

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3820438号
(P3820438)

(45) 発行日 平成18年9月13日(2006.9.13)

(24) 登録日 平成18年6月30日(2006.6.30)

(51) Int. Cl.

C09J 7/02 (2006.01)

F I

C09J 7/02

A

請求項の数 9 (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願平9-518843	(73) 特許権者	スリーエム カンパニー
(86) (22) 出願日	平成8年10月21日(1996.10.21)		アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
(65) 公表番号	特表2000-500514 (P2000-500514A)		1000, セント ポール, スリーエム
(43) 公表日	平成12年1月18日(2000.1.18)		センター
(86) 国際出願番号	PCT/US1996/016874	(74) 代理人	弁理士 石田 敬
(87) 国際公開番号	W01997/018276	(74) 代理人	弁理士 吉田 維夫
(87) 国際公開日	平成9年5月22日(1997.5.22)	(74) 代理人	弁理士 戸田 利雄
審査請求日	平成15年10月16日(2003.10.16)	(74) 代理人	弁理士 西山 雅也
(31) 優先権主張番号	08/559,037	(74) 代理人	弁理士 樋口 外治
(32) 優先日	平成7年11月15日(1995.11.15)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 再位置決め可能な接着剤物品

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(1)パッキングと、(2)接着剤層とを含む接着剤シートであって、前記接着剤層は(a)実質的に均一に分散され、接着剤層の表面から外側に突出している複数のペグを含む少なくとも1つのトポロジ的に微小構造化された表面、(b)接着剤表面層、及び(c)55%を上回る保持重ね剪断緩和応力を有する接着剤を含み、前記ペグは接着剤である頂部を有しかつ接着剤層の全表面積の25%未満を占め、前記接着剤層は少なくとも二段階の接着レベル、すなわち初期接触接着と貼り付け接着を有し、初期接触接着が実質的に貼り付け接着よりも低く、接着剤シートに圧力を印加すると接触接着が同時に貼り付け接着に変化する接着剤シート。

【請求項 2】

(1)パッキングと、(2)接着剤層とを含む接着剤シートであって、前記接着剤層は(a)第1の接着剤と、接着剤層の少なくとも一表面に実質的に均一に分散してこの表面から突出している粒子のクランプを含む複数の表面特徴と、(b)55%を上回る保持重ね剪断緩和応力を有する第2の接着剤を含み、前記突出粒子のクランプの少なくとも先端は実質的に前記接着剤を含有せず、前記接着剤層は少なくとも二段階の接着レベル、すなわち初期接触接着と貼り付け接着を有し、初期接触接着が実質的に貼り付け接着よりも低く、接着剤シートに圧力を印加すると接触接着が同時に貼り付け接着に変化する接着剤シート。

【請求項 3】

接着剤層表面がペグ間では本質的に平らである、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【請求項 4】

前記ベグが本質的に平らな頂部を有し、 $4\text{ }\mu\text{m} \sim 200\text{ }\mu\text{m}$ の範囲の高さで接着剤層表面から外側に突出している、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【請求項 5】

保持重ね剪断緩和応力が70%を越える、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【請求項 6】

平滑な剥離ライナをさらに含む、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【請求項 7】

平滑なバックングと、このバックングの接着剤層とは反対側にコーティングされた低接着性バックサイジングとをさらに含む、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

10

【請求項 8】

接着剤層が20～100容量%のミクロスフェア接着剤の混合物を含み、このミクロスフェアの直径が $1 \sim 100\text{ }\mu\text{m}$ の範囲である、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【請求項 9】

前記ベグが複合ベグである、請求項 1 又は 2 記載の接着剤シート。

【発明の詳細な説明】

技術分野

本発明は、位置決め可能および/または再位置決め可能な接着特性を有する接着剤物品に関し、特に、物品を繰り返し貼り付けたり剥離したりした後も位置決め可能かつ再位置決め可能な接着特性を維持する接着剤物品に関する。

20

背景技術

感圧接着剤(PSA)シート、フィルムおよびテープは、早期接着性(すなわち、必要以上に早い段階で接着してしまう状態)またはPSAの「クイック付着」挙動がゆえに、正確な位置で空気が入らないように基材に貼り付けるのは困難であることが多い。これは、高い接着強度および/または低温タック特性を有する「アグレッシブ」PSAを用いる場合に特に顕著である。寸法の大きな感圧接着剤被覆シートも、シートに用いたPSAが「剥離可能な」ものであっても寸法の大きさがゆえに貼り付けるのは困難なものである。

PSAフィルムおよびテープの貼り付けを容易にするための方法および構成がいくつか開発されているが、今日までの従来技術では、適所にて圧力をかけた場合に、適所で加圧した後に剥離すると低付着位置決め性を維持する、低付着位置決め性かつ迅速または瞬間的な接着性を有する強い永久接着剤を形成できる接着剤物品は得られていない。今日までの引例のうち、少なくとも1つ(米国特許第4,054,697号)では、適所にて加圧後にシートを剥離した場合に非付着位置決め性を保持する、非付着位置決め性と迅速または瞬間的な接着性とを兼ね備えたものが提供されている。しかしながら、米国特許第4,054,697号は、弾性のある粒子を用いた場合に、「変形した粒子が変形前の状態に戻るのを防止する」ために、支持表面に十分に強い接着性を形成しなければならないと指摘している。このような戻りが生じてしまうと、「シート材料が支持表面から離れてしまう可能性がある(第2段、26～30行目)」ためである。米国特許第4,054,697号はさらに、「変形した粒子が元に戻ってしまう可能性を極力抑えるために」、「シート材料を接着してから感圧接着剤が硬化するようにしておく」と望ましい場合がある(第2段、31～35行目)と指摘している。

30

40

界面活性剤や水などの接着時の補助となるものを用いて前接着をなくすようにしていることが多い。組成は様々であるが、水、界面活性剤または潤滑剤、接着形成および乾燥を加速するための溶剤(一般にはアルコール)を含んでいるのが一般的である。液体は接着剤と基材との間に膜を形成しやすいため、接触や前接着が防止される。残念なことに、液体を除去するのは困難であり、完全に除去されることは希である。さらに、接着補助用の添加物の大半は接着特性に影響し、接着剤と基材との間に強い接着状態が形成されるのを妨げてしまう。また、接着補助用の添加物は基材表面を汚してしまうこともある。

粒子、粉末またはタルクなどの乾燥状態の接着補助用添加物も、前接着を防止するには有用であることが分かっている(例えば、米国特許第4,376,151号および同第4,556,595号を参照のこと)。これらの技術は貼り付けを容易にし、位置決めおよび再位置決めを容易に

50

する。残念なことに、これらの技術では1~7日間接触させて基材に対して強い接着結合を形成する必要がある。

あるいは、比較的平らな接着面から突出している非タック性材料の不連続なコーティングも、貼り付け時のPSA層の前接着を防止するのに利用できる。これらの接着剤フィルムおよびテープは、基材表面に軽く置いただけでは接着性は持たない。これらの物品を基材の上において基材表面上で自由に移動できるようにすることも可能であるが、物品を基材に永久的に接着する前に基材に対して接着剤の層を弱く一時的に接着するための手段に欠けている。このようなコーティングには、パターン化ポリマーコーティング、粒子およびフィルムが含まれる(例えば、米国特許第3,554,835号、同第4,023,570号、同第4,054,697号、同第4,151,319号、同第5,008,139号および英国特許第1,541,311号が挙げられる。

たとえば、CONTROLTACTMブランドの接着剤では、部分的に接着剤層に沈めた中空のガラスマイクロスフェアをランダムに分散させ、接触および前接着を防止するための手段として用いている(米国特許第3,331,279号を参照のこと)。EGTacTMブランドの接着剤フィルムは、部分的に接着層に沈めた同様の「非脆性」中空ガラスマイクロスフェアを用いている(米国特許第5,008,139号を参照のこと)。接着剤層に接触および前接着を防止するための手段として部分的に埋め込まれた同様に固体のガラスマイクロスフェアを用いた「圧力活性化接着剤」を有するHi-S-CalTMブランドのフィルムもある。いずれの場合にも、貼り付け時にシートに圧力を加えることでマイクロスフェアを破壊するかまたは接着剤層に埋め込んでしまい、多量の接着剤が基材に接触して瞬間的に強い結合を形成するようにしている。

あるいは、米国特許第3,314,838号には、接着剤層から突出している中空のマイクロスフェアの上部がPSAの薄い層によって被覆されている同様の構成が記載されている。圧力を加えることでマイクロスフェアが破壊され、多量の接着剤層が基材に接触して瞬間的に強い結合を形成する。

前接着に対処するための他の方法としては、脆弱なプラスチック突起をPSA表面に形成すること(米国特許第3,301,741号を参照のこと)や、接着面から突出する粒子の小さな離散クラスタを形成すること(米国特許第5,141,790号を参照のこと)が挙げられる。例えば、米国特許第5,141,790号において、粒子はタックを有する接着剤マイクロスフェアであって、軽く圧力をかけると基材に弱く接着され、大きな圧力をかけると基材に強く接着される。しかしながら、このマルチ接着構造を構成するのは困難であることが多く、接着剤粒子の移行に問題が生じる可能性もある。

