

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7273820号
(P7273820)

(45)発行日 令和5年5月15日(2023.5.15)

(24)登録日 令和5年5月2日(2023.5.2)

(51)国際特許分類	F I	
B 3 2 B 27/30 (2006.01)	B 3 2 B 27/30	A
B 3 2 B 27/40 (2006.01)	B 3 2 B 27/40	
C 0 9 J 7/29 (2018.01)	C 0 9 J 7/29	
C 0 9 J 7/38 (2018.01)	C 0 9 J 7/38	
C 0 9 J 201/00 (2006.01)	C 0 9 J 201/00	

請求項の数 15 (全46頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2020-532023(P2020-532023)	(73)特許権者	505005049
(86)(22)出願日	平成30年12月7日(2018.12.7)		スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー
(65)公表番号	特表2021-505450(P2021-505450 A)		アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
(43)公表日	令和3年2月18日(2021.2.18)	(74)代理人	100130339
(86)国際出願番号	PCT/IB2018/059776		弁理士 藤井 憲
(87)国際公開番号	WO2019/116188	(74)代理人	100110803
(87)国際公開日	令和1年6月20日(2019.6.20)		弁理士 赤澤 太朗
審査請求日	令和3年12月6日(2021.12.6)	(74)代理人	100135909
(31)優先権主張番号	62/597,524		弁理士 野村 和歌子
(32)優先日	平成29年12月12日(2017.12.12)	(74)代理人	100133042
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		弁理士 佃 誠玄

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 複合フィルム、電子機器のための保護カバー、及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

前記第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの前記第1の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、前記低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物を含み、前記硬化性組成物は以下の成分：

a) 成分a)～d)の総重量に基づいて70重量パーセント～95重量パーセントの、3～9の平均(メタ)アクリレート官能価を有するウレタン(メタ)アクリレート化合物、

b) 成分a)～d)の総重量に基づいて2重量パーセント～20重量パーセントの、1～2の(メタ)アクリレート官能価を有する、ウレタン(メタ)アクリレート化合物ではない(メタ)アクリレートモノマー、

c) 成分a)～d)の総重量に基づいて0.5重量パーセント～2重量パーセントのシリコーン(メタ)アクリレート、及び

d) 任意の有効量の光開始剤

を含む前記低表面エネルギー耐摩耗層と、

前記第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの前記第2の主面に近接し結合されている第1の接着剤層と

を含む、電子機器のための保護カバーであって、

前記保護カバーは、第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する中央平面部を含み、前記中央平面部は、少なくとも2つの直線状の側部によって境界付けられ、前記少なくとも2つの直線状の側部は、前記中央平面部から平面外に延びて、前記保護カバーの内表面及び外表面を画定し、前記低表面エネルギー耐摩耗層は、前記中央平面部の前記外表面上に配置されている、保護カバー。

【請求項2】

互いに反対側にある2つの主面を有する第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムであって、前記第1の接着剤層に近接し結合されている前記第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

前記第1の接着剤層の反対側で、前記第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し結合されている第2の接着剤層と

を更に含む、請求項1に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項3】

前記保護カバーが熱成形される、請求項1又は2に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項4】

前記成分d)が前記硬化性組成物中に存在する、請求項1～3のいずれか一項に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項5】

前記成分a)ウレタン(メタ)アクリレート化合物が、イソシアヌレート環又はビウレット基のうち少なくとも1つを含む、請求項1～4のいずれか一項に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項6】

前記硬化性組成物が、0.1ミクロン～1ミクロンのD_v50を有するアルミナ粒子を含む、請求項1～5のいずれか一項に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項7】

前記アルミナ粒子が、0.2ミクロン～0.3ミクロンのD_v50を有する、請求項6に記載の電子機器のための保護カバー。

【請求項8】

電子機器のための保護カバーの製造方法であって、

前記製造方法は、複合フィルムを熱成形して、第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する中央平面部を含む保護カバーをもたらすことを含み、前記中央平面部は、少なくとも2つの直線状の側部によって境界付けられ、前記複合フィルムは、

第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

前記第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの前記第1の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、前記低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物を含み、前記硬化性組成物は以下の成分：

a)成分a)～d)の総重量に基づいて70重量パーセント～95重量パーセントの、3～9の平均(メタ)アクリレート官能価を有するウレタン(メタ)アクリレート化合物、

b)成分a)～d)の総重量に基づいて2重量パーセント～20重量パーセントの、1～2の(メタ)アクリレート官能価を有する、ウレタン(メタ)アクリレート化合物ではない(メタ)アクリレートモノマー、

c)成分a)～d)の総重量に基づいて0.5重量パーセント～2重量パーセントのシリコン(メタ)アクリレート、及び

d)任意の有効量の光開始剤

を含む前記低表面エネルギー耐摩耗層と、

前記第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの前記第2の主面に近接し結合されている第1の接着剤層とを含み、

前記少なくとも2つの直線状の側部は、前記中央平面部から平面外に延びて、前記保護

10

20

30

40

50

カバーの内表面及び外表面を画定し、前記低表面エネルギー耐摩耗層は、前記外表面の少なくとも一部の上に配置されている、製造方法。

【請求項 9】

前記複合フィルムが、第 1 の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記複合フィルムが、
互いに反対側にある 2 つの主面を有する第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムであって、前記第 1 の接着剤層に近接し結合されている前記第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

前記第 1 の接着剤層の反対側で、前記第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し結合されている第 2 の接着剤層と

を更に含む、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 11】

前記成分 d) が前記硬化性組成物中に存在する、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

前記成分 d) がフリーラジカル光開始剤を含む、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記硬化性組成物が、0.1 ミクロン～1 ミクロンの D_{v50} を有する アルミナ粒子を含む、請求項 10～12 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 14】

前記 アルミナ粒子が、0.2 ミクロン～0.3 ミクロンの D_{v50} を有する、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

前記少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物が、0.15 重量パーセント～9 重量パーセントの前記 アルミナ粒子を含む、請求項 13 又は 14 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、概して、複合フィルム、電子機器のためのカバー、及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子ディスプレイのための透明熱成形カバーを含めた電子機器のためのカバーは、取扱い中及び使用中に生じ得る、えぐれ及びスカuffingなどの表面損傷を受けやすい。このような損傷は、電子機器の性能及び/又は審美的外観を損なう場合がある。

【発明の概要】

【0003】

例えば、えぐれ及び/又はスカuffingなどの物理的損傷から、電子機器のカバーを守るための材料及び方法を有することが望ましいであろう。そのような材料及び方法が、様々な物品に組み込むのに使用される成形及び後成形プロセスに適していることは、更に望ましいであろう。

【0004】

したがって、一態様では、本開示は、

第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面を有する第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム (unitary thermoplastic polymer film) と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第 1 の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

a) 成分 a)～d) の総重量に基づいて 70 重量パーセント～95 重量パーセントの、

10

20

30

40

50

3 ~ 9 の平均 (メタ) アクリレート官能価を有するウレタン (メタ) アクリレート化合物、
 b) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 2 重量パーセント ~ 20 重量パーセントの、1
 ~ 2 の (メタ) アクリレート官能価を有する、ウレタン (メタ) アクリレート化合物では
 ない (メタ) アクリレートモノマー、

c) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 0.5 重量パーセント ~ 2 重量パーセントのシ
 リコーン (メタ) アクリレート、及び

d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム第 2 の主面に近接し、しっかりと結合されてい
 る第 1 の接着剤層と、

互いに反対側にある 2 つの主面を有し、第 1 の接着剤層に近接し、しっかりと結合され
 ている第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第 1 の接着剤層の反対側で、第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し、しっかりと
 結合されている第 2 の接着剤層と

を含む、複合フィルムを提供する。

【0005】

第 2 の態様では、本開示は、

第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面を有する第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム
 と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム第 1 の主面上に配置された低表面エネルギー耐
 摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成
 物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

a) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 70 重量パーセント ~ 95 重量パーセントの、
 3 ~ 9 の平均 (メタ) アクリレート官能価を有するウレタン (メタ) アクリレート化合物、
 b) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 2 重量パーセント ~ 20 重量パーセントの、1
 ~ 2 の (メタ) アクリレート官能価を有する、ウレタン (メタ) アクリレート化合物では
 ない (メタ) アクリレートモノマー、

c) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 0.5 重量パーセント ~ 2 重量パーセントのシ
 リコーン (メタ) アクリレート、及び

d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム第 2 の主面に近接し、しっかりと結合されてい
 る第 1 の接着剤層と

を含む、電子機器のための保護カバーであって、

保護カバーは、第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面を有する中央平面部を含み、中
 央平面部は、少なくとも 2 つの直線状の側部によって境界付けられ、少なくとも 2 つの直
 線状の側部は、中央平面部から平面外に延びて、保護カバーの内表面及び外表面を画定し
 、低表面エネルギー耐摩耗層は、中央平面部の外表面上に配置されている、保護カバーを
 提供する。

【0006】

更に別の態様では、本開示は、電子機器のための保護カバーの製造方法であって、

複合フィルムを熱成形して、第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面を有する中央平面
 部を含む保護カバーをもたらすことを含み、中央平面部は、少なくとも 2 つの直線状の側
 部によって境界付けられ、複合フィルムは、

第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面を有する第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム
 と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム第 1 の主面上に配置された低表面エネルギー耐
 摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成
 物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

a) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 70 重量パーセント ~ 95 重量パーセントの、

10

20

30

40

50

3 ~ 9 の平均 (メタ) アクリレート官能価を有するウレタン (メタ) アクリレート化合物、
b) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 2 重量パーセント ~ 20 重量パーセントの、1
~ 2 の (メタ) アクリレート官能価を有する、ウレタン (メタ) アクリレート化合物では
ない (メタ) アクリレートモノマー、

c) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 0.5 重量パーセント ~ 2 重量パーセントのシリ
コーン (メタ) アクリレート、及び

d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルム第 2 の主面に近接し、しっかりと結合されてい
る第 1 の接着剤層とを含み、

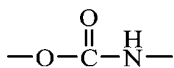
少なくとも 2 つの直線状の側部は、中央平面部から平面外に延びて、保護カバーの内表
面及び外表面を画定し、低表面エネルギー耐摩耗層は、外表面の少なくとも一部の上に配
置されている、製造方法を提供する。

【0007】

本明細書で使用する場合、

用語「カルバミレン」は、二価の基

【化 1】



を指す。

【0008】

接頭語「(メタ) アクリル」は、メタクリル及びノ又はアクリルを指し、

「透明」とは、ヒトの肉眼によって、向こう側又は後ろ側に位置する物体が明確に見え
るような、その物質を通して光線を透過させる特性を有することを意味し、

「ウレタン (メタ) アクリレート化合物」は、少なくとも 1 つ (好ましくは少なくとも
2、3、4 つ、又はそれ以上) のカルバミレン基 (すなわち、-NH C (=O) O-) 及
び少なくとも 1 つの (メタ) アクリル基を有する化合物を意味する。

【0009】

本開示の特徴及び利点は、詳細な説明及び添付の特許請求の範囲を考慮することにより
更に理解されるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図 1】例示的な複合フィルム 100 の概略側面図である。

【図 2】電子機器上に配置された例示的な保護カバー 200 の分解斜視図である。

【図 3】例示的な保護カバー 300 の概略端面図である。

【図 4】例示的な保護カバー 400 の概略端面図である。

【0011】

明細書及び図面中での参照文字の繰り返しの使用は、本開示の同じ又は類似の特徴部又
は要素を表すことが意図されている。多くの他の変更形態及び実施形態を、当業者であれ
ば考案することができ、それらは本開示の原理の範囲及び趣旨内に該当することが理解さ
れるべきである。図面は、縮尺どおりに描かれていない場合がある。

【発明を実施するための形態】

【0012】

本開示による複合フィルムは、様々な成分を含む。ここで図 1 を参照すると、複合フィ
ルム 100 は、第 1 の主面及び反対側にある第 2 の主面 (112、114) を有する第 1
の単一熱可塑性ポリマーフィルム 110 を含む。低表面エネルギー耐摩耗層 120 は、第
1 の主面 112 上に配置されている。低表面エネルギー耐摩耗層 120 は、少なくとも部
分的に硬化した硬化性組成物を含む。

【0013】

10

20

30

40

50

第1の接着剤層130は、第2の主面114に近接し、しっかりと結合されている。第2の単一熱可塑性ポリマーフィルム140は、互いに反対側にある2つの主面(142、144)を有し、第1の接着剤層130にしっかりと結合されている。第2の接着剤層150は、第1の接着剤層130の反対側で、第2の単一熱可塑性ポリマーフィルム140に近接し、しっかりと結合されている。任意の剥離ライナー160は、第2の接着剤層に剥離可能に接着されている。

【0014】

本開示による複合フィルム及びその関連するサブアセンブリは、電子機器のための保護カバーを製造するのに有用であり得る。

【0015】

ここで図2を参照すると、保護カバー200は、第1の主面及び反対側にある第2の主面(212、214)を有する中央平面部210を含む。中央平面部210は、直線状の側部(216a、216b、216c)によって境界付けられる。直線状の側部(216a、216b、216c)は、中央平面部210から平面外に延びて、保護カバー200の内表面220及び外表面222を画定し、その結果、低表面エネルギー耐摩耗層120は、中央平面部210の外表面220上に配置されている。保護カバー200における任意の開口230は、カバーを通して延び、使用者が電子機器290(携帯電話として示す)の動作制御機能にアクセスすることを可能にする。

【0016】

熱成形保護カバーの2つの実施形態を、それぞれ図3及び図4に示す。ここで図3を参照すると、例示的な保護用300は、第1の主面及び反対側にある第2の主面(112、114)を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110を含む。低表面エネルギー耐摩耗層120は、第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110の第1の主面112上に配置されている。第1の接着剤層130は、第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110の第2の主面114に近接し、しっかりと結合されている。任意の剥離ライナー160は、第1の接着剤層130に剥離可能に接着されている。

【0017】

ここで図4を参照すると、例示的な保護カバー400は、第1の主面及び反対側にある第2の主面(112、114)を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110を含む。低表面エネルギー耐摩耗層120は、第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110の第1の主面112上に配置されている。第1の接着剤層130は、第1の単一熱可塑性ポリマーフィルム110の第2の主面114に近接し、しっかりと結合されている。第2の単一熱可塑性ポリマーフィルム140は、互いに反対側にある2つの主面(142、144)を有し、第1の接着剤層130に近接し、しっかりと結合されている。第2の接着剤層150は、第1の接着剤層130の反対側で、第2の単一熱可塑性ポリマーフィルム140に近接し、しっかりと結合されている。任意の剥離ライナー160は、第2の接着剤層150に剥離可能に接着されている。

【0018】

少なくとも部分的に硬化しており、低表面エネルギー耐摩耗層をもたらし得る硬化性組成物は、成分a)~d)の総重量に基づいて、

a) 70重量パーセント~95重量パーセントの、3~9、好ましくは3~7、より好ましくは3~6の平均(メタ)アクリレート官能価を有する、ウレタン(メタ)アクリレート化合物(すなわち、1種以上のウレタン(メタ)アクリレート化合物)、

b) 2重量パーセント~20重量パーセントの、1~2、好ましくは2の(メタ)アクリレート官能価を有する、(メタ)アクリレートモノマー(すなわち、1種以上の(メタ)アクリレート)、

c) 0.5重量パーセント~2重量パーセントの、シリコーン(メタ)アクリレート1分子当たり、好ましくは1つ又は2つの(メタ)アクリレート基を有する、シリコーン(メタ)アクリレート(すなわち、1種以上のシリコーン(メタ)アクリレート)、

d) 任意の有効量の光開始剤(すなわち、1種以上の光開始剤)、好ましくは1~3種

10

20

30

40

50

の光開始剤、

e) 任意の溶媒 (すなわち、1種以上の溶媒)、好ましくは有機溶媒、及び

f) 任意の、0.1ミクロン~1ミクロンのDv50を有する アルミナ粒子を含む。

【0019】

ウレタン(メタ)アクリレート化合物は、硬化組成物の適合性及び可撓性、ひいてはその硬化組成物の熱成形に対する適性に寄与する。3~9の平均(メタ)アクリレート官能価を有する例示的なウレタン(メタ)アクリレート化合物は、市販の供給源から入手可能であり、かつ/又は既知の方法によって調製することができる。

