

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年1月17日(17.01.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/012905 A1

(51) 国際特許分類:

C09J 123/26 (2006.01) *C09J 7/38* (2018.01)
C08L 23/26 (2006.01) *C09J 11/06* (2006.01)
C08L 63/00 (2006.01) *C09J 123/22* (2006.01)
C09J 7/10 (2018.01) *C09J 163/00* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2018/022666

(22) 国際出願日: 2018年6月14日(14.06.2018)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2017-134965 2017年7月10日(10.07.2017) JP

(71) 出願人: 綜研化学株式会社 (SOKEN
CHEMICAL & ENGINEERING CO., LTD.) [JP/
JP]; 〒1718531 東京都豊島区高田三丁目
2 9 番 5 号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 石川 信広 (ISHIKAWA Nobuhiro);
〒3501320 埼玉県狭山市広瀬東一丁目 1 3 番
1 号 綜研化学株式会社内 Saitama (JP). 磯部
徹 (ISOBE Tohru); 〒3501320 埼玉県狭山市広
瀬東一丁目 1 3 番 1 号 綜研化学株式会
社内 Saitama (JP). 岡本 秀二 (OKAMOTO Syuji);
〒3501320 埼玉県狭山市広瀬東一丁目 1 3 番
1 号 綜研化学株式会社内 Saitama (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人 S S I N P A T
(SSINPAT PATENT FIRM); 〒1410031 東京都
品川区西五反田七丁目 1 3 番 6 号 五反
田山崎ビル 6 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,

BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS,
SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: COMPOSITION, ADHESIVE, AND ADHESIVE SHEET

(54) 発明の名称: 組成物、粘着剤および粘着シート

(57) Abstract: [Problem] To provide a composition that contains a crosslinkable butyl rubber and can form an adhesive having an excellent gas barrier performance and an excellent heat-resistant holding power. [Solution] A composition that contains a carboxy group-modified butyl rubber prepared from a mixture containing butyl rubber and a compound having the carboxy group and thiol group in the molecule. The adhesive strength of the adhesive formed from the composition is at least 3.0 N/25 mm, and the slippage distance, as measured in a holding power test using conditions of 80 ° C and a load of 1 kg, is not more than 10 mm.

(57) 要約: [課題] 架橋可能なブチルゴムを含有する組成物であって、ガスバリア性および耐熱保持力に優れた粘着剤を形成できる組成物を提供する。[解決手段] ブチルゴムと、分子内にカルボキシ基およびチオール基を有する化合物とを含む混合物から調製されたカルボキシ基変性ブチルゴムを含有する組成物であり、前記組成物から形成された粘着剤の粘着力が 3.0 N/25 mm 以上であり、かつ 80 ° C、1 kg 荷重条件下の保持力試験で測定されるずれ長さが 10 mm 以下である組成物。



WO 2019/012905 A1

明 細 書

発明の名称：組成物、粘着剤および粘着シート

技術分野

[0001] 本発明は、粘着剤用途に好適な変性ブチルゴム含有組成物およびその用途に関する。

背景技術

[0002] ブチルゴムは優れたガスバリア性を有する成分として知られている。一般的に、ブチルゴムを粘着剤として用いるためには架橋処理が必要であり、このため、ブチルゴムを構成するポリマー鎖に架橋点となる官能基を導入する必要がある。

[0003] 一方、ブチルゴムにメルカプト基を有する有機化合物を反応させて得られた変性ゴムを含有するゴム組成物が知られているが（特許文献1参照）、当該組成物を粘着剤用途に適用することは特に検討されてはいない。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開平2-49040公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明者らはガスバリア性に優れた粘着剤を提供することを検討したところ、ブチルゴムの優れたガスバリア性に着目し、ブチルゴムを粘着剤として用いることを検討した。前述したように、ブチルゴムを構成するポリマー鎖に架橋点となる官能基を導入する必要がある。また、粘着剤には、耐熱保持力も要求されている。

[0006] 本発明の課題は、架橋可能なブチルゴムを含有する組成物であって、ガスバリア性および耐熱保持力に優れた粘着剤を形成できる組成物を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者らは前記課題を解決すべく検討した結果、以下の構成を有する組成物であれば前記課題を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。本発明は、例えば以下の〔１〕～〔７〕である。

[0008] 〔１〕 ブチルゴムと、分子内にカルボキシ基およびチオール基を有する化合物とを含む混合物から調製されたカルボキシ基変性ブチルゴムを含有する組成物であり、前記組成物から形成された粘着剤の粘着力が $3.0\text{ N}/25\text{ mm}$ 以上であり、かつ 80°C 、 1 kg 荷重条件下の保持力試験で測定されるずれ長さが 10 mm 以下である組成物。

〔２〕 さらに、カルボキシ基と反応しうる架橋剤を含有する前記〔１〕に記載の組成物。

〔３〕 前記架橋剤が、エポキシ系架橋剤である前記〔２〕に記載の組成物。

〔４〕 さらに、軟化剤を含有する前記〔１〕～〔３〕のいずれか１項に記載の組成物。

〔５〕 前記〔１〕～〔４〕のいずれか１項に記載の組成物から形成された粘着剤。

〔６〕 前記〔１〕～〔４〕のいずれか１項に記載の組成物から形成された粘着剤層を有する粘着シート。

〔７〕 ガスバリアフィルムである前記〔６〕に記載の粘着シート。

発明の効果

[0009] 本発明によれば、ブチルゴムを構成するポリマー鎖に架橋点となるカルボキシ基が導入されたカルボキシ基変性ブチルゴムを含有する組成物であって、ガスバリア性および耐熱保持力に優れた粘着剤を形成できる組成物を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明を実施するための形態について詳細に説明する。

〔組成物〕

本発明の組成物は、ブチルゴムと、分子内にカルボキシ基およびチオール

基を有する化合物とを含む混合物から調製されたカルボキシ基変性ブチルゴムを含有し、前記組成物から形成された粘着剤の粘着力が3.0 N/25 mm以上であり、かつ80℃、1 kg荷重条件下の保持力試験で測定されるずれ長さが10 mm以下であることを特徴とする。前記粘着力およびずれ長さを測定するための粘着剤の形成条件、ならびに前記粘着力およびずれ長さの測定条件は後述する。

[0011] 本発明の組成物を用いることにより、ガスバリア性および耐熱保持力に優れた粘着剤を形成することができる。なお、保持力は、JIS Z0237に記載された保持力を意味する。

