

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3932328号

(P3932328)

(45) 発行日 平成19年6月20日(2007.6.20)

(24) 登録日 平成19年3月30日(2007.3.30)

(51) Int. Cl.

F I

C O 9 J 7/02 (2006.01)  
 C O 9 J 4/02 (2006.01)  
 C O 9 J 133/00 (2006.01)  
 C O 9 J 163/00 (2006.01)  
 C O 9 J 175/04 (2006.01)

C O 9 J 7/02 Z  
 C O 9 J 4/02  
 C O 9 J 133/00  
 C O 9 J 163/00  
 C O 9 J 175/04

請求項の数 3 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-236148 (P2001-236148)  
 (22) 出願日 平成13年8月3日(2001.8.3)  
 (65) 公開番号 特開2003-49128 (P2003-49128A)  
 (43) 公開日 平成15年2月21日(2003.2.21)  
 審査請求日 平成16年4月1日(2004.4.1)

(73) 特許権者 000202350  
 綜研化学株式会社  
 東京都豊島区高田 3 丁目 2 9 番 5 号  
 (74) 代理人 100081994  
 弁理士 鈴木 俊一郎  
 (74) 代理人 100103218  
 弁理士 牧村 浩次  
 (74) 代理人 100107043  
 弁理士 高畑 ちより  
 (74) 代理人 100110917  
 弁理士 鈴木 亨  
 (72) 発明者 野村 明  
 埼玉県狭山市広瀬東 1 丁目 1 3 番 1 号 綜  
 研化学株式会社 研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学部材用アクリル系粘着シートの製造法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) (メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーと、該アクリル系モノマー 100 重量部に対して、(b) (メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とし、重量平均分子量が 50000 以上である高分子量ポリマーを 5 ~ 200 重量部と、必要により(c) (メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とし、重量平均分子量が 20000 以下であり、ガラス転移温度(Tg)が 20 以下である低Tg低分子量ポリマーを 10 ~ 200 重量部と、(d)光重合開始剤を 0.01 ~ 5 重量部と、(e)架橋剤を含有し、実質的に溶媒を含有しない組成物を支持体上に流涎し、該組成物に、

紫外線を、 $500 \sim 5000 (W/m^2)$  の条件で照射して、該組成物の重合反応率を  $0.01 \sim 10$  重量%とし、次いで、 $1$ 以上  $500$  未満  $(W/m^2)$  の条件で照射して、該組成物の重合率反応率を  $90 \sim 95$  重量%とし、さらに  $500 \sim 10000 (W/m^2)$  の条件で照射して、該重合物の重合反応率を  $99$  重量%以上となるように 3 段以上多段階に変化させて照射して該組成物を反応させることを特徴とする光学部材用アクリル系粘着シートの製造法。

【請求項 2】

上記(b) 高分子量ポリマーのガラス転移温度が  $-85 \sim 0$  の範囲内にあることを特徴とする請求項第 1 項記載の光学部材用アクリル系粘着シートの製造法。

【請求項 3】

上記(e)架橋剤が、多官能性エポキシ化合物および多官能性イソシアネート化合物より

10

20

なる群から選ばれる少なくとも一種の化合物であることを特徴とする請求項第1項記載の光学部材用アクリル系粘着シートの製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】

本発明は、実質的に溶剤を含有していないアクリル系粘着剤組成物を用いて光学部材用アクリル系粘着シートを製造する方法に関する。

【0002】

【従来技術】

従来から感圧接着剤としては、ゴム系接着剤および合成ゴムが使用されているが、これらの成分だけでは十分な接着強度が得られない。こうした感圧接着剤に有効な特性を付与するために、従来感圧接着剤には、ロジン酸誘導体に代表されるような粘着付与剤が添加されている。

【0003】

例えばアクリル系感圧接着剤の場合、(メタ)アクリルポリマーはそれ自身に粘着感があり、粘着付与剤を添加しなくとも耐熱性および耐候性の良好な感圧接着剤となりうるが、粘着付与剤を添加したものに比べ、常温での接着性、および、ポリオレフィン、自動車塗料面など低エネルギー表面への接着性に劣っている。このようなアクリル系感圧接着剤においても、粘着付与剤を添加することにより、有効な接着特性が付与されている。

【0004】

しかしながら、このような粘着付与剤の添加によってもたらされる接着特性の改善は、必ずしも満足できるものとはいえない。また、アクリル系感圧接着剤にこのような粘着付与剤を添加することによる問題もある。アクリル系感圧接着剤にロジン酸誘導体に代表されるような一般的な市販の粘着付与剤を添加すると、透明性や耐候性が低下することが多い。さらに、このような粘着付与剤がバルク重合反応時に存在する場合には、その構造により連鎖移動剤や反応停止剤として作用し、重合反応の阻害もしくは遅延を招来する虞がある。

【0005】

また、感圧接着剤に粘着付与剤としてアクリル系ポリマーを配合することが知られている。例えば特開昭54-3136号公報には、アクリル系ポリマーおよび粘着付与剤を含む感圧接着剤が開示されている。ここで使用されている粘着付与剤はビニル芳香族化合物と(メタ)アクリル酸エステルとを溶液重合させることにより得られるものであり、数平均分子量が500~3000であり、軟化点が40以下である。これに対して特開平1-139665号公報には、炭素数1~20のアルキル基およびシクロアルキル基を有する(メタ)アクリレート、遊離基適合性オレフィン酸(具体的にはアクリル酸など)、および、所望により他のエチレン性不飽和モノマーを重合させることにより得られた数平均分子量が3500以下であり、軟化点が40以上のポリマー型添加剤を含有する接着剤組成物の発明が開示されている。この公報には、ポリマー型添加剤は、乳化重合、濁懸重合、溶液重合、塊状重合のいずれによっても製造できると記載されている。また、この公報には、「このポリマー型添加剤は既知の方法、例えば混合またはブレンド法により接着剤組成物に添加して、添加物を接着剤組成物に均一に含有させる。添加物は好ましくはエマルジョン、または水性/有機溶剤組み合わせ溶質中の乳化液の形で粘着剤組成物に添加される。」と記載されている。

【0006】

しかしながら、この公報では、ポリマー型添加剤は、乳化重合あるいは溶液重合により製造されており、このように溶質に乳化分散あるいは溶解した状態で乳化重合あるいは溶液重合により調製された粘着剤に配合されている。

このように上記公報において、いずれも乳化重合あるいは溶液重合により得られた粘着剤およびポリマー型添加剤を使用しているのは、従来から反応溶媒を用いずにアクリル系単量体を重合できることは知られていたが(塊状重合)、こうした反応溶媒を用いずに行わ

