

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5731977号

(P5731977)

(45) 発行日 平成27年6月10日(2015.6.10)

(24) 登録日 平成27年4月17日(2015.4.17)

(51) Int.Cl. F I  
 C O 9 J 4/02 (2006.01)  
 C O 9 J 11/08 (2006.01)  
 C O 9 J 11/06 (2006.01)  
 C O 9 J 5/00 (2006.01)  
 C O 9 J 9/02 (2006.01)

請求項の数 5 (全 15 頁) 最終頁に続く

|               |                               |           |                       |
|---------------|-------------------------------|-----------|-----------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2011-527926 (P2011-527926)  | (73) 特許権者 | 505005049             |
| (86) (22) 出願日 | 平成21年9月16日(2009.9.16)         |           | スリーエム イノベイティブ プロパティ   |
| (65) 公表番号     | 特表2012-503076 (P2012-503076A) |           | ズ カンパニー               |
| (43) 公表日      | 平成24年2月2日(2012.2.2)           |           | アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133  |
| (86) 国際出願番号   | PCT/US2009/057108             |           | -3427, セント ポール, ポスト オ |
| (87) 国際公開番号   | W02010/033558                 |           | フィス ボックス 33427, スリーエ  |
| (87) 国際公開日    | 平成22年3月25日(2010.3.25)         |           | ム センター                |
| 審査請求日         | 平成24年9月13日(2012.9.13)         | (74) 代理人  | 100088155             |
| (31) 優先権主張番号  | 61/097, 685                   |           | 弁理士 長谷川 芳樹            |
| (32) 優先日      | 平成20年9月17日(2008.9.17)         | (74) 代理人  | 100162352             |
| (33) 優先権主張国   | 米国 (US)                       |           | 弁理士 酒巻 順一郎            |
| (31) 優先権主張番号  | 61/111, 120                   | (74) 代理人  | 100128381             |
| (32) 優先日      | 平成20年11月4日(2008.11.4)         |           | 弁理士 清水 義憲             |
| (33) 優先権主張国   | 米国 (US)                       | (74) 代理人  | 100107456             |
| 前置審査          |                               |           | 弁理士 池田 成人             |
|               |                               |           | 最終頁に続く                |

(54) 【発明の名称】 光拡散性感圧接着剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第1の屈折率  $n_1$  を有し、20重量部を超えない少なくとも1つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー、又は20重量部を超えない少なくとも1つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及び少なくとも1つのラジカル重合性酸含有モノマーと、100重量部未満のアルキル(メタ)アクリレートモノマーとのみをモノマーとして含む、接着剤マトリックスと、

前記接着剤マトリックス中に分散され、 $n_1$ とは異なる第2の屈折率  $n_2$  を有する、75部を超えない光拡散性粒子と、を含む、光拡散性感圧接着剤であって、

前記アルキル基が、4～12個の炭素原子を含み、

前記光拡散性接着剤が、ASTM D 1003-95-5に従って測定するとき80%を超える視感透過率を有し、20%以上のヘイズ値を有し、400～700ナノメートルの可視スペクトル内の波長を用いて測定するとき10%未満の偏光解消度を有し、

前記光拡散性粒子が、ポリメチルメタクリレート粒子又はシリコーン樹脂粒子である、接着剤。

【請求項 2】

前記接着剤マトリックスが、前記接着剤マトリックスの重量を基準として0.1～10部の静電気防止剤を更に含む、請求項1に記載の接着剤。

【請求項 3】

前記アルキル(メタ)アクリレートモノマーが、 $n$ -ブチルアクリレート、2-エチル

10

20

ヘキシルアクリレート、イソオクチルアクリレート、イソノニルアクリレート、イソデシルアクリレート、及びこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 1 に記載の接着剤。

【請求項 4】

電子機器のディスプレイの少なくとも 1 つの偏光器及び液晶セルに接着される、請求項 1 に記載の接着剤。

【請求項 5】

(a) 第 1 の屈折率  $n_1$  を有し、(i) 20 重量部を超えない少なくとも 1 つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー、又は 20 重量部を超えない少なくとも 1 つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及び少なくとも 1 つのラジカル重合性酸含有モノマーを有するモノマー混合液と、(ii) 100 重量部未満のアルキル(メタ)アクリレートモノマーであって、アルキル基が、4 ~ 12 個の炭素原子を含むモノマーとのみをモノマーとして含む、無溶剤ポリマーシロップを提供する工程と、

10

(b)  $n_1$  とは異なる第 2 の屈折率  $n_2$  を有し、モノマー混合液中に粒子が分散している、75 部を超えない光拡散性粒子を提供する工程と、

(c) 0.1 ~ 5 部の光開始剤を提供する工程と、

(d) 0.01 ~ 20 部の架橋剤を提供する工程であって、

前記光拡散性粒子、光開始剤、及び架橋剤の部が、モノマー混合液の重量を基準とする工程と、

(e) 無溶剤ポリマーシロップ、光拡散性粒子、光開始剤、及び架橋剤を混合して接着剤組成物を得る工程と、

20

(f) 第 1 の裏材の第 1 の面上に接着剤組成物をコーティングする工程と、

(g) 化学線を用いて接着剤組成物を硬化させ、光拡散性感圧接着剤を得る工程と、を含み、

前記光拡散性粒子が、ポリメチルメタクリレート粒子又はシリコーン樹脂粒子である、光拡散性感圧接着剤製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は光学的拡散特性を有する接着剤に関する。具体的には、本開示は、化学線への暴露により硬化する無溶剤接着剤マトリックス系を用いて製造される感圧接着剤に関する。

30

【背景技術】

【0002】

情報ディスプレイ(例えば液晶ディスプレイ及びリアプロジェクションスクリーンなど)はしばしば、効果的な操作性と高い信頼性に対して、光拡散性の光学的構造に依存している。このような光拡散性構造は、前方散乱光の強度に大きな損失なしに光源からの光を前方散乱することにより、これらのディスプレイにおいて重要な役割を果たしている。この、結果として得られる、依然として高い透過性を有する散乱光は、光源方向へ後方散乱又は反射される入射光の量を減らすことによって、望ましい背景輝度をディスプレイにもたらす。このような「後方散乱」光の除去又は制限が、これらの光散乱構造を設計する際の重要な要素である。ディフューザーは、付加的なディフューザー構成要素を系に追加することにより、又は場合によっては、既存の構成要素に拡散特性を組み込むことによって、光学系に組み入れることが可能である。