[0012] ＜カルボキシ基変性ブチルゴム＞

カルボキシ基変性ブチルゴムは、ブチルゴムと、分子内にカルボキシ基およびチオール基を有する化合物（以下「カルボキシ基含有チオール化合物」ともいう）とを含む混合物から調製される。

[0013] カルボキシ基変性ブチルゴムは、通常は、カルボキシ基含有チオール化合物のチオール基（-SH；メルカプト基ともいう）が、ブチルゴムの主鎖中の不飽和二重結合、すなわちイソプレン由来の構造単位中の不飽和二重結合に、付加した構造を有する。

[0014] カルボキシ基変性ブチルゴムは、カルボキシ基含有チオール化合物由来の基を、好ましくは1～9質量%、より好ましくは1.5～8質量%、さらに好ましくは2～7質量%の範囲で有する。

[0015] 本発明の組成物は、固形分100質量%中、カルボキシ基変性ブチルゴムを、好ましくは35質量%以上含有し、より好ましくは40質量%以上、さらに好ましくは45質量%以上含有する。固形分とは、後述する溶媒以外の全成分を指す。

[0016] カルボキシ変性ブチルゴムは、架橋点となる官能基としてカルボキシ基を有している。カルボキシ変性ブチルゴムを用いることで、架橋剤量が増えた場合においてもヘーズ上昇が抑制された粘着剤を得ることができる。

[0017] なお、カルボキシ変性ブチルゴム中のカルボキシ基は、金属塩（例：アル

カリ金属塩)等の塩の形態を取っていてもよい。

[0018] 《ブチルゴム》

ブチルゴム(通常はIIRとも表記される)は、イソブチレンとイソプレンとを含むモノマー成分の共重合体であって、未架橋ゴムであり、好ましくはイソブチレンとイソプレンとの共重合体である。ブチルゴム中にイソプレン由来の構造単位は通常は少量しか含まれないことから、ブチルゴムの不飽和度は低い。

[0019] ブチルゴムにおいて、全繰返し構造単位中、イソプレン由来の構造単位の含有量は、通常は0.1～5.0モル%、好ましくは0.2～4.5モル%、より好ましくは0.3～4.0モル%であり、イソブチレン由来の構造単位の含有量は、通常は95.0～99.9モル%、好ましくは95.5～99.8モル%、より好ましくは96.0～99.7モル%である。

[0020] ブチルゴムにおけるイソブチレンおよびイソプレンの配列は特に限定されず、ランダム共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体などであってよく、不飽和二重結合(炭素-炭素二重結合)がブチルゴム中にランダムに存在することから、好ましくはランダム共重合体である。

[0021] ブチルゴムの125℃におけるムーニー粘度 ML_{1+8} は、好ましくは15～90、より好ましくは20～70、さらに好ましくは25～60である。このような態様であれば、凝集力が向上するとともに成形性が向上する。

ブチルゴムは1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0022] ブチルゴムは、ガスバリア性に優れた成分である。「ガスバリア性」とは、気体(例:酸素、水蒸気)を遮断する機能をいう。ガスバリア性の機能を有するフィルムを「ガスバリアフィルム」ともいう。

[0023] 《カルボキシ基含有チオール化合物》

カルボキシ基含有チオール化合物は、分子内にカルボキシ基およびチオール基を有する化合物であり、式(1)で表される化合物、およびその塩(例:アルカリ金属塩等の金属塩)またはエステルが好ましい。



[0024] 式(1)中、R¹は、有機基であり、好ましくは置換基を有してもよい炭化水素基であり、例えば、置換基を有していてもよいアルキレン基、置換基を有していてもよいシクロアルキレン基、置換基を有していてもよいアリーレン基であり、好ましくはアルキレン基である。アルキレン基の炭素数は通常は1～20、好ましくは1～15であり、シクロアルキレン基の炭素数は通常は3～20、好ましくは3～15であり、アリーレン基の炭素数は通常は6～14、好ましくは6～12である。前記置換基としては、例えば、水酸基、チオール基、カルボキシ基、アミノ基、(シクロ)アルキル基、(シクロ)アルケニル基、(シクロ)アルコキシ基、アリール基、アリーロキシ基、ハロゲン原子、複素環基が挙げられる。「(シクロ)アルキル基」は、アルキル基でもシクロアルキル基でもよいことを意味し、その他の(シクロ)の用例も同様である。

[0025] アルキレン基としては、例えば、メチレン基、エチレン基、n-プロピレン基、n-ブチレン基、n-ペンチレン基、n-ヘキシレン基、n-オクチレン基、n-ノニレン基、n-デカニレン基、n-ウンデカニレン基、n-ペンタデカニレン基等の直鎖状アルキレン基；プロパン-1,2-ジイル基、プロパン-2,2-ジイル基、1,1-ジメチルエタン-1,2-ジイル基等の分岐鎖状アルキレン基が挙げられる。シクロアルキレン基としては、例えば、シクロプロピレン基、シクロブチレン基が挙げられる。アリーレン基としては、例えば、フェニレン基、トリレン基、キシレン基、ナフチレン基、ビフェニレン基が挙げられる。これらの基は、前記置換基を有してもよく、例えば、1-メチル-1-フェニルエタン-1,2-ジイル基、1-フェニルエタン-1,2-ジイル基が挙げられる。

[0026] カルボキシ基含有チオール化合物の具体例としては、例えば、チオグリコール酸(メルカプト酢酸)、3-メルカプトプロピオン酸、3-メルカプト酪酸、2-メルカプトイソ酪酸、3-メルカプトイソ酪酸、3-メルカプト-3-フェニルプロピオン酸、3-メルカプト-3-メチル酪酸、11-メルカプトウンデカン酸、16-メルカプトヘキサデカン酸が挙げられる。

[0027] カルボキシ基含有チオール化合物は、反応性制御の観点から、分子内にチオール基を1個有する化合物が好ましく、分子内にカルボキシ基およびチオール基をそれぞれ1個ずつ有する化合物がより好ましい。

[0028] 《カルボキシ基変性ブチルゴムの製造方法》

カルボキシ基変性ブチルゴムの製造方法について説明する。

[0029] ブチルゴムにカルボキシ基含有チオール化合物をラジカル付加させる。ラジカル反応は、例えば、ブチルゴムの主鎖中の不飽和二重結合、すなわちイソプレン由来の構造単位中の不飽和二重結合に対して、カルボキシ基含有チオール化合物のチオール基を反応させるエンーチオール反応である。