10

20

30

40

50

れるアクリル系単量体の重合は、反応制御が極めて困難であり、一定の特性を有する重合体を選択的に製造することができなかつたからである。また、溶液重合あるいは乳化重合により製造された粘着剤およびポリマー型添加剤は、反応溶媒と共に混合することにより、容易に均一な組成物を製造することができるからに他ならない。

【0007】

ところが、こうした溶剤を含有する粘着剤組成物やエマルジョン型粘着剤組成物を使用して接着する際には、溶剤を除去する工程が必要になり、例えば蒸発潜熱の大きい水を使用した場合などにおいては、乾燥工程が非常に長くなる。また、有機溶媒を用いた場合には、気散する有機溶媒を捕捉するための装置も必要になり、また環境への影響も懸念されるという問題がある。

10

【0008】

一方、溶媒を使用せずに感圧接着剤を製造する方法として、特開昭50-87129号公報および特開昭50-102635号公報があり、これらの公報には、(メタ)アクリル酸アルキルエステルと、特定の極性基を有するビニル単量体との混合物に、これらの(共)重合体および重合開始剤を添加して得られた混合物を支持体シートに塗布し、加熱重合する感圧性接着テープの製造方法が開示されている。そして、特開昭50-87129号公報では、酸素の重合禁止作用により通常の重合開始剤では、重合が円滑に進まないために、レドックス型重合開始剤が使用されており、また特開昭50-102635号公報では、塗設された原料粘着剤組成物の上に離型性シートもしくはベルトを重ねて酸素との接触を断って熱重合反応させている。

20

【0009】

このようにして(メタ)アクリル酸アルキルエステルを溶媒として用い、ここにアクリル(共)重合体を配合することより、有機溶剤を使用せずに感圧接着性を有するテープを製造することができる。

しかしながら、上記公報に開示されている方法では、加熱重合により溶媒として使用したモノマーを重合していることから、空気中の酸素と接触する可能性の高い塗布層の表面部では、常に酸素との接触による反応停止の虞があり、層の厚さ方向において、均一に重合が進行しにくいという問題がある。また、ここで使用されるモノマーは、(共)重合体を溶解する必要があることから、溶質である(共)重合体と同一あるいは近似した組成を有している。従って、上記公報に記載されている方法で得られた粘着テープの粘着剤層は、

30

【0010】

また、特開平2-60981号公報には、アクリル酸アルキルエステルを主成分とするビニル系モノマーに光重合開始剤を添加した液状物を、基材に塗布又は含浸し、強度1~300W/m<sup>2</sup>の紫外線を照射して少なくとも90重量%を重合反応させ、次にその強度以上の紫外線を照射して重合反応を完結させる光学部材用アクリル系粘着シートの製造方法が開示されている。そして、この方法では、酸素による重合阻害及び重合遅延を防止するために、イナートガスパージを行う方法やポリエステルフィルムで表面をカバーして酸素との接触を防止する方法、または、脱酸素効果のある化合物を添加する方法などが開示されている。しかし、こうした方法では、溶存する酸素を完全に除去することはできない。

40

さらに、この公報に記載されている高分子量ポリマーを得る条件では、重合初期の段階において溶存する酸素の影響により重合が遅延される。そのために、重合反応時間(UV照射時間)が長くなり、生産性が低下するという問題がある。

【0011】

【発明の目的】

本発明は、光重合により、粘着力及び凝集力等の粘着性能に優れた光学部材用アクリル系粘着シートを製造する方法を提供することを目的としている。

【0012】

また、本発明は、特に光学部材の貼着に適した光学部材用アクリル系粘着シートを製造する方法を提供することを目的としている。

50

## 【0013】

本発明の光学部材用アクリル系粘着シートの製造法は、(a) (メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーと、該アクリル系モノマー100重量部に対して、(b) (メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とし、重量平均分子量が50000以上である高分子量ポリマーを5~200重量部と、

必要により(c) (メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とし、重量平均分子量が20000以下であり、ガラス転移温度(Tg)が20以下である低Tg低分子量ポリマーを10~200重量部と、

(d)光重合開始剤を0.01~5重量部と、

(e)架橋剤を含有し、実質的に溶媒を含有しない組成物を支持体上に流涎し、該組成物に、紫外線を、500~5000(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射して、該組成物の重合反応率を0.01~10重量%とし、次いで、1以上500未満(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射して、該組成物の重合率反応率を90~95重量%とし、さらに500~10000(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射して、該重合物の重合反応率を99重量%以上となるように3段以上多段階に変化させて照射して該組成物を反応させることを特徴としている。

10

## 【0014】

また、本発明の光学部材用アクリル系粘着シートは、支持体と、該支持体上に流涎された上記(a)~(e)成分を含有し実質的に溶媒を含有しない組成物に、紫外線を3段以上多段階に変化させて照射して該組成物を反応させた粘着剤層を有することを特徴としている。

本発明において、支持体上に流涎された上記組成物に、紫外線を3段以上多段階に変化させて照射するが、このとき照射される紫外線の強度を500~5000(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射した後、1以上500未満(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射し、次いで500~10000(W/m<sup>2</sup>)の条件で照射するというように、強、弱、強となるように紫外線照射エネルギーを調整することが好ましい。

20

## 【0015】

## 【発明の具体的説明】

次に本発明の光学部材用アクリル系粘着シートについて、その製造方法に沿って具体的に説明する。

本発明の光学部材用アクリル系粘着シートは

(a)アクリル系モノマーと、

(b)高分子量ポリマーと、

必要により(c)低Tg低分子量ポリマーと、

(d)光重合開始剤と、

(e)架橋剤とを含有し、実質的に溶媒を含有しない組成物を用いて支持体上で特定温度条件下に光重合することにより製造される。

30

## 【0016】

本発明で使用される(a)アクリル系モノマーは、(メタ)アクリル酸エステルを主成分とするモノマーである。

この(a) (メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーは、後述する特定の高分子量ポリマーおよび低分子量ポリマーを溶解もしくは分散すると共に、この(a)アクリル系モノマー自体が共重合して粘着剤を形成する。

40

## 【0017】

このような(a) (メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーの例としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸ペンチル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸-2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ドデシルのような(メタ)アクリル酸アルキルエステル；