40

【0003】

光学系に付加的な構成要素を追加することは、付加的な吸収を導入し、光を反射し得る追加の界面をもたらし、これらにより照度の損失及びその他の形態の画像劣化を起こすという、不利益となる。更に、一部の多層系においては、付加的な構成要素を追加することは困難又は不可能である。

【0004】

50

当業者により、拡散特性を有する接着剤を開発するという試みが行われてきた。

【0005】

例えば、米国特許第6,288,172 B1号(Goetzら)は、屈折率 $n_1$ を有する感圧接着剤(PSA)マトリックスであって、屈折率 $n_2$ を有する有機ポリマー微小粒子が充填され、 $n_1 \sim n_2$ の絶対値が0を超え、典型的には0.01~0.2の範囲となるようにした混合物を含む光拡散性接着剤を開示している。感圧接着剤マトリックスは、ナイフコーティング若しくはメイヤーバーコーティング、又は押出成形ダイの利用など、従来のコーティング技術で好適な裏材上にコーティングできる。米国特許第6,621,635 B1号(Yano)は、光拡散性特性を示すように、無色の光透過性粒子を分散的に含有する光透過性接着剤層を有する拡散性接着剤層を開示している。米国特許出願公開第2007/0267133 A1号(Matanoら)は、偏光板の接着において、良好な耐久性をもって接着を行うことができる、光学機能性フィルムに応用するためのPSAを開示している。このPSAは、好ましくは(A)アクリルモノマー及び(B)活性ビーム硬化性化合物を含む。

10

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0006】

一態様では、本開示は、アクリル系モノマーから作られる光拡散性PSAを提供し、このPSAは無溶剤系から有利に製造することができる。PSAは、電子ディスプレイ用途にとって重要な性能特性を示す。具体的には、本明細書に開示される光拡散性PSAは、再加工可能であり、ASTM D 1003-9-5に従って測定するとき80%を超える視感透過率を有し、20%以上のヘイズ値を有し、かつ可視スペクトル内(約400~700ナノメートル)の波長を用いて測定するとき約10%未満の偏光解消度を有する。光拡散性感圧接着剤は、(i)第1の屈折率 $n_1$ を有し、約20重量部を超えない少なくとも1つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及びラジカル重合性酸含有モノマーと、約100重量部未満のアルキル(メタ)アクリレートモノマーであって、アルキル基が約4~12個の炭素原子を含むモノマーと、を含む接着剤マトリックス、(ii)接着剤マトリックス中に分散され、 $n_1$ とは異なる第2の屈折率 $n_2$ を有する約75部を超えない光拡散性粒子、並びに(iii)所望により、接着剤マトリックスの重量を基準として約0.1~10部の静電気防止剤を、含むか、本質的にこれらからなる。一実施形態では、2つの屈折率間の差の絶対値(すなわち、 $|n_1 \sim n_2|$ )は、約0.01~0.20の範囲にある。

20

30

【0007】

本明細書で用いるとき、本開示の光拡散性PSAを説明するのに用いられる用語「再加工可能」は、一般的に、接着剤を除いたときに基材(例えば液晶セル又は偏光器)が実質的に損傷を受けておらず、基材上に相当量の接着剤残留物が残らないことを意味する。PSAを再加工可能にするには、典型的には、ガラス上に50で約48時間放置後、約12インチ/分(30.48cm/分)の剥離速度において、約60オンス/インチ(16.4N/25mm)未満の180°剥離接着力を有するはずである。好ましい実施形態では、PSAは、ガラス上に50で約48時間放置後、約12インチ/分(30.48cm/分)の剥離速度において、約30オンス/インチ(8.2N/25mm)未満の180°剥離接着力を有する。例えば、LCD組立品用途において、最初の組立が完全に満足できるものでないときなど、偏光器層を取り除くことが望ましい又は必要な場合がある。この場合、本明細書に開示される光拡散性PSAの接着レベルは、LCDを損傷することなく偏光器とLCDを分離できなくてはならない。したがって、光拡散性PSAの初期接着レベルは、組立品をまとめるのに十分であるべきであるが、再加工が必要な場合、偏光器層が除去されたときにLCDが損傷する程度の高レベルにまで、その接着レベルが時間とともに増加してはならない。加えて、光拡散性PSAは、接着剤及び偏光器が除去されたときにLCD上に残留物が残らないほどの、十分な凝集力を有するべきである。更に、偏光器を破断することなく偏光器及び接着剤とともに除去できるように、光拡散性PSA

40

50

の接着強度は偏光器の引き裂き強さを超えてはならない。

【0008】

別の態様では、本開示は、無溶剤系を用いる光拡散性感圧接着剤の製造法を目的とする。この方法は、(a)第1の屈折率 $n_1$ を有し、(i)約20重量部を超えない少なくとも1つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及びラジカル重合性酸含有モノマー、並びに約100重量部未満のアルキル(メタ)アクリレートモノマーであって、アルキル基が約4~12個の炭素原子を含むモノマーを有するモノマー混合液と、(ii)約0.1~5部の光開始剤と、を含む無溶剤シロップを提供する工程と、(b)化学線に暴露することにより無溶剤シロップを部分的に重合させる工程と、(c) $n_1$ とは異なる第2の屈折率 $n_2$ を有する約75部を超えない光拡散性粒子を含み、その粒子がモノマー混合液中に分散される無溶剤ビーズ分散液を提供する工程と、(d)モノマー混合液中に約0.1~10部の光開始剤を含む光開始剤溶液を提供する工程と、(e)モノマー混合液中に約0.01~20部の静電気防止剤を含む塩溶液を提供する工程と、(f)モノマー混合液中に約0.1~5部の架橋剤を含む架橋剤溶液を提供する工程と、ここで、光開始剤、塩、及び架橋剤の部は、モノマー混合液の重量を基準とするものであり、(g)部分的に重合させた無溶剤シロップ、無溶剤ビーズ分散液、光開始剤溶液、塩溶液、及び架橋剤を混合し、接着剤組成物を得る工程と、第1の裏材の第1の面に接着剤組成物をコーティングする工程と、化学線を用いて接着剤組成物を硬化し、光拡散性感圧接着剤を得る工程と、を含む。米国特許出願公開第2007/0267133号(Matanoら)とは異なり、本明細書に開示される硬化工程は、Matanoが報告したランプ輝度600mW/cm<sup>2</sup>及びエネルギー量150mJ/cm<sup>2</sup>の値と比較し、約50mW/cm<sup>2</sup>を超えないランプ輝度、約800~3,000mJ/cm<sup>2</sup>のエネルギー量を利用する。