[0030] 通常、チオール化合物およびラジカル反応開始剤の共存下で活性エネルギー線照射または加熱すると、ラジカル反応開始剤からラジカル等の活性種が発生し、チオール化合物と活性種との反応により容易にチイルラジカルが発生し、当該チイルラジカルがブチルゴム中の不飽和二重結合に付加し、変性ブチルゴムが生成する。エンーチオール反応を用いることにより、ブチルゴムにカルボキシ基を容易に導入することができ、したがってカルボキシ基変性ブチルゴムが得られる。このような態様であれば、ブチルゴムを構成するポリマー鎖に架橋点となる官能基を比較的穏やかな条件で導入することができる。

[0031] ラジカル反応開始剤としては、例えば、光ラジカル反応開始剤および熱ラジカル反応開始剤が挙げられる。本明細書において、活性エネルギー線（例：紫外線、可視光線、赤外線等の光、電子線）照射によりラジカル等の活性種を発生しうる開始剤を「光ラジカル反応開始剤」といい、熱によりラジカル等の活性種を発生しうる開始剤を「熱ラジカル反応開始剤」という。

[0032] 光ラジカル反応開始剤としては、光ラジカル重合開始剤として従来用いられている化合物が好ましく、例えば、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインプロピルエーテル等のベンゾイン系開始剤；アセトフェノン、2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、2, 2-ジエトキシ-2-フェニルアセトフェノン、1, 1-ジク

ロロアセトフェノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-ヒドロキシクロヘキシルフェニルケトン、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノプロパン-1-オン、N,N-ジメチルアミノアセトフェノン等のアセトフェノン系開始剤；2-メチルアントラキノン、1-クロロアントラキノン、2-アミルアントラキノン等のアントラキノン系開始剤；2,4-ジメチルチオキサントン、2,4-ジエチルチオキサントン、2-クロロチオキサントン、2,4-ジクロロチオキサントン、2-イソプロピルチオキサントン、2,4-ジイソプロピルチオキサントン等のチオキサントン系開始剤；アセトフェンジメチルケタール、ベンジルメチルケタール等のケタール系開始剤；ベンゾフェノン、メチルベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、2,4,6-トリメチルベンゾフェノン、4,4'-ジクロロベンゾフェノン、4,4'-ビスジエチルアミノベンゾフェノン、ミヒラーズケトン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルサルファイド等のベンゾフェノン系開始剤；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、ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4'-トリメチルペンチルホスフィンオキシド、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキシド等のアシルホスフィンオキシド系開始剤；1,2-オクタンジオン、1-[4-(フェニルチオフェニル)]-, 2-(O-ベンゾイルオキシム)等のオキシム・エステル系開始剤；カンファークイノン、 α -ヒドロキシケトンが挙げられる。

光ラジカル反応開始剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0033] 光ラジカル反応開始剤は、増感剤と組み合わせてもよい。増感剤としては、例えば、9,10-ジブトキシアントラセン、9,10-ビス(アシルオキシ)アントラセン等のアントラセン系化合物が好ましい。増感剤を使用する場合、本発明の組成物を調製し得る混合物の固形分100質量部に対して、増感剤を0.1~2質量部使用することが、付加反応性の観点から好まし

い。

[0034] 熱ラジカル反応開始剤としては、熱ラジカル重合開始剤として従来用いられている化合物が好ましく、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩；過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、ジクミルパーオキサイド、1, 1-ジ(t-ヘキシルパーオキシ)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、t-アミルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート、ジ(2-t-ブチルパーオキシイソプロピル)ベンゼン、1, 1'-ジ(t-ブチルパーオキシ)シクロヘキサン、ジ(3, 5, 5-トリメチルヘキサノイル)パーオキサイド、t-ブチルパーオキシネオデカノエート、t-ヘキシルパーオキシネオデカノエート等の過酸化物；2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-シクロプロピルプロピオニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサノ-1-カルボニトリル)、2-(カルバモイルアゾ)イソブチロニトリル、2-フェニルアゾ-4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)ジヒドロクロリド、2, 2'-アゾビス(N, N'-ジメチレンイソブチルアミジン)、2, 2'-アゾビス[2-メチル-N-(2-ヒドロキシエチル)-プロピオンアミド]、2, 2'-アゾビス(イソブチルアミド)ジヒドレート、4, 4'-アゾビス(4-シアノペンタン酸)、2, 2'-アゾビス(2-シアノプロパノール)、ジメチル-2, 2'-アゾビス(2-メチルプロピオネート)、2, 2'-アゾビス[2-メチル-N-(2-ヒドロキシエチル)プロピオンアミド]等のアゾ化合物が挙げられる。

熱ラジカル反応開始剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0035] ブチルゴムとカルボキシ基含有チオール化合物との反応において、ラジカル反応開始剤は、変性前のブチルゴム100質量部に対して、好ましくは0

、0.5～1質量部、より好ましくは0.1～0.9質量部、さらに好ましくは0.15～0.8質量部の量で用いる。このような態様であると、付加反応性の観点から好ましい。

[0036] ブチルゴムとカルボキシ基含有チオール化合物との反応において、カルボキシ基含有チオール化合物は、変性前のブチルゴム100質量部に対して、好ましくは1～10質量部、より好ましくは1.5～8質量部、さらに好ましくは2～7質量部の量で用いる。

[0037] 本発明では、好ましくは、ブチルゴムと、カルボキシ基含有チオール化合物と、ラジカル反応開始剤とを、溶媒中で混合し、(i)熱ラジカル反応開始剤を用いる場合は、反応温度を通常は40～150℃、好ましくは50～120℃、反応時間を通常は0.1～24時間、好ましくは1～12時間として、反応を行い、(ii)光ラジカル反応開始剤を用いる場合は、活性エネルギー線を照射して、反応を行う。

[0038] 前記(ii)の場合、活性エネルギー線としては、例えば、紫外線、可視光線、赤外線等の光、電子線が挙げられ、紫外線が好ましい。活性エネルギー線の照射量は、好ましくは100～7000mJ/cm²、より好ましくは500～3000mJ/cm²である。光源としては、例えば、低圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、カーボンアーク灯、キセノン灯、メタルハライドランプ、ケミカルランプ、ブラックライト蛍光灯が挙げられる。