再位置決め可能な特性を呈するマイクロスフェアおよびパターン化接着剤が報告されている(米国特許第3,691,140号、第4,166,152号)。米国特許第4,735,837号に記載されているような変形可能なマイクロスフェアは、粗面または細かい凹凸のある表面と再位置決め可能な接着性とを提供する。上記のいずれの場合でも、接着剤フィルムは基材に対して弱く再位置決め可能な接着部分を容易に形成するが、強い永久接着部分は形成しない。

トポロジ的に構成された接着剤に関する説明もある。例えば、接着剤の比較的大きなエンボスによってPSAと基材との接触面積を永久的に減らし、PSAの接着強度を落とすことが説明されている(欧州特許第0 279 579号を参照のこと)。様々なトポロジーとして、V溝、菱形、カップ形、半球、円錐、火山形およびその他の形状の凹凸が挙げられる。これらはいずれも、接着層の下側の面よりも上の面のほうが表面積がかなり小さなものである。一般に、こうしたトポロジーによって、表面が平らな接着層よりも剥離接着強度値の小さい接着剤シート、フィルムおよびテープが得られる。多くの場合、トポロジ的に構成された表面接着剤は接着時間が長くなっても接着の進行は比較的遅い。

接着剤または複合接着「ベグ」が接着面の機能性部分に均一に分散し、接着面から外方向に突出した微小構造の接着面を有する接着シートは、基材表面においた場合に位置決めおよび再位置決め可能なシートである(米国特許第5,296,277号を参照のこと)。接着剤シートに圧力をかけると、接着剤シートと基材との間に強い接着が瞬時に形成される。このような接着剤は、保存および処理時に接着剤のベグを保護するために比較的高価な微小構造剥離ライナを必要としていた。

10

20

30

40

50

位置決め可能 - 再位置決め可能な感圧接着剤は、国際特許出願公開第W0 91/06424号に記載されている。この接着剤は、接着剤樹脂と、粘着性除去樹脂と、粘着性除去粒子および粘着性付与樹脂との混合物を含有している。この接着剤の層を有するシート物品は、タック性が低く、位置決めが容易であり、適所にて加圧した場合の初期接着力は弱く、再位置決めも容易である。この種の接着剤を有する接着剤フィルムは、接着時に表面上を摺動して適所にて加圧されると適当な強度で接着される機能を呈する。接着剤被覆フィルムは、剥離して表面に再度接触させても自由に摺動する。しかしながら、この接着剤の接着が完了するまでには時間がかかる。このように接着までに時間がかかることで、設置時間が長くなる場合がある。大きな絵をトラックの側面に貼り付ける場合など、車両が通常の動作速度で動くことができるようになるには、十分な接着がなされていなければならない。さらに、接着剤フィルムは極めて限られた温度範囲でしか接着されない。

10

現段階で周知の接着剤およびその構成に見られる上述した欠点および制約を考慮すると、改良品には常に需要があり、特に産業界では必要とされるものである。貼り付けたり剥離したりを繰り返した後でも連続的に位置決め可能かつ再位置決め可能な改良された接着剤微小構造が必要とされているのは、こうした背景からである。

発明の開示

本発明の一態様において、(1)接着剤シートに位置決め可能かつ再位置決め可能な挙動を付与する微小構造面の特徴を有し、(2)貼り付けた物品を基材やバックング、剥離ライナ表面から剥離した場合にこれらの微小構造の特徴が大きさおよび形状の大部分を速やかに回復できるように十分に弾性である接着剤層を備える接着剤シートが得られる。接着剤の弾性挙動は、 $\%LSS=100\% \times [(\text{stress}_{t=120})/(\text{stress}_{t=0})]$ で表される残留重ね剪断緩和応力 (retained lap shear relaxation stress) として規定される。

20

特徴的に、接着剤シートは、接着剤層と、接着剤層が少なくとも二段階の接着性になるように、それ自体の輪郭構造または粒子および下地の接着剤をコーティングすることで得られる少なくとも1つのトポロジ的に微小構造化された表面とを有する。初期接触接着部が実質的に貼り付け接着部よりも少なく、接着剤シートに圧力を印可することで接触接着部が同時に貼り付け接着部に变化する。

本発明の接着剤物品は、「残留重ね剪断緩和応力」が55%を上回り、最も好ましくは70%を上回る十分な弾性を有する接着剤層を有する。

また、本発明の接着剤層は、突出している接着剤「ペグ」または「ポスト」、離散的かつ部分的に埋め込まれた粒子または離散的な粒子の突起クラスタなど、トポロジ的に微小構造化された表面(「接着剤表面の特徴」とも言う)を持つ接着剤面を少なくとも1つ有する。微小構造化されたペグなどの様々な突起の頂部は接着性であっても(例えば非接着性のキャップによって形成されるものなど)非接着性であってもよく、接着性であっても非接着性であってもよい粒子で被覆される一組の突起、非タック性のマイクロスフェアなどの不連続な粒子のコーティングなどであってもよい。

30

弾性接着剤表面上の表面の特徴の組み合わせによって、本発明において独特な特性の組み合わせが得られる。すなわち、基材表面にて容易に位置決めでき、任意に、基材に弱く仮接着して必要に応じて位置決めをしなおし、圧力を印可することによって基材の表面に瞬時に強く接着される接着剤物品またはテープが得られる。有利なことに、本発明によれば、位置決めおよび/または再位置決めの一やすさを損なうことなく貼り付け後に剥離し、再度より永久的に貼り付けることのできる接着剤物品またはテープが得られる。

40

従来の接着剤物品でもユーザは物品を表面上で摺動させたり表面に弱く接着したりすることはできるが、一度基材表面に接着して基材表面に加圧された後は物品が基材上を摺動したり基材表面に弱く取り付けられた状態を維持したりする機能は短時間で失われる。有利なことに、これらの望ましい特徴の回復可能性によって、容易に位置決め可能かつ再位置決め可能になる。

他の従来の接着性の物品が、簡単に配置されてもよいか、下地界面(それが結合される)に別の場所に移した、そして、除去するときに、これらの接着性の物品は位置が回復に容易なままである。しかし、これらの物品は、下地(本発明により解決された欠陥)に、速く強

50

い接着性のボンドを形成しない。

他の従来の接着性の物品は、基材表面で容易に位置決めまたは再位置決めして接着可能であって剥離時には、接着性の物品は位置決めまたは再位置決めの容易さを保持している。しかしながら、これらの物品では、基材への強い接着結合の形成は瞬時には起こらず、本発明ではこの問題を解決している。

本発明は、バックングと、バックングの一主面の少なくとも一部に被覆された弾性接着剤層と、微小構造的な表面の特徴を包含する接着剤層の少なくとも一面とを備える接着剤シートである。

本発明において有用な接着剤層は、連続したフィルム、不連続なパターン、液滴、マイクロスフェアであってもよく、これらの組み合わせまたは配合物であってもよい。さらに、一種以上の接着剤を有する形にすることも可能である。接着剤は、従来技術において周知のどのようなものであってもよく、粘着性付与樹脂、可塑剤、フィラ着色剤およびその他の当業者に周知の他の添加剤を含有していてもよい。

本発明にとって有用であるとされる表面の特徴としては、米国特許第5,296,277号に記載された離散的接着剤および複合「ペグ」、米国特許第5,141,790号に記載された粒子の突出したクラスタなどが挙げられるが、これに限定されるものではない。。従来技術において記載された突出粒子およびその他の突出部は、本発明の接着性フィルムと組み合わせて用いると同様な挙動を呈する。

本発明の他の態様において、エンボス付きライナまたはエンボス付き再利用可能なベルトなどの微小構造化表面を有する剥離ライナ上または再利用可能なベルト上で接着剤シートを製造した上で、非微小構造すなわち平らな剥離ライナ上に移行し、あるいはそれ自体をテーブロールに巻回することもできる。ここで、バックングは平坦なバックングであって、接着剤層とは対向する側の表面に低接着性バックサイズがコーティングされている。

本発明のさらに他の態様において、例えば、色の異なるバックングを有する複数の接着剤シートをグラフィカルなデザインや英数字の文字、ストライプなどに切り抜き、剥離ライナまたはバックングから除去して新しい剥離ライナまたはバックングに組み合わせで貼り付けることができる。

本願において、

「凝着」は二つの表面が界面力によって互いに保持された状態を指し、界面力は原子価力または相互係止作用あるいはその両方からなることができる(Hawley's Condensed Chemical Dictionary、第11版、Van Nostrand Reinhold, New York, 1987, 第23ページを参照のこと)。

「接着剤」は、接着性の組成物を指し、また、接着剤物品の接着剤層を意味する場合もある。

「ビード」は、球状、立方体、その他の不規則な形、固体、多孔性、中空、弾性、非弾性、接着性または非接着性の粒子を意味する。

「弾性的」は、変形力を取り除いた後に材料が部分的または完全に元の形状に回復する能力を意味し、ここで、回復できない変形の量は永久変形または永久伸びと呼ばれている。

「フィルム」は、薄く可撓性のシートを意味し、一般にはプラスチック製であり、バックングまたはキャリアウェブと呼ばれる場合もある。

「ペグ」は、単独で用いられる場合には接着剤ペグと複合ペグの両方を包含する。

「位置決め可能な」は、基材表面に配置後に接着剤物品が前接着または付着することなく適所まで容易に摺動できる接着剤または感圧接着剤を意味する。圧力は一般に、接着剤物品を基材に接着させるのに必要とされるものである。