【0009】

本明細書に開示される光拡散性PSAは、光学物品の製造に用いることができる。このような物品には、光学フィルム、基材又はその両方が含まれ得る。光拡散性接着剤PSAは特に、別々のディフューザー層又はフィルムが現在使用されている用途において有用である。拡散性層は、例えば、電球若しくは発光ダイオード(LED)などの点光源、又はそのような一連の点光源が存在する用途において用いられ、点光源から光が拡散し、望ましい背景輝度をもたらすことが望ましい。かかる用途は、液晶ディスプレイ、グラフィックディスプレイ用ライトボックス、及びリアプロジェクションスクリーンなどの情報ディスプレイを含む。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本願において、全ての数字は用語「約」で修飾されているとみなす。終点による数字範囲の詳細説明には、その範囲内に含まれる全ての数が包含される(例えば、1~5には、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、及び5が包含される)。材料量の百分率は、別段の指定がない限り重量基準である。

【0011】

接着剤マトリックス

本開示の接着剤マトリックスは、本質的に溶媒を含有しない。本開示の以下の製造方法の部分で更に記載するように、光拡散性PSAは、無溶剤技術を用いて調製される。接着剤マトリックスは、約100部未満のアルキル(メタ)アクリレートモノマー、並びに約20部を超えない少なくとも1つの、例えば、2-ヒドロキシエチル(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、ヒドロキシブチルアクリレート、ヒドロキシヘキシルアクリレート、又はアクリル酸などのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及びラジカル重合性酸含有モノマーを含む。用語(メタ)アクリレートは、アクリレートとメタクリレートの両方を含む。

【0012】

感圧接着剤の特性を達成するために、接着剤マトリックスが、結果として約0 未満のガラス転移温度( $T_g$ )を有するよう調製することができる。特に好ましい感圧接着剤コ

ポリマーは(メタ)アクリレートコポリマーである。このようなコポリマーは典型的に、ホモポリマーとして0未満の $T_g$ を有する少なくとも1つのアルキル(メタ)アクリレートモノマーを、40重量%~98重量%、しばしば少なくとも70重量%、又は少なくとも85重量%、又は更には約90重量%含むモノマーから誘導される。

【0013】

好適な、かかるアルキル(メタ)アクリレートモノマーとしては、4~12個の炭素原子を含有するアルキル基を有するものが挙げられる。例として、n-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、イソオクチルアクリレート、イソノニルアクリレート、イソデシルアクリレート、及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。所望により、他のビニルモノマー、及びホモポリマーとして0を超える $T_g$ を有するアルキル(メタ)アクリレートモノマー、例えばメチルアクリレート、メチルメタクリレート、イソボルニルアクリレート、ビニルアセテート、スチレン等を、1つ以上の低 $T_g$ アルキル(メタ)アクリレートモノマー及び共重合可能な塩基性又は酸性モノマーとともに使用することができる(但し、結果として得られる(メタ)アクリレートコポリマーの $T_g$ が約0未満である)。

【0014】

光学的に透明な感圧接着剤マトリックスは、一般的に、そこにブレンドされる粒子の屈折率とは異なる屈折率を有する。典型的には、光学的に透明な感圧接着剤マトリックスは、約1.45~1.56の範囲の屈折率を有する。多くの感圧接着剤は1.47以下の屈折率を有するが、最近になって、例えば米国特許第7,166,686号(Olsonら)に記載されるような、少なくとも1.48、又は更に少なくとも1.50、又はそれ以上などのより高い屈折率を持つ感圧接着剤が製造されている。

【0015】

光拡散性粒子

本明細書で調製される無溶剤ビーズ分散液は、モノマー混合液中に分散される、約75部を超えない光拡散性粒子を含む。その粒子が調製条件及びコーティング条件に耐えることができ、接着剤マトリックスの屈折率と異なる(より低い又はより高い)屈折率を有する限りは、様々な異なる粒子が、本開示の拡散性接着剤を形成するために接着剤マトリックス中で用いるのに好適である。典型的には、粒子の屈折率は1.30~1.60の範囲内である。粒子は様々な形状であってよいが、典型的には、粒子は球状であるか、一般的に球状様形状である。

【0016】

粒子の種類の中でも好適であるのは、ポリメチルシルセスキオキサン粒子と呼ばれることもあるシリコーン樹脂粒子である。これらのシリコーン樹脂粒子の一部は架橋される。接着剤マトリックス中に存在するモノマー混合液が溶解したり、膨張を最小限となったりするのを防ぐため、粒子を架橋するのが望ましい場合がある。

【0017】

様々なシリコーン樹脂粒子が、Momentive Performance Materialsから商品名「TOSPEARL」で市販されている。TOSPEARL粒子の中で好適なものとして、例えば、TOSPEARL 120、TOSPEARL 120A、TOSPEARL 130、TOSPEARL 130A、TOSPEARL 145、TOSPEARL 145A、TOSPEARL 240、TOSPEARL 3120、TOSPEARL 2000B、TOSPEARL 3000A、TOSPEARL 1110Aが挙げられる。

【0018】

その他の有用な粒子は、米国特許第6,288,172 B1号(Goetzら)中の、例えば、5列28行目から6列19行目に記載されている。更にその他の有用な粒子は、例えば、Soken Chemical AmericaのMX1000製品などのポリメチルメタクリレートである。

【0019】

10

20

30

40

50

典型的には、これらの粒径は、可視光線（400～700nm）の波長よりも大きい。典型的には、粒子は、0.5～30マイクロメートルの平均粒子サイズを有する。いくつかの実施形態では、平均粒子サイズは1～15マイクロメートルである。

#### 【0020】

##### 光開始剤

本明細書で調製される無溶剤光開始剤溶液は、モノマー混合液に添加される、用いられるモノマーの合計重量を基準として0.1～5部を超えない量を含む。有用な光開始剤の例として、ベンゾインメチルエーテル及びベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル；LUCIRIN TPO-L（BASF）として市販される2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシドなどの置換ホスフィンオキシド；IRGACURE 651光開始剤（Ciba、Ardslley, N.Y.）として市販される2,2-ジエトキシアセトフェノン、ESACURE KB-1光開始剤（Sartomer Co., West Chester, Pennsylvania）として市販される2,2-ジメトキシ-2-フェニル-1-フェニルエタノン、及びジメトキシヒドロキシアセトフェノンなどの置換アセトフェノン；2-メチル-2-ヒドロキシプロピオフェノンなどの置換-ケトール；2-ナフタレン-スルホニルクロライドなど；1-フェニル-1,2-プロパンジオン-2-(O-エトキシ-カルボニル)オキシムなどが挙げられる。特に有用なのは、置換アセトフェノン又は2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシドである。反応開始剤は、モノマーの合計重量を基準として、約0.05重量%～約5.0重量%の量で存在する。