[0039] ラジカル反応は、溶媒中で行うことができる。溶媒としては、後述する＜溶媒＞欄に記載した成分が挙げられ、好ましくは炭化水素溶媒であり、より好ましくは芳香族炭化水素溶媒である。

[0040] ＜架橋剤＞

本発明の組成物は、カルボキシ基と反応しうる架橋剤を含有することが好ましい。

[0041] 架橋剤は、カルボキシ基と反応しうる架橋剤であり、カルボキシ基変性ブチルゴムと架橋反応を起こすことができる成分であれば特に限定されないが、例えば、エポキシ系架橋剤、金属キレート系架橋剤が挙げられる。架橋剤

の中でも、カルボキシ基変性ブチルゴム中のカルボキシ基との反応性の観点から、エポキシ系架橋剤が好ましい。

[0042] エポキシ系架橋剤としては、1分子中のエポキシ基数が2個以上のエポキシ化合物が通常用いられる。例えば、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、グリセリントリグリシジルエーテル、1, 3-ビス(N, N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサン、N, N, N', N'-テトラグリシジル-m-キシリレンジアミン、N, N, N', N'-テトラグリシジルアミノフェニルメタン、トリグリシジルイソシアヌレート、m-N, N-ジグリシジルアミノフェニルグリシジルエーテル、N, N-ジグリシジルトルイジン、N, N-ジグリシジルアニリン、3', 4'-エポキシシクロヘキシルメチル 3, 4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ε-カプロラクトン変性3', 4'-エポキシシクロヘキシルメチル 3, 4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールE型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、ビスフェノールO型エポキシ樹脂、2, 2'-ジアリルビスフェノールA型エポキシ樹脂、水添ビスフェノール型エポキシ樹脂、プロピレンオキシド付加ビスフェノールA型エポキシ樹脂、レゾルシノール型エポキシ樹脂、ビフェニル型エポキシ樹脂、スルフィド型エポキシ樹脂、ジフェニルエーテル型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、オルトクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエンノボラック型エポキシ樹脂、ビフェニルノボラック型エポキシ樹脂、ナフタレンフェノールノボラック型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂、アルキルポリオール型エポキシ樹脂、ゴム変性型エポキシ樹脂、グリシジルエステル化合物、ビスフェノールA型エピスルフィド樹脂が挙げられる。

[0043] 金属キレート系架橋剤としては、例えば、アルミニウム、鉄、銅、亜鉛、スズ、チタン、ニッケル、アンチモン、マグネシウム、バナジウム、クロム

、ジルコニウム等の多価金属に、アルコキシド、アセチルアセトン、アセト酢酸エチル等が配位した化合物が挙げられる。これらの中でも、特にアルミキレート化合物が好ましい。具体的には、アルミニウムイソプロピレート、アルミニウムセカンダリーブチレート、アルミニウムエチルアセトアセテート・ジイソプロピレート、アルミニウムトリスエチルアセトアセテート、アルミニウムトリスアセチルアセトネートが挙げられる。

架橋剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0044] 本発明では、カルボキシ基変性ブチルゴムと架橋剤、特にエポキシ系架橋剤とを含有する組成物から粘着剤を形成することにより、架橋剤量を増やしてもヘーズ上昇を抑制することができる。

[0045] 本発明の組成物は、カルボキシ基変性ブチルゴム100質量部に対して、架橋剤を好ましくは0.01～5質量部含有し、より好ましくは0.01～3質量部、さらに好ましくは0.01～2.5質量部含有する。このような態様であると、架橋構造が充分かつ適度に形成され、凝集力が高く、また粘着性のバランスに優れ、耐熱保持力に優れた粘着剤を得ることができる。

[0046] ＜軟化剤＞

本発明の組成物は、その粘着性、濡れ性および柔軟性を向上させるため、軟化剤を含有することがより好ましい。

[0047] 軟化剤は、23℃において通常は粘性を持ち、液状又は半固形状を呈する。軟化剤としては、このような性質を有する、樹脂、ゴム又はオイルが好ましい。例えば、液状ポリブタジエン、液状ポリイソプレン、液状ポリイソブチレン、液状スチレンーブタジエンゴム等の液状ゴム（前記カルボキシ基変性ブチルゴムに該当する成分を除く）；パラフィンオイル、ナフテンオイル、アロマオイル等のプロセスオイル；液状石油樹脂、液状テルペン系樹脂、ロジン系樹脂、液状スチレン樹脂、液状キシレン樹脂等の液状樹脂が挙げられる。これらの中でも、液状ゴムが好ましく、ガスバリア性および粘着性が高いことから、液状ポリイソブチレンがより好ましい。

[0048] 軟化剤の軟化点は、好ましくは50℃未満、より好ましくは40℃未満、

さらに好ましくは30℃未満である。軟化点の下限値は、特に限定されないが、例えば−70℃である。軟化点が前記範囲にある軟化剤を用いることで、組成物に柔軟性および濡れ性を付与し、被着体への密着性を高めることができる。軟化点は、JIS K2207に準拠した環球法により測定される。

[0049] 軟化剤の重量平均分子量は、柔軟性および濡れ性がより優れた粘着剤層を得ることができることから、好ましくは100～60万、より好ましくは150～50万である。重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー法により測定される。

軟化剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0050] 本発明の組成物は、カルボキシ基変性ブチルゴム100質量部に対して、軟化剤を好ましくは10～200質量部含有し、より好ましくは15～150質量部、さらに好ましくは20～130質量部含有する。このような態様であると、粘着特性の観点から好ましい。

[0051] ＜粘着付与樹脂＞

本発明の組成物は、その粘着性（粘着力、タック）および耐熱性を向上させるため、粘着付与樹脂を含有してもよい。

[0052] 粘着付与樹脂としては、例えば、脂肪族系石油樹脂（C5系石油樹脂）、芳香族系石油樹脂（C9系石油樹脂）、ジシクロペンタジエン系石油樹脂（DCPD系石油樹脂）等の脂環族系石油樹脂、脂肪族／芳香族共重合系石油樹脂、脂環族／芳香族共重合系石油樹脂、脂肪族／脂環族共重合系石油樹脂、前記例示の石油樹脂を水添してなる水添石油樹脂等の石油樹脂；テルペン樹脂、変性テルペン樹脂（例：水素添加テルペン樹脂、テルペンフェノール共重合樹脂、芳香族変性テルペン樹脂）等のテルペン系樹脂；ロジン系樹脂；クマロン系樹脂、インデン系樹脂が挙げられる。