【0020】

市販のウレタン(メタ)アクリレート化合物としては、全てAllnex(Brussels, Belgium)から、EBECRYL 264 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 265 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 1258 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 4100 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 4101 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 8412 脂肪族ウレタンアクリレート(3官能)、EBECRYL 4654 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 4666 脂肪族ウレタントリアクリレート、EBECRYL 4738 脂肪族アロファネートウレタントリアクリレート、EBECRYL 4740 脂肪族アロファネートウレタントリアクリレート、EBECRYL 8405 脂肪族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 8604 脂肪族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 4500 芳香族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 4501 芳香族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 4200 脂肪族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 4201 脂肪族ウレタンテトラアクリレート、EBECRYL 8702 脂肪族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 220 芳香族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 221 芳香族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 2221 芳香族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 5129 脂肪族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 1290 脂肪族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 1291 脂肪族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 8301-R 脂肪族ウレタンヘキサアクリレート、EBECRYL 8602 脂肪族ウレタンアクリレート(非官能性); Sartomer Co.(Exton, Pennsylvania)からCN929 3官能ウレタンアクリレート及びCN9006 脂肪族ウレタンアクリレート(6官能)が挙げられる。

【0021】

いくつかの実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物は、ポリイソシアネート化合物をヒドロキシル官能性(メタ)アクリレート化合物と反応させることによって合成することができる。ウレタン(メタ)アクリレート化合物を調製する際には、様々なポリイソシアネートを使用することができる。本明細書で使用するとき、用語「ポリイソシアネート」は、例えば、ジイソシアネート、トリイソシアネート、テトライソシアネート、及びこれらの混合物など、単一分子中に2つ以上の反応性イソシアネート(-NCO)基を有する任意の有機化合物を意味する。耐候性の向上及び黄変の減少のために、本明細書で使用されるウレタン(メタ)アクリレート化合物は、好ましくは脂肪族であり、したがって脂肪族ポリイソシアネートから誘導される。

【0022】

ウレタン(メタ)アクリレート化合物は、好ましくは、Covestro LLC(Pittsburgh, Pennsylvania)からDESMODUR Hとして入手可能なもののような、ヘキサメチレンジイソシアネート(hexamethylene diisocyanate、HDI)の反応生成物、又はその誘導體である。これらの誘導體としては、例えば、Covestro LLCからDESMODUR N-100として入手可能なヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)のピウレット付加物のような、ピウレット基を含有するポリイソシアネート、Covestro LLCからDESMODUR N-3300として

10

20

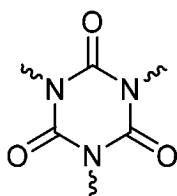
30

40

50

入手可能なもののような、1つ以上のイソシアヌレート環

【化2】



を含有するポリイソシアネート、並びにウレタン基、ウレトジオン基、カルボジイミド基、及び/又はアロファネート基を含有するポリイソシアネートが挙げられる。更に別の有用な誘導体は、Covestro LLCからDESMODUR N-3800として入手可能なヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)トリマーである。これらの誘導体はポリマーであり、非常に低い蒸気圧を示し、イソシアネートモノマーを実質的に含まないので好ましい。

10

【0023】

いくつかの実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物は、少なくとも10重量パーセント、少なくとも15重量パーセント、又は更には少なくとも20重量パーセントの-NCO(すなわち、イソシアネート基)含有量を有するヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)誘導体などのポリイソシアネートの反応生成物である。場合によっては、HDI又は他のポリイソシアネートを、ヒドロキシル官能性(メタ)アクリレート化合物及びポリオールと反応させることができる。ポリイソシアネートの-NCO含有量は、好ましくは、50重量パーセント以下である。いくつかの実施形態では、ポリイソシアネートは、典型的には、-NCO基当たり少なくとも80、100、120、140、160、180、又は更に200グラム当量を有する。この当量は、典型的には、-NCO基当たり500、450、又は400グラム当量以下であり、いくつかの実施形態では、-NCO基当たり350、300、又は250グラム当量以下であるが、これは必須ではない。

20

【0024】

イソホロンジイソシアネート(isophorone diisocyanate、IPDI)誘導体などの環状基を含む脂肪族ポリイソシアネートを使用する場合、得られる硬化組成物は、可撓性が低く(例えば、熱成形性が乏しい)、耐摩耗性が乏しくなり得る。

30

【0025】

ポリイソシアネートを、式 HOQ(A)_p [式中、Qは2価の有機連結基であり、Aは、(メタ)アクリル官能基 $-\text{XC}(=\text{O})\text{C}(\text{R}_2)=\text{CH}_2$ であり、ここで、Xは、O、S、又はNRであり、Rは、H又は $\text{C}_1\sim\text{C}_4$ アルキルであり、 R_2 は、1~4個の炭素原子の低級アルキル又はHであり、pは1~6である]を有するヒドロキシル官能性アクリレート化合物と反応させる。-OH基は、イソシアネート基と反応してウレタン結合を形成する。

【0026】

いくつかの実施形態では、ポリイソシアネートは、式 $\text{HOQ(A)}\text{Q}_1\text{Q(A)OH}$ [式中、 Q_1 は2価の連結基であり、Aは、前述のような(メタ)アクリル官能基である]の化合物などのジオールアクリレートと反応させることができる。代表的な化合物としては、ヒダントインヘキサアクリレート(hydantoin hexaacrylate、HHA)(例えば、米国特許第4,262,072号(Wendlingら)の例1を参照)、及び $\text{H}_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)\text{C}(=\text{O})\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ が挙げられる。

40

【0027】

Q及び Q_1 は、独立して、直鎖若しくは分枝鎖、又は環含有結合基である。Qは、例えば、共有結合、アルキレン、アリーレン、アラルキレン、又はアルカリーレンを含み得る

50

。Qは、任意選択で、O、N、及びS、並びにこれらの組み合わせなどのヘテロ原子を含み得る。Qは、任意選択で、カルボニル又はスルホニル、及びこれらの組み合わせなどのヘテロ原子含有官能基も含み得る。一実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物を調製するために使用されるヒドロキシル官能性アクリレート化合物は、ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシブチルアクリレート、及び Sartomer Co. から SR-495として入手可能なカプロラクトンモノアクリレートの場合などでは、単官能性である。この実施形態では、pは1である。

【0028】

別の実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物を調製するために使用されるヒドロキシル官能性アクリレート化合物は、グリセロールジメタクリレート、1-(アクリルオキシ)-3-(メタクリルオキシ)-2-プロパノール、ペンタエリスリトールトリアクリレートの場合などでは、多官能性である。この実施形態では、pは、少なくとも2、少なくとも3、少なくとも4、少なくとも5、又は少なくとも6である。

10

【0029】

いくつかの実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物の調製には、単官能性ヒドロキシル官能性アクリレート化合物のみが使用される。他の実施形態では、ウレタン(メタ)アクリレート化合物の調製には、単官能性及び多官能性ヒドロキシル官能性アクリレート化合物の組み合わせが使用される。いくつかの実施形態では、単官能性ヒドロキシル官能性アクリレート化合物と多官能性ヒドロキシル官能性アクリレート化合物との重量比は、0.5:1~1:0.5の範囲である。ウレタン(メタ)アクリレート化合物が多官能性ヒドロキシル官能性アクリレート化合物のみから調製される場合、いくつかの実施形態では、得られる硬化組成物は、可撓性が低くなり得る。

20

【0030】

平均(メタ)アクリレート官能価は、以下の方法で計算される。各化合物について添加したアクリレートの官能価を最初に計算する。例えば、以下のPE3は、1.0 DESN100+0.25 HEA+0.75 PET3Aとして表記されている。これは、この化合物が、1当量のイソシアネート基(DESN100として)と、0.25ヒドロキシル当量のヒドロキシエチルアクリレート及び0.75ヒドロキシル当量のPET3Aとの反応生成物であることを意味する。HEAは、ヒドロキシル基当たり1個のアクリレート基を有し、PET3Aは、ヒドロキシル基当たり3個のアクリレート基を有する。その結果、この化合物について添加したアクリレートの官能価は、 $(0.25 \times 1) + (0.75 \times 3)$ 、すなわち2.5である。平均(メタ)アクリレート官能価は、各化合物について添加したアクリレートの官能価に、ポリイソシアネートの平均官能価を乗じることによって見出される。Covestroによれば、DESN100の平均官能価は3.6であり、そのため、この化合物の平均(メタ)アクリレート官能価は、 2.5×3.6 、すなわち9である。

30

【0031】

DESN3300、DESN3800、及びDESZ4470BAについてのポリイソシアネートの他の推定平均官能価は、それぞれ3.5、3.0、及び3.3である。

【0032】

いくつかの実施形態では、ポリイソシアネートのイソシアネート基の一部は、例えば、Perstorp Holding AB (Sweden)からPolyol 4800として入手可能なアルコキシル化ポリオールなどのポリオールと反応させることができる。このようなポリオールは、500~1000mg KOH/gのヒドロキシル価、及び少なくとも200又は250g/モルから最大500g/モルの範囲の分子量を有することができる。

40

【0033】

いくつかの実施形態では、ポリイソシアネートのイソシアネート基の一部は、1,6-ヘキサンジオールなどのポリオールと反応させることができる。

【0034】

50

ポリイソシアネートを(メタ)アクリル化アルコールと反応させるために使用する反応条件の選択、及び触媒がある場合のその選択は、当業者には明らかであろう。更なる例は、以下の実施例の項に見出すことができる。

【0035】

有用な(メタ)アクリレートモノマー(好ましくは非ウレタンであり、好ましくは非シリコーンであるが、これは必須ではない)は、1~2の(メタ)アクリレート官能価を有する。これらのモノマーは、例えば、希釈剤又は溶媒として、粘度低下剤として、硬化時のバインダーとして、及び架橋剤として機能し得る。有用な(メタ)アクリレートの例としては、例えば、オクチル(メタ)アクリレート、ノニルフェノールエトキシレート(メタ)アクリレート、イソノニル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、2-(2-エトキシエトキシ)エチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、 α -カルボキシエチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、イソデシル(メタ)アクリレート、ドデシル(メタ)アクリレート、*n*-ブチル(メタ)アクリレート、メチル(メタ)アクリレート、ヘキシル(メタ)アクリレート、(メタ)アクリル酸、ステアリル(メタ)アクリレート、ヒドロキシ官能性カプロラクトンエステル(メタ)アクリレート、イソオクチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシメチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ヒドロキシイソプロピル(メタ)アクリレート、ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシイソブチル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレートなどのモノ(メタ)アクリレート、及び、上記(メタ)アクリレートモノマーのアルコキシル化バージョン、例えば、アルコキシル化テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。いくつかの実施形態では、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレートが好ましい。ジ(メタ)アクリレートは、例えば、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)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、ポリブタジエンジ(メタ)アクリレート、ポリウレタンジ(メタ)アクリレート、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、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレートと、上記ジ(メタ)アクリレートのアルコキシル化バージョン、及びこれらの組み合わせが挙げられる。これらのうち、1,6-ヘキサンジオールジアクリレートが、いくつかの実施形態では好ましい。1又は2の官能価を有する(例えば上記のような)(メタ)アクリレートモノマーは、広く市販されている。

【0036】

例示的な有用なシリコーン(メタ)アクリレートとしては、単官能性及び多官能性シリコーン(メタ)アクリレートが挙げられる。これらのうち、シリコーンポリ(メタ)アクリレートが好ましい場合があり、これは、硬化後のシリコーン(メタ)アクリレートの未結合の可能性が概して減少するためである。例示的なシリコーン(メタ)アクリレートとしては、AllnexからEBECRYL 350シリコーンジアクリレート及びEBECRYL 1360シリコーンヘキサアクリレート、Sartomer Co.からCN9800脂肪族シリコーンアクリレート及びCN990シリコーン化ウレタンアクリレート化合物、並びにEvonik Industries (Parshippany, New Jersey)からTEGORAD 2100、TEGORAD 2250、及びTEGORAD 2500シリコーンポリエーテルアクリレートが挙げられる。

【0037】

硬化性組成物は任意選択であるが、好ましくは、有効量の光開始剤を更に含むことができる。用語「有効量」とは、周囲条件下で硬化性組成物の硬化を引き起こすのに少なくとも十分な量である量を意味する。重合可能な(メタ)アクリレート基が残存していても硬化が完了し得ることが認識されるであろう。

【0038】

10

20

30

40

50

例示的な光開始剤としては、ベンゾインなどの α -開裂光開始剤及びその誘導体、例えば、 α -メチルベンゾイン； α -フェニルベンゾイン； α -アリルベンゾイン； α -ベンジルベンゾイン；ベンゾインエーテル、例えば、ベンジルジメチルケタール（Ciba Specialty Chemicals (Tarrytown, New York) から IRGACURE 651 として入手可能）、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾイン *n*-ブチルエーテル；アセトフェノン及びその誘導体、例えば、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノン（Ciba Specialty Chemicals から DAROCUR 1173 として入手可能）及び1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（Ciba Specialty Chemicals から IRGACURE 184 として入手可能）；2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノン（Ciba Specialty Chemicals から IRGACURE 907 として入手可能）；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（Ciba Specialty Chemicals から IRGACURE 369 として入手可能）；チタン錯体、例えば、ビス(5-2,4-シクロペンタジエン-1-イル)ビス[2,6-ジフルオロ-3-(1H-ピロール-1-イル)フェニル]チタン（Ciba Specialty Chemicals から CGI 784 DC として入手可能）；並びにモノアシルホスフィン及びビスアシルホスフィン（Ciba Specialty Chemicals から IRGACURE 1700、IRGACURE 1800、IRGACURE 1850、及び DAROCUR 4265 として入手可能）が挙げられる。1つの有用な光開始剤、2官能 α -ヒドロキシケトンは、Lamberti S.p.A (Albizzate, Italy) から ESACURE ONE として入手可能である。

【0039】

望ましくは、アシルホスフィン又はアシルホスフィンオキシド光開始剤を利用する場合、その光開始剤は、化学線の1つ以上の波長で高い吸光係数を有する光開始剤（例えば、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノン）と組み合わせられる。このような組み合わせは、典型的には、高価な光開始剤を低レベルに維持しながら、表面硬化を促進する。

【0040】

他の有用な光開始剤としては、アントラキノン（例えば、アントラキノン、2-エチルアントラキノン、1-クロロアントラキノン、1,4-ジメチルアントラキノン、1-メトキシアントラキノン）、並びにベンゾフェノン及びその誘導体（例えば、フェノキシベンゾフェノン、フェニルベンゾフェノン）が挙げられる。

【0041】

硬化性組成物は、任意の溶媒、一般には有機溶媒を含有してもよいが、水/溶媒ブレンドを使用してもよい。例示的な任意の溶媒としては、炭化水素又はハロゲン化炭化水素（例えば、トルエン、シクロヘキサン、石油エーテル、低級アルコール（例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、及びイソプロパノール）、脂肪族酸エステル（例えば、酢酸エチル）、エーテル（例えば、テトラヒドロフラン）、並びにケトン（例えば、アセトン及びメチルエチルケトン）が挙げられる。これらの溶媒は、単独で又は混合して使用することができる。当業者は、どの溶媒を使用するか、及びその量を容易に決定することができる。