#### 【0021】

##### 架橋剤

本明細書で調製される無溶剤架橋剤溶液は、モノマー混合液に添加される、用いられるモノマーの合計重量を基準として0.01～20部を超えない量を含む。架橋剤は有効量で使用され、それにより、PSAに架橋を引き起こし、所望の基材に対して必要な最終接着特性をもたらすための適正な凝集力を与えるに十分な量であることを意味する。

#### 【0022】

有用な架橋剤の種類として、多官能性（メタ）アクリレート種が挙げられる。多官能性（メタ）アクリレートとしては、トリ（メタ）アクリレート及びジ（メタ）アクリレート（つまり、3つ又は2つの（メタ）アクリレート基を含む化合物）が挙げられる。典型的には、ジ（メタ）アクリレート架橋剤（つまり、2つの（メタ）アクリレート基を含む化合物）が用いられる。有用なトリ（メタ）アクリレートとしては、例えば、トリメチルプロパントリ（メタ）アクリレート、プロポキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート、エトキシ化トリメチロールプロパントリアクリレート、トリス（2-ヒドロキシエチル）イソシアヌレートトリアクリレート、及びペンタエリスリトールトリアクリレートが挙げられる。有用なジ（メタ）アクリレートとしては、例えば、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、1,4-ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ（メタ）アクリレート、アルコキシ化1,6-ヘキサジオールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ジプロピレングリコールジアクリレート、シクロヘキサジメタノールジ（メタ）アクリレート、アルコキシ化シクロヘキサジメタノールジアクリレート、エトキシ化ビスフェノールAジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、及びウレタンジ（メタ）アクリレートが挙げられる。

#### 【0023】

他に有用な架橋剤の種類は、アクリルコポリマーのカルボン酸基と反応する官能性を有する。このような架橋剤の例には、多官能性アジリジン、イソシアネート及びエポキシ化合物が挙げられる。

## 【 0 0 2 4 】

アジリジン系架橋剤の例として、1, 4 - ビス (エチレンイミノカルボニルアミノ) ベンゼン、4, 4' - ビス (エチレンイミノカルボニルアミノ) ジフェニルメタン、1, 8 - ビス (エチレンイミノカルボニルアミノ) オクタン、及び 1, 1' - (1, 3 - フェレンジカルボニル) - ビス - (2 - メチルアジリジン) (C A S 番号 7 6 5 2 - 6 4 - 4) (一般にビスアミドと呼ばれる) が挙げられる。一般的な多官能性イソシアネート架橋剤には、例えば、トリメチロールプロパントルエンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、及びヘキサメチレンジイソシアネートが挙げられる。

## 【 0 0 2 5 】

他に有用な架橋剤の種類として、接着剤ポリマー鎖上の官能基と反応できる多官能性イソシアネート及びエポキシドが挙げられる。

10

## 【 0 0 2 6 】

## 任意の静電気防止剤

静電気防止剤は、本明細書に開示される光拡散性 P S A に任意に用いられる。無溶剤塩溶液は、上述の接着剤マトリックスにおいて上で開示されるモノマーに、有機可溶性及び解離性塩 (すなわち、静電気防止剤) を添加することにより調製される。

## 【 0 0 2 7 】

静電気防止剤は、静電荷を除去することによって、又はこのような電荷の蓄積を防止することによって機能する。有用な静電気防止剤には、非ポリマー及びポリマー有機塩が挙げられる。非ポリマー塩は繰り返し単位を有さない。一般的に、静電気防止剤は、光拡散性 P S A の 1 0 % 未満、所望により 5 % 未満で含まれる。加えて、静電気防止剤は、光拡散性 P S A の 0 . 5 % を超えて、所望により 1 . 0 % を超えて含まれる。本明細書に記載される静電気防止剤の量は、モノマーの合計重量を基準とする。

20

## 【 0 0 2 8 】

以下に記載する解離強化可塑剤と組み合わせるとき、静電気防止剤は 1 0 % 以下で用いることができ、光拡散性 P S A のコストを著しく低下させ、静電気防止剤と偏光器との間に存在し得るあらゆる不利な相互作用を低下させる。いくつかの好ましい実施形態では、静電気防止性塩は、疎水性化合物である。このような疎水性の静電気防止性化合物は、感圧接着剤との適合性を向上させながら、静電気防止性化合物の性能の湿度への依存度を低下させる傾向がある。いくつかの実施形態では、静電気防止剤を形成するアニオン及びカチオンの両方が、その両方とも炭素含有基を含むという点で有機物であり、金属イオンを名目上含まないことが好ましい。一般的に、静電気防止剤は、光拡散性 P S A の所望の光学的透明度に悪影響を与えない量で添加される。

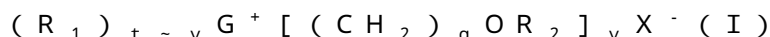
30

## 【 0 0 2 9 】

所与の接着剤系に適切な静電気防止剤は、特に硬化した接着剤製剤中での溶解度を達成するために静電気防止剤を構成するカチオン及びアニオンの平衡特性により選択される。好ましい静電気防止剤は、リチウムビス (トリフルオロメチルスルホニル) イミド、 $\text{Li}^+ \cdot \text{N}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2^-$  ] である。他の好ましい有機静電気防止剤は、 $(\text{C}_4\text{H}_9)_3\text{NCH}_3^+ \cdot \text{N}(\text{SO}_2\text{CF}_3)_2^-$  である。

## 【 0 0 3 0 】

本発明の静電気防止剤を調製するのに有用なイオン性塩のある特定の種類は、以下の一般式で表される化合物の類である。



式中、それぞれの  $\text{R}_1$  は、アルキル、脂環式、アリール、アルカリ環式、アルカリル、脂環式アルキル、アラルキル、アラリ環式、又は脂環式アリール部分を含み、かかる部分は、例えば、窒素、酸素、若しくはイオウ等の 1 つ以上のヘテロ原子を含んでよく、又はリン若しくはハロゲンを含んでよく (それにより事実上フルオロ有機物であることができる)、それぞれの  $\text{R}_2$  は、水素又は  $\text{R}_1$  で記載した部分を含み、G は、窒素、イオウ若しくはリンであり、G がイオウである場合、t は、3 であり、G が窒素若しくはリンである場合、t は、4 であり、G がイオウである場合、v は、1 ~ 3 の整数であり、又は G が窒