[0053] 粘着付与樹脂の軟化点は、好ましくは50～200℃、より好ましくは90～160℃、さらに好ましくは100～150℃である。軟化点が前記範囲にある粘着付与樹脂を用いることで、組成物の凝集力がより向上し、耐熱

性に優れた粘着剤を得ることができる。軟化点は、J I S K 2 2 0 7 に準拠した環球法により測定される。

[0054] 粘着付与樹脂の数平均分子量は、好ましくは500～10000、より好ましくは500～5000、さらに好ましくは600～4000である。数平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー法により測定される。

[0055] 粘着付与樹脂は、23℃において通常は固形状である。

粘着付与樹脂は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0056] 本発明の組成物は、一実施態様において、カルボキシ基変性ブチルゴム100質量部に対して、粘着付与樹脂を好ましくは0～40質量部含有し、より好ましくは3～35質量部、さらに好ましくは5～30質量部含有する。このような態様であると、粘着特性の観点から好ましい。

[0057] ＜その他の成分＞

本発明の組成物は、前述した各成分のほか、本発明の効果を損なわない範囲で、シランカップリング剤、帯電防止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、消泡剤、充填剤および安定剤から選択される少なくとも1種の添加剤を含有してもよい。

[0058] ＜溶媒＞

本発明の組成物は、溶媒を含有することが好ましい。

溶媒としては、前述した各成分を溶解または分散させることができる成分であれば特に限定されないが、例えば、23℃において液体である、脂肪族炭化水素溶媒および芳香族炭化水素溶媒等の炭化水素溶媒が好ましい。

[0059] 脂肪族炭化水素溶媒としては、例えば、*n*-ペンタン、メチルペンタン、*n*-ヘキサン、イソヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-ヘプタン、イソヘプタン、*n*-オクタン、イソオクタン等の直鎖状又は分岐鎖状脂肪族炭化水素；シクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン等の環状脂肪族炭化水素が挙げられる。

[0060] 芳香族炭化水素溶媒としては、例えば、トルエン、ベンゼン、*o*-キシレ

ン、*m*-キシレン、*p*-キシレン、エチルベンゼン、メシチレン、クロロベンゼン、ニトロベンゼンが挙げられる。

[0061] また、溶媒として、炭化水素以外の溶媒（例えば、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒；メチルエチルケトン、アセトン等のケトン系溶媒；テトラヒドロフラン、アセトニトリルなどの、粘着剤分野において一般的に使用される有機溶媒）を用いてもよい。

溶媒は1種単独で用いてもよく、2種以上を用いてもよい。

[0062] 本発明の組成物において、溶媒の含有量は、通常は0～90質量％であり、好ましくは10～85質量％である。

本発明の組成物は、例えば、上述した各成分を溶媒に溶解または分散させることにより、調製することができる。

[0063] ＜組成物の特性＞

本発明の組成物から形成される粘着剤層は、優れた粘着力を有する。より具体的には、本発明の組成物から形成された厚さ50 μ mの粘着剤層の粘着力は、好ましくは3.0 N/25 mm以上であり、より好ましくは4.0～6.0 N/25 mm、さらに好ましくは5.0～50 N/25 mmである。前述した「前記組成物から形成された粘着剤の粘着力」は、この値を意味する。粘着力は、JIS Z0237に基づき、被着体としてガラス板を用い、引き剥がし速度300 mm/分、引き剥がし角度180°の条件で試験を行い、測定される。

[0064] 本発明の組成物から形成される粘着剤層は、優れた耐熱保持力を有する。より具体的には、本発明の組成物から形成された厚さ50 μ mの粘着剤層の、80℃、1 kg荷重条件下の保持力試験で測定されるずれ長さは、好ましくは10 mm以下であり、より好ましくは5 mm以下、さらに好ましくは3 mm以下である。ずれ長さの下限值は小さい方が好ましいが、0.01 mmであってもよい。前述した「前記組成物から形成された粘着剤の…ずれ長さ」は、この値を意味する。ずれ長さは、JIS Z0237に基づき、80℃、1 kg荷重の条件で保持力試験を行い、測定される。

[0065] 本発明の組成物から形成される粘着剤層は、優れたガスバリア性、特に水蒸気バリア性を有する。より具体的には、本発明の組成物から形成された厚さ $50\text{ }\mu\text{m}$ の粘着剤層の水蒸気透過率は、JIS Z0208に基づき測定され、 40°C 、 $90\%\text{RH}$ において、 $17\text{ g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下であることができ、 $9.5\text{ g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下であることが好ましく、 $9\text{ g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下であることがより好ましい。水蒸気透過率の下限値は特に限定されないが、例えば $1\times 10^{-4}\text{ g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ であってもよい。

[0066] 前記測定のための厚さ $50\text{ }\mu\text{m}$ の粘着剤層は、通常は以下のようにして形成する。各成分を含有する組成物を調製する。乾燥後の厚さが $50\text{ }\mu\text{m}$ となるようにドクターブレードを用いて剥離フィルム（離型処理済みポリエチレンテレフタレート（PET）フィルム）上に前記組成物を塗布し、 90°C の乾燥機で5分間乾燥する。その後、別の前記剥離フィルムを形成された塗膜上に貼り合わせて、 60°C 、 $20\%\text{RH}$ で3日間エイジングして、粘着剤層を形成する。

[0067] 〔粘着剤、粘着剤層およびこれらの用途〕

粘着剤および粘着剤層は、以下のようにして形成することができる。

本発明の組成物を架橋することにより、例えばカルボキシ基変性ブチルゴムを架橋剤で架橋することにより、ガスバリア性および耐熱保持力に優れた、粘着剤および粘着剤層を得ることができる。

[0068] 本発明の組成物を基材に塗布し、必要に応じて通常は $60\sim 120^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $70\sim 110^{\circ}\text{C}$ で通常は $1\sim 10$ 分間乾燥し、塗膜を形成する。必要に応じて、前記塗膜上に、前記塗膜を保護するためのカバーフィルムを貼り合わせる。続いて、得られた積層物を通常は1日以上、好ましくは $1\sim 10$ 日間、通常は $5\sim 80^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $15\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、通常は $10\sim 70\%\text{RH}$ 、好ましくは $15\sim 70\%\text{RH}$ の環境下で養生（熟成）する。上記のような熟成条件で架橋を行うと、効率よく架橋体を形成することができる。