「回復可能な」とは、摺動性または二段階で接着される特性を意味し、高い圧力を印可して強制的に接触された表面から剥離される場合にテープがきれいに除去されることを意味する。

「着脱自在」とは、単層破壊、「二結合」破壊、接着剤の移行またはフィルムの解離を引き起こすことなく、基材から接着剤およびフィルムを同時に除去することのできる接着剤または感圧接着剤を意味する。

10

20

30

40

50

「再位置決め可能である」とは、基材に貼り付けまたは接着可能であって、フィルム、接着剤または基材を変形させたり、見にくくしたり破壊したりすることなく、剥離して再度貼り付け可能である接着剤または感圧接着剤を意味する。再位置決め可能な接着剤は位置決め可能である必要はなく、逆もまたしかりである。

「シート」とは、幅のある接着剤シートならびに細い接着剤ストリップを意味し、個々に再位置決め可能である英数字の文字などの他の形状のものも含み、所望のパターンでキャリアによって剥離可能に支持された場合には、集号笛に再位置決め可能であり、さらに、接着剤物品を長いロールまたは個々のシート状で販売できる。

「実質的に均一に分散した」とは、接着剤表面の機能性部分におけるペグの単位平均密度が接着剤表面全体にわたって規則的なパターンまたは必要に応じてランダムなアレイで均一であり、その層を位置決め可能および/または再位置決め可能にしている状態を意味する。

「基材」とは、接着剤物品を貼り付ける対象になる表面を意味する。

「タック」とは、接着剤と基材との間の瞬間接触接着性を意味し、タックは基材によって特異的なものであって、画鋲ではない。

「残留重ね切断緩和応力」(LSS)とは、切断応力下において、試験方法において述べるようにしてどれだけ短時間でどれだけ多くの接着剤が「コールドフロー」するかについての弾性挙動の測定値である。

【図面の簡単な説明】

図中、各図面は概略的に以下のものを示す。

図1は、未圧縮または十分に回復した接着剤表面の概略平面断面図である。

図2は、十分に圧縮された接着剤表面の概略平面断面図である。

図3は、部分的に回復された接着剤表面の概略平面断面図である。

発明を実施するための最良の形態

テープおよび転写テープを含む感圧接着剤(PSA)は、PSA-コーティングを施した物品が回復可能な位置決め可能性または回復可能な二段階の接着性を有するように、テープが適切なバックイングの少なくとも1つの主面上にコーティングされた接着剤層を備えるものとして提供され、一段階は時間とは無関係に高エネルギー表面から再位置決め可能な段階であり、位置決め可能性または二段階の接着は、接着剤から突出しているペグから誘導され、ペグの大きさ、距離、形状は予め定められている。このペグは、接着剤であっても、粒子充填接着剤であっても非接着剤であってもよい。回復接着剤層の回復可能な態様は、接着剤または接着剤とペグとの組み合わせのいずれかの弾力的な挙動が原因で生じるものである。

本発明の接着剤により提供された改良は、以下のものを含む。すなわち、(1)大きさ、距離および形状が予め定められたペグを利用して、エンボスの施された剥離ライナに費用をかけたり、エンボスの施されたキャリアウェブとに関連する審美性を損なうことなく、位置決め性および再位置決め性が達成され、(2)位置決め性および再位置決め性が回復可能であって、再位置決め性は二段階の接着の第2番目において回復可能である(「Post-It」ブランドの付箋紙などの再位置決め可能な製品は一段階の接着を呈する)。

本発明の位置決め可能かつ再位置決め可能なテープの機能的な態様は、テープまたは移送テープを巻き出す際に、予め定められた大きさ、距離および外観のペグまたは突起がほぼ瞬時に接着剤の表面に現れるということである。これらの突起によって、テープは位置決め可能または再位置決め可能になる。本願明細書では、位置決め可能なテープを、予め定められた閾値貼り付け圧力を超えない限りは、前記テープの接着面側を基材に接触させたまま基材に対して移動可能であるPSAテープと定義する。

本発明の移送テープ用のキャリアウェブは、位置決め可能かつ再位置決め可能に回復可能であれば、エンボスであっても非エンボスのものであってもよい。本発明の移送テープでは、一面または二面を位置決め可能および/または再位置決め可能にすることができる。

特徴として、図1を参照すると、接着剤シート(10)は、バックイング(12)およびその上に被覆された接着剤層(14)とを有し、少なくとも一面はトポロジ的に微小構造化され、構造(16)または粒子のコーティング(図示せず)および下地の接着剤を有し、接着剤層(14)が

10

20

30

40

50

少なくとも二段階の接着レベルすなわち、接触接着部および貼り付け接着部を有し、初期接触接着部は実質的に貼り付け接着部よりも少なく、接触接着部は、接着剤シートに圧力が印可されると貼り付け接着部に同時に変化する。あるいは、接着剤シート(10)は、バックキング(12)の有無には関係なく、2つのトポロジ的な微小構造化表面が形成されるよう構成されていてもよい。

図1を参照すると、本発明の接着剤物品は、離散的で、部分的に埋め込まれた粒子または離散的に突出した粒子クラスター、突出している接着剤の「ペグ」または「ポスト」などのトポロジ的に微小構造化された表面を有する少なくとも1つの接着剤表面(「接着剤表面の特徴」とも呼ぶ)を有する。微小構造化されたペグ(16)などの様々な突起の頂部は、接着性であっても(例えば非接着性のキャップなどで提供される)非接着性であってもよく、粒子(11)を含んでいても含まなくてもよく、接着性または非接着性の粒子で被覆された一連の突起でもよく、非タック性マイクロスフェアなどの粒子の不連続なコーティングであってもよい。

10

弾性接着剤表面の特徴を組み合わせることによって、本発明は、接着剤物品またはテープを基材表面にて容易に位置決め可能であって、任意に、これを弱く一時的に基材に接着して必要に応じて再位置決めし、次に基材の表面に瞬時に取り付けてしっかりと圧力を印可して強く接着することができる、独特な組み合わせの特性を持つものとなる。有利なことに、本発明によれば、位置決めおよび/または再位置決めの容易さは全く損なうことなく貼り付け後に剥離可能であって、短時間でより永久的に再貼り付けが可能な接着剤物品またはテープが得られる。

20

接着剤の特徴 接着剤の粘弾性特性によって接着剤層の機能が提供される。本発明において有用であるとされる弾性の接着剤は、いずれも「残留重ね剪断緩和応力」の測定値が約55%を上回り、好ましくは70%を上回るものである。「残留重ね剪断緩和応力」の測定値が約70%を上回る接着剤は、基材、バックキングまたは剥離ライナから剥離して基材に再度配置すると、「瞬時に(60秒以内で)」位置決め可能になる。

図2および図3を参照すると、「残留重ね剪断緩和応力」の測定値が約55%~70%である接着剤は、基材、バックキングまたは剥離ライナ(12)から剥離した後も同じ位置決め性挙動を呈するが、これは少なくとも数分の回復期間の後にのみである。「残留重ね剪断緩和応力」測定値が約55%未満の測定値は、一度基材やバックキング、剥離ライナに押圧して剥離すると、位置決め性は呈さない。

30

長時間にわたる回復時間を間、接着剤の圧縮された微小構造が部分的に回復するのが認められ、位置決め性の挙動を呈するのに十分な程度まで回復する場合もある。しかしながら、回復時間は実用上または商用利用するには長すぎる(>30分)場合もある。

再び図2および図3を参照すると、本発明の接着剤シート(10)の特にユニークな特性は、微小構造または特徴の一般的な形状および寸法または高さ(18)を維持したままで微小構造または他の表面の特徴(16)が接着剤層(14)に圧縮進入可能な程度に十分な弾性を有する接着剤の機能である。これによって、微小構造化された接着剤シート(20)を剥離ライナ(22)上に載せたり、あるいはそれ自体を巻き戻し(例えばテープ形状のロールなど)、特徴(160)の微小構造が製造および貼り付けの間保護されるようにすることもできる。

特に本発明にとって重要である接着剤の回復または弾性特性は、剪断されて一定の変位量で保たれる場合に接着剤によって保持される剪断応力比率である。これは、例えば、剥離ライナ(22)を除去あるいは接着剤物品(30)を巻き出す場合に顕著であり、部分的な高さ(24)と未回復部分の高さ(26)との差が接着剤物品が少なくとも二段階の接着性を呈することができるだけの十分な値になるように、微小構造または特徴(161)は、元の高さ(28)が反映された完全に最大限までの量が、少なくとも部分的な高さ(24)までは回復する。この回復特性は、重ね剪断試験PSTC7およびASTM D3654を一部修正したものを利用して簡単に測定可能なものである。

40

本発明の接着剤物品は、「残留重ね剪断緩和応力」が55%を上回り、最も好ましくは70%を上回る程度に十分弾性である接着剤層を有する。

本発明において有用な接着剤層は、連続したフィルム、不連続なパターン、液滴、マイク

50

ロスフェアなどでよく、あるいは、これらの組み合わせまたは混合物であってもよい。接着剤は、従来技術において周知のいかなるものであってもよく、粘着性付与樹脂、可塑剤、フィラー着色剤および当業者間で周知の他の添加剤を含んでもよい。