50

素若しくはリンである場合、1～4の整数であり、qは、1～4の整数であり、Xは、フルオロ有機アニオンのような弱配位有機アニオンである。R<sub>1</sub>は、好ましくはアルキルであり、R<sub>2</sub>は、好ましくは水素、アルキル、又はアシル（より好ましくは水素又はアシル、最も好ましくは水素）である。静電気防止剤に関してより詳細は、米国特許出願公開第2003/0114560号に見出すことができる。

#### 【0031】

好適な弱配位有機アニオンは、炭化水素スルホン酸（例えば、1～約8個の炭素原子を有するアルカンスルホン酸、アリールスルホン酸又はアルカリルスルホン酸、特定の例では、メタン又はp-トルエンスルホン酸、最も好ましくはp-トルエンスルホン酸などの、1～約20個の炭素原子を有する炭化水素スルホン酸）と少なくとも同じぐらい酸性である共役酸を有する。一般的に、共役酸は、強酸である。例えば、アニオンの純共役酸のハメットの酸度関数、Hは、約-7未満（好ましくは、約-10未満）である。

#### 【0032】

好適な弱配位アニオンの例としては、アルカン、アリール、及びアルカリルスルホン酸塩；アルカン、アリール、アルカリル硫酸塩；フッ素化及び非フッ素化テトラアリールホウ酸塩；並びにフッ素化アリールスルホン酸塩、ペルフルオロアルカンスルホン酸塩、シアノペルフルオロアルカンスルホニルアミド、ビス（シアノ）ペルフルオロアルカンスルホニルメチド、ビス（ペルフルオロアルカンスルホニル）イミド、シアノ-ビス-（ペルフルオロアルカンスルホニル）メチド、ビス（ペルフルオロアルカンスルホニル）メチド、及びトリス（ペルフルオロアルカンスルホニル）メチドなどのフルオロ有機アニオン；等のような有機アニオンが挙げられる。

#### 【0033】

その他の有用な有機可溶性及び解離性塩は、米国特許出願公開第2008/060075号、「有機可溶性塩」の列の表2に開示されるものなどに記載されている。

#### 【0034】

##### 任意の可塑剤

いくつかの実施形態では、接着剤中の静電気消散特性の塩解離度及びイオン移動度を高めるために可塑剤を有効量で提供し、例えば100重量部（pbw）のアクリル接着剤に基づいて、約0.01pbwを超える量、所望により約0.10pbwを超える量、及びいくつかの実施形態では約1.0pbwを超える量を用いてよい。更にいくつかの実施形態では、可塑剤を、例えば、約20pbw未満の量及び所望により約10pbw未満の有効量で提供してよい。ある実施形態では、可塑剤は、接着剤中の塩解離度及びイオン移動度を高めることができる。いくつかの実施形態では、可塑剤は、リン酸エステル、アジピン酸エステル、クエン酸エステル、フタル酸エステル、フェニルエーテル終端オリゴエチレンオキシドを含む、アクリル可溶性可塑剤から選択される。広くは、非親水性可塑剤が好ましい。非親水性可塑剤は一般に、高湿度及び高温下で大気から水分を吸収しない。

#### 【0035】

##### 任意の接着促進剤

シラン及びチタン酸塩などの接着促進剤を更に、本開示の光拡散性PSAに組み込むこともできる。このような接着剤は、シラノール、ヒドロキシル又は基材の他の反応性基にカップリングすることにより、接着剤と、ガラス及びLCDの三酢酸セルロースのような基材と、の間の接着を促進できる。シラン及びチタン酸塩は、接着剤の共重合性又は双方向性基に結合しているSi又はTi原子上にアルコキシ置換のみを有することができる。あるいは、シラン及びチタン酸塩は、接着剤の共重合性又は双方向性基に結合しているSi又はTi原子上にアルキル及びアルコキシ置換の両方を有することができる。接着促進剤は、一般にアクリレート又はメタクリレート基である共重合性基を含有することができるが、ビニル及びアリル基も使用できる。あるいは、シラン又はチタン酸塩は、ヒドロキシアルキル（メタ）アクリレートなどの、接着剤中の官能基と反応することができる。加えて、シラン又はチタン酸塩は、接着剤マトリックスと強く相互作用する1つ以上の基を有することができる。この強い相互作用の例としては、水素結合、イオン相互作用、及び



酸 - 塩基相互作用が挙げられる。

#### 【 0 0 3 6 】

##### 製造方法

本明細書に開示される光拡散性 P S A は無溶剤系を用いて製造されるため、接着剤組成物は、米国特許第 4 , 1 8 1 , 7 5 2 号 ( M a r t e n s ) に一般的に記載されるコーティング及び硬化技術により調製される。

#### 【 0 0 3 7 】

本技術では、1つの代表的な方法において、第1の屈折率  $n_1$  を有し、( i ) 約 2 0 重量部を超えない少なくとも1つのラジカル重合性ヒドロキシル含有モノマー及びラジカル重合性酸含有モノマー、並びに約 1 0 0 部未満のアルキル ( メタ ) アクリレートモノマーであって、アルキル基が約 4 ~ 1 2 個の炭素原子を含むモノマーを有するモノマー混合液と、( i i ) 約 0 . 1 ~ 5 部の光開始剤と、を含む、無溶剤混合液が提供される。この混合液は、部分的に予備重合され、例えば、米国特許第 6 , 3 3 9 , 1 1 1 号 ( M o o n r a ) に記載されるようなシロップを得ることができる。

10

#### 【 0 0 3 8 】

モノマーと混合された光拡散性粒子を含んで、無溶剤ビーズ分散液が調製されることが多い。更に提供されるのは、モノマー混合液中約 0 . 1 ~ 5 部の光開始剤を含む光開始剤溶液、モノマー混合液中約 0 . 1 ~ 1 0 部の静電気防止剤 ( すなわち、有機可溶性及び解離性塩 ) を含む塩溶液、及びモノマー混合液中約 0 . 0 1 ~ 2 0 部の架橋剤を含む架橋剤溶液である。光開始剤、塩、及び架橋剤の全ての部は、モノマー混合液の重量を基準とする。

