

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-77286

(P2010-77286A)

(43) 公開日 平成22年4月8日(2010.4.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO8L 83/06 (2006.01)	CO8L 83/06	4J002
CO8K 5/103 (2006.01)	CO8K 5/103	4J004
CO9J 7/02 (2006.01)	CO9J 7/02 Z	4J040
CO9J 183/06 (2006.01)	CO9J 183/06	
CO9J 4/02 (2006.01)	CO9J 4/02	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2008-247382 (P2008-247382)
 (22) 出願日 平成20年9月26日 (2008.9.26)

(71) 出願人 000100698
 アイカ工業株式会社
 愛知県清須市西堀江2288番地
 (72) 発明者 青木 努
 愛知県海部郡基目寺町大字上萱津字深見2
 4番地 アイカ工業株式会社内
 (72) 発明者 井崎 彰吾
 愛知県海部郡基目寺町大字上萱津字深見2
 4番地 アイカ工業株式会社内
 Fターム(参考) 4J002 CP051 EE038 EG056 EH077 EL037
 EU197 FD146 FD208 FD347 GJ00
 4J004 AA01 AA11 AB01 CA06 CC02
 FA04

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコーン樹脂組成物および粘着フィルム

(57) 【要約】

【課題】 基材適性および密着性に優れ、かつ再はく離性にも優れるシリコーン樹脂組成物および粘着フィルムを提供する。

【解決手段】 シラノールで末端が停止したポリジオルガノシロキサンをメチルトリメトキシシランなどの末端キャッピング剤と反応させることにより合成したアルコール脱離型シリコーン樹脂、硬化触媒、多官能(メタ)アクリレート、重合開始剤を含有することを特徴とするシリコーン樹脂組成物、およびこれを塗布した粘着フィルム。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルコール脱離型シリコーン樹脂、硬化触媒、多官能（メタ）アクリレート、重合開始剤を含有することを特徴とするシリコーン樹脂組成物。

【請求項 2】

請求項 1 記載の硬化性樹脂組成物が塗布されていることを特徴とする粘着フィルム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は基材適性および密着性に優れ、かつ再はく離性にも優れるシリコーン樹脂組成物および粘着フィルムに関する。

10

【背景技術】

【0002】

近年、液晶ディスプレイや有機 EL ディスプレイなどの薄型表示装置の実用化、低コスト化、高機能化などによって、これらの表示装置はテレビやコンピューターのディスプレイといった据置き型の機器だけでなく、携帯電話、携帯情報端末、携帯音楽プレーヤー、携帯ゲーム機、デジタルカメラ、デジタルビデオなどの携帯機器にも採用されるようになってきている。こうした表示装置の表面には、傷付き防止、汚れ防止、帯電防止、防眩、反射防止などを目的とした機能性フィルムが用いられている。また、看板や広告用として、施工や取替えが容易な再はく離性ディスプレイフィルムが使用されている。

20

【0003】

従来、このようなフィルムの粘着剤としてアクリル系樹脂、ウレタン系樹脂、シリコーン系樹脂などが用いられてきたが、アクリル系樹脂やウレタン系樹脂は貼り付け時に巻き込まれた泡が抜けにくいという問題があった。機能性フィルムはアフターマーケットで消費者が購入して自ら貼り付けを行うことも多く、貼り付け面とフィルムとの間に気泡が入ってしまった場合、泡抜け性が悪いと何度も剥がして貼り直す必要があるため好ましくなく、粘着層と基材フィルムとの密着性に劣るフィルムは、貼り付けと剥離を繰り返すことで貼付け面に粘着層が残ってしまうなど、再はく離性に問題のあるケースがあった。

【0004】

シリコーン系樹脂としては付加反応型および過酸化物硬化型が用いられているが（例えば特許文献 1、2）、付加反応型は反応時に水、イオウ、チソ化合物、有機金属塩などが存在すると硬化阻害が生じるおそれがあるため、これらを含有する基材や雰囲気下では使用できなかった。また、過酸化物硬化型は概ね 150 以上の高温条件でなければ硬化しないため、プラスチックフィルムのような耐熱性の低い基材には使用できなかった。