接着剤層の他に、接着剤層は、突出している接着剤の「ペグ」または「ポスト」、離散的および/または部分的に埋め込まれた粒子または粒子の離散的な突出クラスタなどの、トポロジ的に微小構造化された表面(「接着剤表面の特徴」とも呼ぶ)を有する。微小構造化ペグなどの様々な突起の頂部は接着性であっても(例えば非接着性のキャップによって形成されるものなど)非接着性であってもよく、接着性であっても非接着性であってもよい粒子で被覆される一組の突起、非タック性のマイクロスフェアなどの不連続な粒子のコーティングなどであってもよい。一般に、表面の特徴の高さは4 μm 乃至200 μm の範囲および/または直径がこれと同じ範囲である。

10

本発明に有用であるとされる表面の特徴としては、米国特許第5,296,277号に記載された離散的接着剤および複合「ペグ」、米国特許第5,141,790号に記載された粒子の突出したクラスタなどが挙げられるが、これに限定されるものではない。従来技術において説明されている突出している粒子およびその他の突起は、本発明の接着剤フィルムと組み合わせ使用されると同様の挙動を呈する。

理想的には、接着剤をコーティングしたシートは、接触時には基材に接着されないか、あるいは極めて弱くしか接着されず(「接触接着部」)、シートを容易に配置することができ、適所にて加圧されると瞬時に適切な強さで接着され(「貼り付け接着部」)、接着剤をコーティングしたシートに圧力をかけると接触接着部が同時に貼り付け接着部に变化する。場合によっては、接着剤シートを剥離可能にして再度位置決めし、貼り付け時の未使用シートのようにすることも可能である。換言すれば、接着剤層は、初期接触接着部が実質的に貼り付け接着剤より少なく、圧力の印可時に接触接着部が同時に貼り付け接着部に变化するように、接触接着および貼り付け接着の少なくとも二段階の接着レベルを有するものである。

20

微小構造化された接着剤を十分な弾性を有するものとして組成する場合、接着剤表面は回復可能であり、短時間のうちに接着剤表面の特徴を「再度出現させる」(すなわち、特徴は接着剤表面より上に再び突出する)。これによって、微小構造(接着剤表面の特徴)から生じる特性を減らすことができる。物品の特性を何ら損なうことなく、貼り付け、剥離、再貼り付けを何度も繰り返すことができる。接着剤の特性に悪影響を及ぼすことなく、接着剤に十分な弾性を持たせることができる。重ね剪断応力緩和すなわち単純な試験方法によって、本発明に用いられる接着剤の適合性を求めることができる。接着剤のクラスによっては、本発明の範囲内で有用なものも多くある。

30

接着剤の密着強さは、接着剤のバックグラウンド領域を基材に押圧した場合に弾性力に抗する程度に十分でなければならない。この密着は、接着剤および基材の性質(例えば、微小構造は、テープを低接着側から巻き出す場合に回復することができるが、基材を有する接着部を設けたテープを剥離する際にテープまたは基材を破損してしまう程に強い接着部を形成することができる)によって可逆的でも非可逆的でもよい。

本発明の目的、特徴および利点を、以下の実施例においてさらに説明するが、かかる実施例で引用する特定の材料および量ならびに他の条件および詳細は、本発明を限定するものではない。特に明記しない限り、材料はいずれも市販されているもの、あるいは当業者間で周知のものである。

40

実施例

接着剤溶液1~9を調製するのに用いた樹脂には、例えばO'dian, Principals of Polymerization, 3rd ed. John Wiley and Sons, New York, 1991に記載されているもののような、当業者間で周知のフリーラジカル重合技術に準じてアクリル酸エステルとアクリル酸とをフリーラジカル重合することによって調製されたアクリルコポリマーを含有させた。以下の実施例では、部はいずれも重量部である。接着剤溶液1~9を各々最終調製の4時間以内でコーティングした。

ScotchcalブランドPlusのNo.3650-10および3470、ScotchcalブランドのNo.3650、3680、7

50

725および7755、ControltacブランドPlusのNo.180-10、181-10および160-30、ControltacブランドのNo.180-10フィルムは、ミネソタ州St.Paulの3M社の製品である。「Melinex」フィルムは、デラウェア州ウィルミントンのICI Americas社から提供されているMELINE XブランドフィルムのNo.475/200を指す。

本発明の接着剤および接着剤物品は明らかに異なる二段階のレベルの接着状態を呈するものであり、これらのレベルは時間の経過と共に形成される接着剤ではなく、貼り付け方法と圧力とに左右される。試料と基材表面との間に発生する場合がある二種類の明らかに異なる接着状態は、適所にて圧力をかけることなく試料が基材に触れた時や基材に載せられた時に発生する「接触接着部」と、試料を意図的に基材に対して加圧して基材表面に貼り付ける接着剤の比率を多くした「完全貼り付け接着部」(「貼り付け接着部」とも呼ぶ)である。

10

更に、本発明の接着剤および接着剤物品は、接着剤内に圧縮された後に再度現れる特徴が表面から突出しているゆえに生じる明らかに異なる二段階の接着状態を呈する。下記の試験データは、この回収可能な二重接着挙動を比較したものである。

摺動、位置決めおよび再位置決めの容易さに関する評点データによって、引用した温度での試料の位置決めおよび再位置決めの容易さと接触接着部とを比較するものになる。「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力の測定」および「再積層剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」試験データは、試料を基材表面と接触させて配置した後に「完全に貼り付いた接着結合部」を得るにはどれだけの力が必要である

20

か相対的な測定値を提供するものとなった。本発明の接着剤物品は、「接触」対「完全貼り付け」接着部の挙動他明らかに異なるものである。「特徴回復」試験データは、接着剤に押し込まれたペグやポスト、粒子などの特徴がどれだけ迅速かつ完全に接着剤から戻ってくるかを示す観察結果である。「剥離接着試験」および「摺動しやすさおよび再位置決めしやすさに関する試験および評点」の詳細な手順については、米国特許第5,296,277号の第11弾第33～59行および第11段第61行乃至第12段第9行にそれぞれ記載されている。

樹脂溶液1

イソオクチルアクリレート-アクリル酸(94:6)コポリマー(67部)およびForal 85樹脂(デラウェア州ウィルミントンのHercules社から入手可能なものを33部)の溶液を、米国特許第4,418,120号の実施例5に記載された手順に従って調製した上で、ヘプタン、トルエンおよびアセトンの混合中(40:35:25)にて固体含有量42～48%に希釈した。

30

樹脂溶液2

2-メチルブチルアクリレート-アクリル酸(90:10)コポリマーと酢酸エチルとを、固体含有量35～40%で組み合わせた。

接着剤溶液1-5

樹脂溶液1を100部と、トルエン中の1,1'-(1,3-フェニレンジカルボニル)-ビス-(2-メチルアジリジン)(CAS番号第7652-64-4および本願明細書では「ビスアミド」と呼ぶ)とを表1に示す割合で混合した。

表 1

40

接着剤溶液1～5の組成物

調製した接着剤溶液	ビスアミド5%溶液の部数
1	0
2	1.1
3	2.2
4	3.3
5	5.5

接着剤溶液6～8

50

樹脂溶液2を100部とトルエン中における「ビスアミド」の5%溶液とを、表2に示す割合で混合した。

表 2

接着剤溶液6～8の組成物

調製した接着剤溶液	ビスアミド5%溶液の部数
6	0
7	0.6
8	1.8

10

接着剤溶液9

イソオクチルアクリレート-アクリル酸(93:7)コポリマー(83部)、NEWPORT S樹脂(17部およびArizona Chemical Companyから入手可能)、酢酸エチルおよび「ビスアミド」(0.04部)の溶液を固体含有量23～27%に希釈した。

接着剤溶液10

トルエン、KRATON 1107樹脂(50部およびイリノイ州ウェストブルックのShell Chemical Companyから入手可能)およびWINGTAC 95 Plus樹脂(50部およびオハイオ州アクロンのGoodyear Tire and Rubber Companyから入手可能)を固体含有量40%で混合した。

接着剤溶液11

トルエン、KRATON 1107樹脂(66.7部およびイリノイ州ウェストブルックのShell Chemical Companyから入手可能)、WINGTAC 95 Plus樹脂(33.3部およびオハイオ州アクロンのGoodyear Tire and Rubber Companyから入手可能)およびトルエンを固体含有量40%で混合した。

20

接着剤溶液12

マイクロスフェアとラテックス接着剤との配合物を、国際特許出願公開第W092/13924号の実施例1および4に記載の製法に従って調製した。

接着剤溶液13

マイクロスフェアとラテックス接着剤との配合物を、米国特許第5,196,246号の第12段第48～55行目に記載され、本願明細書にその内容全体を引用する「Application of Ionomeric Resin Films as Wall Decoration」に従って調製した。

30

ビニルバックング

実施例の調製に用いたビニルバックングは、Controltacブランドの接着剤を有する3M社のNo.180-10フィルムに用いられているものと同じの厚さ60 μ mの可塑化白色ビニルフィルムであった。

