネート]などが挙げられる。このような化合物はCibaから市販されている。

【0028】

UV硬化性ポリマー、ポリオレフィン、望ましい場合には粘着性付与剤(並びに酸化防止剤などの他の望ましい成分)が約130~150の温度で、澄んだ混合物が形成されるまで共にブレンドされる。取り込まれた空気は真空を施して除去してもよい。

【0029】

紙、箔などのキャリア上に組成物をコーティングした後、UV照射に供する。UV光の作用下で、UV硬化性ポリマー中の光反応性基がポリマーの主鎖を架橋する。

UV波長を放出する慣用のHバルブ及び中圧水銀ランプが本発明の実施に使用できて、本発明の接着剤を硬化できる。

【0030】

本発明の感圧性接着剤は接着性物品の製造に有利に使用できる。接着性物品としては、例えば、産業用テープ類、転写フィルム類などが挙げられるが、これらに限定されない。片面及び両面テープ類、並びに支持及び非支持フリーフィルム類が本発明に包含される。同様に、制限無しで、ラベル類、デカル類、ネームプレート類、装飾材料、反射材料、再閉可能なファスナー類、盗難防止デバイス、偽造防止デバイスなどが挙げられる。

【0031】

一つの態様において接着性物品は第一及び第二の主要面を有する裏張り材の少なくとも一つの主要面上にコートされた接着剤を含む。有用な裏張り基材としては、例えば、発泡体、金属、ファブリック、ポリプロピレン、ポリアミド、ポリアエステルなどの様々なポリマーフィルム類などが挙げられるが、これらに限定されない。接着剤は裏張り材の一方又は両方の表面上に存在してもよい。接着剤が裏張り材の両面上にコートされる場合、各表面上の接着剤は同一のものですることも、異なるのものですることもできる。

【0032】

本発明の実施において使用できる裏張り材としては、例えば、金属箔類、金属化ポリヒル類、ポリテトラフルオロエチレン(TEFLON(登録商標))-タイプの材料又はその同等物を含む複合体ヒル類又は複合体フィルム類、ポリエーテルブロックアミドコポリマー類、ポリウレタン類、ポリビニリデンクロライド、ナイロン、シリコーンエラストマー

10

20

30

40

50

類、ゴムに基づくポリイソブチレンスチレン、スチレン - ブタジエンコポリマー類、スチレン - イソブレンコポリマー類、ポリエチレン、ポリエステル、感圧性接着性物品の分野で使用される他のそのような材料などが挙げられ、これらは変性されていても変性されていなくともよい。特に好ましいものは、ポリオレフィン類（例えば、ポリエチレン、ポリプロピレンなど）、ポリエステル類（例えば、ポリエチレンテレフタレートなど）などの熱可塑性ポリマー類である。ポリ塩化ビニルは、本発明の接着性物品の製造に使用するために特に好ましい裏張り基材である。

#### 【0033】

感圧性接着剤はまた、人間の皮膚に接着して湿った環境においても接着し続けるその他の製品ののための接着剤として、オストミーシール類、接着性テープ類及び包帯類、傷排液接着性シール類、傷ドレッシング類などの医療用途のための製品に有用である。

10

#### 【0034】

本発明の接着剤はまた、経皮的な施用における用途に適している。本発明の感圧性接着剤は、患者の皮膚に製品の治療学的有効量を輸送するために、例えば、皮膚の炎症を治癒するために、患者の皮膚にわたって薬物の治療学的有効量を輸送するために、設計された経皮的ドラッグデリバリーデバイスに組み込まれてもよい。経皮的との用語は、局所施用によって薬物を投与するための入口として皮膚を使用することを指す。局所施用された薬物は皮膚へと及び/又は皮膚を介して通る。こうして「経皮的」は、例えば、アクネの治療に、皮膚を通じて拡散し血流に入ることによって体系的に作用する薬物の局所的施用に使用される傷パッチなど、局所的に作用する、即ち、皮膚の表面で又は皮膚の内部で薬物の局所的施用を指すために広く使用される。