【0042】

硬化性組成物は、0.15ミクロン～1ミクロンの D_{v50} を有する粒径分布を有するアルミナ粒子を含有してもよい。存在する場合、硬化性組成物は、好ましくは、成分 a) 及び b) の総重量に基づいて 0.2重量パーセント～9重量パーセント（好ましくは 0.2重量パーセント～3重量パーセント）の、アルミナ粒子を含有する。いくつかの好ましい実施形態では、アルミナ粒子は、0.2ミクロン～0.3ミクロンの D_{v50} を有する粒径分布を有する。いくつかの好ましい実施形態では、アルミナ粒子は、多峰性

10

20

30

40

50

分布を有する。

【0043】

アルミナ粒子は、結晶形態のアルミナを含み、好ましくは結晶形態のアルミナから本質的になり（例えば、少なくとも99重量パーセントである）、又は更には結晶形態のアルミナからなる。いくつかの好ましい実施形態では、アルミナ粒子は、0.21、0.23、0.25、0.30、0.40、又は更には0.50ミクロン以上のDv50を有する粒径分布を有する。いくつかの好ましい実施形態では、硬化性組成物及びポリマー組成物は、成分a)及びb)の総重量に基づいて8、7、6、5、4、3重量パーセント未満、又は更には2重量パーセント未満の、0.2ミクロン～0.3ミクロンのDv50を有する粒径分布を有するアルミナ粒子を含有し得る。

10

【0044】

アルミナ粒子は、例えばボールミル又はジェットミルを使用して、より大きいサイズのアルミナを粉砕することによって作製することができる。ボールミルを使用する場合、粉砕媒体は、好ましくはアルミナを含むか、又は更にはアルミナからなるが、例えば、アルミニウムジルコネート媒体のような他の粉砕媒体を使用してもよい。

【0045】

更には0.15ミクロン～1ミクロンのDv50を有する粒径分布を有するサイズ範囲であってもよいアルミナ粒子は、商業的供給源から容易に入手することができる。供給元としては、US Research Nanomaterials, Inc. (Houston, Texas)、Cisco Research Laboratories Pvt. Ltd. (Mumbai, India)、及びBaikowski International Corp. (Charlotte, North Carolina)が挙げられる。

20

【0046】

硬化性組成物はまた、例えば、充填剤、増粘剤、強化剤、顔料、繊維、粘着付与剤、潤滑剤、湿潤剤、界面活性剤、消泡剤、染料、カップリング剤、可塑剤、及び懸濁剤などの1種以上の任意の追加の添加剤を含有してもよい。

【0047】

第1及び第2の単一熱可塑性フィルム（好ましくは光学的に透明であるが、これは必須ではない）は、それぞれ独立して、1種以上の熱可塑性ポリマーを含む。単一熱可塑性フィルムは、シート形態、又は連続的（例えば、ウェブ）であってもよく、熱成形に適した任意の厚さを有し得る。いくつかの実施形態では、第1及び第2の単一熱可塑性フィルムの1つ又は両方は、25ミクロン～3mmの厚さを有するが、これは必須ではない。

30

【0048】

有用な熱可塑性ポリマーとしては、例えば、ポリラクトン（例えば、ポリ（ピバレラクトン）及びポリ（カプロラクトン））；ポリウレタン（例えば、1,5-ナフタレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、m-フェニレンジイソシアネート、2,4-トルエンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、3,3'-ジメチル-4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニルジイソシアネート、4,4'-ジフェニルイソプロピリデンジイソシアネート、3,3'-ジメチル-4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、3,3'-ジメトキシ-4,4'-ビフェニルジイソシアネート、ジアニシジンジイソシアネート、トルイジンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、又はポリ（テトラメチレンアジペート）、ポリ（エチレンアジペート）、ポリ（1,4-ブチレンアジペート）、ポリ（エチレンスクシネート）、ポリ（2,3-ブチレンスクシネート）、ポリエーテルジオールなどの直鎖長鎖ジオールを有する4,4'-ジイソシアナトジフェニルメタンなどのジイソシアネートの反応から誘導されるものなど）；ポリカーボネート（例えば、ポリ（メタンビス（4-フェニル）カーボネート）、ポリ（1,1-エーテルビス（4-フェニル）カーボネート）、ポリ（ジフェニルメタンビス（4-フェニル）カーボネート）、ポリ（1,1-シクロヘキサビス

40

50

(4-フェニル)カーボネート)、又はポリ(2,2-(ビス4-ヒドロキシフェニル)プロパン)カーボネート);ポリスルホン;ポリエーテルエーテルケトン;ポリアミド(例えば、ポリ(4-アミノ酪酸)、ポリ(ヘキサメチレンアジパミド)、ポリ(6-アミノヘキサ酸)、ポリ(m-キシリレンアジパミド)、ポリ(p-キシリレンセバカミド)、ポリ(m-フェニレンイソフタルアミド)、及びポリ(p-フェニレンテレフタルアミド));ポリエステル(例えば、ポリ(エチレンアゼレート)、ポリ(エチレン-1,5-ナフタレート)、ポリ(エチレン-2,6-ナフタレート)、ポリ(1,4-シクロヘキサジメチレンテレフタレート)、ポリ(エチレンオキシベンゾエート)、ポリ(パラ-ヒドロキシベンゾエート)、ポリ(1,4-シクロヘキサリデンジメチレンテレフタレート)(シス)、ポリ(1,4-シクロヘキサリデンジメチレンテレフタレート)(トランス)、ポリエチレンテレフタレート、及びポリブチレンテレフタレート);ポリ(アリーレンオキシド)(例えば、ポリ(2,6-ジメチル-1,4-フェニレンオキシド)及びポリ(2,6-ジフェニル-1,4-フェニレンオキシド));ポリエーテルイミド;ビニルポリマー及びそれらのコポリマー(例えば、ポリビニルアセテート、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル、ポリビニルブチラール、ポリ塩化ビニリデン、及びエチレン-ビニルアセテートコポリマー);アクリル系ポリマー(例えば、ポリ(エチルアクリレート)、ポリ(n-ブチルアクリレート)、ポリ(メチルメタクリレート)、ポリ(エチルメタクリレート)、ポリ(n-ブチルメタクリレート)、ポリ(n-プロピルメタクリレート)、ポリアクリルアミド、ポリアクリロニトリル、エチレン-エチルアクリレートコポリマー、及びエチレンアクリル酸コポリマー、ポリ(アクリロニトリル-コ-ブタジエン-コ-スチレン)及びポリ(スチレン-コ-アクリロニトリル));スチレン系ポリマー(例えば、ポリスチレン、ポリ(スチレン-コ-無水マレイン酸)ポリマー及びそれらの誘導体、メチルメタクリレート-スチレンコポリマー、及びメタクリレート化ブタジエン-スチレンコポリマー);ポリオレフィン(例えば、ポリエチレン、ポリブチレン、ポリプロピレン、塩素化低密度ポリエチレン、ポリ(4-メチル-1-ペンテン));セルロースエステルプラスチック(例えば、セルロースアセテート、セルロースアセテートブチレート、及びセルロースプロピオネート);ポリアリーレンエーテル(例えば、ポリフェニレンオキシド);ポリイミド;ポリビニリデンハライド;芳香族ポリケトン;並びにポリアセタールが挙げられる。これら前述のポリマーのコポリマー及び/又は組み合わせも使用することができる。これらの中でも、ポリカーボネートが典型的には好ましい。

【0049】

硬化性組成物は、例えば、スプレーコーティング、ロールコーティング、グラビアコーティング、スロットコーティング、ナイフコーティング、バーコーティング、及びディップコーティングを含む任意の好適な技術によって、第1の単一ポリマーフィルムの主面上にコーティングすることができる。任意の溶媒が存在する場合には、その溶媒は典型的には、この時点で少なくとも実質的に除去される(例えば、強制空気オープン又は他の加熱手段を使用して)。

【0050】

次に、任意選択で少なくとも部分的に乾燥させた硬化性組成物は、少なくとも部分的に硬化し、好ましくは完全に硬化し、典型的には熱成形可能な複合フィルムをもたらす。硬化は、硬化性組成物が熱開始剤(例えば、過酸化剤開始剤)を含む場合には熱を使用して、微粒子放射線(例えば、電子ビーム)を使用して、又は光硬化(例えば、電磁放射線の紫外線及び/若しくは可視波長を使用する)を使用して達成され得る。このような硬化技術の手法は、当該技術分野において周知であり、当業者の能力の範囲内である。

【0051】

接着剤の後続の層、任意の第2の単一ポリマーフィルム、及び任意の剥離ライナーを、例えば積層(lamination)など、当業者に既知の技術を使用して追加してもよい。積層は、加熱及び/又は圧力によって、より好ましくは第1及び任意の第2の接着剤層を使用することによって、達成することができる。好ましくは、接着剤層は、感圧接着剤及び/又はホットメルト接着剤である。例示的な感圧接着剤としては、ラテックススクレーブ、ロジン

10

20

30

40

50

、ポリアクリレートエステルを含むアクリル系ポリマー及びコポリマー（例えば、ポリ（ブチルアクリレート））、ビニルエーテル（例えば、ポリ（ビニル n - ブチルエーテル））、アルキド接着剤、ゴム接着剤（例えば、天然ゴム、合成ゴム、塩素化ゴム）、並びにこれらの混合物が挙げられる。例示的なホットメルト接着剤としては、例えば、K r a t o n Corporation (Houston, TX) から商品名 K R A T O N で入手可能な、スチレン - ブタジエンブロックコポリマーが挙げられる。

【0052】

熱成形は、プラスチックフィルムを柔軟な形成温度まで加熱し、成形型内の特定の形状に形成し、トリミングして使用可能な製品を作製する製造プロセスである。フィルムは典型的にはオープン中で十分に高い温度に加熱され、それによりフィルムが成形型の中又は上に延伸され最終形状に冷却することが可能になる。その簡略化されたバージョンは、真空成形である。適切な熱成形手法は、当業者に周知である。本開示による保護フィルムは、成形型（例えば、直角な表面を有する）中で熱成形し、成型された形状の縁部から熱成形された形状の中心までの硬化組成物のクラックの量を決定することによって、熱成形性について評価することができる。好ましい実施形態は、熱成形された形状のどこにもクラックを示さない。熱成形された形状のコーティングにクラックができる場合、クラックは通常、縁部上で開始する。例えば、クラックが縁部で開始し、熱成形された形状の縁部と中心との間の距離の20%にわたり継続する場合、クラックは、縁部から20%として報告する。ひとたび形状が熱成形されると、この形状を更なる成型作業に使用する場合、典型的には、更なるクラックは生じない。

【0053】

本開示の選択された実施形態

第1の実施形態では、本開示は、

第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第1の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

- a) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて70重量パーセント~95重量パーセントの、3~9の平均(メタ)アクリレート官能価を有するウレタン(メタ)アクリレート化合物、
- b) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて2重量パーセント~20重量パーセントの、1~2の(メタ)アクリレート官能価を有する、ウレタン(メタ)アクリレート化合物ではない(メタ)アクリレートモノマー、
- c) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて0.5重量パーセント~2重量パーセントのシリコーン(メタ)アクリレート、及び
- d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第2の主面に近接し、しっかりと結合されている第1の接着剤層と、

互いに反対側にある2つの主面を有し、第1の接着剤層に近接し、しっかりと結合されている第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第1の接着剤層の反対側で、第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し、しっかりと結合されている第2の接着剤層と

を含む、複合フィルムを提供する。

【0054】

第2の実施形態では、本開示は、第2の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、第1の実施形態に記載の複合フィルムを提供する。

【0055】

第3の実施形態では、本開示は、第1及び第2の接着剤層が感圧接着剤層である、第1又は第2の実施形態に記載の複合フィルムを提供する。

【0056】

第4の実施形態では、本開示は、

第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第1の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

- a) 成分a)～d)の総重量に基づいて70重量パーセント～95重量パーセントの、3～9の平均(メタ)アクリレート官能価を有するウレタン(メタ)アクリレート化合物、
- b) 成分a)～d)の総重量に基づいて2重量パーセント～20重量パーセントの、1～2の(メタ)アクリレート官能価を有する、ウレタン(メタ)アクリレート化合物ではない(メタ)アクリレートモノマー、
- c) 成分a)～d)の総重量に基づいて0.5重量パーセント～2重量パーセントのシリコン(メタ)アクリレート、及び
- d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第2の主面に近接し、しっかりと結合されている第1の接着剤層と

を含む、電子機器のための保護カバーであって、

保護カバーは、第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する中央平面部を含み、中央平面部は、少なくとも2つの直線状の側部によって境界付けられ、少なくとも2つの直線状の側部は、中央平面部から平面外に延びて、保護カバーの内表面及び外表面を画定し、低表面エネルギー耐摩耗層は、中央平面部の外表面上に配置されている、保護カバーを提供する。

【0057】

第5の実施形態では、本開示は、第1の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、第4の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0058】

第6の実施形態では、本開示は、

互いに反対側にある2つの主面を有する第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムであって、第1の接着剤層に近接し、しっかりと結合されている第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第1の接着剤層の反対側で、第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し、しっかりと結合されている第2の接着剤層と

を更に含む、第4の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0059】

第7の実施形態では、本開示は、第2の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、第6の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0060】

第8の実施形態では、本開示は、第1及び第2の接着剤層が感圧接着剤層である、第6又は第7の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0061】

第9の実施形態では、本開示は、電子機器に取り付けた際、保護カバーが電子機器の表面に適合する、第4～8の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0062】

第10の実施形態では、本開示は、保護カバーが少なくとも1つの開口を有し、それを通じて使用者が電子機器の動作制御機能にアクセスすることを可能にする、第9の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0063】

10

20

30

40

50

第11の実施形態では、本開示は、電子機器が携帯電話又はタブレットコンピュータである、第4～10の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0064】

第12の実施形態では、本開示は、保護カバーが熱成形される、第4～11の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0065】

第13の実施形態では、本開示は、第1及び第2の単一熱可塑性ポリマーフィルムが、独立して、ポリカーボネート又はポリエステルを含む、第4～12の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0066】

第14の実施形態では、本開示は、成分d)が硬化性組成物中に存在する、第4～13の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0067】

第15の実施形態では、本開示は、成分d)がフリーラジカル光開始剤を含む、第14の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0068】

第16の実施形態では、本開示は、成分b)が、1,6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート又はアルコキシル化テトラヒドロフルフルル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1つを含む、第4～15の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0069】

第17の実施形態では、本開示は、成分a)ウレタン(メタ)アクリレート化合物が、イソシアヌレート環又はビウレット基のうちの少なくとも1つを含む、第4～16の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0070】

第18の実施形態では、本開示は、硬化性組成物が、0.1ミクロン～1ミクロンのDv50を有するアルミナ粒子を含む、第4～17の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0071】

第19の実施形態では、本開示は、アルミナ粒子が、0.2ミクロン～0.3ミクロンのDv50を有する、第18の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0072】

第20の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物が、0.2重量パーセント～3重量パーセントのアルミナ粒子を含む、第18又は第19の実施形態に記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0073】

第21の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物がカルバミレン基を含む、第4～20の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。第22の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物がポリエーテルを含む、第4～20の実施形態のいずれか1つに記載の電子機器のためのカバーを提供する。

【0074】

第23の実施形態では、本開示は、電子機器のための保護カバーの製造方法であって、複合フィルムを熱成形して、第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する中央平面部を含む保護カバーをもたらしことを含み、中央平面部は、少なくとも2つの直線状の側部によって境界付けられ、複合フィルムは、