エンボス付剥離ライナおよび粒子充填エンボス付剥離ライナ

米国特許第5,296,277号の実施例3の明細書に記載された手順に従って調製された、エンボス付剥離ライナおよび粒子充填エンボス付剥離ライナを、実施例1～15および比較例C1～C16の調製に用いた。ライナの凹部にPotterの5000 SPHERIGLASSビードを充填したものを示す。パターン頻度および寸法を表3に示す。

表 3

エンボス付および粒子充填エンボス付剥離ライナの寸法の詳細

剥離 ライナ No.	パターン 頻度 (1cm ² あたり の凹部数)	凹部の 平均深さ (μm)	凹部の 平均直径 (μm)	ライナ凹部 内の粒子
1	1120	20	85	Spherglass 5000
2	400	60	250	Spherglass 5000
3	400	60	250	なし
4	400	60	125	Spherglass 5000

エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力の決定

この試験を用いて、「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」と、試料接着剤が位置決め可能または再位置決め可能であるかを判定した。また、この試験によって、位置決め可能な状態から完全に貼り付けられた接着状態へ、あるいは再位置決め可能な接触接着結合状態から完全に貼り付けられた接着状態に変化させるのに必要な力の最低限の量を比較測定することができる。SCOTCH-MOUNTブランドのNo.Y-4484二重コーティングポリエチレンフォームテープ(層4、5、6および7)を試料接着剤フィルム(層1、2および3)のMelinexフィルム側に積層した。このシートを2.5×5cmの断片に切断した。剥離ライナ(層7)をSCOTCH-MOUNTテープから剥離し、第2の2.5×10cmのMelinexフィルム(層8)シートをSCOTCH-MOUNTテープ(層6)に積層して試験試験片を得た。

エンボス付ライナ(層2)を試験片の接着剤表面(層1)から除去した。この試験片を、接着剤を用いて標準的なAL-39アルミニウム板(オハイオ州ClevelandのQ-Panel社から入手可能)上に22°で30～60秒間軽く載せておいた。アルミニウム板上での試験片の摺動しやすさ、剥離および再位置決めしやすさを、米国特許第5,296,277号、第12段第2～9行目の「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」に記載されているようにして22°で測定した。評点が「4」であるものは、接着剤が位置決め可能または再位置決め可能ではなかったことを示し、「0g」という値は「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」として記録された。評点が「4」未満であるものは接着剤が位置決め可能または再位置決め可能なものであって、アルミニウム板に対して接着剤を完全に接着させるのに必要な力の量を以下のようにして求めた。

剥離ライナ(層2)を試験片の接着剤表面(層1)から除去した。試験片を、接着剤を用いて標準的なAL-39アルミニウム板上に22°で軽く載せておいた。重量が分かっている平らな試験板を注意深く試験片接着剤シートの上に30～60秒間載せ、続いて注意深く除去した。アルミニウム板上での試験片の摺動しやすさ、剥離および再位置決めしやすさを、22°で測定して記録した。新しい試験片および板を利用して、それぞれ少しずつ重量を増やして試料の評点が「4」になるまで同じ手順を繰り返した。評点「4」にならずに試料上に載せることのできた最も重い板の重量を「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」として記録した。

6種類の試験重しを上記の手順に利用した。各試験板は、2.5×5.1cmとした。これらの板の重量を計測したところ、それぞれ57、114、227、341、682および1362gであった。

再積層剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力の決定

この試験を用いて、「再積層剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合

10

20

30

40

50

部を形成するのに必要な最低限の力」を測定し、実質的に平坦な剥離ライナなどに完全に貼り付けた後に、試料接着剤が位置決め性または再位置決め性の挙動を回復するか否かを判断した。また、この方法によって、表面に対して瀝着剤を完全に再貼り付けするのに必要な力の最低限の量を比較測定することができる。

上述した「剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」試験にて説明したようにして接着剤の供試材を調製した。剥離ライナ(層2)を試験片の接着剤表面(層1)から除去した。SCOTCHCALブランドのNo.7755フィルムから形成したライナ(層9)を剥離し、目視検査で判断した場合に剥離ライナ上にて接着剤が少なくとも90%の濡れ接着状態になるのに十分な積層圧を用いて試験片の接着剤表面(層1)に積層した。試験片を22℃、50%相対湿度で少なくとも24時間老化させて試験した。全ての試料について、接着剤と剥離ライナとの間には試験前に可視的な分離の徴候は認められなかった。

10

透明な剥離ライナ(層9)を試験片の接着剤表面(層1)から除去した。接着剤を用いて、22℃で試験片を短時間(約3~5秒以内)で穏やかに標準的なAL-39アルミニウム板上に載せた。評点「4」にならずに試料上に載せることのできた最も重い板の重量を「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」において述べた手順を用いて測定し、「エンボス付剥離ライナから接着剤を除去した後に完全貼り付け接着結合部を形成するのに必要な最低限の力」として記録した。

特徴戻り試験

この試験は、例えばポストまたはペグなどの接着剤表面の特徴を接着剤中に押し込み、接着剤によって元の位置に戻るすなわち回復する際の速度と度合いとを相対的に推定するものである。この試験を4つの単位に分け、エンボス付きライナを除去した時の突出しているポストの初期高さ、ポストを接着剤中に押し込んだ後におけるポスト周囲の接着剤の変形量、接着剤表面が元の形状に戻るまでの速度および戻りの度合い、ポストが元の高さに戻って接着剤から突出するまでの速度および戻りの度合いに関する情報を得た。エンボス付または粒子充填エンボス付剥離ライナ(層1、2および3)上のキャストとしての接着剤フィルムの試料を用いて、以下の試験手順を実施した。

20

A. 第2の透明剥離ライナを貼り付けることで接着剤にポストを押し込む前に接着剤上に突出しているポストの高さを測定するために本試験の第1段階を利用した。SCOTCH-MOUNTブランドのNo.Y-4484ダブルコーティングポリエチレンフォームテープ(層4、5、6および7)を試料接着剤フィルム(層1、2および3)のMelinexフィルム側に積層した。このシートを2.5×5cmの断片に切断した。剥離ライナ(層7)をSCOTCH-MOUNTテープから除去し、次にSCOTCH-MOUNTテープ(層6)に顕微鏡用のスライドガラスを積層し、試験片を形成した。エンボス付剥離ライナ(層2)を接着剤から除去し、突出しているポストのパターンを暴露した。光学顕微鏡を用いてポストの高さを測定した。接着剤の平らすなわちバックグラウンド領域に単に焦点を合わせ、焦点調節ノブの目盛を記録し、次にポストの頂部に焦点を合わせて焦点調節ノブの目盛を記録し、2つの目盛の数値の差からポストの高さの相応な測定値(数μm以内)を得た。(この技術は、Handbook of Chemical Microscopy第2版第1巻、ChamotおよびMason共著に記載されている。)各ポストについて複数の測定値を得て、各試験片について複数のポストを測定した。各試料についての測定値の平均値を表9に「ポストの平均高さ」として示しておく。

30

40

B. 第2の透明剥離ライナを貼り付けることによって接着剤中にポストを押し込んだ後に接着剤の変形量を測定するために本試験の第2段階を利用した。接着剤フィルム(層1および3)の試料からエンボス付剥離ライナ(層2)を除去して廃棄した。ScotchcalブランドのNo.7755フィルムのロールから透明剥離ライナを除去し、微小構造化接着剤層(層1)にロール積層した。この再積層した試料を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」はなかった。試験前の試料老化時間を表9に「試験前老化」として示す。SCOTCH-MOUNTブランドのNo.Y-4484ダブルコーティングポリエチレンフォームテープ(層4、5、6および7)を試料接着剤フィルム(層1、3および9)のフィルム側(層3)に積層した。このシートを2.5×5cmの断片に切

50

断した。剥離ライナ(層7)をSCOTCH-MOUNTテープから除去し、SCOTCH-MOUNTテープ(層6)の上に顕微鏡用のスライドガラスを積層して試験片を形成した。接着剤の透明剥離ライナ上での濡れパターンを光学顕微鏡で観察することで、濡れていない状態の接着剤の圧縮リングが各接着剤ポストの周囲に形成されていることが分かった。その濡れていない領域の外径は微小構造化ポストの濡れている頂部の直径の2倍未満であった。複数の圧縮リングの深さを光学顕微鏡で測定した。すなわち、ポストの頂部または平らな接着剤部分の焦点と、圧縮リングの最も低い面との目盛の差を測定した。各試験片について複数のリングで測定した平均深さを表9において「圧縮リングの深さ」として示す。

C.本試験のこの段階は、透明剥離ライナ(層9)を本試験のB.において作成した試料から除去し、速やかにタイマをオンにして測定した、ポストおよび接着剤の表面が元の形状および寸法に戻るまでの速度と度合いとに関するものである。測定値は、平らな接着剤表面に対するポストの頂部および圧縮されたリングの移動量を光学顕微鏡で測定して得たものである。ポストの頂部、平らな接着剤表面、圧縮リングの最も低い面、平らな接着剤表面、ポストの頂部といった具合に連続して焦点を合わせる技術を用いた。経過時間と焦点位置の両方を連続的に記録した。焦点位置対経過時間を片対数紙にプロットすることで、ポストが接着剤の平らな表面から突き出て元の高さの半分まで戻するのに必要な時間を求め、「ポスト高さ回復ハーフタイム」として表9に示す。ポストおよび圧縮リング(存在する場合)の移動が停止したように見えたら、平らな接着剤表面に対する他のポストおよび圧縮リングの移動を測定して代表的なポストとリングの測定値を得る。