20

#### 【 0 0 3 9 】

本接着剤組成物は、第1の裏材上にコーティングされ、次いで光化学的硬化を受ける。必要に応じ、接着剤組成物は、2枚のライナー間、又は第1の裏材と第2の裏材との間にコーティングされる。

#### 【 0 0 4 0 】

第1又は第2の裏材の代表的な裏材としては、ポリカーボネート、ポリエステル ( 例えば、ポリエチレンテレフタレート及びポリエチレンナフタレート )、ポリウレタン、ポリ ( メタ ) アクリレート ( 例えば、ポリメチルメタクリレート )、ポリビニルアルコール、ポリエチレン及びポリプロピレンのようなポリオレフィン、ポリ塩化ビニル、ポリイミド、三酢酸セルロース、アクリロニトリル - ブタジエン - スチレンコポリマー等が挙げられる。任意の好適な剥離ライナーを、第1又は第2の裏材に用いることもできる。代表的な剥離ライナーには、ポリマー材質 ( 例えば、ポリエチレン又はポリプロピレンなどのポリオレフィン、エチレンビニルアセテート、ポリウレタン、ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステル、及び同様のもの ) から製造されるものが挙げられる。少なくとも一部の剥離ライナーは、シリコン含有材質又はフルオロカーボン含有材質などの剥離剤の層でコーティングされている。代表的な剥離ライナーとしては、ポリエチレンテレフタレートフィルム上にシリコン剥離コーティングを有する C P F i l m ( M a r t i n s v i l l e , V a . ) から、商品名「 T - 3 0 」及び「 T - 1 0 」として市販されているライナーが挙げられるが、これらに限定されない。

30

40

#### 【 0 0 4 1 】

コーティング及び硬化の前の本プロセスの任意の段階で、粒子を接着剤マトリックス内に分散させることができる。例えば、モノマー混合液中に、添加された変性剤を有するモノマー混合液中に、又はコーティング可能なシロップへ、粒子を分散させてよい。分散を容易にするため、粒子は、典型的には、モノマー混合液又はコーティング可能なシロップに添加される。

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 4 2 】

##### 剥離接着力試験

この剥離接着力試験は、A S T M D 3 3 3 0 - 9 0 に記載の試験法と同様であり、

50

基材としてガラスプレートを用いる。ライナー上にコーティングされた接着剤サンプルをPETフィルムに移し、サンプルを1.27センチメートル×15センチメートルのストリップに切断した。続いてそれぞれのストリップを10センチメートル×20センチメートルの清浄な基材に接着した。このストリップは、ストリップ全体に2キログラムのローラーをかけることにより接着した。固着したサンプルは、以下の表2に示す様々な時間放置後、180°剥離接着力について、IMASS滑り/剥離試験機(型式3M90、Instrumentors Inc. (Strongsville, OH)から市販されている)を用い、5秒間のデータ収集時間にわたって30センチメートル/分(12インチ/分)の速度で試験した。測定値はオンス/インチ(N/25mm)で得られた。

#### 【0043】

10

##### 視感透過率及びヘイズ試験

全サンプルの視感透過率及びヘイズをAmerican Society for Testing and Measurement (ASTM) 試験方法D 1003-9-5(「Standard Test for Haze and Luminous Transmittance of Transparent Plastic」)に従い、BYK-Gardner Inc. (Silver Springs, MD)製のHazegard Plus分光光度計を用いて測定した。接着剤を剥離ライナーからガラス製顕微鏡スライドに移すことにより、接着剤サンプルを調製した。

#### 【0044】

20

##### 偏光解消度及び後方散乱度

測定前に、サンプルを清浄な顕微鏡スライドに積層した。測定は、PELA-1000積分球付属品を取り付けたPerkin Elmer Lambda 900光分析装置で行った。この球は、直径が6インチ(150mm)であり、「ASTM Standards on Color and Appearance Measurement」, 3rd ed., ASTM, 1991に公開されているように、ASTM方法E903、D1003、E308などに準拠している。透過率について、機器は、一般的なビーム減偏光器、入射ビーム偏光器(サンプルの前に置かれる)、及び分析カットシート偏光器(サンプルの直後、積分球の前に置かれる)で構成した。反射率については、一般的なビーム減偏光器のみを用いた。

#### 【0045】

30

通過状態(入射と分析面偏光器が整列している)及び遮蔽状態(入射と分析面偏光器が交差している)について、総光透過率(TLT)を別々に測定した。我々は、遮蔽状態で整列している偏光器間にサンプルが挿入されたときの光透過により示される、接着剤サンプルによる偏光解消度を観察した。 $\% TLT_{Sample Block}$ 値は、偏光解消度として報告される。

#### 【0046】

それぞれの波長における計算を、以下のように実施した。

$$\% TLT_{Sample Pass} = [(\% TLT_{Sample} - \% TLT_{B0}) \div (\% TLT_{P100} - \% TLT_{B0})] * 100$$

$$\% TLT_{Sample Block} = [(\% TLT_{Sample} - \% TLT_{B0}) \div (\% TLT_{P100} - \% TLT_{B0})] * 100$$

40

ここで、 $TLT_{Sample Pass}$ は、全ての光が通過状態で透過しており、 $TLT_{Sample Block}$ は、全ての光が遮蔽状態で透過(減偏光)しており、P100は、解放ビーム通過状態であり、B0は、解放ビーム遮蔽状態である。

#### 【0047】

総光反射率(TLR)及びDLRを、入射及び分析面偏光器がない状態で別々に測定した。反射率は、NIST透写鏡を用いて補正した。DLR値は、それぞれのサンプルの非反射後方散乱を最もよく表すもので、後方散乱度として報告する。それぞれの波長における補正計算を、以下のように実施した。

$$\% DLR_{corr} = [(\% DLR_s - \% DLR_{Mirror}) \div (\% TLR_{Mirror})$$

50

$r - \% DLR_{Mirror} \cdot ] * (真の鏡値)$

ここで、 $DLR_s$  は、サンプルで測定された  $DLR$  であり、 $DLR_{Mirror}$  は、参照鏡で測定された  $DLR$  であり、 $TLR_{Mirror}$  は、参照鏡で測定された  $TLR$  であり、真の鏡値は、参照鏡の  $TLR$  である。