第1の主面及び反対側にある第2の主面を有する第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第1の単一熱可塑性ポリマーフィルムの第1の主面上に配置された低表面エネルギー耐摩耗層であって、低表面エネルギー耐摩耗層は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成

10

20

30

40

50

物を含み、硬化性組成物は以下の成分：

- a) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 70 重量パーセント ~ 95 重量パーセントの、3 ~ 9 の平均 (メタ) アクリレート官能価を有するウレタン (メタ) アクリレート化合物、
- b) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 2 重量パーセント ~ 20 重量パーセントの、1 ~ 2 の (メタ) アクリレート官能価を有する、ウレタン (メタ) アクリレート化合物ではない (メタ) アクリレートモノマー、
- c) 成分 a) ~ d) の総重量に基づいて 0.5 重量パーセント ~ 2 重量パーセントのシリコーン (メタ) アクリレート、及び
- d) 任意の有効量の光開始剤

を含む低表面エネルギー耐摩耗層と、

第 1 の単一熱可塑性ポリマーフィルムが、第 2 の主面に近接し、しっかりと結合されている第 1 の接着剤層とを含み、

少なくとも 2 つの直線状の側部は、中央平面部から平面外に延びて、保護カバーの内表面及び外表面を画定し、低表面エネルギー耐摩耗層は、外表面の少なくとも一部の上に配置されている、製造方法を提供する。

【0075】

第 24 の実施形態では、本開示は、複合フィルムが、第 1 の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、第 23 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0076】

第 25 の実施形態では、本開示は、複合フィルムが、互いに反対側にある 2 つの主面を有する第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムであって、第 1 の接着剤層に近接し、しっかりと結合されている第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムと、

第 1 の接着剤層の反対側で、第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムに近接し、しっかりと結合されている第 2 の接着剤層と

を更に含む、第 23 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0077】

第 26 の実施形態では、本開示は、複合フィルムが、第 2 の接着剤層に剥離可能に接着されている剥離ライナーを更に含む、第 25 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0078】

第 27 の実施形態では、本開示は、第 1 及び第 2 の接着剤層が感圧接着剤層である、第 25 又は第 26 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0079】

第 28 の実施形態では、本開示は、電子機器に取り付けた際、保護カバーが電子機器の表面に適合する、第 23 ~ 27 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【0080】

第 29 の実施形態では、本開示は、保護カバーが少なくとも 1 つの開口を有し、それを通じて使用者が電子機器の動作制御機能にアクセスすることを可能にする、第 28 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0081】

第 30 の実施形態では、本開示は、電子機器が携帯電話又はタブレットコンピュータである、第 29 の実施形態に記載の方法を提供する。

【0082】

第 31 の実施形態では、本開示は、第 1 及び第 2 の単一熱可塑性ポリマーフィルムが、独立して、ポリカーボネート又はポリエステルを含む、第 23 ~ 30 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【0083】

第 32 の実施形態では、本開示は、成分 d) が硬化性組成物中に存在する、第 23 ~ 31 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【0084】

10

20

30

40

50

第 3 3 の実施形態では、本開示は、成分 d) がフリーラジカル光開始剤を含む、第 3 2 の実施形態に記載の方法を提供する。

【 0 0 8 5 】

第 3 4 の実施形態では、本開示は、成分 b) が、1, 6 - ヘキサンジオールジ (メタ) アクリレート又はアルコキシル化テトラヒドロフルフルル (メタ) アクリレートのうちの少なくとも 1 つを含む、第 2 3 ~ 3 3 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【 0 0 8 6 】

第 3 5 の実施形態では、本開示は、成分 a) において、ウレタン (メタ) アクリレート化合物が、イソシアヌレート環又はビウレット基のうちの少なくとも 1 つを含む、第 2 3 ~ 3 4 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

10

【 0 0 8 7 】

第 3 6 の実施形態では、本開示は、硬化性組成物が、0.1 ミクロン ~ 1 ミクロンの D_v 50 を有する アルミナ粒子を含む、第 2 3 ~ 3 5 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【 0 0 8 8 】

第 3 7 の実施形態では、本開示は、アルミナ粒子が、0.2 ミクロン ~ 0.3 ミクロンの D_v 50 を有する、第 3 6 の実施形態に記載の方法を提供する。

【 0 0 8 9 】

第 3 8 の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物が、0.15 重量パーセント ~ 9 重量パーセントの アルミナ粒子を含む、第 3 6 又は第 3 7 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

20

【 0 0 9 0 】

第 3 9 の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物がカルバミレン基を含む、第 2 3 ~ 3 8 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【 0 0 9 1 】

第 4 0 の実施形態では、本開示は、少なくとも部分的に硬化した硬化性組成物がポリエーテルを含む、第 2 3 ~ 3 9 の実施形態のいずれか 1 つに記載の方法を提供する。

【 0 0 9 2 】

本開示の目的及び利点は以下の非限定的な実施例によって更に例証されるが、これらの実施例に引用される具体的な材料及びそれらの量、並びにその他の条件及び詳細は、本開示を過度に制限しないものと解釈されるべきである。

30

【実施例】

【 0 0 9 3 】

特に記載のない限り、実施例及び本明細書のその他の箇所における全ての部、百分率、比などは、重量によるものである。

40

50

【表 1】

表 1

名称	説明
DESN100	DESMODUR N100ビウレット系ヘキサメチレンジイソシアネートオリゴマー、100%固形分、22.0重量パーセントNCO、191g/当量、Covestro LLC (Pittsburgh, Pennsylvania) から入手
DESN3300A	DESMODUR N3300Aイソシアヌレート系ヘキサメチレンジイソシアネートオリゴマー、100%固形分、21.8重量パーセントNCO、193g/当量、Covestro LLCから入手
BHT	2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール、Aldrich Chemical Co. (Milwaukee, Wisconsin) から入手可能
4-ヒドロキシ-TEMPO	4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-1-オキシル、Aldrich Chemical Co. から入手可能
HEA	2-ヒドロキシエチルアクリレート、Alfa Aesar (Ward Hill, Massachusetts) から入手
PETA	ペンタエリスリトールトリアクリレート、Sartomer Co. (Exton, Pennsylvania) からSR444Cとして入手
HDDA	1,6-ヘキサジオールジアクリレート、Sartomer Co. から入手
MEK	メチルエチルケトン、Alfa Aesarから
MP	1-メトキシ-2-プロパノール
PCフィルム	ビスフェノールA系ポリカーボネートフィルム、厚さ5ミル(0.13mm)、Sabic Innovative Plastics (Riyadh, Saudi Arabia) からLEXAN 8010-112MCフィルムとして入手可能
ESACURE ONE	光開始剤、Lamberti USA (Conshohocken, Pennsylvania) から入手
SR611	アルコキシル化テトラヒドロフルフリルアクリレートモノマー、Sartomer Co. から
SR217	脂環式アクリレートモノマー、Sartomer Co. から
HFPO-ウレタン	DES N100/0.95 PET3A/0.10 HFPO-C(=O)NHCH ₂ CH ₂ OHの調製については、米国特許第8,728,623号 (Pokornyら) カラム15、14-34行を参照されたい
C ₄ F ₉ -アクリレート	FBSEA (C ₄ F ₉ SO ₂ N(CH ₃)CH ₂ CH ₂ OC(=O)CH=CH ₂)は、PCT国際公開WO01/30873号 (Savuら) の実施例2Aの手順によって作製される
TEG2100	TEGORAD 2100 シリコンアクリレート、Evonik Industriesから入手
TEG2250	TEGORAD 2250 シリコンポリエーテルアクリレート、Evonik Industriesから入手
TEG2500	TEGORAD 2500 シリコンポリエーテルアクリレート、Evonik Industriesから入手
Capa3031	低分子量3官能性カプロラクトンポリオール、Perstorp Groupから入手
DBTDL	ジブチルスズジラウレート、Aldrich Chemical Co. (Milwaukee, Wisconsin) から入手
Celloxide 2010P	脂環式エポキシド、Daicell USA (Fort Lee, New Jersey) から入手
Cyrcure CPI-6976	芳香族スルホニウムPF ₆ ⁻ 塩の混合物、Aceto Corporation (Lake Success, New York) から
PETフィルム	SCOTCHPAK PET、2ミル(0.051mm)プライマー処理されたポリエステルフィルム、3M Company (St. Paul, Minnesota)。コーティングをプライマー処理された側に適用した。
20nmのSiO ₂	PCT国際公開WO2014/011731(A1)号 (Pokornyら) の14ページ30行~15ページ10行の手順によって調製した
αアルミナNP	αアルミナナノ粉末、99.99%純度、平均粒径約100nm、表面積13~15m ² /g、α相、Inframat Advanced Materials (Manchester, Connecticut) から、26N-0811UPAとして入手

【0094】

摩耗試験 (イレーサー摩耗試験)

Taber model 5750 Linear Abraser (Taber Industries (North Tonawanda, New York)) を使用して、フィルム試料の摩耗をダウンウェブでコーティング方向に試験した。試験したフィルム試料は、熱成形したものではなかった。コレットは40サイクル/分で振動し、ストロークの長さは2インチ(5.08cm)であった。この試験に使用した研磨材は、イレーサーインサート (EMS Acquisition Corp. (Hatfield, Pennsylvania) の一部門である Summers Optical から入手した) であった。イレーサーインサートは6.5mmの直径を有し、MIL規格 Mil-E-12397Bの要件を満たした。

【0095】

10

20

30

40

50

レーザーインサートは、コレットによる試験の持続時間を通じて定位置に保持した。各実施例について1つの試料を、1.1kg重の重量及び20サイクルで、3つの異なる点において試験した。摩耗させた後、レンズ洗浄タオル(Radnor Products (Radnor, Pennsylvania))で拭き取ることによって、試料を清浄にした。各試料の光学ヘイズ及び透過率を、3つの異なる点において、Haze-Gard Plus透過率計(BYK Gardner (Columbia, Maryland))を使用して測定した。報告したヘイズ値及び透過率は、3つの異なる点において得た値の平均である。試料の未試験領域のヘイズを減算することにより、各試料のヘイズ値を計算した。試料の未試験領域の透過率から試験後の透過率を減算することによって、各試料について透過率の損失を計算した。

10

【0096】

摩耗試験(スチールウール摩耗試験)

スチールウール摩耗試験を、Taber model 5750 Linear Abraser (Taber Industries (North Tonawanda, New York))において実行した。コレットは60サイクル/分で振動し、ストロークの長さは4インチである。この試験に使用した研磨材は、スチールウールパッド(グレード#0000、2cm×2cm平方)であった。スチールウールパッドは、コレットによる試験の持続時間を通じて定位置に保持した。各実施例について1つの試料を、1.0kg重の重量及び500サイクルで試験した。摩耗させた後、レンズ洗浄タオル(Radnor Products (Radnor, Pennsylvania))で拭き取ることによって、試料を清浄にした。各試料の光学ヘイズ及び透過率を、擦過領域に沿った3つの異なる点においてHaze-Gard Plus透過率計(BYK Gardner (Columbia, Maryland))を使用して測定した。報告したヘイズ値及び透過率は、3つの異なる点において得た値の平均である。試料の未試験領域のヘイズを減算することにより、各試料のヘイズ値を計算した。試料の未試験領域の透過率から試験後の透過率を減算することによって、各試料について透過率の損失を計算した。

20

【0097】

アルミナナノ粒子(NP)の調製

アルミナナノ粒子分散体を、媒体粉碎プロセスを通じて作製した。MEK(280グラム)、86グラムのBYK-W 9010分散添加剤(BYK USA (Wallingford, Connecticut))、及び418グラムの超高純度アルミナNPを、Dispermat CN-10実験室用高剪断分散機(BYK-Gardner USA (Columbia, Maryland))を使用して一緒に混合した。混合した分散体を、MiniCer実験室用媒体ミル(Netzsch (Exton, Pennsylvania))において、0.2mmのイットリア安定化ジルコニア粉碎媒体によって粉碎した。アリコート(40グラム)を、10、20、30、及び90分においてサンプリングした。10、20、30、及び90分において収集した試料の固形分含有率は、それぞれ59.6重量パーセント、60.1重量パーセント、61.1重量パーセント、及び53.6重量パーセントであった。Horiba LA-960で実行したレーザー回折による粒径分析の前に、0.2mLのアルミナNPを2mLのMEKで希釈した。Dv10は、直径の累積10%点(又は10%パス粒径)を意味する。Dv50は、直径の累積50%点(又は50%パス粒径)を意味し、メジアン径とも呼ばれる。Dv90は、直径の累積90%点を意味する。各充填樹脂についての体積平均Dv10値、Dv50値、及びDv90値(マイクロメートル、 μm による)を、下の表2に示す。

30

40

【表 2】

表 2

粒子	Dv10、 ミクロン	Dv50、 ミクロン	Dv90、 ミクロン
αアルミナNP	1.643	4.029	8.033
30分間粉碎	0.128	0.228	0.414
10分間粉碎	0.133	0.234	0.402
20分間粉碎	0.128	0.221	0.357
90分間粉碎	0.159	0.39	1.409

10

【0098】

レンズ成形型における熱成形

レンズ成形型における熱成形を、MAACシート給送真空熱成形システム(MAAC machinery Corp., Carol Stream, Illinois)を使用して実行した。熱成形システムは、コーティング処理をしたフィルムシートを熱成形するためにクランプし、このシートを上下の加熱要素の間で往復させて、シートを340°F(171)~380°F(193)の温度に加熱した。次いで、加熱したシートを、8ベースレンズの外形(成形型キャビティの長さは8mm、幅は65mmであった)を有する形成ツールの上部で往復させた。ツールを、150°F(66)~250°F(121)の温度に加熱した。次いで、加熱したシートが8ベースレンズのツール外形に形成されるように、ツールをシート内に持ち上げ、真空中で引いた。

20

【0099】

熱可塑性フィルム上のハードコートを、レンズ形状に熱成形し、レンズ形状の縁部からレンズ形状の中心までのハードコートのクラックの量を決定することによって、熱成形性について評価した。最も好ましい実施形態は、レンズ形状のどこにもクラックを示さない。レンズ形状のコーティングにクラックができた場合、クラックは通常、縁部で開始していた。レンズの縁部からレンズの中心まで、縁部からのパーセントクラックを測定した。例えば、クラックが縁部で開始し、レンズ形状の縁部と中心との間の距離の20%にわたり継続していた場合、クラックは、縁部から20%として報告した。縁部と中心との間の工程に半分、クラックが存在した場合、クラックのレベルは、縁部から上に50%のクラックとして記録した。百分率の位置は、肉眼で視覚的に測定した。

30

【0100】

クラックの量についての格付け尺度

なし = クラックなし

非常にわずか = 1~3個のクラック

わずか = 4~10個のクラック

わずかなクラック = 少数のクラックが観察され、クラックからクラックまでの距離が比較的大きい(6mm超)。

【0101】

1mm縁部アルミニウム電話成形型における熱成形

1ミリメートル縁部アルミニウム電話成形型における熱成形を、Hytech AccuForm IL50熱成形装置で実行した。成形型は一般的な電話の形状を有し、4つの縁部に1mmの円弧を有する。フィルムが形成される上面の4つの角は、それぞれ0.1インチ(2.54mm)、0.15インチ(3.81mm)、0.25インチ(6.35mm)、及び0.5インチ(12.7mm)の円弧を有する。熱成形条件は、350°F(177)の加熱プラテン温度、80°F(27)の成形型温度、6秒の予熱時間、60psiの予熱圧力、及び6秒の形成時間を含む。

40

【0102】

熱成形した試料は、「クラックなし」、「縁部のみにクラック」、及び「表面を横切るクラック」として格付けされた。「縁部のみにクラック」とは、成形型の底部が成形機の

50

成形型プラットフォームに接触する場所である、試料の底部の周囲に発現したクラックを意味する。クラックが、熱成形した試料の実際に使用可能な部分にあることを、必ずしも意味するものではない。