D.本試験の第4段階では、ポストおよび圧縮リングが接着剤表面上で元の高さまで回復する度合いを求めた。本試験の「C」段階を終了した後、接着剤を空気にさらした状態で試験片を合計24時間放置した。次に、光学顕微鏡を利用して、平らな接着剤表面に対する複数のポストの高さと複数の圧縮リング(存在する場合)の深さを測定した。各ポストおよび圧縮リングについての複数の測定値を得て、各試験片に関する平均値をそれぞれ「24時間後のポスト高さ回復値」および「24時間後の圧縮リング深さ回復値」として表9に示す。

重ね剪断応力緩和試験

接着剤の弾性回復量および弾性回復速度を比較するのにこの試験を利用した。コーティングした接着剤の厚さと、微小構造化表面特徴または粒子の有無は、本試験の結果にはさほど影響しなかった。

2.5×10cmの試験片を試料接着剤テープ(層1および3)から切り取った。2.5×7.5cmのMelinexフィルム(層10)断片を接着剤に貼り付け、操作用のタブを形成した。清潔なAL-39試験板に十分な力で試験片を装着し、2.5×2.5cmの接着パッチの少なくとも90%が接着剤の濡れた状態になるようにした。装着した試験片を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。AL-39板およびMelinexフィルムタブをそれぞれINSTRONブランドの1122型引張試験機(マサチューセッツ州CastonのINSTRON Corporation社から入手可能)の上下のジョーに装着し、タブにわずかなスラックができるようにする。剪断応力が65.5kPaになるまで試験機のジョーを1秒あたり212μmの速度で延長しながら、剪断応力と経過時間とを記録した。この剪断応力で、ジョーの延長を停止し、剪断応力の減衰を記録した。65.5kPaでジョーの分離を停止した120秒後の剪断応力の値も記録した。ジョーの分離を停止した120秒後の剪断応力の値を以下の式に適用して、保持された重ね剪断緩和応力の比率を求めた。

$$\%LSS=100\% \times [(\text{stress}_{t=120})/(\text{stress}_{t=0})].$$

ここで

$\text{Stress}_{t=120}=65.5\text{kPa}$ でジョーの分離を停止した120秒後の剪断応力

$\text{Stress}_{t=0}=65.5\text{kPa}$

$\%LSS$ =保持された重ね剪断緩和応力の比率

保持された重ね剪断緩和応力の比率の測定を、その都度新しい試験片に交換して各試料について3回ずつ実施した。保持された重ね剪断緩和応力の比率の演算平均値を各接着剤試料ごとに「%LSS」で示す。

10

20

30

40

50

各試料での剪断応力を0から65.5kPaまで増やすのに必要な時間を「ロードまでの時間」として示す。

比較例C1～C7

比較例C1～C7から、微小構造化接着剤表面または接着剤上で部分的に突出した固体粒子の不連続なコーティングを有する市販の位置決め可能な接着剤フィルムでは、保護ライナを除去して、突出している接着剤表面を接着剤の中に押し込むように別の剥離ライナを接着剤表面に貼り付けると、位置決め可能な状態での貼付の挙動が損なわれることが分かる。

比較例C1

ControltacブランドのPlusフィルムNo.180-10の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、シートのガラス板上での摺動しやすさ、剥離しやすさおよび位置決めしやすさを、米国特許第5,296,277号「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」第12段第2行目乃至第9行目に記載されているようにして22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

180-10フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、180-10フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着され、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

比較例C2

ControltacブランドのPlusフィルムNo.160-30の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

160-30フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、160-30フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

比較例C3

ControltacブランドのPlusフィルムNo.180-10の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

180-10フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、180-10フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

透明剥離ライナを他の試料から除去した。環境走査電子顕微鏡(ミネソタ州ミネアポリスのUniversity of Minnesota, Institute of Technologyに設置)を用いてライナを除去する5分以内の間に接着剤の表面を顕微鏡で検査した。電子顕微鏡写真から、大きな(直径60 μ mを超える)中空のガラス球の中には破損して完全に接着剤中に埋め込まれてしまったものもあるが、大多数の小さな(直径60 μ m未満)の中空のガラス球は破損せずに接着剤表面に

完全に押し込まれた。

比較例C4

ScotchcalブランドのPlusフィルムNo.3650-10の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

3650-100フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、3650-10フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさ および再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

10

比較例C5

ScotchcalブランドのPlusフィルムNo.3470の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

3470フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、3470フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさ および再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

20

比較例C6

ControltacブランドのPlusフィルムNo.180-10の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを米国特許第5,296,277号「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」第12段第2行目乃至第9行目に記載されているようにして22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

30

180-10フィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、180-10フィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさ および再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損することなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

比較例C7

40

EG Tacブランドのフィルム(LinTec,Japan)の複数のシートから得た剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22 および40 で測定した。各シートの評点は1または2であった。

EG Tacブランドのフィルムの複数のシートからの剥離ライナを除去し、ScotchcalブランドのNo.7755フィルムから取った剥離ライナを、EG Tacブランドのフィルムの接着剤側に1分あたり10フィートで22 、40psiにて圧搾ロール積層した。このシートを22 、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させた。目視検査では、接着剤が剥離ライナから分離した様子は全く認められなかった。透明剥離ライナを除去し、ガラス板上でのシートの摺動しやすさ、剥離しやすさ および再位置決めしやすさを再度22 および40 で測定した。各シートとも接着剤を板にゆっくりと載せると瞬時に接着させ、評点4が得られた。破損する

50

ことなくシートをガラス板から持ち上げることはできなかった。

透明剥離ライナを他の試料から除去した。顕微鏡を用いてライナを除去する5分以内の間に接着剤の表面を顕微鏡で検査した。電子顕微鏡写真から、離散的な固体ガラスビードが表面にランダムに散乱し、接着剤表面に完全に押し込まれていることが分かった。

実施例1

Room Decorator Kit接着剤フィルム(ミネソタ州St.Paulの3M社)を以下のようにして位置決め可能にした。Room Decorator Kitフィルムのロールから剥離ライナを除去して廃棄した。70℃に加熱した圧搾ロール積層機を利用して、ガラスビード充填エンボス付剥離ライナNo.1にRoom Decorator Kitフィルムの接着剤側を積層した。エンボス付剥離ライナを除去し、接着剤表面を顕微鏡で可視検査したところ、約30～40%のガラスビードクラスタがライナから接着剤表面に移行し、突出しているガラスビードクラスタの半規則的なパターンを形成していることが明らかになった。

10

次に、一部修正したRoom Decorator Kitフィルムをガラス板の接着剤側に載せたところ、ガラスに貼り付くことなくガラス表面上を容易に摺動して適所に持っていくことができた。Room Decorator Kitの説明書に記載されているようにして接着剤フィルムをガラス板に押圧し、瞬間接着状態にし、接着剤が実質的に完全にガラス板を濡らすようにした。

変性Room Decorator Kit接着剤フィルムを貼り付けたシートをガラス板から除去し、速やかにガラス板に載せなおしたところ、表面上を容易に摺動してフィルムを板に押し付けることで再度貼り付けが可能であった。変性Room Decorator Kit接着剤フィルムをガラス板から除去し、すみやかに板上に載せ直し、フィルムを表面上で自由に摺動させ、圧力をかけて再度貼り付けるプロセスを実質的に同じようにして1週間毎日繰り返した。

20

変性Room Decorator Kit接着剤フィルムを、塗装を施した金属製のドア、ガラスファイバのシャワー、塗装を施した艶壁および半艶壁、ガラス窓、塗装を施した家具、FORMICAテーブルおよびカウンタートップ、304ステンレス鋼製パネルに貼り付けて除去した場合に、同じような挙動を呈した。変性Room Decorator Kit接着剤フィルムのシートを、塗装を施した実験室のドアとガラスファイバのシャワーとに10ヶ月接着しておいた。10ヶ月後、変性Room Decorator Kit接着剤フィルムを除去し、ドアとシャワーとに速やかに載せなおしたところ、前接着せずに表面上を容易に摺動し、適所にて加圧することで容易に再接着可能であった。

実施例2～5および比較例C8～C9

30

実施例2～5および比較例C8～C9は、本発明の接着剤フィルムの時間に依存する挙動を示すものである。突出している離散的なガラスビードのクラスタのパターンまたはガラスビード充填接着剤「ペグ」のパターンを有する接着剤表面を、米国特許第5,141,790号および同第5,296,277号に記載の方法に従って形成した。実施例2～5および比較例C8およびC9を表面上に載せたところ、この時点では容易に表面上を摺動した。接着剤フィルムを積層することによって突出している特徴を接着剤表面に押し込み、実質的に平らな剥離ライナを形成した。平らな剥離ライナを除去すると、従来技術の一例である比較例C8およびC9では瞬時にもとの表面に貼り付いた。有用な期間内には元の位置決め可能な挙動を呈するまでには回復しなかった。実施例2～5は本発明の代表的な例であり、突出している適当な特徴を接着剤表面上に載せ、任意の時間接着剤を剥離ライナに接着するか、あるいは他の基材に接着してこの特徴を接着剤に押し込んだ後、接着剤物品をライナまたは基材から除去することで、所望の位置決め可能または再位置決め可能な挙動が機能的に通常は数秒乃至数分の有用な期間内に回復する位置決め可能または再位置決め可能な挙動が接着剤に付与されている。