シクロヘキシル(メタ)アクリレートのような(メタ)アクリル酸の脂環族アルコールとのエステル；

50

(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸ベンジルのような(メタ)アクリル酸アリアルエステルを挙げることができる。このような(メタ)アクリル酸エステルは単独であるいは組み合わせて使用することができる。

【0018】

本発明で使用される(a)(メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーは上記(メタ)アクリル酸エステルを主成分とするものであるが、さらに他のモノマーを含有していてもよい。本発明で使用することができる他のモノマーの例としては、

(メタ)アクリル酸、  
(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシエチル、(メタ)アクリル酸プロポキシエチル、(メタ)アクリル酸ブトキシエチル、  
(メタ)アクリル酸エトキシプロピルのような(メタ)アクリル酸アルコキシアルキル；  
(メタ)アクリル酸アルカリ金属塩などの塩；

エチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ポリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、プロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステルのような(ポリ)アルキレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル；

トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリル酸エステルのような多価(メタ)アクリル酸エステル；

(メタ)アクリロニトリル；酢酸ビニル；塩化ビニリデン；  
(メタ)アクリル酸-2-クロロエチルのようなハロゲン化ビニル化合物；  
(メタ)アクリル酸シクロヘキシルのような脂環式アルコールの(メタ)アクリル酸エステル；

2-ビニル-2-オキサゾリン、2-ビニル-5-メチル-2-オキサゾリン、2-イソプロペニル-2-オキサゾリンのようなオキサゾリン基含有重合性化合物；

(メタ)アクリロイルアジリジン、(メタ)アクリル酸-2-アジリジニルエチルのようなアジリジン基含有重合性化合物；

アリルグリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸-2-エチルグリシジルエーテルのようなエポキシ基含有ビニル単量体；

(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチル、アクリル酸-2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸とポリプロピレングリコールまたはポリエチレングリコールとのモノエステル、ラクトン類と(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチルとの付加物のようなヒドロキシル基含有ビニル化合物；

フッ素置換メタクリル酸アルキルエステル、フッ素置換アクリル酸アルキルエステル等の含フッ素ビニル単量体；

イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸のような不飽和カルボン酸(ただし(メタ)アクリル酸を除く)、これらの塩並びにこれらの(部分)エステル化合物および酸無水物；

2-クロロエチルビニルエーテル、モノクロロ酢酸ビニルのような反応性ハロゲン含有ビニル単量体；

メタクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、N-メトキシエチルメタクリルアミド、N-ブトキシメチルメタクリルアミドのようなアミド基含有ビニル単量体；

ビニルトリメトキシシラン、-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、アリルトリメトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルアリルアミン、2-メトキシエトキシトリメトキシシランのような有機ケイ素基含有ビニル化合物単量体；

その他、ビニル基を重合したモノマー末端にラジカル重合性ビニル基を有するマクロモノマー類等を挙げることができる。このような単量体は単独であるいは組み合わせて、上記(メタ)アクリル酸エステルと共重合させることができる。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 9 】

ただし、本発明において(a)アクリル系モノマーは、(メタ)アクリル酸エステルを主成分とするものであり、従って(メタ)アクリル酸エステルを50重量%以上、好ましくは70重量%以上、さらに好ましくは90重量%以上の量で含有している。

本発明で使用される(b)高分子量ポリマーは、(メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とし、重量平均分子量が50000以上、好ましくは100000~200000の範囲内にあるアクリル系ポリマーである。なお、本発明において重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィ(GPC)により求めた値である。

## 【 0 0 2 0 】

この(b)高分子量粘着性ポリマーは、(メタ)アクリル酸エステルを主成分とする重合性不飽和結合を有するモノマーを重合させることにより形成される。 10

本発明では、こうした(メタ)アクリル酸エステルとして、(メタ)アクリル酸と炭素数1~20のアルキル基を有するアルコールとの(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリル酸と炭素数3~14の脂環族アルコールとのエステル、(メタ)アクリル酸と炭素数6~14の芳香族アルコールとのエステルを用いることができる。

## 【 0 0 2 1 】

このような(メタ)アクリル酸エステルの例としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸ペンチル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸-2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ドデシルのような(メタ)アクリル酸アルキルエステル；シクロヘキシル(メタ)アクリレートのような(メタ)アクリル酸の脂環族アルコールとのエステル； 20

(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸ベンジルのような(メタ)アクリル酸アリールエステルを挙げることができる。このような(メタ)アクリル酸エステルは単独であるいは組み合わせて使用することができる。

## 【 0 0 2 2 】

本発明で使用される(b)高分子量ポリマーは、重合性不飽和結合を有するモノマーとして、上記(メタ)アクリル酸エステルを主成分として用いて調製される。従って、本発明で使用される(b)高分子量ポリマーは、上記のような(メタ)アクリル酸エステルから誘導される繰り返し単位((メタ)アクリル酸エステル成分単位)を、単量体換算で50重量%以上、好ましくは70重量%以上、さらに好ましくは90重量%以上の量で有している。 30

## 【 0 0 2 3 】

本発明で使用される(b)高分子量ポリマーは、上記の(メタ)アクリル酸エステル成分単位のほかに、(メタ)アクリル酸エステルと共重合可能な単量体から誘導される繰り返し単位を有していてもよい。

このような単量体の例としては、

(メタ)アクリル酸、  
(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシエチル、(メタ)アクリル酸プロポキシエチル、(メタ)アクリル酸ブトキシエチル、  
(メタ)アクリル酸エトキシプロピルのような(メタ)アクリル酸アルコキシアルキル；  
(メタ)アクリル酸アルカリ金属塩などの塩； 40

エチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ポリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、プロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステルのような(ポリ)アルキレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル；

トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリル酸エステルのような多価(メタ)アクリル 50

酸エステル；

(メタ)アクリロニトリル；酢酸ビニル；塩化ビニリデン；

(メタ)アクリル酸-2-クロロエチルのようなハロゲン化ビニル化合物；

2-ビニル-2-オキサゾリン、2-ビニル-5-メチル-2-オキサゾリン、2-イソプロペニル-2-オキサゾリンのようなオキサゾリン基含有重合性化合物；

(メタ)アクリロイルアジリジン、(メタ)アクリル酸-2-アジリジニルエチルのようなアジリジン基含有重合性化合物；

アリルグリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸-2-エチルグリシジルエーテルのようなエポキシ基含有ビニル単量体；

10

(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチル、アクリル酸-2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸とポリプロピレングリコールまたはポリエチレングリコールとのモノエステル、ラクトン類と(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチルとの付加物のようなヒドロキシル基含有ビニル化合物；