[0069] 前記組成物の塗布方法としては、例えば、ロールコート法、グラビアコート法、リバースコート法、ブレードコート法、スプレーコート法、エアナイ

フコート法、カーテンコート法、ダイコート法、コンマコート法が挙げられる。

[0070] 基材およびカバーフィルムとしては、例えば、ポリエステル（例：ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート）、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、環状オレフィン、ポリ塩化ビニル、ポリウレタン、ポリアミド、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のプラスチック製フィルム；ガラス板等の無機材料；不織布；紙が挙げられる。基材およびカバーフィルムは、シリコーン等の離型剤で表面が剥離処理されていてもよい。

[0071] 特に、本発明の組成物で粘着剤層を形成し、もって後述のようにガスバリアフィルム用途で用いる際には、基材自体の水蒸気透過率が低いことが好ましく、基材自体の極性が低いことが好ましい。比較的低極性の基材とすることで、本発明の組成物で形成された粘着剤層との密着性、接着性が良好となり、接着界面での剥がれや、接着界面からのガス透過を抑えることができる。

[0072] このようなガスバリア用途で好適な基材は、例えばポリエチレン、ポリプロピレン又は環状オレフィン系のフィルムであり、これらは任意の方向に延伸されていてもよい。さらに、これらのフィルムは金属蒸着処理が施された多層フィルムでもよい。

[0073] 基材およびカバーフィルムの厚さは、通常は5～500 μm である。

このようにして、粘着剤および粘着剤層を形成することができる。

[0074] 粘着剤層の厚さは、用途に応じて適宜選択することができ、粘着力およびガスバリア性の観点から、例えば3～1000 μm 、好ましくは5～500 μm 、より好ましくは7～300 μm である。各層の厚さは、例えば、走査型電子顕微鏡の断面分析により測定することができる。

[0075] 粘着剤および粘着剤層のゲル分率は、好ましくは15～70質量%、より好ましくは17～65質量%、さらに好ましくは19～60質量%である。このような態様であると、凝集力および粘着力の向上の観点から好ましい。

[0076] ゲル分率は、以下のようにして測定することができる。粘着剤約0.1gをサンプル瓶に採取し、酢酸エチル30mLを加えて4時間振盪した後、このサンプル瓶の内容物を200メッシュのステンレス製金網で濾過し、金網上の残留物を100℃で2時間乾燥して乾燥質量を測定する。次式により、粘着剤のゲル分率を求める。

$$\text{ゲル分率 (質量\%)} = (\text{乾燥質量} / \text{粘着剤採取質量}) \times 100 (\%)$$

[0077] 粘着剤層の、JIS K7361を満たすヘーズメーターを用いて測定されるヘーズは、好ましくは2.0%以下、より好ましくは1.8%以下、さらに好ましくは1.6%以下である。ヘーズの下限值は小さい方が好ましいが、0.01%であってもよい。本発明の組成物を用いることにより、ヘーズの小さい粘着剤層を形成することができ、したがって本発明の組成物は光学用途にも好ましい。

[0078] 粘着シートとしては、例えば、本発明の組成物から形成された前記粘着剤層のみを有する両面粘着シート、前記基材の両面に前記粘着剤層が形成された両面粘着シート、前記基材の一方の面に前記粘着剤層が形成された粘着シート、これらの粘着シートの前記粘着剤層の前記基材と接していない面に前記カバーフィルムが貼着された粘着シートが挙げられる。

[0079] 粘着剤、粘着剤層および粘着シートの用途（以下、これらを総称して粘着剤の用途として記載する）としては、粘着性、ガスバリア性、透明性および柔軟性から選ばれる1又は2以上の物性が要求される用途であれば特に限定されない。具体的には、本発明の組成物から形成された粘着剤は、ガスバリア性が求められる部位へ使用することができる。このような用途としては、例えば、画像表示装置（例：有機エレクトロルミネッセンス（EL）ディスプレイ、液晶ディスプレイ、量子ドットディスプレイ）、発光装置（例：有機EL照明、量子ドット照明）、各種電子部材（例：有機薄膜太陽電池、薄膜トランジスタ）、およびタッチパネルを含む入出力装置を構成する部材の貼合せ、前記部材の封止が挙げられる。

[0080] 前記粘着剤を用いた貼合せまたは封止の対象となる部材としては、例えば

、偏光フィルム、位相差フィルム、楕円偏光フィルム、反射防止フィルム、輝度向上フィルム、光拡散フィルム、ハードコートフィルム等の光学フィルム；有機ＥＬ素子、液晶表示素子、量子ドット素子等の表示または発光素子；酸化インジウムスズ（ＩＴＯ）層等の金属層；ガラス板；前記光学フィルム以外のプラスチック製フィルムが挙げられる。

[0081] 例えば、有機ＥＬ素子および有機薄膜太陽電池は水分の影響を受けやすいため、有機ＥＬ素子および有機薄膜太陽電池に使用される材料には、高い水蒸気バリア性が要求されている。本発明の組成物から形成される粘着剤は水蒸気バリア性を有するため、有機ＥＬ素子および有機薄膜太陽電池等の、水に対して脆弱性を有する用途に前記粘着剤を使用することにより、水分の侵入を防止することができる。

[0082] 前記粘着剤の用途としては、例えば、画像表示装置や発光装置用封止材料、特に表示素子、発光素子または回路を覆う封止材料が挙げられる。また、前記粘着シートの用途としては、例えば、ガスバリアフィルム、すなわち本発明の組成物から形成された粘着剤層と、ガスバリア性基材とを有するガスバリアフィルムが挙げられる。ガスバリア性基材としては、例えば、前述したプラスチック製フィルムが挙げられる。

[0083] 前記粘着剤を用いて表示素子、発光素子または回路を封止することにより、または前記ガスバリアフィルムをその粘着剤層を介して表示素子、発光素子または回路に貼り合わせるにより、水蒸気（水分）がこれらの部材に侵入して性能が低下することを防ぐことができる。