40

実施例2および比較例C8～C9

表4に示すScotchcalブランドのマーキングフィルムを以下のようにして位置決め可能にした。

上記のScotchcalブランドのマーキングフィルムから剥離ライナを除去して廃棄した。60

に加熱したPROTEC ORCA圧搾ロール積層機を用いてフィルムの接着剤側をガラスビード充填エンボス付剥離ライナNo.1に1分あたり10フィートの速度で積層した。エンボス付剥

50

離ライナを除去し、顕微鏡で接着剤表面を目視検査したところ、実質的全てのガラスビードクラスタが接着剤表面に移行し、突出しているガラスビードクラスタの規則的なパターンを形成していることが分かった。

エンボス付剥離ライナを接着剤フィルムから除去して廃棄した。3M社のNo.220 Scotchcalブランドフィルムから得た紙製の剥離ライナを除去し、60℃に加熱したPROTEC ORCA積層機を用いて1分あたり10フィートの速度で微小構造化接着剤表面に圧搾ロール積層した。再積層した試料を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」は認められなかった。

実施例3～5

ガラスビード充填エンボス付剥離ライナNo.1に、表4に示すArosetブランドの接着剤溶液(オハイオ州ColumbusのAshland Chemical社から入手可能)を濡れ厚さ約150μmでコーティングした。接着剤を65℃で1分間、続いて93℃で2分間オープン乾燥した。厚さ60μmのビニルフィルムを22℃でライナ上の接着剤層に積層し、剥離ライナ上に感圧接着剤層を形成した。エンボス付剥離ライナを除去し、接着剤表面を顕微鏡で目視検査したところ、剥離ライナの表面を実質的に複製したような接着剤表面が認められた。 10

エンボス付剥離ライナを接着剤フィルムから除去して廃棄した。220Scotchcalブランドフィルム(ミネソタ州St.Paulの3M社)から得た紙製剥離ライナを除去し、60℃に加熱したPROTEC ORCA積層機を用いて1分あたり10フィートの速度で微小構造化接着剤表面に圧搾ロール積層した。再積層した試料を22℃、相対湿度50%で72時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」は認められなかった。 20

プレマスキテープNo.SCPM-3(ミネソタ州St.Paulの3M社)を試料のビニルフィルム側に積層し、5×15cmの試料ストリップをフィルムから切り取った。紙製の剥離ライナを除去し、規定された待機時間経過後にプレマスキフィルムの接着剤側を「Ford」塗装スチール試験パネルに、22℃、相対湿度50%で載せた。「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」試験において説明されているようにパネル表面で試験フィルムを摺動すなわち再位置決めし、公布されている尺度に従って評価した。各試料の評点を表4に示す。

表 4

実施例	使用した接着剤または 接着剤フィルム	剥離ライナを 除去してから Fordパネルを 置くまでの時 間*	22℃、50%R.H. での摺動評点
2	ScotchcalブランドSTR 9000フィルム	<15秒	1
3	Aroset 2551-W52接着 剤	<15秒	3
3	Aroset 2551-W52接着 剤	5分	1～2
4	Aroset 1452-Z40 (32部) およびAroset 1450-Z40 (68部)接着剤	<15秒	1～2
5	Aroset 1452-Z40 (68部) およびAroset 1450-Z40 (32部)接着剤	<15秒	1～2
C8	Scotchcalブランド 3650フィルム	5分	4
C8	Scotchcalブランド 3650フィルム	5分	4
C8	Scotchcalブランド 3650フィルム	15分	3～4
C8	Scotchcalブランド 3650フィルム	30分	2～3
C8	Scotchcalブランド 3650フィルム	70分	1～2
C9	Scotchcalブランド 3680フィルム	<15秒	4
C9	Scotchcalブランド 3680フィルム	60分	4
C9	Scotchcalブランド 3680フィルム	24時間	4

実施例6～10 比較例C10～C12.

表5Aに示す接着剤溶液100部をヘプタン35部およびアセトン35部で希釈した。表5Aに示すエンボス付剥離ライナまたは粒子充填エンボス付剥離ライナに濡れ厚さ約100 μ mで希釈溶液をコーティングし、22℃で15分間空気乾燥させた。空気乾燥した接着剤コーティングの表面に濡れ厚さ約225 μ mで未希釈接着剤溶液をコーティングし、22℃で15分、40℃で15分、70℃で15分、90℃で15分乾燥させ、エンボス付剥離ライナ(層2)上に厚さ100～150 μ mの接着剤フィルム(層1)を形成した。Melinexフィルム(層3)を接着剤の空気側に22℃でロール積層した。この材料の試料を「Feature Rebound Testing」に利用した。

エンボス付剥離ライナ(層2)を試料から除去し、22℃でシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを速やかに求めた。結果を「エンボス付剥離ライナからの除去後における摺動しやすさおよび再位置決めしやすさ」として表5Bに示す。

「エンボス付剥離ライナからの除去後に完全貼り付け接着部を形成するのに必要な最低限の力」と、「再積層剥離ライナからの除去後に完全貼り付け接着部を形成するのに必要な最低限の力」、「保持重ね剪断緩和応力の比率」を、試料からライナを除去した直後に測定した。結果を表5Aおよび5Bに示す。

エンボス付剥離ライナ(層2)を接着剤フィルムの他の試料から除去して廃棄した。Scotchc

aIブランドのNo.7755フィルムのロールから透明剥離ライナを除去し、微小構造化接着剤表面にロール積層した。この再積層した試料を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」はなかった。再積層剥離ライナを試料から除去し、22℃でシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを速やかに求めた。結果を「再積層剥離ライナからの除去後における摺動しやすさおよび再位置決めしやすさ」として表5Bに示す。

表 5A

実施例 No.	コーティングし た接着剤溶液	使用した ライナ	%LSS*	ロードまでの 時間**
C10	1	2	18.7	83
C11	2	2	49	37.6
C12	2	4	-	-
6	3	2	68.6	29
7	4	4	78.5	26.2
8	5	2	84.4	20.5
9	5	4	87.3	19.1
10	5	3	87.4	20.5

表 5B

実施例 No.	エンボス付 剥離ライナ からの除去 後における 摺動しやす さおよび再 位置決めし やすさの評 点***	再積層剥離 ライナから の除去後 における摺 動しやすさ および再位 置決めしや すさの評点 ****	エンボス付 剥離ライナ からの除去 後に完全貼 り付け接着 部を形成す るのに必要 な最低限の 力*****	再積層剥離ライナ からの除去後に完 全貼り付け接着部 を形成するのに必 要な最低限の力 *****
C10	1 - 2	4	114	0
C11	1 - 2	4	227	0
C12	1 - 2	4	114	0
6	1 - 2	2 - 3	681	114
7	1 - 2	1 - 2	1362	227
8	1 - 2	1 - 2	1362	681
9	1 - 2	1 - 2	681	341
10	2 - 3	2 - 3	227	114

* 「重ね剪断応力緩和」試験で測定した保持重ね剪断緩和応力の比率

** ジョー分離速度を212 $\mu\text{m}/\text{秒}$ とした時に各試料で0から65.5kPaまで剪断応力を増すのに必要な時間(秒)

*** 米国特許第5,296,277号第12段第2～9行目「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」

**** 「エンボス付剥離ライナからの除去後に完全貼り付け接着部を形成するのに必要な最低限の力決定」試験によって測定

***** 「再積層剥離ライナからの除去後に完全貼り付け接着部を形成するのに必要な最低限の力決定」試験によって測定

実施例11～13および比較例C13～C15

表6に示す接着剤溶液100部をヘプタン30部およびアセトン30部で希釈した。粒子充填エンボス付剥離ライナNo.1に濡れ厚さ約100 μm で希釈溶液をコーティングし、22℃で15分、65℃で15分、93℃で15分乾燥させ、エンボス付剥離ライナ(層2)上に厚さ20～40 μm の接着剤フィルム(層1)を形成した。Melinexフィルム(層3)を接着剤の空気側に22℃でロール積層した。

エンボス付剥離ライナ(層2)を試料から除去し、22℃でシートの摺動しやすさ、剥離しやすさ

すさおよび再位置決めしやすさを速やかに求めた。結果を「エンボス付剥離ライナからの除去後における摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点」として表6に示す。

エンボス付剥離ライナ(層2)を接着剤フィルムその他の試料から除去して廃棄した。ScotchcalブランドのNo.7755フィルムのロールから再積層剥離ライナを除去し、微小構造化接着剤表面にロール積層した。この再積層した試料を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」はなかった。剥離ライナを試料から除去し、22℃でシートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを速やかに求めた。結果を「再積層剥離ライナからの除去後における摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点」として表6に示す。

表 6

	コーティングした接着剤溶液	エンボス付剥離ライナから除去後の摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点*	再積層剥離ライナから除去後の摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点*
C13	2	2 - 3	4
C14	6	1 - 2	4
C15	7	1 - 2	4
11	4	1 - 2	2 - 3
12	5	1 - 2	1 - 2
13	8	1 - 2	2 - 3

* 米国特許第5,296,277号第12段第2～9行目「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」

実施例14および15、比較例C16.