フッ素置換メタクリル酸アルキルエステル、フッ素置換アクリル酸アルキルエステル等の含フッ素ビニル単量体；

イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸のような不飽和カルボン酸(ただし(メタ)アクリル酸を除く)、これらの塩並びにこれらの(部分)エステル化合物および酸無水物；

2-クロロエチルビニルエーテル、モノクロ酢酸ビニルのような反応性ハロゲン含有ビニル単量体；

20

メタクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、N-メトキシエチルメタクリルアミド、N-ブトキシメチルメタクリルアミドのようなアミド基含有ビニル単量体；

ビニルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、アリルトリメトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルアリルアミン、2-メトキシエトキシトリメトキシシランのような有機ケイ素基含有ビニル化合物単量体；

その他、ビニル基を重合したモノマー末端にラジカル重合性ビニル基を有するマクロモノマー類等を挙げることができる。このような単量体は単独であるいは組み合わせて、上記(メタ)アクリル酸エステルと共重合させることができる。

#### 【0024】

30

本発明で使用される(b)高分子量ポリマーの例としては、ブチルアクリレート/2-エチルヘキシルアクリレート/アクリル酸/2-ヒドロキシエチルアクリレートの共重合体、2-エチルヘキシルアクリレート/アクリル酸/2-ヒドロキシエチルアクリレートなどの共重合体を挙げることができる。

この(b)高分子量ポリマーは、通常はガラス転移温度(Tg)を有しており、この(b)高分子量ポリマーのガラス転移温度(Tg)は、後述する高Tg低分子量ポリマーよりも高いガラス転移温度(Tg)を有している。すなわち、この(b)高分子量ポリマーのガラス転移温度(Tg)は、通常は $-85 \sim 0$ 、好ましくは $-85 \sim -5$ である。

#### 【0025】

この(b)高分子量ポリマーは、上記(a)アクリル系モノマー100重量部に対して、5~

40

200重量部、好ましくは10~150重量部の量で配合される。  
また、本発明が必要により使用される(c)低Tg低分子量ポリマーは、(メタ)アクリル酸エステル成分単位を主構成単位とするポリマーであり、その重量平均分子量が20000以下、好ましくは10000以下であり、特に10000~20000の範囲内にあり、このアクリル系ポリマーのガラス転移温度(Tg)は20以下、好ましくは $-85 \sim 0$ の範囲内にある。この(c)低Tg低分子量ポリマーの重量平均分子量が20000を超えると本発明の組成物を用いて得られる粘着テープにおける粘着剤層の応力緩和性に劣るものとなる。

上記のような(c)低Tg低分子量ポリマーは、(メタ)アクリル酸エステルは、(メタ)アクリル酸エステルを主成分とする重合性不飽和結合を有するモノマーを重合させることによ

50

り形成される。

【0026】

本発明では、こうした(メタ)アクリル酸エステルとして、(メタ)アクリル酸と炭素数1~20のアルキル基を有するアルコールとの(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリル酸と炭素数3~14の脂環族アルコールとのエステル、(メタ)アクリル酸と炭素数6~14の芳香族アルコールとのエステルを用いることができる。

【0027】

このような(メタ)アクリル酸エステルの例としては、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸ペンチル、(メタ)アクリル酸ヘキシル、(メタ)アクリル酸-2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ドデシルのような(メタ)アクリル酸アルキルエステル；シクロヘキシル(メタ)アクリレートのような(メタ)アクリル酸の脂環族アルコールとのエステル；

(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸ベンジルのような(メタ)アクリル酸アリールエステルを挙げることができる。このような(メタ)アクリル酸エステルは単独であるいは組み合わせて使用することができる。このような(メタ)アクリル酸エステルの中でも、本発明では好ましくは炭素数1~4のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステルおよび/または炭素数3~14の脂環族アルコールと(メタ)アクリル酸とのエステルおよび/またはベンジルアルコールとのエステルを使用する。

【0028】

本発明で使用される(c)低T<sub>g</sub>低分子量ポリマーは、重合性不飽和結合を有するモノマーとして、上記(メタ)アクリル酸エステルを主成分として用いて調製される。従って、本発明で使用される(c)低T<sub>g</sub>低分子量ポリマーは、上記のような(メタ)アクリル酸エステルから誘導される繰返し単位((メタ)アクリル酸エステル成分単位)を、単量体換算で50重量%以上、好ましくは70重量%以上、さらに好ましくは90重量%以上の量で有している。

【0029】

本発明で使用される(c)低T<sub>g</sub>低分子量ポリマーは、上記の(メタ)アクリル酸エステル成分単位のほかに、(メタ)アクリル酸エステルと共重合可能な単量体から誘導される繰返し単位を有していてもよい。

このような単量体の例としては、

(メタ)アクリル酸、

(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシエチル、(メタ)アクリル酸プロポキシエチル、(メタ)アクリル酸ブトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシプロピルのような(メタ)アクリル酸アルコキシアリル；

(メタ)アクリル酸アルカリ金属塩などの塩；

エチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ポリエチレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、プロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、ジプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル、トリプロピレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステルのような(ポリ)アルキレングリコールのジ(メタ)アクリル酸エステル；

トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリル酸エステルのような多価(メタ)アクリル酸エステル；

(メタ)アクリロニトリル；酢酸ビニル；塩化ビニリデン；

(メタ)アクリル酸-2-クロロエチルのようなハロゲン化ビニル化合物；

2-ビニル-2-オキサゾリン、2-ビニル-5-メチル-2-オキサゾリン、2-イソプロペニル-2-オキサゾリンのようなオキサゾリン基含有重合性化合物；

(メタ)アクリロイルアジリジン、(メタ)アクリル酸-2-アジリジニルエチルのような

10

20

30

40

50



アジリジン基含有重合性化合物；

アリルグリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸グリシジルエーテル、(メタ)アクリル酸-2-エチルグリシジルエーテルのようなエポキシ基含有ビニル単量体；

(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチル、アクリル酸-2-ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸とポリプロピレングリコールまたはポリエチレングリコールとのモノエステル、ラクトン類と(メタ)アクリル酸-2-ヒドロキシエチルとの付加物のようなヒドロキシル基含有ビニル化合物；

フッ素置換メタクリル酸アルキルエステル、フッ素置換アクリル酸アルキルエステル等の含フッ素ビニル単量体；

イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸のような不飽和カルボン酸(ただし(メタ)アクリル酸を除く)、これらの塩並びにこれらの(部分)エステル化合物および酸無水物；