【 0 0 4 8 】

【表 1】

略語表

| 略語又は取引表記 | 説明  |
|----------|---|
| EHA      | 2-エチルヘキシルアクリレート、Dow Chemical Company (Midland, Michigan) から入手                                   |
| HEA      | 2-ヒドロキシエチルアクリレート、Dow Chemical Company (Midland, Michigan) から入手                                  |
| AA       | アクリル酸、Dow Chemical Company (Midland, Michigan) から入手   |
| HDDA     | 1, 6-ヘキサジオールジアクリレート、Cognis (Germany) から PHOTOMER 4017 として入手                                     |
| Irg651   | Irgacure 651: 2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、Ciba Specialty Chemicals (Tarrytown, NY) から入手できる光開始剤     |
| HQ-115   | 3M Corporation (Saint Paul, MN) からの $[Li^+][^-N(SO_2CF_3)_2]$                                   |
| KBM-503  | Shin-Etsu Silicones of America の 3-(トリメトキシシリル) プロピルメタクリレート                                      |
| S141     | Santicizer 141: 2-エチルヘキシルジフェニルホスフェート、Ferro Corporation (Cleveland, Ohio) から入手                   |
| MX1000   | PMMA ビーズ、Soken Chemical America (Woodbury, MN) から入手 (平均直径 10 マイクロメートル)                          |
| Tospearl | シリコンビーズ、Momentive Performance Materials (Wilton, CT) から Tospearl 145 として入手 (平均直径 4. 5 マイクロメートル) |

【 0 0 4 9 】

以下の全ての実施例において、硬化に用いたランプ輝度は  $50 \text{ mW} / \text{cm}^2$  を超えなかった。

【 0 0 5 0 】

(実施例 1)

EHA (90 部)、HEA (10 部)、MX1000 (45 部)、及び光開始剤 Irg651 (0.04 部) を用いてモノマープレミックスを調製した。この混合液を混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いで混合液を、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約  $3000 \text{ cps}$  の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。このシロップ 11.5 g に、0.198 g の可塑剤 S141、0.396 g の 50% HQ115 / EHA 溶液、0.040 g の 10% HDDA / EHA 溶液、及び 0.087 g の 10% Irg651 / EHA 溶液を添加した。次いでこの混合液を、2 枚のシリコン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.2 ミル ( $30.48 \mu\text{m}$ ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、 $300 \sim 400 \text{ nm}$  で最大  $351 \text{ nm}$  のスペクトル出力を有する紫外線 (約  $1,000 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  の全エネルギー) に暴露した。

【 0 0 5 1 】

(実施例 2 ~ 3)

EHA (90 部)、HEA (10 部)、MX1000 (22.5 部)、及び光開始剤 Irg651 (0.04 部) を用いてモノマープレミックスを調製した。この混合液を混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いで混合液を、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約  $3000 \text{ cps}$  の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。このシロップ 7.08 g に、0.144 g の可塑剤 S141、0.289 g の 50% HQ115 / EHA 溶液、0.029 g の 10% HDDA / EHA 溶液、及び 0.064 g の 10% Irg651 / EHA 溶液を添加した。次いでこの混合液を、2 枚のシリコン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.1 ミル ( $27.9 \mu\text{m}$ ) (実施例 2) 及び 2.2 ミル ( $55.8 \mu\text{m}$ ) (実施例 3) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、 $300 \sim 400 \text{ nm}$  で最大  $351 \text{ nm}$  のスペクトル出力を有する紫外線 (約  $1,000 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  の全エネルギー) に暴露した。

## 【 0 0 5 2 】

( 実施例 4 ~ 5 )

EHA ( 95 部 )、HEA ( 5 部 )、及び光開始剤 Irg 651 ( 0.04 部 ) を用いて無溶剤シロップを調製した。この混合液を混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いで無溶剤シロップを、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約 3000 cps の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。無溶剤ビーズ分散液については、2.505 g の MX1000 を EHA / HEA の 90 / 10 混合液に分散させて、33 % ビーズ分散液を作製した。この分散液に、10.55 g の部分的に重合させたシロップ、0.586 g の HEA、0.278 g の可塑剤 S141、0.557 g の 50 % HQ115 / EHA 溶液、0.056 g の 10 % HDDA / EHA 溶液、及び 0.125 g の 10 % Irg 651 / EHA 溶液を添加し、コーティング可能な接着剤組成物を得た。次いでこの組成物を、2 枚のシリコーン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.1 ミル ( 27.9  $\mu\text{m}$  ) ( 実施例 4 ) 及び 2.2 ミル ( 55.8  $\mu\text{m}$  ) ( 実施例 5 ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、300 ~ 400 nm で最大 351 nm のスペクトル出力を有する紫外線 ( 約 1,000 mJ /  $\text{cm}^2$  の全エネルギー ) に暴露した。

10

## 【 0 0 5 3 】

( 実施例 6 )

EHA ( 95 部 )、HEA ( 5 部 )、及び光開始剤 Irg 651 ( 0.04 部 ) を用いて無溶剤シロップを調製した。このシロップを混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いでシロップを、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約 3000 cps の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。

20

## 【 0 0 5 4 】

3.00 g の EHA / HEA ( 95 / 5 ) 混合液中に、1.2 g の Tospearl ビーズを分散させることにより、無溶剤ビーズ分散液を作製した。この分散液に、20.0 g の部分的に重合させたシロップ、1.00 g の 50 % HQ115 / EHA 溶液、0.100 g の 10 % HDDA / EHA 溶液、及び 0.220 g の 10 % Irg 651 / EHA 溶液を添加し、コーティング可能な接着剤組成物を得た。次いでこの組成物を、2 枚のシリコーン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.6 ミル ( 4.06  $\mu\text{m}$  ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、300 ~ 400 nm で最大 351 nm のスペクトル出力を有する紫外線 ( 約 1,000 mJ /  $\text{cm}^2$  の全エネルギー ) に暴露した。

30

## 【 0 0 5 5 】

( 実施例 7 )

EHA ( 95 部 )、HEA ( 5 部 )、及び光開始剤 Irg 651 ( 0.04 部 ) を用いてシロップを調製した。このシロップを混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いでシロップを、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約 3000 cps の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。

## 【 0 0 5 6 】

49.98 g の EHA / HEA ( 95 / 5 ) 混合液中に、19.992 g の Tospearl ビーズを分散させることにより、無溶剤ビーズ分散液を作製した。この分散液に、200.0 g の部分的に重合させたシロップ、9.996 g の 50 % HQ115 / EHA 溶液、1.00 g の 10 % HDDA / EHA 溶液、及び 2.20 g の 10 % Irg 651 / EHA 溶液を添加し、コーティング可能な接着剤組成物を得た。次いでこの組成物を、2 枚のシリコーン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.3 ミル ( 33.0  $\mu\text{m}$  ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、300 ~ 400 nm で最大 351 nm のスペクトル出力を有する紫外線 ( 約 1,000 mJ /  $\text{cm}^2$  の全エネルギー ) に暴露した。