【0103】

静的水接触角測定

静的水接触角を、KRUSS Drop Shape Analyzer DSA100 (Krusss Gmbh (Hamburg, Germany))において測定した。水(5マイクロリットル)を表面に移し、画像を解析することによって、静的水接触角を得た。表面の異なる位置で3回の測定を実行し、平均値及び標準偏差を計算した。

【0104】

クロスハッチ接着力試験

各試料のクロスハッチ接着力を、ASTM D3359-09、「Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test」、試験方法Bを使用して、3M 893フィラメントテープ(3M Company (St. Paul, Minnesota))を使用して測定した。

【0105】

調製例1 (PE1)

磁気攪拌棒を備えた250mLの広口瓶に、39.76g(0.2082当量)のDESN100、25gのMEK、12.33g(0.1062当量)のHEA、47.91g(0.1062当量)のPETA、NCO当量当たり合計1.01当量のOHに対して、0.025g(250ppm)のBHT、0.005g(50ppm)の4-ヒドロキシTEMPO、及び0.05g(500ppm)のDBTDLを投入した。広口瓶を室温の水浴に入れ、10分間攪拌した。10分後、55℃の浴に4時間入れた。その時間の終わりに、反応混合物をFTIRによってモニタリングし、2265cm⁻¹におけるNCOピークを有しないことがわかった。得られた材料は、80重量パーセント固形分であった。

【0106】

調製例PE2~PE8 (PE2~PE8)

PE2~PE14を、表3に報告した調製物同士を反応させることによって、上記PE1と同様に調製した。適切な大きさの広口瓶を使用して反応を実施した。表3に記載した調製物で使用した材料の量は、グラム(g)で報告し、特に断りのない限り、固形分に対して250ppmのBHT、50ppmの4-ヒドロキシTEMPO、及び500ppmのDBTDLを更に含んでいた。得られた生成物は、MEK中80重量パーセント固形分であった。

【表3】

表3

調製例	説明	イソシアネート、 g	HEA、 g	PETA、 g	MEK、 g	ウレタン(メタ)アクリレート化合物の 平均(メタ)アクリレート官能価
PE1	1.0 DESN100 + 0.5 HEA + 0.5 PETA	DESN100, 39.76	12.33	47.91	25	7.2
PE2	1.0 DESN100 + PETA	DESN100, 29.32		70.68	25	10.8
PE3	1.0 DESN100 + 0.25 HEA + 0.75 PETA	DESN100, 33.75	5.23	61.01	25	9
PE4	1.0 DESN100 + 0.75 HEA + 0.25 PETA	DESN100, 48.37	22.5	29.14	25	5.4
PE5	1.0 DESN3300 + 1.0 PETA	DESN3300, 29.5		70.50	25	10.5
PE6	1.0 DESN3300 + 0.5 HEA + 0.5 PETA	DESN3300, 95.99	29.47	114.54	60	7
PE7	1.0 DESN100 + 1.0 HEA	DESN100, 61.96	38.04		25	3.6
PE8	1.0 DESN3300 + 1.0 HEA	DESN3300, 62.16	37.84		25	3.5

【0107】

平均(メタ)アクリレート官能価は、以下の方法で計算する。各化合物について添加したアクリレートの官能価を最初に計算する。例えば、下のPE3は、1.0 DESN1

00 + 0.25 HEA + 0.75 PETAとして表記されている。これは、この化合物が、1当量のイソシアネート基（DESN100として）と、0.25ヒドロキシル当量のヒドロキシエチルアクリレート及び0.75ヒドロキシル当量のPETAとの反応生成物であることを意味する。HEAは、1ヒドロキシル基当たり1個のアクリレート基を有し、PETAは、1ヒドロキシル基当たり3個のアクリレート基を有する。そうすると、この化合物について添加したアクリレートの官能価は、 $(0.25 \times 1) + (0.75 \times 3) = 2.5$ である。平均（メタ）アクリレート官能価は、各化合物について添加したアクリレートの官能価に、ポリイソシアネートの平均官能価を乗じることによって見出される。Covestroによれば、DESN100についての平均官能価は3.6であり、そのため、この化合物についての平均（メタ）アクリレート官能価は、 $2.5 \times 3.6 = 9$ である。

10

【0108】

この方法によって、DESN3300、DESN3800、及びDESZ4470BAについてのポリイソシアネートの平均官能価は、それぞれ3.5、3.0、及び3.3である。

【0109】

調製例PE9～PE16

表4に報告したように成分同士を混合することにより、コーティング溶液を調製した。次いで、各調製例を調製するために、表4に指示するコーティング溶液組成物を、PCフィルム上に32重量パーセント固形分でコーティングした。表5において、調製例のオリゴマーの識別情報を、各調製ハードコート処理フィルムについて報告する。7番ワイヤー巻回ロッド（RD Specialties (Webster, New York) から入手可能、公称湿潤フィルム厚さ0.63ミル（16.0ミクロン））を使用してコーティングを行い、80℃で1.5分間乾燥させた。次いで、乾燥させたコーティングを、H型電球を備えたUV処理装置（500W、Heraeus Noblelight America / Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland) から入手可能）を使用して、窒素下30フィート/分（12.1m/分）で100%の出力で硬化させた。硬化後のコーティングは、約3.4ミクロンの推定厚さを有していた。

20

【表4】

30

表4

調製例 PE9-PE16	投入量、 g	固形分、 g	溶媒	重量パーセント 固形分	コーティング溶液中の 重量パーセント
調製例オリゴマー	9.33	7.464	1.866	93.3	37.32
HDDA	0.16	0.16		2.00	0.64
SR611	0.16	0.16		2.00	0.64
TEG2100	0.056	0.056		0.70	0.22
ESACURE ONE	0.16	0.16		2.00	0.64
MP	15.134		15.134	0.00	60.54

40

50

【表 5】

表5

調製例ハードコート処理フィルム	調製例オリゴマー
PE9	PE1
PE10	PE2
PE11	PE3
PE12	PE4
PE13	PE5
PE14	PE6
PE15	PE7
PE16	PE8

10

【0110】

熱成形CPEX9 - CPEX16を生成するための調製例PE9 ~ PE16の熱成形は、MAACシート給送真空熱成形システム(MAAC Machinery Corp. (Carol Stream, Illinois))を使用して実行した。熱成形システムは、コーティング処理をしたフィルムシートを熱成形するためにクランプし、このシートを上下の加熱要素の間で往復させて、シートを340°F(171℃) ~ 380°F(193℃)の温度に加熱した。次いで、加熱したシートを、8ベースレンズの外形(成形型キャビティの長さは8mm、幅は65mmであった)を有する形成ツールの上部で往復させた。ツールを、150°F(66℃) ~ 250°F(121℃)の温度に加熱した。次いで、加熱したシートが8ベースレンズのツール外形に形成されるように、ツールをシート内に持ち上げ、真空で引いた。

20

【0111】

熱成形に使用したフィルムの試験結果を、下の表6に報告する。

【表 6】

表6

使用したフィルム	初期ヘイズ、%	レーザー摩耗試験 Δヘイズ、%	レーザー 摩耗試験後の 透過率、%	レーザー 摩耗試験後の 透過率損失%、%	クロスハッチ接着 力試験格付け
PE9	0.17	5.09	90.9	1.8	5B
PE10	0.1	3.68	90.9	1.8	5B
PE11	0.13	4.13	90.9	1.9	5B
PE12	0.12	10.08	90.7	2.1	5B
PE13	0.13	4.43	90.8	1.8	5B
PE14	0.12	7.14	90.7	2	5B
PE15	0.15	15.25	90.6	2.3	5B
PE16	0.15	21.15	90.4	2.3	5B

30

【0112】

熱成形結果を下の表7に報告する。

40

50

【表 7】

表 7

熱成形した調製例	熱成形に使用した調製例	熱成形結果
PE17	PE9	縁部のみにクラック
PE18	PE10	縁部から上にクラック30%
PE19	PE11	縁部から上にクラック25%
PE20	PE12	縁部のみにクラック
PE21	PE13	縁部から上にクラック25%
PE22	PE14	縁部のみにクラック
PE23	PE15	クラックなし
PE24	PE16	クラックなし

10

【0113】

配合物 A 1 の調製

0.64 g の光開始剤 ESACURE ONE、及び 0.32 g の TEG 2100 を、34.80 g の PE 1 (MEK の 80 重量%) に添加し、続いて 48 g のエタノール及び 6.0 g の 1 - メトキシ - 2 - プロパノールで希釈することによって、配合物 A 1 を作製した。得られた配合物 A 1 は、32.1 重量% の固形分を有していた。

【0114】

調製例 PE 25 ~ PE 38

配合物 A 1 を使用して、表 8 のコーティング配合物を作製した。表 8 の HDDA 及び SR 217 は、エタノール中 32 重量% 固形分に希釈した。Tego Rad 添加剤 (TEG 2500 及び TEG 2700) は、使用前に、エタノール中 10 重量% 固形分に希釈した。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE 25 ~ PE 31 を作製した。12 番ワイヤー巻回ロッド (RD Specialties (Webster, New York)、公称湿潤フィルム厚さ 1.08 ミル (27.4 ミクロン)) を使用して、配合物を 5 ミル PC 基材上に手塗りした。コーティング処理 PC フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、80 °C で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた UV 処理装置 (500 W、Heraeus Noblelight America / Fusion UV Systems) (Gaithersburg, Maryland) を使用して、30 フィート / 分 (12.1 m / 分) の窒素パージ下で 100% 出力で硬化させた。PE 30 及び PE 31 から作製したコーティングは、不均一な表面を有していた。

20

30

【0115】

コーティング配合物及び得られたコーティング物品を、表 9 に報告した。レーザー摩耗試験前後のヘイズ及び透過率を測定し、結果を表 10 に報告する。レンズ成形型における熱成形及びクロスハッチの結果を、表 11 に報告する。

【表 8】

表 8

調製例	配合物 A1 (エタノールの 32 重量%)、 g	HDDA (エタノールの 32 重量%)、 g	SR217 (エタノールの 32 重量%)、 g	TEG2500 (エタノールの 10 重量%)、 g	TEG2700 (エタノールの 10 重量%)、 g
PE25	5.00	0.00	0.00	0.00	0.00
PE26	4.75	0.25	0.00	0.00	0.00
PE27	4.75	0.00	0.25	0.00	0.00
PE28	4.50	0.25	0.00	0.08	0.00
PE29	4.50	0.25	0.00	0.16	0.00
PE30	4.50	0.25	0.00	0.00	0.08
PE31	4.50	0.25	0.00	0.00	0.16

40

50

【表 9】

表 9

ハードコート処理PCフィルム調製例	調製例
PE32	PE25
PE33	PE26
PE34	PE27
PE35	PE28
PE36	PE29
PE37	PE30
PE38	PE31

10

【表 10】

表 10

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE32	0.26	7.10	6.84	92.7	90.9	-1.8
PE33	0.16	8.13	7.97	92.6	91.6	-1.0
PE34	0.14	9.25	9.11	92.6	91.0	-1.6
PE35	0.26	6.98	6.72	92.7	91.2	-1.5
PE36	0.51	6.36	5.85	92.8	91.2	-1.6
PE37	0.37	9.60	9.23	92.7	91.5	-1.2
PE38	0.41	6.66	6.25	92.7	91.3	-1.4

20

【表 11】

表 11

ハードコート処理 PCフィルム	熱成形(3個の複製)	クロスハッチ接着 力試験格付け
PE32	3個の複製で縁部にクラック	5B
PE33	2個の複製は縁部の上にクラック30%、1個は縁部にクラック	5B
PE34	2個の複製はクラックなし、1個は縁部にクラック	5B
PE35	3個の複製で縁部にクラック	5B
PE36	1個の複製はクラックを有さず、1個は縁部にクラック、 1個は縁部の上にクラック15%	5B
PE37	3個の複製で不均一な表面を有するが、クラックなし	5B
PE38	3個の複製で不均一な表面を有するが、クラックなし	5B

30

【0116】

調製例 P E 3 9 ~ P E 5 5

表 1 2 に示す配合物の作製において、配合物 A 1 を使用した。表 1 2 で使用した S R 6 1 1 は、エタノール中 3 2 重量% 固形分に希釈した。T E G 2 5 0 0 は、エタノール中 1 0 重量% 固形分に希釈した。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、配合物を作製した。1 2 番ワイヤー巻回ロッド(公称湿潤フィルム厚さ 1 . 0 8 ミル(2 7 . 4 ミクロン))を使用して、配合物を 5 ミル(0 . 1 2 7 mm) P C 基材上手塗りした。コーティング処理 P C フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、8 0 ° で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた U V 処理装置(5 0 0 W、H e r a e u s N o b l e l i g h t A m e r i c a / F u s i o n U V S y s t e m s (G a i t h e r s b u r g , M a r y l a n d)) を使用して、3 0 フィート/分(1 2 . 1 m / 分) の窒素パージ下で 1 0 0 % 出力で硬化させた。

40

【0117】

配合物及び得られたコーティング物品を、表 1 3 に報告する。イレーザー摩耗試験前後

50

のヘイズ及び透過率を測定し、結果を表14に報告する。レンズ成形型における熱成形及びクロスハッチの結果を、表15に報告する。

【表12】

表12

配合物	配合物A1 (32.1重量%固形分)、 g	SR611 (エタノール中 32重量%固形分)、 g	TEG2500 (エタノール中 10重量%固形分)、 g	全固形分、 重量%
PE39	5.00	0.00	0.00	32.1
PE40	4.75	0.25	0.00	32.1
PE41	4.50	0.50	0.00	32.1
PE42	4.25	0.75	0.00	32.1
PE43	4.75	0.25	0.08	31.7
PE44	4.50	0.50	0.08	31.7
PE45	4.25	0.75	0.08	31.7

10

【表13】

表13

ハードコート処理PCフィルム	配合物
PE46	PE39
PE47	PE40
PE48	PE41
PE49	PE42
PE50	PE43
PE51	PE44
PE52	PE45

20

【表14】

表14

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
5ミルPCフィルム	0.07	46.7	46.63	90.6	90.4	-0.2
PE46	0.13	9.41	9.28	92.8	90.9	-1.90
PE47	0.17	7.23	7.06	92.7	91.1	-1.60
PE48	0.12	7.34	7.22	92.7	91.2	-1.50
PE49	0.13	7.10	6.97	92.8	91.3	-1.50
PE50	0.14	5.91	5.77	92.8	91.2	-1.60
PE51	0.18	6.78	6.60	92.8	91.2	-1.60
PE52	0.23	12.7	12.47	92.9	91.2	-1.70

30

【表15】

表15

ハードコート処理 PCフィルム	熱成形 (3個の複製)	クロスハッチ接着 力試験格付け
PE46	縁部にクラック	5B
PE47	クラックなし	5B
PE48	2個の複製は縁部にクラック、1個の複製は縁部の上に非常に小さなクラック25%を有していた	5B
PE49	縁部にクラック	5B
PE50	縁部に非常にわずかなクラック	5B
PE51	縁部に非常にわずかなクラック	5B
PE52	縁部に非常にわずかなクラック	5B