2-クロルエチルビニルエーテル、モノクロ酢酸ビニルのような反応性ハロゲン含有ビニル単量体；

メタクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、N-メトキシエチルメタクリルアミド、N-ブトキシメチルメタクリルアミドのようなアミド基含有ビニル単量体；

ビニルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、アリルトリメトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルアリルアミン、2-メトキシエトキシトリメトキシシランのような有機ケイ素基含有ビニル化合物単量体；

その他、ビニル基を重合したモノマー末端にラジカル重合性ビニル基を有するマクロモノマー類等を挙げることができる。このような単量体は単独であるいは組み合わせて、上記(メタ)アクリル酸エステルと共重合させることができる。

#### 【0030】

通常の場合、この(c)低Tg低分子量ポリマーは、上記(a)アクリル系モノマー100重量部に対して、10~200重量部の量で使用され、好ましくは15~150重量部の量で使用される。このような(c)低Tg低分子量ポリマーを使用することにより、得られる光学部材用アクリル系粘着シートが優れた応力緩和性を有するようになり、貼着面積が大きくなっても貼着面外周部における貼着性能の低下が少ない。このような貼着面積が大きい場合において、貼着面の外周部における貼着性能に変化がないという特性は、液晶素子のような光学素子用の粘着シートとして特に重要性が高い。すなわち、例えば液晶素子では、透明基板の表面に偏光板が貼着されているが、液晶素子が大きくなるに従って透明基板と偏光板とが接着された終縁部における応力が大きくなるにつれて、偏光板のゆがみにより光が漏れ出す光抜けという現象が発生しやすくなる。このような内部応力は、(c)低Tg低分子量ポリマーを使用することにより効率よく緩和することができる。

#### 【0031】

本発明で使用される組成物は、上記の(a)成分と、(b)成分と、必要により(c)成分と、(d)光重合開始剤および(e)架橋剤とを含有する。

本発明で使用される(d)光重合開始剤は、光ラジカル重合開始剤および/または光カチオン重合開始剤であり、これらの例としては、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン[例えばチバガイギー社製、商品名：ダロキュアー2959]、 $\gamma$ -ヒドロキシ- $\gamma$ -ジメチルアセトフェノン[例えばチバガイギー社製、商品名：ダロキュアー1173]、メトキシアセトフェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトン[例えばチバガイギー社製、商品名：イルガキュアー651]、2-ヒドロキシ-2-シクロヘキシルアセトフェノン[チバガイギー社製、商品名：イルガキュアー184]などのアセトフェノン系光重合開始剤；ベンジルジメチルケタールなどのケタール系光重合開始剤；その他のハロゲン化ケトン、アシルフォスフィノキシド、アシルフォスファネートなどの光重合開始剤を挙げることができる。

#### 【0032】

この(d)光重合開始剤は、上記(a)アクリル系モノマー100重量部に対して、0.01~

10

20

30

40

50

5重量部、好ましくは0.01~3重量部、特に好ましくは0.05~2重量部の範囲内の量で配合される。

また、本発明で使用される組成物には、さらに(e)架橋剤を配合する。

本発明で使用される架橋剤は、(a)成分、(b)成分、場合により(c)成分が重合することにより形成される成分の間で架橋構造を形成し得る化合物である。

#### 【0033】

このような架橋剤の例としては、エポキシ基を有する化合物(多官能エポキシ化合物)、イソシアネート基を有する化合物(多官能イソシアネート化合物)を挙げることができる。具体的には、エポキシ基を有する化合物としては、ビスフェノールA、エピクロルヒドリン型のエポキシ系樹脂、エチレングリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、グリセリントリグリシジルエーテル、1,6-ヘキサンジオールグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、ジグリシジルアニリン、ジアミングリシジルアミン、N,N,N',N'-テトラグリシジル-m-キシリレンジアミンおよび1,3-ビス(N,N'-ジアミングリシジルアミノメチル)シクロヘキサンなどを挙げることができ、イソシアネート系化合物の例としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、水添キシリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、水添ジフェニルメタンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、ポリメチレンポリフェニルイソシアネートおよびこれらのトリメチロールプロパンなどのポリオールとのアダクト体を挙げることができる。

10

20

#### 【0034】

この架橋剤は、上記(a)アクリル系モノマー100重量部に対して、通常は0.01~5重量部、好ましくは0.01~3重量部の範囲内の量で配合される。

なお、上記重合開始剤、架橋剤を使用する場合、これらも実質的に溶媒を含有していないものであることが好ましい。

本発明のアクリル系粘着剤組成物には、さらに、紫外線吸収剤、酸化防止剤、シランカップリング剤、染料、顔料、重合禁止剤、安定剤などの添加剤が配合されていてもよい。

#### 【0035】

さらに、本発明で使用する組成物は、水、水性溶媒あるいは有機溶媒を実質的に含有しておらず、上記(b)成分、必要により(c)成分、(d)成分、(e)成分、さらに他の成分は、(a)アクリル系モノマー中に溶解もしくは分散している。

30

本発明で使用する組成物は、上記の(a)アクリル系モノマーと、(b)高分子量ポリマーと、必要により(c)低Tg低分子量ポリマーを10~200重量部と、(d)光重合開始剤と、(e)架橋剤と、さらに所望により他の成分とを混合することにより調製することができるが、上記ポリマーを調製する際に残存する未反応モノマーを(a)アクリル系モノマーとして使用することができる。すなわち、例えば上記(b)高分子量ポリマーを溶剤を使用せずに部分重合させて、この部分重合の際に未反応のモノマーを(a)成分として使用することができる。こうして部分重合により得られた反応物(アクリル系シロップ)は、所定量の高分子量ポリマーを含有するアクリル系モノマー溶液もしくは分散液である。次いで、得られたアクリル系モノマーの溶液もしくは分散液に、必要により(c)低Tg低分子量ポリマーと、(d)光重合開始剤と、(e)架橋剤と、さらに所望により他の成分とを加えて混合することにより本発明で使用する組成物を得ることができる。

40

#### 【0036】

上記のような組成を有する組成物は、上記(a)成分であるモノマー中に(b)成分、必要により(c)成分、(d)成分および(e)成分が溶解もしくは分散しており、所謂溶剤を実質的に含有していない。そして、上記組成を有する組成物について25における粘度を測定すると、通常は100~100000cps、好ましくは500~50000cpsの範囲内の粘度を示し、この組成物は粘稠な液体である。こうした粘度の液体は、通常の塗布装置を用いて支持体上に塗布可能である。