表7に示す接着剤溶液を、粒子充填エンボス付剥離ライナNo.1に濡れ厚さ約75μmでコーティングし、22℃で15分、40℃で15分、70℃で15分、90℃で15分乾燥させて、エンボス付剥離ライナ(層2)上に厚さ20～40μmの接着剤の層(層1)を形成した。接着剤の空気側にMelinexフィルム(層3)を22℃でロール積層した。

エンボス付剥離ライナ(層2)を試料から除去し、シートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22℃で速やかに測定した。結果を表7に「エンボス付剥離ライナからの除去後における摺動および再位置決めしやすさの評点」として示す。

エンボス付剥離ライナ(層2)を他の接着剤フィルム試料から除去して廃棄した。ScotchcalブランドのNo.7755フィルムのロールから再積層剥離ライナを除去し、微小構造化接着剤表面にロール積層した。この再積層した試料を22℃、相対湿度50%で少なくとも24時間老化させたところ、接着剤とライナ層との間に分離した様子すなわち「ライナのポップオフ」はなかった。剥離ライナを除去し、シートの摺動しやすさ、剥離しやすさおよび再位置決めしやすさを22℃で速やかに求めた。結果を「再積層剥離ライナからの除去後における摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点」として表7に示す。

表 7

実施例 No.	コーティングした接着剤溶液	エンボス付剥離ライナから除去後の摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点*	再積層剥離ライナから除去後の摺動しやすさおよび再位置決めしやすさの評点*
C16	9	1 - 2	4
14	10	1 - 2	1 - 2
15	11	1 - 2	1 - 2

* 米国特許第5,296,277号第12段第2～9行目「Testing and Rating Ease of Sliding and Repositioning」

「重ね剪断応力緩和」試験用の接着剤試料1～8の調製

実施例3、8～10、12～15および比較例C1、C3、C8、C9、C14～C16の形成に用いた接着剤溶液を用いて、接着剤試験試料1～8を調製し、これらの試料を用いて「重ね剪断応力緩和」試験によって「保持重ね剪断緩和応力の比率」を求めた。表8に各実施例および比較例にどの試験試料が対応しているのかを示しておく。

PolySlikブランドの剥離ライナNo.DP 6557(イリノイ州ベッドフォードパークのRexam Release社から入手可能)に、表8に示す接着剤溶液をコーティングし、22℃で15分、40℃で15分、70℃で15分90℃で15分乾燥させ、厚さ100～150μmの接着剤層(層1)を剥離ライナ(層2)上に形成した。Melinexフィルム(層3)を接着剤の空気側に22℃でロール積層した。剥離ライナ(層2)を除去し、試験テープ(層1および3)を速やかに用いて「重ね剪断応力緩和」試験を実施した。

「重ね剪断応力緩和」試験用の接着剤試料9～10の調製

実施例1および2を調製するのに用いた接着剤溶液を利用して、接着剤試験試料9および10を調製した。これらの試料を「重ね剪断応力緩和」試験による「保持重ね剪断緩和応力の比率」(LSS%)の測定に用いた。表8にどの接着剤試験試料が各実施例に対応しているのかを示しておく。

表8に示す接着剤溶液をMelinexフィルム(層3)にコーティングし、次に93℃で15分間乾燥させて厚さ25～50μmの接着剤フィルム(層1)を形成した。試料テープを速やかに「重ね剪断応力緩和」試験に用いた。

表 8

重ね剪断 応力緩和 試験接着剤 試料 No.	コーティン グした接着 剤 溶液	%LSS*	ロード までの 時間**	この接着剤を 用いて生成 した実施例
1	5	89.2	23.4	8, 9, 10, 12
2	6	57.9	14.9	C14
3	7	59.5	9.7	C8, C15
4	8	63.9	13.9	13
5	9	50.6	15.2	C1, C3, C9, C16
6	10	91	7.8	14
7	11	92.2	13.5	15
8	Aroset 2551- W52	79.2	11.9	3
9	13	84.5	15	1
10	12	79.2	11.9	2

表 9A

実施例 No.	ポストの 平均高さ (μm)*	ポスト高さ 回復ハーフ タイム (分)***	24時間後のポ スト高さの 回復(μm.)****	試験前 老化 (日)*****
6	60	2.5	52	1
6	60	2.5	-	300
7	60	0.2	60	1
8	60	< 0.2	60	3
C10	60	> 1500	< 5	1
C10	60	回復無し	0	300
C11	60	17	50	3
C11	60	17	-	300

表 9B

実施例 No.	圧縮リングの深さ (μm)**	24時間後の圧縮 リングの回復 (μm)****
6	29	0
6	29	-
7	28	0
8	30	0
C10	24	25
C10	no ring	0
C11	28	8
C11	p	-

* 「セクション「A」、特徴リバウンド試験」

** 「セクション「B」、特徴リバウンド試験」、「リング無し」は接着剤が完全に剥離ライナに濡れ接着したことを意味し、「p」は圧縮リングが存在するが測定していない状態を示す

*** 「セクション「C」、特徴リバウンド試験」、「回復なし」は接着剤表面がボスト特徴を全く有していないことを示す。

**** 「セクション「D」、特徴リバウンド試験」

***** エンボス付剥離ライナをセクション「B」、「C」および「D」、「特徴リバウンド試験」における試験片および透明剥離ライナに交換する時間

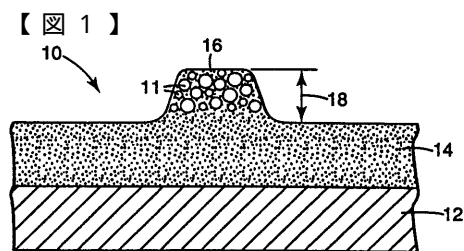


Fig. 1

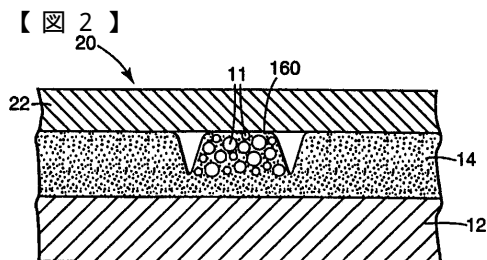


Fig. 2

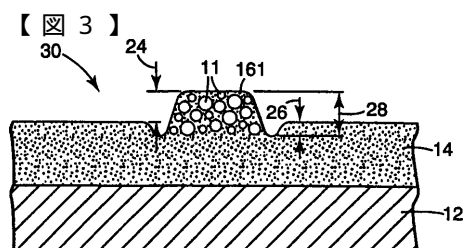


Fig. 3

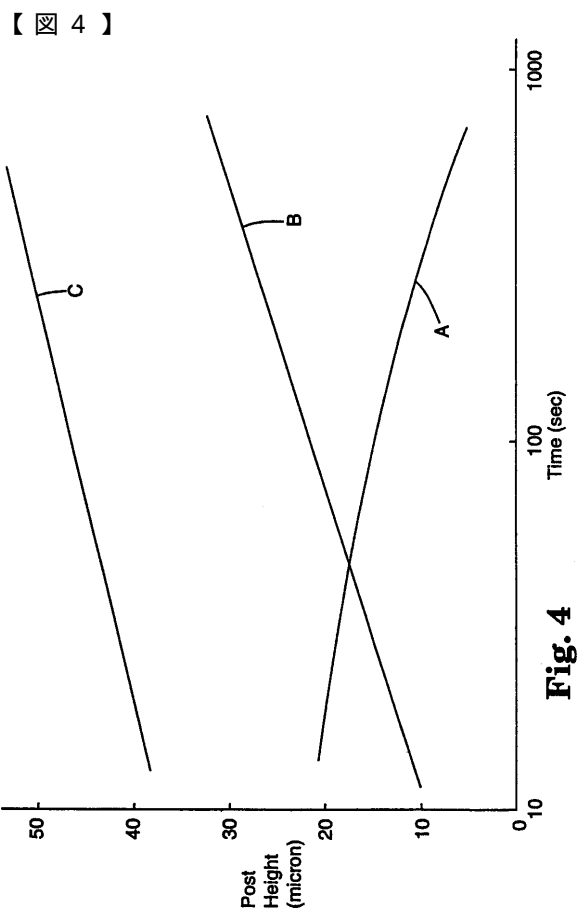


Fig. 4

フロントページの続き

- (72)発明者 ケラー, ジャネット, ティー .
アメリカ合衆国, ミネソタ 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
- (72)発明者 ウイルソン, ケネス, ティー .
アメリカ合衆国, ミネソタ 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
- (72)発明者 カルハウン, クライド, ティー
アメリカ合衆国, ミネソタ 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
- (72)発明者 メイクスナー, ラリー, エー .
アメリカ合衆国, ミネソタ 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

審査官 山田 泰之

(56)参考文献 特表平7 - 5 0 8 3 0 3 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)
C09J 7/02