40

## 【 0 0 5 7 】

( 実施例 8 )

50

実施例 8 の調製は、無溶剤ビーズ分散液に、0.800 g の 50% KBM-503 溶液を更に追加した以外は、本質的に実施例 7 に記載のように実施した。コーティング厚は 1.4 ミル (35.5  $\mu\text{m}$ ) であった。

【0058】

(実施例 9)

EHA (98 部)、HEA (2 部)、及び光開始剤 Irg 651 (0.04 部) を用いてシロップを調製した。このシロップを混合し、少なくとも 10 分間、窒素でパージした。次いでシロップを、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約 3000 cps の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。

【0059】

12.495 g の EHA/HEA (98/2) 混合液中に、4.998 g の Tospearl ビーズを分散させることにより、無溶剤ビーズ分散液を作製した。この分散液に、50.0 g の部分的に重合させたシロップ、2.499 g の 50% HQ115/EHA 溶液、0.25 g の 10% HDDA/EHA 溶液、及び 0.514 g の 11% Irg 651/EHA 溶液を添加し、コーティング可能な接着剤組成物を得た。次いでこの組成物を、2 枚のシリコン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1.5 ミル (38.1  $\mu\text{m}$ ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、300 ~ 400 nm で最大 351 nm のスペクトル出力を有する紫外線 (約 1,000 mJ/cm<sup>2</sup> の全エネルギー) に暴露した。

【0060】

(実施例 10)

EHA (98 部)、HEA (2 部)、及び光開始剤 Irg 651 (0.04 部) を用いてシロップを調製した。このシロップを混合し、少なくとも 10 分間窒素でパージした。次いで混合液を、窒素リッチ雰囲気下にて紫外線にさらすことで、部分的に重合させて、約 3000 cps の粘度を有するコーティング可能なシロップを得た。

【0061】

18.743 g の EHA/HEA (98/2) 混合液中に、7.497 g の Tospearl ビーズを分散させることにより、無溶剤ビーズ分散液を作製した。この分散液に、50.0 g のシロップ、2.499 g の 50% HQ115/EHA 溶液、0.25 g の 10% HDDA/EHA 溶液、及び 0.514 g の 11% Irg 651/EHA 溶液を添加し、コーティング可能な接着剤組成物を得た。次いでこの組成物を、2 枚のシリコン処理した PET 剥離ライナーの間に、厚さ 1 ミル (25.4  $\mu\text{m}$ ) でナイフコーティングした。次に、得られた複合材料を、300 ~ 400 nm で最大 351 nm のスペクトル出力を有する紫外線 (約 1,000 mJ/cm<sup>2</sup> の全エネルギー) に暴露した。

【0062】

(実施例 11)

実施例 11 の調製は、無溶剤ビーズ分散液に、0.50 g の AA を更に追加した以外は、本質的に実施例 9 に記載のように実施した。コーティング厚は 1.4 ミル (35.5  $\mu\text{m}$ ) であった。

【0063】

## 【表 2】

表 1：光学的データ

| 実施例         | 透過率% | 曇り(ヘイズ)% | 偏光解消度% | 後方散乱度% |
|-------------|------|----------|--------|--------|
| 1           | 88.9 | 38.7     | 0.03   | 0.60   |
| 2           | 89.9 | 26.5     | NT     | NT     |
| 3           | 88.8 | 40.7     | NT     | NT     |
| 4           | 89.8 | 26.7     | 0.09   | 0.55   |
| 5           | 89.1 | 38.3     | 0.01   | 0.91   |
| 6           | 89.3 | 43.3     | 0.09   | 0.39   |
| 7           | 94.0 | 56.4     | 0.04   | 0.54   |
| 8           | 94.2 | 58.0     | 0.05   | 0.38   |
| 9           | 93.9 | 55.0     | 0.06   | 0.38   |
| 10          | 93.9 | 53.1     | 0.03   | 0.45   |
| 11          | 93.9 | 57.3     | 0.08   | 0.46   |
| 参照(顕微鏡スライド) | 94.5 | 0.3      | 0.02   | 0.32   |

10

NT：試験せず

## 【0064】

## 【表 3】

表 2：接着力データ、単位オンス／インチ（N／25mm）

| 実施例 | 初期(20~25分RT) | 30分60℃     | 24時間RT    | 48時間50℃    |
|-----|--------------|------------|-----------|------------|
| 1   | 9.7(2.7)     | 31.0(8.6)  | NT        | NT         |
| 2   | NT           | NT         | NT        | NT         |
| 3   | 30.4(8.5)    | 41.0(11.4) | NT        | NT         |
| 4   | NT           | NT         | NT        | NT         |
| 5   | 24.0(6.7)    | 52.8(14.7) | NT        | NT         |
| 6   | 23.4(6.5)    | 37.0(10.3) | NT        | NT         |
| 7   | 18.3(5.1)    | NT         | 20.4(5.7) | 42.9(11.9) |
| 8   | 16.6(4.6)    | NT         | 31.0(8.6) | 42.3(11.8) |
| 9   | 19.0(5.3)    | NT         | 19.3(5.4) | 63.5(17.7) |
| 10  | 16.4(4.6)    | NT         | 16.3(4.5) | 50.7(14.1) |
| 11  | 15.7(4.4)    | NT         | 17.3(4.8) | 55.5(15.4) |

20

NT：試験せず

RT 室温

30

## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
**G 0 2 F 1/1335 (2006.01)** G 0 2 F 1/1335  
 C 0 9 J 133/06 (2006.01) C 0 9 J 133/06

(74)代理人 100139000

弁理士 城戸 博兒

(74)代理人 100152191

弁理士 池田 正人

(72)発明者 ツェー, キュ イェン

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 シャ, ジャンホイ

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 パージェット, マーク ディー.

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 サトリジョ, アンドリュウ

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 エヴァラーツ, アルバート アイ.

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 チェン, ミン

アメリカ合衆国, ミネソタ州, 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 吉 澤 英一

(56)参考文献 特表平 1 1 - 5 0 8 6 2 2 ( J P , A )

特表平 0 6 - 5 0 4 8 0 9 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

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

G 0 2 F 1 / 1 3 3 5