[0084] 前記粘着剤およびガスバリアフィルムは、画像表示装置、発光装置、電子部材、およびタッチパネルを含む入出力装置での使用に適した光透過性を有することが好ましい。

前記粘着剤は、前記用途の他、例えば、建築用途等のシーリング材としても用いることができる。前記ガスバリアフィルムは、前記用途の他、例えば、食品および医薬品等の包装材としても用いることができる。

実施例

[0085] 次に本発明について実施例を示してさらに詳細に説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。なお、以下の記載において特に言及しない限り、「部」は「質量部」を意味する。

[0086] 実施例、参考例および比較例で用いた各成分を以下に記載する。

・ブチルゴム：B U T Y L 3 6 5（J S R社製；イソプレン由来の構造単位の含有量：2.3モル%、ムーニー粘度 ML_{1+8} （125℃）：33）

・チオグリコール酸（東京化成工業社製）

・6-メルカプト-1-ヘキサノール（東京化成工業社製）

・2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル（和光純薬工業社製）

・ポリイソブチレン：T e t r a x 3 T（J X T Gエネルギー社製）

・エポキシ系架橋剤：E - A X（綜研化学社製）、

E - 5 C M（綜研化学社製）

・イソシアネート系架橋剤：D - 9 0：ヘキサメチレンジイソシアネートのビウレット体（綜研化学社製、固形分90質量%）

[0087] 〔実施例1〕

120部のB U T Y L 3 6 5、および3.92部のチオグリコール酸を630部のトルエンに加え、トルエン溶液を調製した。前記トルエン溶液を攪拌しながら、70℃に昇温したところで、0.4部の2, 2'-アゾビスイソブチロニトリルを30部のトルエンに加えた溶液を前記トルエン溶液に加え、70℃で6時間攪拌を行った。その後、冷却して、反応溶液を900部の酢酸エチル中に注ぎ、析出した沈殿物を酢酸エチルで3回洗浄した。沈殿物を500部のトルエンに溶解した後、溶液を900部の酢酸エチルに注ぎ、得られた沈殿物を酢酸エチルで3回洗浄して、再度、沈殿物を同様の条件で、トルエン溶解、酢酸エチルでの洗浄を実施して、得られた沈殿物を乾燥することで、カルボキシ基変性ブチルゴム（IIR-S-COOH）を得た。

[0088] IIR-S-COOHの20質量%トルエン溶液にエポキシ系架橋剤（E - A X）を、IIR-S-COOH 100部に対するE - A Xの固形分量が0.08部となる量で混合して組成物を得た。

[0089] 剥離処理されたポリエチレンテレフタレート（PET）フィルム上に、乾燥後の厚さが50 μ m程度となるようにドクターブレードを用いて前記組成物を塗布し、90℃の乾燥機で5分間乾燥して塗膜を形成した。塗膜のPETフィルムと接している面とは反対側表面に、剥離処理されたPETフィルムを貼り合わせた。次いで、60℃、20%RH環境下で3日間熟成を行い、厚さ50 μ mの粘着剤層を有する粘着シートを得た。

[0090] 〔実施例2～9、比較例1～5〕

配合組成を表1に記載したとおりに変更したこと以外は実施例1と同様に行った。

[0091] 〔参考例1〕

120部のBUTYL 365、および5.72部の6-メルカプト-1-ヘキサノールを630部のトルエンに加え、トルエン溶液を調製した。前記トルエン溶液を攪拌しながら、70℃に昇温したところで、0.4部の2,2'-アゾビスイソブチロニトリルを30部のトルエンに加えた溶液を前記トルエン溶液に加え、70℃で6時間攪拌を行った。その後、冷却して、反応溶液を900部の酢酸エチル中に注ぎ、析出した沈殿物を酢酸エチルで3回洗浄した。沈殿物を500部のトルエンに溶解した後、溶液を900部の酢酸エチルに注ぎ、得られた沈殿物を酢酸エチルで3回洗浄して、再度、沈殿物を同様の条件で、トルエン溶解、酢酸エチルでの洗浄を実施して、得られた沈殿物を乾燥することで、水酸基変性ブチルゴム（IIR-S-OH）を得た。

[0092] IIR-S-OHの20質量%トルエン溶液にイソシアネート系架橋剤（D-90）を、IIR-S-OH 100部に対するD-90の固形分量が0.15部となる量で混合して組成物を得た。

[0093] 剥離処理されたポリエチレンテレフタレート（PET）フィルム上に、乾燥後の厚さが50 μ m程度となるようにドクターブレードを用いて前記組成物を塗布し、90℃の乾燥機で5分間乾燥して塗膜を形成した。塗膜のPETフィルムと接している面とは反対側表面に、剥離処理されたPETフィルムを貼り合わせた。次いで、60℃、20%RH環境下で3日間熟成を行い

、厚さ 50 μ m の粘着剤層を有する粘着シートを得た。

[0094] 〔参考例 2 ～ 4〕

配合組成を表 2 に記載したとおりに変更したこと以外は参考例 1 と同様に行った。

[0095] 〔ゲル分率〕

粘着剤層から粘着剤約 0.1 g をサンプル瓶に採取し、酢酸エチル 30 mL を加えて 4 時間振盪した後、このサンプル瓶の内容物を 200 メッシュのステンレス製金網で濾過し、金網上の残留物を 100℃ で 2 時間乾燥して乾燥質量を測定した。次式により、粘着剤層のゲル分率を求めた。

$$\text{ゲル分率 (質量\%)} = (\text{乾燥質量} / \text{粘着剤採取質量}) \times 100 (\%)$$

[0096] 〔耐熱保持力 (ずれ長さ、落下時間)〕

JIS Z0237 に基づき、40℃、1 kg 荷重、および 80℃、1 kg 荷重の条件で試験を行い、荷重付加開始から 1 時間後のずれ長さ (mm) を測定した。具体的には、23℃かつ 50%RH 条件下で、実施例等で得られた粘着シートの PET セパレーターを剥がし、SUS 板に露出した粘着剤層を貼り付け、2 kg のローラを 3 往復させて圧着した。貼付面積は 20 mm × 20 mm とした。貼付から 20 分後に、40℃または 80℃かつ 20%RH 条件で 1 kg の荷重を粘着剤層面に対して平行方向にかけ、荷重付加開始から 1 時間後のもとの位置からのずれ長さ (mm) を測定した。なお、表 1 中における「↓」は保持力試験中に粘着シートが落下したことを意味し、その場合の当該欄の数値は落下するまでの時間 (落下時間 (分)) を意味する。