30

【特許文献 1】特開 2008 - 156496 号公報

【特許文献 2】特開 2008 - 179743 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の課題は基材適性および密着性に優れ、かつ再はく離性にも優れるシリコーン樹脂組成物および粘着フィルムを提供することである。

40

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らが鋭意検討を行った結果、硬化触媒を含有するアルコール脱離型シリコーン樹脂において、さらに多官能（メタ）アクリレート、重合開始剤を配合することによって前記課題を解決できることを見出した。

【発明の効果】

【0007】

本発明からなるシリコーン樹脂組成物はアルコール脱離型シリコーン樹脂を主成分とするため、特定の基材に対する硬化阻害や高温条件にする必要がなく、幅広い基材に対して

50

使用できる。また、密着性と再はく離性を両立できているため、再はく離型粘着剤として有用である。さらに、本発明のシリコーン樹脂組成物を塗布したフィルムは優れた再はく離型粘着フィルムとなるため、目的に応じた加工を行うことにより傷付き防止、汚れ防止、帯電防止、防眩、反射防止などを目的とした表示装置用機能性粘着フィルムとして有用である。また、看板や広告として用いられる再はく離性ディスプレイ粘着フィルムとしても有用である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

本発明に用いるアルコール脱離型シリコーン樹脂は、ポリシロキサン構造を骨格として末端にアルコキシシリル基を有し、縮合反応により硬化可能な樹脂である。アルコール脱離型シリコーン樹脂は市販品を用いても良いし、例えば特開平1-113429号公報に開示されるように、シラノールで末端が停止したポリジオルガノシロキサン(シリコーンジオール)をメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、テトラエトキシシランなどの末端キャッピング剤と反応させることにより合成してもよい。

10

【0009】

硬化触媒はアルコール脱離型シリコーン樹脂の縮合反応を促進するため添加される。具体的には、有機錫、無機錫、チタン触媒、ビスマス触媒、金属錯体、白金触媒、塩基性物質及び有機燐酸化物等が使用できる。有機錫の具体例としては、ジブチル錫ジラウレート、ジオクチル錫ジマレート、ジブチル錫フタレート、オクチル酸第一錫、ジブチル錫ジアセテート等が挙げられる。金属錯体としては、テトラブチルチタネート、テトライソプロピルチタネート、トリエタノールアミンチタネート等のチタネート化合物類、オクチル酸鉛、ナフテン酸鉛、ナフテン酸ニッケル、ナフテン酸コバルト等のカルボン酸金属塩、アルミニウムアセチルアセテート錯体等の金属アセチルアセテート錯体、バナジウムアセチルアセトナート錯体等の金属アセチルアセトナート錯体などが挙げられる。通常、シリコーン樹脂組成物固形分に対して1~2%程度の添加で十分な効果を発現し、用途によって適宜添加量を調整する。

20

【0010】

多官能(メタ)アクリレートは2以上の官能基を有するアクリレートまたはメタクリレートである。多官能アクリレートとして、1,4-ブタンジオールジアクリレート、1,6-ヘキサジオールジアクリレート、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アクリレート、ヒドロキシピバリン酸ネオペンチルグリコールジアクリレート、ジシクロペンタニルジアクリレート、カプロラクトン変性ジシクロペンタニルジアクリレート、エチレンオキシド変性リン酸ジアクリレート、アリル化シクロヘキシルジアクリレート、イソシアヌレートジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ジペンタエリスリトールトリアクリレート、プロピオン酸変性ジペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、プロピレンオキシド変性トリメチロールプロパントリアクリレート、トリス(アクリロキシエチル)イソシアヌレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、プロピオン酸変性ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、カプロラクトン変性ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートなどが挙げられる。

30

40

【0011】

多官能メタクリレートとして、エチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、1,4-ブタンジオールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート、1,9-ノナンジオールジメタクリレート、1,10-デカンジオールジメタクリレート、グリセリンジメタクリレート、ジメチロールトリシクロデカンジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレートやエトキシ化トリメチロールプロパントリメタクリレートなどが挙げられる。これらの多官能(メタ)アクリレートは単独で用いても良いし、2種以上を併用しても良い。また、多官能(メタ)アクリレートとともに単官能アクリレートを用