40

【0118】

ヘイズ及び透過率におけるコーティング厚さの効果を比較するため、12番、9番

50

、及び7番ワイヤー巻回ロッド (RD Specialties、それぞれ1.08ミル(27.4ミクロン)、0.81ミル(20.57ミクロン)、及び0.62ミル(16.00ミクロン)の公称湿潤フィルム厚さ)を使用して、5ミルPCフィルム上にPE40をコーティングし、得られたコーティング処理PCフィルムを、それぞれPE53、PE54及びPE55と命名した。各コーティング厚さは、5個の複製を有していた。コーティング処理PCフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、80で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素パーズ下で100%出力で硬化させた。硬化ハードコートへのヘイズ及び透過率を、レーザー摩耗試験後に測定した(表16)。レンズ成形型において熱成形した後、全てのハードコート処理PCフィルムは、縁部にクラックを有しない、又はわずかに有するのみであった(12番ワイヤー巻回ロッドを使用した2個の複製は、縁部から約20~30%延びる、非常にわずかな面積及び少数の線を有していた)。

10

【表16】

表16

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE53	0.09	7.49	7.40	91.0	90.8	-0.20
PE54	0.16	7.91	7.75	91.0	90.8	-0.20
PE55	0.10	8.40	8.30	91.0	90.8	-0.20

20

【0119】

配合物Bの調製

0.64gの光開始剤Esacure Oneを、34.80gのPE1(MEKの80重量%)に添加し、続いて54gのMEKで希釈することによって、配合物Bを作製した。得られた配合物Bは、32.1重量%の固形分を有していた。

【0120】

調製例PE56~PE71

表17に示す配合物の作製において、配合物Bを使用した。表17で使用したSR611溶液は、MEK中32重量%の固形分を有していた。TEGO Rad添加剤(TEG2100、TEG2250、TEG2500)は、MEK中10重量%固形分に希釈した。フルオロ添加剤(HFPO-ウレタン及びC₄F₉-アクリレート)は、MEK中30重量%の固形分を有していた。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、配合物を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物を2ミルPET基材上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素パーズ下で100%出力で硬化させた。

30

40

【0121】

配合物及び得られたコーティング物品を、表18に報告する。レーザー摩耗試験前後のヘイズ及び透過率、並びに静的水接触角を測定し、結果を表19に報告する。記載した手順に従って、PE61の6個の複製を、1mm縁部アルミニウム電話成形型によって熱成形した。クラックは縁部のみに観察された。記載した手順に従って、PE56、PE57及びPE60を、1mm縁部アルミニウム電話成形型によって熱成形し、クラックは縁部のみに観察された。

50

【表 17】

表17

配合物	配合物B (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	TEG2100 (MEKの 10重量%)、 g	TEG2250 (MEKの 10重量%)、 g	TEG2500 (MEKの 10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (MEKの 30重量%)、 g	C4F9- アクリレート (MEKの 30重量%)、 g	全固形分中の Tegorad/ HFPO- ウレタン、 %	全固形分、 重量%
PE56	2.25	0.13	0.00	0.00	0.00	0.000	0.000	0.00	32.1
PE57	2.25	0.13	0.08	0.00	0.00	0.000	0.000	1.04	31.4
PE58	2.25	0.13	0.00	0.08	0.00	0.000	0.000	1.04	31.4
PE59	2.25	0.13	0.00	0.00	0.08	0.000	0.000	1.04	31.4
PE60	2.25	0.13	0.00	0.00	0.00	0.025	0.000	0.97	32.1
PE61	2.25	0.13	0.08	0.00	0.00	0.025	0.000	1.99	31.4
PE62	2.25	0.13	0.00	0.00	0.00	0.000	0.026	1.01	32.1
PE63	2.25	0.13	0.08	0.00	0.00	0.000	0.026	2.03	31.4

10

【表 18】

表18

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE64	PE56
PE65	PE57
PE66	PE58
PE67	PE59
PE68	PE60
PE69	PE61
PE70	PE62
PE71	PE63

20

【表 19】

表19

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%			静的水接触角、°
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率	
PE64	0.40	5.40	5.00	91.0	90.2	-0.8	69.7 ± 4.3
PE65	0.47	4.98	4.51	90.2	90.3	0.1	93.0 ± 0.3
PE66	1.50	10.80	9.30	90.2	90.2	0.0	93.1 ± 2.2
PE67	4.37	10.50	6.13	90.3	90.2	-0.1	90.2 ± 2.3
PE68	0.65	7.65	7.00	90.3	90.4	0.1	108.1 ± 0.9
PE69	0.58	8.44	7.86	90.2	90.3	0.1	116.0 ± 0.5
PE70	0.69	4.64	3.95	90.3	90.5	0.20	78.3 ± 3.1
PE71	0.57	4.72	4.15	90.3	90.3	0.00	92.4 ± 0.7

30

【0122】

配合物A2の調製

0.64gの光開始剤ESACURE ONE、及び0.32gのTEG2100を、34.80gのPE1 (MEKの80重量%)に添加し、続いて54.0gのMEKで希釈することによって、配合物A2を作製した。得られた配合物A2は、32.1重量%の固形分を有していた。

40

【0123】

調製例PE72～PE77

表20に示す配合物の作製において、配合物A2を使用した。表20で使用したSR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。HFPO-ウレタンは、MEK中30重量%固形分を有していた。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、配合物を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド (RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル (27.4ミクロン)) を使用して、配合物を2ミルPET基材上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90℃で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置

50

(500W、Heraeus Noblelight America / Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素ページ下で100%出力で硬化させた。

【0124】

配合物及び得られたコーティング物品を、表21に報告する。スチールウール摩耗試験前後のヘイズ及び透過率、並びに静的水接触角の値を測定し、結果を表22に報告する。

【表20】

表20

配合物	配合物A2 (32.1重量%)、 g	SR611 (MEKの 32重量%)、 g	HFPO-ウレタン (MEKの 30重量%)、 g	全固形分中の HFPO-ウレタン、 重量%	全固形分、 重量%
PE72	4.76	0.26	0.00	0.0	32.0
PE73	4.76	0.26	0.10	1.8	32.0
PE74	4.76	0.26	0.22	3.9	31.9

10

【表21】

表21

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE75	PE72
PE76	PE73
PE77	PE74

20

【表22】

表22

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%			静的水接触角、°
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率	
PE75	0.62	2.26	1.64	89.6	89.5	-0.1	91.5 ± 3.3
PE76	0.73	1.69	0.96	89.5	89.5	0.0	108.9 ± 1.2
PE77	0.83	1.72	0.89	89.6	89.6	0.0	110.3 ± 1.6

30

【0125】

調製例PE78～PE79

表23に示す配合物の作製において、配合物A2を使用した。表23で使用したSR611及びHDDAは、MEK中32重量%固形分に希釈した。TEG2100は、MEK中10重量%固形分に希釈した。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE78及びPE79を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物を2ミルPET基材上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90°で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America / Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素ページ下で100%出力で硬化させた。PE78及びPE79でコーティングしたPETフィルムを、PE80及びPE81と名付けた。

40

【0126】

記載した手順に従って、PE80及びPE81を、1mm縁部アルミニウム電話成形型において熱成形し、クラックは縁部のみに観察された。

50

【表 2 3】

表23

配合物	配合物A2(32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	HDDA (MEKの 32重量%)、 g	TEGORAD 2100 (MEKの 10重量%)、 g	全固形分中の HDDA 重量%	全固形分中の TEGORAD 2100、 重量%	全固形分、 重量%
PE78	4.76	0.26	0	0	0	0	32.0
PE79	4.50	0	0.81	0.17	15	1	32.4

【0 1 2 7】

配合物C及びDの調製

表 2 4 及び表 2 5 に列挙した成分をそれぞれ室温で混合することによって、配合物 C 及び配合物 D を作製した。1 2 番ワイヤー巻回ロッド (R D S p e c i a l t i e s 、 公称湿潤フィルム厚さ 1 . 0 8 ミル (2 7 . 4 ミクロン)) を使用して、配合物を 2 ミル P E T 基材上に手塗りした。コーティング処理 P E T フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、8 0 ° で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた UV 処理装置 (5 0 0 W 、 H e r a e u s N o b l e l i g h t A m e r i c a / F u s i o n U V S y s t e m s (G a i t h e r s b u r g , M a r y l a n d)) を使用して、3 0 フィート / 分 (1 2 . 1 m / 分) の窒素パージ下で 1 0 0 % 出力で硬化させた。

【表 2 4】

表24

配合物C	
成分	量、g
PE2	17.40
TEG2100	0.16
Esacure One	0.32
MEK	27.00

【表 2 5】

表25

配合物D	
成分	量、g
PE3	17.40
TEG2100	0.16
Esacure One	0.32
MEK	27.00

【0 1 2 8】

調製例 P E 8 2 ~ P E 8 4

配合物 C 、 D 及び A 2 を P E T フィルム上にコーティングし、得られたコーティング物品をそれぞれ P E 8 2 、 P E 8 3 及び P E 8 4 と名付けた (表 2 6) 。イレーサー摩耗試験前後のヘイズ及び透過率を、表 2 7 に報告する。

【表 2 6】

表26

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE82	配合物C
PE83	配合物D
PE84	配合物A2

10

20

30

40

50

【表 2 7】

表27

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE82	0.69	2.08	1.39	90.0	89.9	-0.1
PE83	0.78	3.17	2.39	90.1	90.1	0.0
PE84	0.73	5.30	4.57	90.1	90.3	0.2

【0129】

調製例PE85～PE94

配合物A1を使用して、表28のコーティング配合物を作製した。表28では、SR611は、エタノール中32重量%固形分に希釈した。表28の配合物を、指示した量の成分を室温で混合することによって作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物をPCフィルム上に手塗りした。コーティング処理PCフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、80℃で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。

【0130】

記載した手順に従った、レンズ成型型におけるハードコート処理PCフィルムの熱成形の結果も、表29に報告する。ハードコート処理PCフィルムにおけるレーザー摩耗試験前後のヘイズ及び透過率を測定し、結果を表30に報告する。

【表 2 8】

表28

配合物	配合物A1、 g	SR611、32重量% 溶液のg)	20nm SiO ₂ 、 g	エタノール、 g	全固形分中の SiO ₂ 、 重量%	全固形分、 重量%
PE85	4.50	0.25	0.00	0.00	0.0	32.1
PE86	4.50	0.25	0.38	0.16	10.1	32.1
PE87	4.50	0.25	0.85	0.35	20.1	32.1
PE88	4.50	0.25	1.50	0.60	30.7	32.1
PE89	4.50	0.25	2.30	0.92	40.4	32.1

【表 2 9】

表29

ハードコート処理PCフィルム	配合物	レンズ成型型における熱成形結果
PE90	PE85	クラックなし
PE91	PE86	縁部の上にクラック20%、わずか
PE92	PE87	縁部の上にクラック20%、わずか
PE93	PE88	縁部の上にクラック25%
PE94	PE89	縁部の上にクラック30%

10

20

30

40

50

【表 3 0】

表30

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE90	0.19	9.83	9.64	91.3	91.1	-0.2
PE91	0.81	11.20	10.39	91.3	91.1	-0.2
PE92	0.55	12.60	12.05	91.4	91.2	-0.2
PE93	0.37	5.57	5.20	91.5	91.5	0
PE94	0.27	4.45	4.18	91.6	91.6	0

10

【0 1 3 1】

調製例 P E 9 5 ~ P E 1 2 0

配合物 A 1 を使用して、表 3 1 のコーティング配合物を作製した。表 3 1 の S R 6 1 1 は、エタノール中 3 2 重量% 固形分に希釈した。

【0 1 3 2】

MEK 中 6 1 . 1 重量% 固形分の濃度を有する、3 0 分間粉砕した アルミナナノ粒子分散体を使用して、P E 9 6 ~ P E 1 0 0、P E 1 0 1 ~ P E 1 0 4 を調製した。それぞれ 1 0 分間、2 0 分間及び 9 0 分間粉砕した アルミナナノ粒子分散体を使用して、P E 1 0 5、P E 1 0 6 及び P E 1 0 7 を調製した。P E 1 0 5、P E 1 0 6 及び P E 1 0 7 で使用される アルミナナノ粒子分散体は、それぞれ、MEK 中 5 9 . 6 重量%、6 0 . 1 重量% 及び 5 3 . 6 重量% の固形分であった。異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、P E 9 5 ~ P E 1 0 7 を作製した。1 2 番ワイヤー巻回ロッド (R D S p e c i a l t i e s、公称湿潤フィルム厚さ 1 . 0 8 ミル (2 7 . 4 ミクロン)) を使用して、配合物を PC フィルム上に手塗りした。コーティング処理 PC フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、8 0 ° で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた UV 処理装置 (5 0 0 W、H e r a e u s N o b l e l i g h t A m e r i c a / F u s i o n U V S y s t e m s (G a i t h e r s b u r g , M a r y l a n d)) を使用して、3 0 フィート/分 (1 2 . 1 m / 分) の窒素パーズ下で 1 0 0 % 出力で硬化させた。

20

【0 1 3 3】

記載した手順に従った、レンズ成形型におけるハードコート処理 PC フィルムの熱成形の結果を、表 3 2 に報告する。レーザー摩耗試験前後のハードコート処理 PC フィルムのヘイズ及び透過率を測定し、結果を表 3 3 に報告する。

30

【表 3 1】

表31

配合物	配合物A1、 g	SR611 (エタノール中 32重量%溶液)、 g	MEK中の αアルミナナノ粒子分散体、 g	アルミナ固形分/ 全固形分、 重量%	エタノール、g	全固形分、 重量%
PE95	2.25	0.13	0.000	0.0	0.00	32.1
PE96	2.25	0.13	0.015	1.2	0.01	32.1
PE97	2.25	0.13	0.032	2.5	0.03	32.1
PE98	2.25	0.13	0.066	5.0	0.05	32.2
PE99	2.25	0.13	0.094	7.0	0.08	32.2
PE100	2.25	0.13	0.123	9.0	0.10	32.2
PE101	2.25	0.13	0.139	10.0	0.12	32.2
PE102	2.25	0.13	0.312	20.0	0.27	32.2
PE103	2.25	0.13	0.535	30.0	0.48	32.1
PE104	2.25	0.13	0.835	40.0	0.74	32.2
PE105	2.25	0.13	0.033	2.5	0.02	32.2
PE106	2.25	0.13	0.032	2.5	0.02	32.2
PE107	2.25	0.13	0.037	2.5	0.02	32.2

40

50

【表 3 2】

表32

ハードコート処理PCフィルム	配合物	レンズ成型型における熱成形結果
PE108	PE95	縁部の上にクラック25%、わずか
PE109	PE96	縁部の上にクラック25%、わずか
PE110	PE97	縁部の上にクラック20%、非常にわずか
PE111	PE98	縁部の上にクラック10%、わずか
PE112	PE99	熱成形せず
PE113	PE100	熱成形せず
PE114	PE101	縁部の上にクラック25%、わずか
PE115	PE102	縁部の上にクラック20%、わずか
PE116	PE103	縁部の上にクラック25%
PE117	PE104	縁部の上にクラック25%
PE118	PE105	縁部の上にクラック20%
PE119	PE106	縁部の上にクラック20%、わずか
PE120	PE107	縁部の上にクラック20%、わずか

10

【表 3 3】

表33

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE108	0.21	5.87	5.66	91.3	91.3	0.0
PE109	2.13	7.60	5.47	91.1	91.0	-0.1
PE110	3.00	7.80	4.80	91.0	91.0	0.0
PE111	6.16	11.20	5.04	90.7	90.7	0.0
PE112	7.71	13.70	5.99	90.5	90.6	0.1
PE113	11.00	17.40	6.40	90.4	90.3	-0.1
PE114	13.40	18.50	5.10	90.5	90.5	0.0
PE115	33.90	41.50	7.60	89.6	89.7	0.1
PE116	40.40	39.20	-1.20	89.0	89.3	0.3
PE117	37.80	40.30	2.50	88.4	88.9	0.5
PE118	4.51	9.84	5.33	91.2	91.1	-0.1
PE119	3.28	8.89	5.61	91.3	91.2	-0.1
PE120	2.92	7.31	4.39	91.4	91.4	0.0