50

## 【0037】

次いで、上記のようにして調整した組成物を支持体上に塗布する。  
ここで使用される支持体としては、ポリオレフィンフィルム、ポリエステルフィルム、シリコン処理したポリエステルフィルムを挙げることができる。  
このような支持体表面に本発明のアクリル系粘着剤組成物を塗布する。この組成物の塗布厚は、0.001～0.1mmである。

## 【0038】

こうして支持体表面に塗布された組成物をこの支持体上で重合させる。  
本発明で使用される組成物（支持体表面に塗布された組成物）中には反応開始剤としてい  
(d)光重合開始剤が配合されており、この組成物に所定の光線を照射することにより、光  
重合が開始する。 10

しかしながら、本発明では単に光線を照射するだけではなく、紫外線の3段階以上の多段に分けて照射する。このように3段階以上多段階に分けて紫外線を照射することにより、支持体上の組成物の重合反応が急激に進行しにくく、得られる重合体の組成あるいは組成分布が均質になり、シート全体として特性にむらのない均質なシートを製造することができる。このときの紫外線の照射条件は、第1段目の光照射では、光の最大強度を通常は500～5000(W/m<sup>2</sup>)、好ましくは、500～3000(W/m<sup>2</sup>)に設定する。この第1段目において照射する紫外線の最大強度が下限値に満たないと、紫外線照射時間が長くなり、生産性が向上しないことがあり、また最大強度が上限値を超えると、多量の低分子量ポリマーの生成により粘着特性が著しく低下する。このような第1段目の紫外線照射時間は、通常は0.01～5秒間である。すなわち、この第1段目の紫外線照射では、塗布した組成物の重合反応率が、通常は0.01～10重量%、好ましくは、0.1～5重量%になるように紫外線照射条件を設定する。この第1段目の紫外線照射による重合反応率が上記下限値に満たない場合には溶存酸素の影響を排除して生産性を向上させるとい  
う効果が低くなり、また重合反応率が上限値を著しく超える場合には、粘着シートの粘着性能、特に耐熱性能が低下する。 20

## 【0039】

本発明において、第2段目の紫外線照射は、光の最大強度を、通常は1以上500未満(W/m<sup>2</sup>)、好ましくは、1～450(W/m<sup>2</sup>)に設定する。第2段目における紫外線の最大強度が下限値に満たないと、紫外線の照射時間が長くなり生産性が悪くなることがあり、紫外線の最大強度が上限値を逸脱して高いと、低分子量ポリマーが生成するために、高性能な粘着シートが得られないことがある。このような第2段目の紫外線照射時間は、通常は10～360秒間、好ましくは、10～300秒間である。すなわち、この第2段目の紫外線照射では、塗布した組成物の重合反応率が、通常は、90～95重量%の範囲内になるように紫外線照射条件を設定する。この第2段階における重合反応率が上記下限値に満たないと、第3段階の紫外線照射工程において生成する低分子量ポリマーの量が増加するために粘着性能、特に耐熱性能などが低下することがあり、また、重合反応率が上限値を逸脱して高くすると、紫外線照射時間が長くなり生産性が低下することがある。 30

## 【0040】

さらに、本発明において、第3段目の紫外線照射は、光の最大強度を、通常は500～10000(W/m<sup>2</sup>)、好ましくは、1000～5000(W/m<sup>2</sup>)に設定する。第3段目における紫外線の最大強度が下限値に満たないと、反応を完結するのに要する時間が長くなり、生産性が低下することがあり、紫外線の最大強度が上限値を逸脱して高いと、紫外線ランプからの輻射熱により、粘着剤表面および支持体が損傷を受ける危険性が高くなる。このような第3段目の紫外線照射時間は、通常は0.1～60秒間、好ましくは、1～30秒間である。すなわち、この第3段目の紫外線照射では、塗布した組成物の重合反応率が、通常は、99重量%以上、好ましくは99.5重量%以上になるように紫外線照射条件を設定する。この第3段目における重合反応率が下限値以下では、残存モノマーの存在により、凝集力などの粘着性能の低下するとともに臭気が強くなり実用的ではない。 40

## 【0041】

さらに、紫外線照射工程を第4段以上行う場合にも、上記の工程に準じてその照射条件を設定することができる。

なお、本発明において、紫外線照射時間の合計は、塗布層の厚さによっても異なるが、通常は10秒～10分間、好ましくは30秒～7分間である。

さらに、本発明においては、上記のように紫外線を照射して、組成物を重合させる際に、組成物の温度を0～10の範囲内に制御することが好ましい。重合反応温度を0よりも低くするためには高価な設備が必要となり、また、0を下回るような温度では照射時間も長くなり効率的ではない。また、温度が10を越えると、連鎖移動速度が増大するため、効率的に高分子量ポリマーを得ることができにくい。そして、上述のように、光重合反応を低温で、かつ少なくとも3段階に分けて光重合反応を行うことにより、重合反応が全くのランダムな状態で進行するのではなく、ある程度の秩序をもって進行し、従って得られる重合体の分子量、分子量分布、構造、特性などに著しいバラツキを生じにくい。特に反応の暴走は有効に防止することができる。

#### 【0042】

このように本発明の方法で製造された光学部材用アクリル系粘着シートは、3段階以上多段階に分けて紫外線を照射すると共に、この紫外線が照射されて重合反応が進行するので、非常に均質な光学部材用アクリル系粘着シートを製造することができる。しかも、低分子量ポリマーとして低Tg低分子量ポリマー(c)を使用した場合、アクリル系粘着シート内部に生ずる内部応力を緩和する効果に優れ、大面積の液晶素子などにこのアクリル系粘着シートを使用した場合であっても、内部応力が本発明のアクリル系粘着シート内で解消されるので、液晶素子の該主部における光抜け現象を有効に防止することができる。

#### 【0043】

##### 【発明の効果】

本発明の光学部材用アクリル系粘着シートの製造法では、(a)(メタ)アクリル酸エステルを主成分とするアクリル系モノマーと、所定量の(b)高分子量ポリマーと、必要により所定量の(c)低Tg低分子量ポリマーと、所定量の(d)光重合開始剤と、所定量の(e)架橋剤とを含有し、実質的に溶媒を含有しない組成物を調製し、この組成物を支持体上に流涎し、紫外線を3段以上多段階に変化させて照射してこの組成物を反応させることにより、光学特性に優れた光学部材用アクリル系粘着シートを製造することができる。殊に、光重合反応を3段階に分けて行い、かつこの光重合反応を低温で行うことにより、支持体表面に塗布された組成物が酸素などの反応の進行を阻害する要因の影響を受けにくくなり、所望の特性の粘着シートを製造することができる。