50

いても良い。

【0012】

重合開始剤は多官能(メタ)アクリレートを硬化させるために使用される。ラジカル重合可能な重合開始剤であれば特に限定されないが、過酸化物などの熱分解タイプのラジカル発生剤を用いる場合は低温で硬化可能という本発明のシリコーン樹脂組成物の長を損なわないため、1分間半減期温度が140以下のもを使用することが好ましい。また、高温にする必要がないため、ベンゾフェノンやアセトフェノンなどの紫外線分解タイプのラジカル発生剤を開始剤として使用しても良い。市販品としては、イルガキュア184、イルガキュア651、イルガキュア907(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製)や、ダロキュア1173(メルク社製)が挙げられる。上記重合開始剤はいずれもモノマーに対して1~20部、好ましくは3~10部添加する。量が少なすぎると硬化不良となるおそれがあり、量が多すぎるとラジカル発生時の分解物が硬化樹脂の物性に影響を及ぼすおそれがある。

10

【0013】

紫外線の照射条件は、超高圧水銀灯、高圧水銀灯、低圧水銀灯、カーボンアーク、メタルハライドランプ等を用い、100~400nm、好ましくは200~400nmの波長領域で100~1000mJ/cm²、好ましくは200~400mJ/cm²のエネルギーを有する紫外線を照射する。硬化阻害を防止するため、窒素ガス等の不活性ガス下で照射を行っても良い。

【0014】

本発明のシリコーン樹脂組成物は前記4成分を必須成分とする。また、本発明のシリコーン樹脂組成物は前記4成分以外に公知の添加剤を用いることができる。例えば脱水剤の添加によって組成物の保存性を向上することができ、離型剤の添加によって密着性と再剥離性を調整することができ、溶剤の使用によってフィルムへの塗工性を向上することができる。なお、親水性の溶剤を用いると含有水分の影響により保存性が低下するおそれがあるため、疎水性の溶剤を用いることが好ましい。

20

【0015】

本発明のシリコーン樹脂組成物を用いて粘着フィルムを作成するには、PETなどの基材に硬化後の膜厚が50~150μm程度となるように塗布し、100~140程度、より好ましくは120~140で2~3分間程度乾燥、硬化させ、離型フィルムを貼り合わせるなどの方法が用いられる。光重合開始剤を用いる場合には、乾燥、硬化が必要な照射強度で光を照射すれば良い。本発明のシリコーン樹脂組成物は100程度から硬化可能であるため、PETなどの耐熱性の低い基材に対しても問題なく使用することができる。

30

【0016】

以下、実施例に基づいて本発明をより具体的に説明する。当然、本発明は実施例に何ら制約されるものではない。

【実施例】

【0017】

アルコール脱離型シリコーン樹脂の製造

反応装置に末端にシラノール変成を導入したジメチルポリシロキサン(粘度20000mPa·s/25)600重量部を添加し、水分量が100ppm未満となるよう減圧下において100で2時間攪拌した。反応装置に窒素を充填し、常圧とした上で末端キャッピング剤としてテトラメトキシシラン40重量部と、末端キャッピング反応触媒としてギ酸(88%水溶液)0.31重量部およびジイソブチルアミン0.78重量部を混合したものを添加して、80雰囲気下で2時間反応させた。内容物をサンプリングし、テトラアルチルチタネートを添加してゲル化が起こらないことを確認し、反応完了を確認した。その後、減圧下において110で3時間攪拌することによって触媒を分解および除去を行い、室温に冷却後にトルエンを添加して不揮発分を60%に調整した。さらに脱水剤(東レ・ダウコーニング社製、商品名Z-6300)12重量部を添加して15分間以上