20

30

【0 1 3 4】

配合物 E の調製

0.64 g の光開始剤 E S A C U R E O N E を、34.80 g の P E 1 (M E K の 80 重量%) に添加し、続いて 48 g のエタノール及び 6.0 g の 1 - メトキシ - 2 - プロパノールで希釈することによって、配合物 E を作製した。得られた配合物 E は、31.8 重量% 固形分であった。

40

【0 1 3 5】

調製例 P E 1 2 1 ~ P E 1 3 4

配合物 E を使用して、表 3 4 のコーティング配合物を作製した。表 3 4 の S R 6 1 1 は、エタノール中 3 2 重量% 固形分に希釈した。表 3 4 で使用した アルミナナノ粒子 (30 分間粉碎) は、M E K 中 6 1 . 1 重量% 固形分の濃度で使用した。表 3 4 に示した異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、P E 1 2 1 ~ P E 1 2 7 を作製した。1 2 番ワイヤー巻回ロッド (R D S p e c i a l t i e s 、公称湿潤フィルム厚さ 1 . 0 8 ミル (2 7 . 4 ミクロン)) を使用して、配合物を P C フィルム上に手塗りした。コーティング処理 P C フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオーブン中で 1 分間、9

50

0 で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Her
aeus Noblelight America/Fusion UV Systems
(Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(1
2.1m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。

【0136】

記載した手順に従った、レンズ成形型におけるハードコート処理PCフィルムの熱成形
の結果を、表35に報告する。イレーサー摩耗試験前後のハードコート処理PCフィルムの
のヘイズ及び透過率を測定し、結果を表36に報告する。

【表34】

表34

配合物	配合物E (31.8 重量%)、 g	SR611 (エタノールの 32重量%)、 g	αアルミナナノ 粒子 (MEKの 61.1重量%)、 g	TEGORAD(エタノールの 10重量%)、 g			HFPO- ウレタン (30 重量%)、 g	全固形分中の アルミナ固形分、 重量%	全固形分中の Tegorad 固形分、 重量%	全固形分中の HFPO 固形分、 重量%	全固形分、 重量%
				TEG2100	TEG2250	TEG 2500					
PE121	2.25	0.13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.0	0.0	0.0	31.8
PE122	2.25	0.13	0.032	0.000	0.000	0.000	0.000	2.5	0.0	0.0	32.3
PE123	2.25	0.13	0.032	0.080	0.000	0.000	0.000	2.5	1.0	0.0	31.6
PE124	2.25	0.13	0.032	0.000	0.080	0.000	0.000	2.5	1.0	0.0	31.6
PE125	2.25	0.13	0.032	0.000	0.000	0.080	0.000	2.5	1.0	0.0	31.6
PE126	2.25	0.13	0.032	0.000	0.000	0.000	0.025	2.5	0.0	1.0	32.3
PE127	2.25	0.13	0.032	0.080	0.000	0.000	0.026	2.5	1.0	1.0	31.6

10

【表35】

表35

ハードコート処理 PCフィルム	配合物	レンズ成形型における熱成形結果
PE128	PE121	縁部の上にクラック20%、わずか
PE129	PE122	縁部のみにクラック
PE130	PE123	縁部の上にクラック20%、わずか
PE131	PE124	縁部の上にクラック15%、わずか
PE132	PE125	クラックなし
PE133	PE126	クラックはわずかであり、窪み跡(pit mark)で100%覆われている
PE134	PE127	縁部の上にクラック20%、わずか

20

【表36】

表36

ハードコート処理 PCフィルム	ヘイズ、%			透過率、%			静的水接触角、°
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率	
PE128	0.15	4.57	4.42	91.5	91.7	0.2	67.3 ± 1.3
PE129	3.29	7.18	3.89	91.3	91.2	-0.1	68.2 ± 1.0
PE130	3.13	7.39	4.26	91.3	91.3	0.0	97.8 ± 1.7
PE131	3.35	8.31	4.96	91.3	91.3	0	98.2 ± 3.8
PE132	3.60	10.80	7.20	91.3	91.0	-0.3	99.1 ± 1.4
PE133	3.22	9.39	6.17	91.4	91.3	-0.1	103.6 ± 2.7
PE134	2.96	9.63	6.67	91.3	91.3	0	109.6 ± 2.2

30

40

【0137】

PETフィルム上の アルミナ及び添加剤を含有するハードコート(1MM縁部電話成
形型による熱成形)

調製例PE135~PE144

PE135~PE139を作製するため、0.64gの光開始剤ESACURE ON
Eを、34.80gのウレタンアクリレートPE1(MEKの80重量%)に添加し、続
いて54.0gのMEKで希釈することによって、マスター配合物Bをまず調製した。得
られた配合物Cは、31.8重量%の固形分を有する。

【0138】

50

配合物Bを使用して、表37のコーティング配合物を作製した。表37のSR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。アルミナナノ粒子分散体は、MEK中61.1重量%固形分の濃度で使用したが、これは、記載した手順に従って、市販のアルミナ粒子を粉砕することによって調製した。表37に示した異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE135~PE139を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物をPETフィルム上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、50フィート/分(15.2m/分)の窒素ページ下で100%出力で硬化させた。配合物及び得られたハードコート処理PETフィルムを、表38に報告する。イレーサー摩耗試験を実行し、結果を表39に報告する。

10

【表37】

表37

配合物	配合物B (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	αアルミナノ粒子 (61.1重量%、 30分間粉砕)、 g	Tegorad 2100 (10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	アルミナ、 全固形分中の 重量%	Tegorad、 全固形分中の 重量%	HFPO、 全固形分中の 重量%	全固形分、 重量%
PE135	6.75	0.39	0.000	0.000	0.000	0.0	0.0	0.0	31.8
PE136	6.75	0.39	0.096	0.000	0.000	2.5	0.0	0.0	32.3
PE137	6.75	0.39	0.096	0.120	0.000	2.5	0.5	0.0	32.0
PE138	6.75	0.39	0.096	0.000	0.038	2.5	0.0	0.5	32.3
PE139	6.75	0.39	0.097	0.120	0.038	2.5	0.5	0.5	32.0

20

【表38】

表38

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE140	PE135
PE141	PE136
PE142	PE137
PE143	PE138
PE144	PE139

30

【表39】

表39

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE140	0.50	8.56	8.06	90.5	90.0	-0.5
PE141	3.21	8.51	5.30	89.9	90.0	0.1
PE142	3.40	9.14	5.74	90.0	90.0	0.0
PE143	3.42	8.84	5.42	90.0	90.0	0.0
PE144	3.65	8.53	4.88	90.0	90.0	0.0

40

【0139】

PETフィルム上のアルミナを含有するポリウレタンコーティング
調製例PE145~PE150

アルミナナノ粒子を、架橋ポリウレタンコーティングに添加した。アルミナナノ粒子分散体は、MEK中61.1重量%固形分の濃度で使用したが、これは、記載した手順に従って、市販のアルミナ粒子を粉砕することによって調製した。表40に示した異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE145~PE147を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物をPETフィルム上に手塗りした。室温で乾燥させた後、コーティングした試料を80のオープン中で30分間硬化さ

50

せた。配合物及び得られたハードコート処理PETフィルムを、表41に報告する。イレーサー摩耗試験前後のハードコート処理PETフィルムのヘイズ及び透過率を測定し、結果を表42に報告する。

【表40】

表40

配合物	DESN100 (g、100 重量%)	Capa3031 (g、100 重量%)	DBTDL (g、 1,3-ペンタンジオンの 3重量%)	αアルミナナノ粒子 (g、MEKの 61.1重量%、 30分間粉碎)	MEK(g)	固形分中の アルミナ 固形分%	全固形分 %
PE145	3.873	2.029	0.098	0.000	12.450	0.0	32.0
PE146	3.873	2.029	0.098	0.248	12.700	2.5	32.0
PE147	3.873	2.029	0.098	0.510	12.900	5.0	32.0

10

【表41】

表41

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE148	PE145
PE149	PE146
PE150	PE147

【表42】

表42

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE148	0.40	10.40	10.00	90.0	90.0	0.0
PE149	4.22	13.70	9.48	89.7	89.7	0.0
PE150	7.23	13.10	5.87	89.3	89.4	0.1

20

【0140】

PETフィルム上の アルミナを含有するエポキシコーティング
調製例 PE151 ~ PE162

30

アルミナナノ粒子を、架橋エポキシコーティングに添加した。アルミナナノ粒子分散体は、MEK中61.1重量%固形分の濃度で使用したが、これは、記載した手順に従って、市販のアルミナ粒子を粉碎することによって調製した。表43に示した異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE151~PE156を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties (Webster, New York)、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4マイクロン))を使用して、配合物をPETフィルム上に手塗りした。試料をまず空气中、室温で乾燥させ、次いで、D型電球を備えたUV処理装置(Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland))を使用して、30フィート/分(12.1m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。UV硬化した試料を、100のオープン中で30分間更に硬化させた。

40

【0141】

配合物及び得られたハードコート処理PETフィルムを、表44に報告する。イレーサー摩耗試験前後のヘイズ及び透過率を測定し、結果を表45に報告する。

50

【表 4 3】

表43

配合物	CELLOXIDE (100重量%)、 g	CAPA 3031 (100重量%)、 g	CYRACURE CPI-6976 (プロピレンカーボネートの 50重量%)、 g	αアルミナナノ粒子 (MEKの61.1重量%、 30分間粉碎)、g	MEK、g	アルミナ、 全固形分中の%	全固形分、 重量%
PE151	4.000	0.000	0.040	0.000	8.50	0.00	32.06
PE152	4.000	0.000	0.040	0.169	8.66	2.50	32.04
PE153	4.000	0.000	0.040	0.346	8.80	5.00	32.09
PE154	2.800	1.200	0.040	0.000	8.50	0.00	32.06
PE155	2.800	1.200	0.040	0.169	8.66	2.50	32.04
PE156	2.800	1.200	0.040	0.346	8.80	5.00	32.09

10

【表 4 4】

表44

ハードコート処理PETフィルム	配合物
PE157	PE151
PE158	PE152
PE159	PE153
PE160	PE154
PE161	PE155
PE162	PE156

20

【表 4 5】

表45

ハードコート処理 PETフィルム	ヘイズ、%			透過率、%		
	初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE157	0.58	34.0	33.42	90.3	90.3	0.0
PE158	3.68	35.5	31.82	89.9	90.1	0.2
PE159	6.28	37.6	31.32	89.7	89.7	0.0
PE160	1.15	51.9	50.75	90.3	90.5	0.2
PE161	3.70	51.4	47.70	90	90.1	0.1
PE162	6.94	50.4	43.46	89.7	89.9	0.2

30

【 0 1 4 2】

積層多層物品 (LMA)

ハードコートを含む多層物品の製造に使用される光学的に透明な接着剤を、以下のように調製した。80 gの2-エチルヘキシルアクリレート (Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri))、10 gの2エチルヘキシルメタクリレート (Sigma-Aldrich)、4 gのヒドロキシエチルアクリレート (Kowa America (New York, New York))、6 gのアクリルアミド (Zibo Xinye Chemical (Zibo City, China))、0.15 gの熱開始剤 Vazo 52 (Dupont (Wilmington, DE))、0.08 gの Karenz MT PE1 (Showa Denko America (New York, New York))、及び60 gのMEKを反応容器に投入した。この容器を窒素で5分間スパージし、密閉し、次いで60 の攪拌水浴中に20時間置いた。次いで、生成した溶液ポリマーを冷却し、空気で10分間スパージし、0.3 gのイソシアナトエチルメタクリレート (Showa Denko America) を容器に添加した。容器を再び密閉し、50 まで12時間加熱して、IEMを、形成されたアクリルポリマー上のペンダントOH官能性と反応させた。この官能化に続いて、0.4 gのIrgacure 184 (BASF (Florham Park, New Jersey))、1 gのSR351 (Sartomer Co, (Exton, Pennsylvania))、25グラムの2-メトキシプロパノール (Alfa Aesar (Ward Hill, Ma

40

50

ssachusetts))、及び3.3グラムのメタノールを容器に添加し、1時間混合した。

【0143】

スロットサイズをサイズ0.003インチと0.004インチとの間(0.08mm~0.10mm)に設定したノッチパーコーターを使用して、PETフィルム上に接着剤を塗布し、続いてオープン中、70で10分間焼成した。得られた接着剤コーティング処理PETフィルムを、ハードコート処理PETフィルムと共に、多層物品の作製に使用した。PETフィルム上の接着剤の厚さは、多層物品の光硬化後、デジタル厚さ計を使用して、135.7±1.5µmとして決定した。

【0144】

調製例163~164

多層物品を作製するため、4つの異なるハードコートをPETフィルム上に塗布した。

【0145】

配合物Bを使用して、表46のコーティング配合物を作製した。表46のSR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。アルミナナノ粒子分散体は、MEK中61.1重量%固形分の濃度で使用したが、これは、記載した手順に従って、市販のアルミナ粒子を粉砕することによって調製した。表46に示した異なる量の成分の調製溶液を室温で混合することによって、PE139及びPE163を作製した。12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、配合物をPETフィルム上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、50フィート/分(15.2m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。配合物及び得られたハードコート処理PETフィルム、並びにレーザー摩耗試験の結果を、表47に報告する。

【表46】

表46

配合物	配合物B (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	αアルミナナノ粒子 (61.1重量%、 30分間粉砕)、 g	TEGORAD 2100 (10重量%) g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	アルミナ、 全固形分中の 重量%	TEGORAD 固形分、 全固形分中の 重量%	HFPO、 全固形分中の 重量%	全固形分、 重量%
PE139	6.75	0.39	0.097	0.120	0.038	2.5	0.5	0.5	32.0
PE163	2.25	0.13	0	0.08	0.025	0	1.0	0.96	31.4

【表47】

表47

ハードコート処理 PETフィルム	配合物	ヘイズ(%)			透過率(%)		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE144	PE139	3.65	8.53	4.88	90.0	90.0	0.0
PE164	PE163	0.58	8.44	7.86	90.2	90.3	0.1

【0146】

配合物Fの調製

0.32gの光開始剤ESACURE ONEを、17.40gのPE2(MEKの80重量%)と0.16gのTegorad 2100との混合物に添加し、続いて27gのMEKで希釈することによって、配合物Fをまず調製した。得られた配合物Dは、32.1重量%の固形分を有する。

【0147】

調製例165及び166

配合物Fを使用し、表48に列挙した他の成分と組み合わせて、PE165を作製した。SR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。Tegorad 2100はMEK中10重量%固形分に希釈し、HFPO-ウレタンはMEK中30重量%固形分を有

していた。PE165を室温で調製し、12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、PETフィルム上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90℃で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、50フィート/分(15.2m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。PE165でコーティングしたPETフィルムを、PE166と名付ける。記載した手順に従ってイレーサー摩耗試験を実行し、結果を表49に報告する。

【表48】

表48

配合物	配合物F (32.1重量%)、 g	SR611 (32 重量%)、 g	TEGORAD 2100 (10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	全固形分中の TEGORAD/ HFPO%	全固形分、 重量%
PE165	9.0	0.52	0.32	0.1	1.99	31.4

10

【表49】

表49

ハードコート処理 PETフィルム	配合物	ヘイズ、%			透過率、%		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE166	PE165	0.94	6.4	5.46	90.3	90.2	-0.1

20

【0148】

配合物Gの調製

0.32gの光開始剤ESACURE ONEを、17.40gのPE3(MEKの80重量%)と0.16gのTegorad 2100との混合物に添加し、続いて27gのMEKで希釈することによって、配合物Gを調製した。得られた配合物Gは、32.1重量%の固形分を有する。