#### 【0044】

また、本発明の製造法で得られた光学部材用アクリル系粘着シートは、粘着剤層が実質的に溶剤を含有しておらず、粘着剤を製造する際に溶剤除去工程が不要であると共に、溶剤による環境の汚染もない。また、本発明の製造法で得られた光学部材用アクリル系粘着シートは、上述のように溶剤を含有しておらず、この組成物から得られる粘着剤にも溶剤は含有されておらず、また、この粘着剤は実質的に低沸点物質も含有していない。このため従来の粘着剤に特有の残存有機溶剤臭などの異臭が少ない。

#### 【0045】

##### 【実施例】

次に本発明の光学部材用アクリル系粘着シートおよびその製造方法について実施例を示して具体的に説明するが、本発明はこれらにより具体的に限定されるものではない。

#### 【0046】

##### 【製造例1】

##### アクリル系シロップA-1の調製

攪拌機、温度計、窒素ガス導入管及び冷却管を備えた容量2リットルの四つ口フラスコに、アクリル酸2-エチルヘキシル(以下2-EHAとする):959g、アクリル酸(以下AAとする):40g、アクリル酸2-ヒドロキシエチル:1g、n-ドデシルメルカプタン:0.1gを投入し、フラスコ内の空気を窒素に置換しながら、50まで加熱した。

10

20

30

40

50

## 【0047】

次いで、重合開始剤として2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル) : 0.025 g を攪拌下に投入して均一に混合した。重合開始剤投入後、反応系の温度は上昇したが、冷却を行わずに重合反応を続けたところ、反応系の温度が119 に達し、その後徐々に下がり始めた。2-EHA : 192 g 及びAA : 8 g を投入して、反応系の温度を110 まで冷却した。さらに、水浴による強制冷却を行いアクリル系シロップA-1 を得た。このシロップは、モノマー濃度71重量%、ポリマー濃度29重量%であり、このアクリル系シロップA-1 中のポリマー分についてGPCにより測定した重量平均分子量(Mw)は72万であった。

## 【0048】

10

## 【製造例2】

アクリル系シロップA-2の調製

アクリル酸ブチル(以下BAとする) : 1900 g、AA : 50 g、アクリル酸2-ヒドロキシエチル(以下2-HEAとする) : 50 g、及び、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノプロパン-1(チバガイギー(株)製、商品名イルガキュアー907) : 0.03 g を、光重合装置に仕込み、強度56 W/m<sup>2</sup>の紫外線を間歇的に照射して、アクリル系シロップA-2を得た。このシロップはモノマー濃度85重量%、ポリマー濃度15重量%であり、このアクリル系シロップA-2中のポリマー分についてGPCにより測定した重量平均分子量(Mw)は95万であった。

## 【0049】

20

## 【製造例3】

低分子量ポリマーL-1の調製

攪拌機、温度計、窒素ガス導入管及び冷却管を備えた容量2リットルの4つ口フラスコに、2-EHA : 980 g、AA : 20 g 及び分子量調整剤としてn-ドデシルメルカプタン : 100 g を投入し、フラスコ内の空気を窒素ガスに置換しながら60 まで加熱した。

## 【0050】

次いで、重合開始剤として、2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル) : 0.05 g を攪拌下に投入して均一に混合した。重合開始剤投入後、反応系の温度は上昇したが、冷却を行わずに重合反応を続けたところ、反応系の温度が110 に達し、その後徐々に下がり始めた。水浴により系内の温度を60 まで強制冷却した。強制冷却後、さらに、2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル) : 0.05 g を攪拌下に投入して均一に混合した。2回目の開始剤投入後、反応系の温度は上昇したが冷却を行わずに重合反応を続けたところ、反応系の温度が105 に達した。その後、水浴により反応系の温度を75 まで強制冷却した。

30

## 【0051】

さらに、ジメチル2,2'-アゾビス(2-メチルプロピオネート) : 0.1 g を投入した。反応系の温度は上昇したが冷却を行わずに重合反応を続けたところ、反応系の温度は120 に達した。水浴により反応系の温度を110 まで冷却した。続けて重合開始剤である1,1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル) : 1.5 g を攪拌下に投入して2時間重合反応させた後、反応系を水浴により室温まで冷却し、低分子量ポリマーL-1を得た。

40

## 【0052】

得られた低分子量ポリマーL-1の重量平均分子量(Mw)は3100であり、ガラス転移温度(Tg)は-68 であった。

## 【0053】

## 【製造例4】

低分子量ポリマーL-2の調製

製造例1において、2-EHA : 980 g、AA : 20 g 及び分子量調整剤としてn-ドデシルメルカプタン : 100 g の代わりに、BA : 900 g、アクリル酸メトキシエチル : 100 g 及び分子量調整剤として -メチルスチレンダイマー : 100 g を使用した以外は同様にして、低分子量ポリマーL-2を得た。

50

## 【 0 0 5 4 】

得られた低分子量ポリマー L - 2 の重量平均分子量 ( M w ) は 7 0 0 0 であり、ガラス転移温度 ( T g ) は - 5 0 であった。

## 【 0 0 5 5 】

## 【 配合例 1 】

前記製造例 1 で得たアクリル系シロップ A - 1 を 1 0 0 g、光重合開始剤として、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-プロパン-1-オン ( 商品名 : ダロキュア 1 1 7 3 ; チバガイギー ( 株 ) 製 ) : 0 . 1 5 g、架橋剤として、N,N,N',N'-テトラグリジル-m-キシリレンジアミン ( 商品名 : テトラッド X ; 三菱ガス化学 ( 株 ) 製 ) : 0 . 0 5 g を混合して、アクリル系粘着剤組成物 E - 1 を調製した。

10

## 【 0 0 5 6 】

## 【 配合例 2 ~ 7 】

前記配合例 1 と同様に表 1 に示した配合で粘着剤組成物 E - 2 ~ 7 を調製した。E - 3 は、シランカップリング剤 ( K B M - 4 0 3、信越ポリマー ( 株 ) 製 ) を配合した。

## 《 粘着シートの評価試験 》

試験片の作成

トリアセチルセルロース / ポリビニルアルコール / トリアセチルセルロースからなる 3 層積層の偏光板に、粘着シートを転写し、150 mm x 200 mm に裁断して試験片とした。