20

#### 【0035】

本発明を以下の例においてさらに説明するが、それら例は説明の目的のためであり、いかようにしても本発明の範囲を制限することを意図するものではない。

##### 実施例

以下の実施例において使用された試験方法は以下のように実施した。

#### 【0036】

##### UV硬化

接着性フィルムは中圧水銀アークランプを使用してI S T UV 硬化実験室ユニットを使用して硬化した。UVCドーズ量はEIT Power Puckを使用して測定し記録した。UVCは200 ~ 280 nmの領域である。ベンゾフェノン光開始剤基はこの領域にピーク吸光度を有する。

30

#### 【0037】

##### 剥離性

接着剤をChemsultants Hot melt laminator coaterを使用してシリコンライナー上に60グラム/平方メートルのフィルムとしてキャストした。硬化したフリーのフィルムを36 µm又は50 µmのPETの裏張りフィルムに移した。

#### 【0038】

特定の角度及び速度で標準ステンレス鋼パネルから感圧性テープを除去するのに求められる力として剥離接着力を測定した。求められる力はテープの25mm幅当たりのニュートンを単位として表現した。使用した装置は標準FINAT 2 Kg ゴム被覆ローラー及び標準Instron Tensile Testing Machineを含んだ。

40

#### 【0039】

以下の手順を採用した。

ステンレス鋼パネル(Afera steel (Rocholl GmbHから))を標準FINAT法どおりに洗浄した。このステンレス鋼パネルを使用する前に、それは、試験パネルの長さに沿って400-grit 防水性ウエット及びドライサンドペーパーで、その鋼パネル上を水が滑らかに流れるまで蛇口の下で研磨した。この後、それは水ですすがれ、乾燥され、酢酸エチルで洗浄され、少なくとも1時間気候調節室で調整された。

#### 【0040】

50

試験されるコーティングは、24 時間、23 ±2 及び50%±5%相対湿度(RH)で調整された。試験ストリップは25mm X 175 mmの寸法を有するように切り出した。

裏張り紙を各ストリップから剥がし、軽く指で押さえることで洗浄した試験板上に接着剤側を下にして置き、その後、およそ10mm / 秒の速度で標準2Kg FINAT試験ローラーで各方向に2度巻いた。ストリップを試験板に2分ごとに1つの割合で施した後、それらストリップを、第一の試験片が20分又は24時間のドエル (dwell) を有するまで放置した。

【0041】

Instronを300mm / 分のクロスヘッド速度に設定した。テープの自由端は180°の角度で2重に戻して、Instronの上側あご部にクランプ止めした。パネルの端部はInstronの下側あご部にクランプ止めした。試験ストリップはその後パネルから剥がされて剥離力をテープの25mm幅当たりのニュートン単位で記録した。

10

【0042】

接着モードの不良に関して得られた結果は以下のとおりに分類した。

A F : 接着不良又は容易剥離。試験片は残留物を残すことなく試験板から分離する。

C F : 結合力不良。接着剤フィルムは結合して分割し、試験片及び試験板上に残留物として残る。

【0043】

ブレンド実験

アクリル樹脂とポリオレフィンとを混合するために使用した一般的な方法は以下のとおりである。

20

【0044】

アクリルポリマーの90部の出発配合物をポリオレフィンの10部と混合し、この材料を、スパチュラを使用して手動で混合しながらオープン中で130 で加熱した。約1時間後、サンプルを取り出し、目視で検査し、それが混合したかどうかと清澄性を決定した。サンプルが光に対して透明である場合、「澄んでいる」として分類した。サンプルが白色化していた場合、オレフィンが混合しなかったと判断した。さらなる配合物は以下の表に定義したとおりに調製した。