40

50

攪拌を行うことにより系内を脱水し、樹脂組成物 1 を得た。

【0018】

実施例 1

樹脂組成物 1 100 重量部に対して、硬化触媒としてジオクチル錫ジアセテート（日東化成製、商品名ネオスタン U - 820）0.9 重量部、多官能（メタ）アクリレートとしてネオペンチルグリコールジアクリレート（共栄社化学工業社製、商品名ライトアクリレート NP - A）10 重量部、重合開始剤としてパーキュア O（日本油脂社製、商品名）0.5 重量部を添加することにより、実施例 1 のシリコーン樹脂組成物を得た。厚み 100 μm 、両面易接着コーティング済みの PET フィルムを基材として、マイクロメーター付フィルムアプリケーションャーを使用し、乾燥後に樹脂厚みが約 30 μm となるように実施例 1 のシリコーン樹脂組成物を塗工した。フィルムを 120 で 3 分間乾燥し、離型フィルムを貼り合わせることににより、実施例 1 の粘着フィルムを得た。

10

【0019】

実施例 2

樹脂組成物 1 100 重量部に対して、硬化触媒としてジオクチル錫ジアセテート（日東化成製、商品名ネオスタン U - 820）0.9 重量部、多官能（メタ）アクリレートとしてネオペンチルグリコールジアクリレート（共栄社化学工業社製、商品名ライトアクリレート NP - A）5 重量部、単官能アクリレートとしてブチルアクリレート（共栄社化学工業社製、商品名ライトアクリレート BA）5 重量部、重合開始剤としてイルガキュア 184（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製、商品名）0.25 重量部、イルガキュア 907（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製、商品名）0.25 重量部を添加することにより、実施例 2 のシリコーン樹脂組成物を得た。厚み 100 μm 、両面易接着コーティング済みの PET フィルムを基材として、マイクロメーター付フィルムアプリケーションャーを使用し、乾燥後に樹脂厚みが約 30 μm となるように実施例 1 のシリコーン樹脂組成物を塗工した。フィルムを 120 で 3 分間乾燥後、300 mJ/cm^2 のエネルギーを有する紫外線を照射した後に離型フィルムを貼り合わせることににより、実施例 2 の粘着フィルムを得た。

20

【0020】

比較例 1

樹脂組成物 1 100 重量部に対して、硬化触媒としてジオクチル錫ジアセテート（日東化成製、商品名ネオスタン U - 820）0.9 重量部を添加することにより、比較例 1 のシリコーン樹脂組成物を得た。厚み 100 μm 、両面易接着コーティング済みの PET フィルムを基材として、マイクロメーター付フィルムアプリケーションャーを使用し、乾燥後に樹脂厚みが約 30 μm となるように比較例 1 のシリコーン樹脂組成物を塗工した。フィルムを 120 で 3 分間乾燥し、離型フィルムを貼り合わせることににより、比較例 1 の粘着フィルムを得た。

30

【0021】

試験評価方法

各粘着フィルムについて以下の方法で試験評価を行い、結果を表 1 にまとめた。

PET 密着性

40

粘着フィルムから離型フィルムを剥がした際の粘着層の状態を確認した。

：離型フィルムへの粘着層の付着なし、 x：離型フィルムへの粘着層の付着あり

耐熱性

粘着フィルムを被着体として木材または鋼板（詳細）に貼り合わせ、80 雰囲気下で 7 日間放置後に粘着フィルムを剥がした際の粘着層の状態を確認した。

：被着体への粘着層の付着なし、 x：被着体への粘着層の付着あり

耐湿熱性

粘着フィルムを木材および鋼板に貼り合わせ、60、90% RH 雰囲気下で 7 日間放置後に粘着フィルムを剥がした際の粘着層の状態を確認した。

：被着体への粘着層の付着なし、 x：被着体への粘着層の付着あり

50

【 0 0 2 2 】

【 表 1 】

	実施例1	実施例2	比較例1
PET密着性	○	○	×
耐熱性	○	○	—
耐湿熱性	○	○	—

10

【 0 0 2 3 】

実施例の各粘着フィルムはPETフィルムへの密着性が良好であり、耐熱性、耐湿熱性とも良好であった。比較例1の粘着フィルムはPETフィルムへの密着性が劣っていた。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J040 EK051 FA142 FA172 FA212 HA066 HB19 HB41 HD42 HD43 JA09
JB09 KA12 KA13 KA14 MA10 MB03 NA19 PA42