耐久性試験

20

試験片をガラス板の片面に貼り付け、90% RH、DRY で 1000 時間、及び、60% RH、90% RH ( 相対湿度 ) で 100 時間の各条件下で、試験片の外観変化を観察した。評価は、以下の 3 段階で行った。

- ・ ・ ・ 浮き、剥がれ、発泡等の変化が見られない。
- ・ ・ ・ 浮き、剥がれ、発泡のいずれかの変化がわずかに見られる。
- × ・ ・ ・ 浮き、剥がれ、発泡等の変化が見られる。

耐光漏れ試験

試験片をガラス板の両面に、直交ニコルになるように貼り付け、90% RH、DRY で 1000 時間、及び、60% RH、90% RH ( 相対湿度 ) で 100 時間の各条件下で、試験片の外観変化を観察した。評価は、以下の 3 段階で行った。

30

- ・ ・ ・ 光漏れが見られない。
- ・ ・ ・ 試験片の外周部に僅かに光漏れが見られる。
- × ・ ・ ・ 光漏れが見られる。

## 【 0 0 5 7 】

## 【 実施例 1 】

アクリル系粘着剤組成物 E - 1 を、厚さが 25 μ m の剥離処理をしたポリエステルフィルム上に塗布した。これを、窒素ガス雰囲気下で、最大強度 1000 W / m<sup>2</sup> となるように調節した高圧水銀ランプより光を照射して光重合した。このときの重合率は、2 重量%であった。

## 【 0 0 5 8 】

40

次いで、最大強度 20 W / m<sup>2</sup> となるように調節した高圧水銀ランプより光を照射して 2 段目の光重合を行った。この 2 段目の重合後の重合率は、92 重量%であった。さらに、最大強度 2000 W / m<sup>2</sup> となるように調節した高圧水銀ランプより光を照射して 3 段目の光重合を行った。この 3 段目の重合後の重合率は、99.8 重量%であった。こうして、得られた光学部材用アクリル系粘着シートの評価試験結果を表 2 に示す。

## 【 0 0 5 9 】

## 【 実施例 2 ~ 4、比較例 1 ~ 5 】

実施例 1 と同様に、表 2 に示す重合条件で、光学部材用粘着シートを得た。得られた光学部材用粘着シートの評価試験結果を表 2 に併記する。

## 【 0 0 6 0 】

50

## 【実施例5～8、比較例6～10】

実施例1と同様に、表3に示す重合条件で、光学部材用粘着シートを得た。得られた光学部材用粘着シートの評価試験結果を表3に併記する。

## 【0061】

## 【表1】

表 1

	配合例1	配合例2	配合例3	配合例4	配合例5	配合例6	配合例7
A-1	100	100	100	100	100	—	100
A-2	—	—	—	—	—	100	—
2-EHA	—	19.2	—	—	19.2	—	—
AA	—	0.8	—	—	0.8	—	—
L-1	—	—	—	50	60	—	50
L-2	—	—	—	—	—	100	—
光開始剤* <sup>1</sup>	0.15	0.18	0.15	0.15	0.18	0.17	0.15
LC-1* <sup>2</sup>	0.05	0.06	—	0.075	0.090	0.1	—
LC-2* <sup>3</sup>	—	—	2.5	—	—	—	3.75
組成物名	E-1	E-2	E-3	E-4	E-5	E-6	E-7
重 量 配 合 比	成分(a)	100	100	100	100	100	100
	成分(b)	40.8	31.9	40.8	40.8	31.9	17.6
	成分(c)	—	—	—	70.4	65.9	117.6
	成分(d)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	成分(e)* <sup>4</sup>	0.05	0.05	2.5	0.05	0.05	0.05
	KBM-403	—	—	0.1	—	—	—

\*1…2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-プロパン-1-オン(ダロキュア1173;チバガイギー(株)製)

\*2…N,N,N',N'-テトラグリジル-m-キシリレンジアミン (テトラッドX;三菱ガス化学(株)製)

\*3…トルエンジイソシアネートとトリメチロールプロパンよりなるイソシアネート化合物

(コロネートL;日本ポリウレタン(株))

\*4…成分(e)は、成分(a)、(b)及び(c)の合計100重量部に対しての配合量。

## 【0062】

## 【表2】

10

20

30

表 2

組成物		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
第1段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	1000	800	1000	3000	—	2500	1000	1000	1000
	重合率(重量%)	2	0.5	1	8	—	21	2	2	2
第2段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	重合率(重量%)	92	93	93	90	92	91	80	98	93
第3段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	2000	2000	2500	3000	2000	2000	2000	2000	800
	重合率(重量%)	99.8	99.9	99.9	99.8	99.8	99.8	99.7	99.9	96.5
	総紫外線照射時間(秒)	360	360	360	360	600	300	300	600	360
評価	90°C、Dry	○	○	○	○	○	×	×	○	×
	1000時間	△	△	△	△	△	△	△	△	△
	60°C、90%RH	○	○	○	○	○	△	△	○	×
	100時間	△	△	△	△	△	△	△	△	△

【 0 0 6 3 】

【 表 3 】



表 3

		実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例6	比較例7	比較例8	比較例9	比較例10
組成物		E-4	E-5	E-6	E-7	E-4	E-4	E-4	E-4	E-4
第1段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	1000	1500	1000	3000	—	2500	1000	1000	1000
	重合率(重量%)	3	5	2	7	—	20	2	2	3
第2段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	重合率(重量%)	93	94	93	91	94	93	81	99	93
第3段目	最大強度(W/m <sup>2</sup> )	2000	2000	2500	3500	2000	2000	2000	2000	800
	重合率(重量%)	99.8	99.9	99.9	99.8	99.9	99.7	99.6	99.7	97.0
総紫外線照射時間(秒)		360	360	360	360	660	300	360	690	360
評価試験	90°C、Dry 1000時間	耐久性	○	○	○	○	×	×	○	×
		耐光漏れ性	○	○	○	○	○	×	×	○
	60°C、90%RH 100時間	耐久性	○	○	○	○	○	△	△	○
		耐光漏れ性	○	○	○	○	○	△	△	○

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I  
**G 0 2 B 5/30 (2006.01)** G 0 2 B 5/30

(72) 発明者 中 沢 光 彦  
埼玉県狭山市広瀬東1丁目13番1号 綜研化学株式会社 研究所内

審査官 山田 泰之

(56) 参考文献 国際公開第01/046328(WO, A1)  
特開2001-049200(JP, A)

(58) 調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 7/02  
C09J 4/02  
C09J133/00  
C09J163/00  
C09J175/04  
G02B 5/30