【0045】

粘度測定

粘度の測定は規定温度でBrookfield DV-I Viscometerを使用して測定した。10gのサンプルを27番スピンドルと共に4rpmの速度設定で使用した。

30

【0046】

実施例1

ポリエチレン/ポリプロピレン リコセン (Licocene) コポリマー類 (Clarientによって供給) とA204アクリル樹脂との相溶性を異なる量比で試験した。目視観察結果と粘度データ (Brookfield Viscometerで27番スピンドルを使用して130 で測定した。) を表1に示す。

【0047】

【表1】

表1

40

| UV + オレフィン     | Wt %<br>オレフィン | 粘度<br>MPas @ 130°C | 観察結果  |
|----------------|---------------|--------------------|-------|
| A 204          |               | 49,000             |       |
| A 204 + PP1302 | 10            | 50,620             | 澄んでいる |
| A 204 + PP1302 | 20            | 46,500             | 澄んでいる |
| A 204 + PP1502 | 10            | 56,750             | 澄んでいる |

【0048】

これら結果は、粘度が10重量%の添加で変化しないことを示している。実施例はまた異なる系が良く混ざること示している。

50



## 実施例 2

様々な供給者（例えば、Arkema Inc.、ExxonMobil Chemicalsなど）から入手したポリエチレン/ビニルアセテートコポリマー（X（ビニルアセテートの%）-Y（メルトフローインデックス））とA204アクリル樹脂との相溶性が試験された。目視観察結果と粘度データ（Brookfield Viscometerで27番スピンドルを使用して130 で測定した。）を表2に示す。

【0049】

【表2】

表2

| オレフィン       | Wt % | 粘度<br>MPas @ 130°C |         |
|-------------|------|--------------------|---------|
| A 204       |      | 49,000             |         |
| EVA 28-2500 | 10   | 56,400             | やや曇っている |
| EVA 28-800  | 10   | 59,370             | やや曇っている |
| EVA 28-150  | 10   | 60,250             | 澄んでいる   |
| EVA 28-150  | 38   |                    | 澄んでいる   |
| EVA 28-50   | 10   | 62,250             | 澄んでいる   |

10

【0050】

これら結果は異なるメルトフローのEVAが相溶性であることを示している。

20

## 実施例 3

Arkema Inc.によって供給されたポリエチレン/アクリレート ロトリル（Lotryl）コポリマー類（X（アクリレートの%）-Y（メルトフローインデックス））とA204アクリル樹脂との相溶性が試験された。目視観察結果と粘度データ（Brookfield Viscometerで27番スピンドルを使用して130 で測定した。）を表3に示す。

【0051】

【表3】

表3

| オレフィン       | Wt% | MPas 130C | タイプ              | コメント  |
|-------------|-----|-----------|------------------|-------|
| ENBA 35-320 | 10  | 60,300    | PE/ブチルアクリレート     | 澄んでいる |
| ENBA 35-320 | 41  |           | PE/ブチルアクリレート     | 澄んでいる |
| ENBA 33-900 | 10  |           | PE/ブチルアクリレート     | 澄んでいる |
| ENBA 33-900 | 30  | 71,300    | PE/ブチルアクリレート     | 澄んでいる |
| EHA 37-175  | 10  | 62,250    | PE/エチルヘキシルアクリレート | 澄んでいる |
| EHA 37-550  | 10  | 58,870    | PE/エチルヘキシルアクリレート | 澄んでいる |
| EHA 37-550  | 40  |           | PE/エチルヘキシルアクリレート | 澄んでいる |

30

【0052】

## 実施例 4

ポリエチレンコポリマーとA204アクリル樹脂との相溶性が試験された。目視観察結果と粘度データ（Brookfield Viscometerで27番スピンドルを使用して130 で測定した。）を表4に示す。