【0149】

調製例PE167~PE170

配合物Gを使用し、表50に列挙した他の成分と組み合わせ、PE167を作製した。SR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。Tegorad 2100はMEK中10重量%固形分に希釈し、HFPO-ウレタンはMEK中30重量%固形分を有していた。PE167を室温で調製し、12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4ミクロン))を使用して、PETフィルム上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90℃で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、50フィート/分(15.2m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。PE167でコーティングしたPETフィルムを、PE168と名付ける。記載した手順に従ってイレーサー摩耗試験を実行し、結果を表51に報告する。

30

40

【表50】

表50

配合物	配合物G (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	TEGORAD 2100 (10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	全固形分中の TEGORAD/ HFPO%	全固形分、 重量%
PE167	9.0	0.52	0.32	0.1	1.99	31.4

50

【表 5 1】

表51

ハードコート処理 PETフィルム	配合物	ヘイズ、%			透過率、%		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE168	PE167	0.96	7.21	6.25	90.4	90.4	0.0

【表 5 2】

表52

調製例	説明	イソシアネート、 g	HEA、 g	PETA、 g	MEK、 g	ウレタン(メタ) アクリレート化合物の 平均(メタ) アクリレート官能価
PE169	1.0 DESN100 + 0.33 HEA + 0.67 PETA	DESN100、 270.57	111.93	217.5	150	8.4
PE170	1.0 DESN100 + 0.67 HEA + 0.33 PETA	DESN100、 213.18	44.09	342.73	150	6.0

10

【 0 1 5 0】

配合物Hの調製

PE 171を調製するため、0.32gの光開始剤ESACURE ONEを、17.40gのPE169(MEKの80重量%)と0.16gのTegorad 2100との混合物に添加し、続いて27gのMEKで希釈することによって、配合物Hをまず調製した。得られた配合物Hは、32.1重量%の固形分を有する。

20

【 0 1 5 1】

調製例PE171及びPE172

配合物Hを使用し、表53に列挙した他の成分と組み合わせ、PE171を作製した。SR611は、MEK中32重量%固形分に希釈した。Tegorad 2100はMEK中10重量%固形分に希釈し、HFPO-ウレタンはMEK中30重量%固形分を有していた。PE171を室温で調製し、12番ワイヤー巻回ロッド(RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ1.08ミル(27.4マイクロン))を使用して、PETフィルム上に手塗りした。コーティング処理PETフィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で1分間、90で乾燥させた。乾燥した試料を、H型電球を備えたUV処理装置(500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、50フィート/分(15.2m/分)の窒素パージ下で100%出力で硬化させた。PE171でコーティングしたPETフィルムを、PE172と名付ける。記載した手順に従ってイレーサー摩耗試験を実行し、結果を表54に報告する。

30

【表 5 3】

表53

配合物	配合物H (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	TEGORAD 2100 (10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	全固形分中の TEGORAD/ HFPO%	全固形分、 重量%
PE171	18.00	1.04	0.640	0.200	2.81	31.4

40

【表 5 4】

表54

ハードコート処理 PETフィルム	配合物	ヘイズ、%			透過率、%		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE172	PE171	1.15	3.25	2.10	90.2	90.1	-0.1

50

【 0 1 5 2 】

配合物 I の調製

0.32 g の光開始剤 ESACURE ONE を、17.40 g の PE170 (MEK の 80 重量%) と 0.16 g の Tegorad 2100 との混合物に添加し、続いて 27 g の MEK で希釈することによって、配合物 I を調製した。得られた配合物 I は、32.1 重量% の固形分を有する。

【 0 1 5 3 】

調製例 PE173 及び PE174

配合物 I を使用し、表 55 に列挙した他の成分と組み合わせて、PE173 を作製した。SR611 は、MEK 中 32 重量% 固形分に希釈した。Tegorad 2100 は MEK 中 10 重量% 固形分に希釈し、HFPO-ウレタンは MEK 中 30 重量% 固形分を有していた。PE173 を室温で調製し、12 番ワイヤー巻回ロッド (RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ 1.08 ミル (27.4 ミクロン)) を使用して、PET フィルム上に手塗りした。コーティング処理 PET フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、90 で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた UV 処理装置 (500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland)) を使用して、50 フィート/分 (15.2 m/分) の窒素パージ下で 100% 出力で硬化させた。PE173 でコーティングした PET フィルムを、PE174 と名付ける。記載した手順に従ってイレーサー摩耗試験を実行し、結果を表 56 に報告する。

【表 55】

表 55

配合物	配合物 I (32.1 重量%)、 g	SR611 (32 重量%)、 g	TEGORAD 2100 (10 重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30 重量%)、 g	全固形分中の TEGORAD/ HFPO%	全固形分、 重量%
PE173	18.00	1.04	0.640	0.200	2.81	31.4

【表 56】

表 56

ハードコート処理 PET フィルム	配合物	ヘイズ、%			透過率、%		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE174	PE173	0.86	7.07	6.21	90.0	90.0	0

【 0 1 5 4 】

調製例 PE175 及び PE176

配合物 A2 を使用し、表 57 に列挙した他の成分と組み合わせて、PE175 を作製した。SR611 は、MEK 中 32 重量% 固形分に希釈した。Tegorad 2100 は MEK 中 10 重量% 固形分に希釈し、HFPO-ウレタンは MEK 中 30 重量% 固形分を有していた。PE175 を室温で調製し、12 番ワイヤー巻回ロッド (RD Specialties、公称湿潤フィルム厚さ 1.08 ミル (27.4 ミクロン)) を使用して、PET フィルム上に手塗りした。コーティング処理 PET フィルムをまず室温で乾燥させ、次いでオープン中で 1 分間、90 で乾燥させた。乾燥した試料を、H 型電球を備えた UV 処理装置 (500W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems (Gaithersburg, Maryland)) を使用して、50 フィート/分 (15.2 m/分) の窒素パージ下で 100% 出力で硬化させた。PE175 でコーティングした PET フィルムを、PE176 と名付ける。記載した手順に従ってイレーサー摩耗試験を実行し、結果を表 58 に報告する。

10

20

30

40

50

【表 5 7】

表57

配合物	配合物A2 (32.1重量%)、 g	SR611 (32重量%)、 g	TEGORAD 2100 (10重量%)、 g	HFPO- ウレタン (30重量%)、 g	全固形分中の TEGORAD/ HFPO%	全固形分、 重量%
PE175	18.00	1.04	0.640	0.200	2.81	31.4

【表 5 8】

表58

ハードコート処理 PETフィルム	配合物	ヘイズ、%			透過率、%		
		初期	研磨後	Δヘイズ	初期	研磨後	Δ透過率
PE176	PE175	1.42	4.25	2.83	90.1	90.3	0.2

【0155】

実施例 1 ~ 14

2つの異なる多層物品、構成体1及び構成体2を、ハードコート処理PETフィルム(PE144、PE164、PE166及びPE168)、接着剤コーティング処理PETフィルム、並びに剥離ライナーを使用して、手で積層した。構成体1は、上面から底部までの4層の材料、すなわちハードコート、PETフィルム、接着剤及び剥離ライナーを有していた。構成体2は、上面から底部までの6層の材料、すなわちハードコート、PETフィルム、接着剤、PETフィルム、接着剤及び剥離ライナーを有していた。

【0156】

構成体1を作製するため、スロットサイズを0.003インチと0.004インチとの間(0.08mm~0.10mm)に設定したノッチバーコーターを使用して、剥離ライナーを接着剤でコーティングし、続いてオープン中、70で10分間焼成した。ゴム製ハンドローラーを使用して、接着剤コーティング処理剥離ライナー上に、ハードコート処理PETフィルムのPET側を積層した。積層中、ハードコート処理PETフィルムに張力を加えることによって、気泡及び不具合を注意深く回避した。積層物品の接着剤を、D型電球を備えたUV処理装置(600W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、15フィート/分(4.6m/分)で、空气中、50%出力で、2回通過によって硬化させた。硬化は、剥離ライナーを通して実行した。

【0157】

構成体2を作製するため、スロットサイズを0.003インチと0.004インチとの間(0.08mm~0.10mm)に設定したノッチバーコーターを使用して、接着剤をまずPETフィルム上にコーティングし、続いてオープン中、70で10分間焼成した。接着剤コーティング処理PETフィルム上に、ハードコート処理PETフィルムのPET側を積層した。積層中、ハードコート処理PETフィルムに張力を加えることによって、気泡及び不具合を注意深く回避した。これにより、中間物品であるハードコート/PET/接着剤/PETが得られる。スロットサイズを0.003インチと0.004インチとの間(0.08mm~0.10mm)に設定したノッチバーコーターを使用して、剥離ライナーを接着剤でコーティングし、続いてオープン中、70で10分間焼成した。ゴム製ハンドローラーを使用して、接着剤コーティング処理剥離ライナー上に、ハードコート/PET/接着剤/PETのPET側を積層した。積層中、ハードコート/PET/接着剤/PETに張力を加えることによって、気泡及び不具合を注意深く回避した。これにより、構成体2が得られる。積層物品の接着剤を、D型電球を備えたUV処理装置(600W、Heraeus Noblelight America/Fusion UV Systems(Gaithersburg, Maryland))を使用して、15フィート/分(4.6m/分)で、空气中、50%出力で、2回通過によって硬化させた。硬化は、剥離ライナーを通して実行した。

10

20

30

40

50

【 0 1 5 8 】

記載した手順に従って、1mm縁部アルミニウム電話成形型による、構成体1及び構成体2の多層物品の熱成形を実行した。多層物品の作製に使用したハードコート処理PETフィルムも、同じ条件下で熱成形した。熱成形結果を表59に報告する。

【表59】

表59

実施例	ハードコート処理 PETフィルム	多層構成体	1MM縁部アルミニウム電話 成形型における熱成形	注記
比較例CEA	PE144		縁部のみにクラック	ハードコート処理 PET
EX1	PE144	構成体1	縁部のみにクラック	複製1
EX1	PE144	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
EX2	PE144	構成体2	クラックなし	複製1
EX2	PE144	構成体2	クラックなし	複製2
比較例CEB	PE164		表面を横切るクラック	ハードコート処理 PET
EX3	PE164	構成体1	クラックなし	複製1
EX3	PE164	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
EX4	PE164	構成体2	クラックなし	複製1
比較例CEC	PE166	構成体1	表面を横切るクラック	複製1
比較例CEC	PE166	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
比較例CED	PE166	構成体2	表面を横切るクラック	複製1
比較例CEE	PE168		縁部のみにクラック	ハードコート処理 PET
EX5	PE168	構成体1	縁部のみにクラック	複製1
EX5	PE168	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
EX6	PE168	構成体2	表面を横切るクラック	複製1
EX6	PE168	構成体2	表面を横切るクラック	複製2
比較例CEF	PE172		縁部のみにクラック	ハードコート処理 PET
EX7	PE172	構成体1	縁部のみにクラック	複製1
EX7	PE172	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
EX7	PE172	構成体1	縁部のみにクラック	複製3
EX8	PE172	構成体2	縁部のみにクラック	複製1
EX8	PE172	構成体2	縁部のみにクラック	複製2
EX8	PE172	構成体2	縁部のみにクラック	複製3
比較例CEG	PE174		縁部のみにクラック	ハードコート処理 PET
EX9	PE174	構成体1	クラックなし	複製1
EX9	PE174	構成体1	クラックなし	複製2
EX9	PE174	構成体1	クラックなし	複製3
EX10	PE174	構成体2	クラックなし	複製1
EX10	PE174	構成体2	クラックなし	複製2
EX10	PE174	構成体2	クラックなし	複製3
比較例CEH	PE176		縁部のみにクラック	ハードコート処理 PET
EX11	PE176	構成体1	縁部のみにクラック	複製1
EX11	PE176	構成体1	縁部のみにクラック	複製2
EX11	PE176	構成体1	縁部のみにクラック	複製3
EX12	PE176	構成体2	クラックなし	複製1
EX12	PE176	構成体2	クラックなし	複製2
EX12	PE176	構成体2	クラックなし	複製3

【 0 1 5 9 】

上記特許出願において引用された全ての文献、特許文献又は特許出願は、一貫した形でそれらの全容が参照により本明細書に組み込まれる。組み込まれた参照文献の一部と本出願との間に不一致又は矛盾がある場合、前述の記載における情報が優先するものとする。前述の記載は、当業者が、特許請求の範囲に記載の開示を実践することを可能にするため

10

20

30

40

50

のものであり、本開示の範囲を限定するものと解釈すべきではなく、本開示の範囲は特許請求の範囲及びその全ての等価物によって定義される。

【図面】

【図 1】

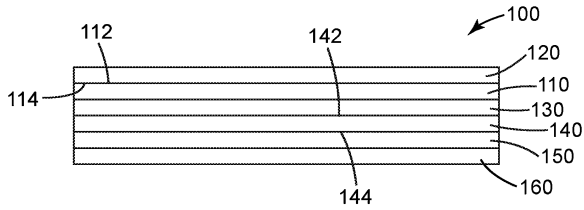


Fig. 1

【図 2】

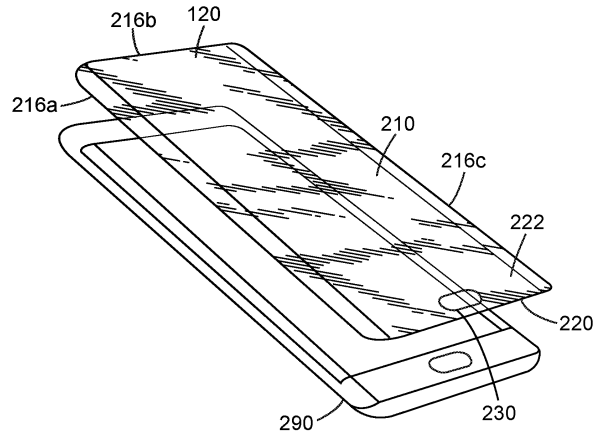


Fig. 2

【図 3】

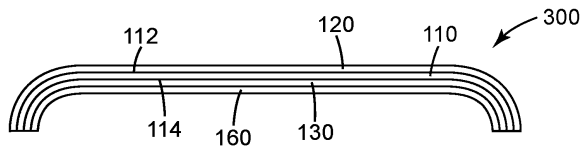


Fig. 3

【図 4】

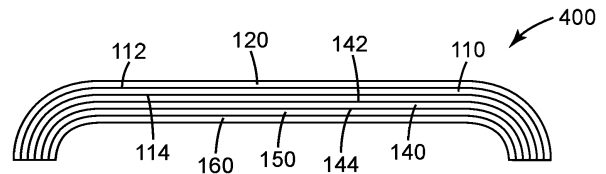


Fig. 4

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

C 0 9 D 4/02 (2006.01)

F I

C 0 9 D 4/02

(74)代理人 100171701

弁理士 浅村 敬一

(72)発明者 クラン, トーマス ピー .

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ザン, チュンジー

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ボコルニー, リチャード ジェイ .

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 クーンズ, ベンジャミン アール .

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ソネック, ベンジャミン ジー .

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 アンバー, グレグ エー .

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 ウ, ジュン - シェン

アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス
3 3 4 2 7, スリーエム センター

審査官 市村 脩平

(56)参考文献 特開 2 0 1 1 - 1 9 4 7 5 7 (J P , A)

米国特許出願公開第 2 0 1 1 / 0 1 8 3 1 2 0 (U S , A 1)

特開 2 0 1 0 - 2 4 1 0 3 1 (J P , A)

国際公開第 2 0 1 1 / 1 0 2 3 1 1 (W O , A 1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0

C 0 9 J 1 / 0 0 - 2 0 1 / 1 0

G 0 9 F 9 / 0 0