40

【0053】

## 【表4】

表4

| オレフィン           | Wt% | MPas 130C | タイプ      | コメント  |
|-----------------|-----|-----------|----------|-------|
| Affinity GA1900 | 10  | 60,500    | PE/オクテン  | 澄んでいる |
| Affinity GA1950 | 10  | 62,000    | PE/オクテン  | 澄んでいる |
| Affinity GA1950 | 25  |           | PE/オクテン  | 澄んでいる |
| AC 8            | 10  | 52,870    | ポリエチレン   | 室温で白色 |
| AC 540          | 10  | 54,400    | PE/アクリル酸 | 澄んでいる |

## 【0054】

10

(AffinityはDow Chemicalによって提供され、AC製品はHoneywellによって提供されている。)

## 実施例5

様々なポリエチレンコポリマー類とA204アクリル樹脂とを含む接着剤サンプルをシリコンライナー上に60gsmでコートし、その後120 mJ/cm<sup>2</sup> UVCに曝露した。硬化フィルムをその後36ミクロンPETに移し、剥離接着値をステンレス鋼N/25mmで測定した。結果を表5に示す。

## 【0055】

## 【表5】

表5

20

| A204 Wt% | ポリオレフィン    | Wt % | 剥離 20分  | 剥離 24時間 |
|----------|------------|------|---------|---------|
| 90       | EVA 28-150 | 10   | 12.2 AF | 13.3 AF |
| 90       | 35BA320    | 10   | 12.0 AF | 12.7 AF |
| 90       | 37LH175    | 10   | 12.2 AF | 12.9 AF |
| 90       | 37LH550    | 10   | 11.3 AF | 12.8 AF |
| 90       | PP1302     | 10   | 12.8 AF | 17.5 AF |
| 85       | PP1302     | 15   | 10.7 AF | 15.8 AF |
| 97       | PP1302     | 3    | 11.0 AF | 12.0 AF |
| 100      |            | 0    | 9.6 AF  | 11.3 AF |

## 【0056】

30

このデータは、異なるポリオレフィン類がBASF樹脂A204の剥離接着値を低下させず、それらは主に充填材としてのみ作用することを示している。それらは全て同様に挙動する。

## 実施例6

様々なポリオレフィン類とA204樹脂とから接着剤配合物を調製し、それらをシリコンライナー上にChemsultants coaterで60gsmでコートし、その後、Hバルブを有するI S T U V 硬化実験室ユニットを使用して90 mJ/cm<sup>2</sup> UVCで硬化した。フリーなフィルムをその後50ミクロンPETに移し、ステンレス鋼上で試験した。結果を表6に示す。

## 【0057】

【表 6】

表 6

| A204<br>Wt% | ポリオレフィン             | Wt<br>% | 粘着性付与剤    | Wt % | 清澄性 | 剥離<br>20分 | 剥離<br>24時間 |
|-------------|---------------------|---------|-----------|------|-----|-----------|------------|
| 60%         | EnBA33-900          | 25      | Foral 85E | 15   | 薄黄色 | 26 CF     | 27CF       |
| 70%         | Licocene<br>PP 1302 | 20      | Foral 85E | 10   | 薄黄色 | 17 AF     | 21 AF      |
| 68%         | Licocene<br>PP 1302 | 17      | Foral 85E | 15   | 薄黄色 | 31 AF     | 37CF       |

10

## 【 0 0 5 8 】

これらの結果はポリオレフィン配合物が慣用の粘着性付与剤とブレンドできて、充填材が使用されていないかのような、代表的な接着力の結果を与えることができることを示している。

---

フロントページの続き

(74)代理人 100120754

弁理士 松田 豊治

(72)発明者 パラッツ, ピーター・ディー

イギリス国メイデンヘッド エスエル6 0エルディー, タプロウ, コーンウェイ・ロード 59

審査官 澤村 茂実

(56)参考文献 特表平07-502298(JP,A)

特表2004-517191(JP,A)

特開2001-354932(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 1/00-201/10