[0097] 〔粘着力〕

JIS Z0237 に基づき、被着体としてガラス板を用い、質量 2 kg の圧着ローラを用い、ローラ圧着から 20 分後に、23℃かつ 50%RH、引き剥がし速度 300 mm/分、引き剥がし角度 180° の条件で試験を行った。「af」は接着破壊による剥離を意味する。

[0098] 〔透湿度 (水蒸気透過率)〕

J I S Z 0 2 0 8に基づき、4 0℃、9 0% R Hの環境下にて試験を行った。

[0099] 〔ヘーズ〕

J I S K 7 3 6 1を満たすヘーズメーターを用いて試験を行った。

[0100]

[表1]

表1:組成物の配合(質量部)、および各種評価結果

	IIR-S-COOH	BUTYL365	Tetrax3T	E-AX	E-5CM	ゲル分率	粘着力	保持力 [40°C, 1 kg]	保持力 [80°C, 1 kg]	透湿度	ヘーズ
単位	質量部数					%	N/25mm	mm	mm	g/m ² ・day	%
実施例1	100		0	0.08		37.4	5	af	0.1	8.9	1.3
実施例2	100		125	0.08		34.1	35	af	0.2	9.8	1.3
実施例3	100		125	0.16		38.5	32.6	af	0.2	9.7	1.3
実施例4	100		125	0.24		39.0	31.8	af	0.2	9.9	1.5
実施例5	100		0		0.08	24.7	4.5	af	0.0	8.6	1.3
実施例6	100		25		0.08	30.0	8.5	af	0.1	16.3	1.2
実施例7	100		50		0.08	19.1	19.2	af	0.8	9.7	1.2
実施例8	100		50		0.16	20.2	19.3	af	0.7	9.7	1.4
実施例9	100		50		0.24	21.0	19	af	0.7	9.8	1.5
比較例1		100	0			0	2.3	af	0.5	11.1	
比較例2		100	25			0	7.6	af	0.5	32min ↓	
比較例3		100	50			0	6.9	af	1.0	26min ↓	
比較例4		100	100			0	17.3	af	9min ↓	2min ↓	
比較例5		100	125			0	11.7	af	8min ↓	1min ↓	

[0101] 表 1 から、比較例組成に比べて実施例組成では、耐熱保持力が向上していた。具体的には、架橋可能なカルボキシ基変性ブチルゴムにポリイソブチレンを混合することによる粘着剤化では、未変性のブチルゴムにポリイソブチレンを混合することによる粘着剤化と比較して、特に 80℃、1 kg 荷重における保持力が高く、耐熱保持力が向上していた。

[0102] [表2]

表2:カルボキシ変性ブチルゴムと水酸基変性ブチルゴムのヘーズ比較

	IIIR-S-COOH	IIIR-S-OH	Tetrax3T	E-AX	D-90	ヘーズ
単位	質量部数					%
実施例1	100		0	0.08		1.3
実施例2	100		125	0.08		1.3
実施例3	100		125	0.16		1.3
実施例4	100		125	0.24		1.5
参考例1		100	0		0.15	1.4
参考例2		100	125		0.15	1.3
参考例3		100	125		0.23	1.8
参考例4		100	125		0.3	2.3

[0103] カルボキシ基変性ブチルゴム／エポキシ系架橋剤系組成と水酸基変性ブチルゴム／イソシアネート架橋剤系組成のヘーズの比較を行ったところ、カルボキシ基変性ブチルゴム／エポキシ系架橋剤系組成では架橋剤を増やしてもヘーズ上昇が小さく、光学特性に優れていた。

請求の範囲

- [請求項1] ブチルゴムと、分子内にカルボキシ基およびチオール基を有する化合物とを含む混合物から調製されたカルボキシ基変性ブチルゴムを含有する組成物であり、
- 前記組成物から形成された粘着剤の粘着力が3.0 N / 25 mm以上であり、かつ80℃、1 kg荷重条件下の保持力試験で測定されるずれ長さが10 mm以下である組成物。
- [請求項2] さらに、カルボキシ基と反応しうる架橋剤を含有する請求項1に記載の組成物。
- [請求項3] 前記架橋剤が、エポキシ系架橋剤である請求項2に記載の組成物。
- [請求項4] さらに、軟化剤を含有する請求項1～3のいずれか1項に記載の組成物。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物から形成された粘着剤。
- [請求項6] 請求項1～4のいずれか1項に記載の組成物から形成された粘着剤層を有する粘着シート。
- [請求項7] ガスバリアフィルムである請求項6に記載の粘着シート。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/022666

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C09J123/26 (2006.01) i, C08L23/26 (2006.01) i, C08L63/00 (2006.01) i,
C09J7/10 (2018.01) i, C09J7/38 (2018.01) i, C09J11/06 (2006.01) i,
C09J123/22 (2006.01) i, C09J163/00 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. C09J1/00-201/10, C08K3/00-13/08, C08L1/00-101/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-152192 A (SLIONTEC CORP.) 15 June 2006, claims, examples (Family: none)	1-7
A	JP 2015-40280 A (NITTO DENKO CORP.) 02 March 2015, claims, paragraph [0018], examples & US 2015/0056442 A1	1-7
A	JP 10-36800 A (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.) 10 February 1998, claims, examples (Family: none)	1-7
A	JP 4-348180 A (NOK CORPORATION) 03 December 1992, claims, examples (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.	☐ See patent family annex.
---	---

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 02 August 2018 (02.08.2018)	Date of mailing of the international search report 14 August 2018 (14.08.2018)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C09J123/26(2006.01)i, C08L23/26(2006.01)i, C08L63/00(2006.01)i, C09J7/10(2018.01)i,
C09J7/38(2018.01)i, C09J11/06(2006.01)i, C09J123/22(2006.01)i, C09J163/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C09J1/00-201/10, C08K3/00-13/08, C08L1/00-101/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2006-152192 A（株式会社スリオンテック）2006.06.15, 特許請求の範囲、実施例（ファミリーなし）	1-7
A	JP 2015-40280 A（日東電工株式会社）2015.03.02, 特許請求の範囲、 段落[0018]、実施例 & US 2015/0056442 A1	1-7
A	JP 10-36800 A（積水化学工業株式会社）1998.02.10, 特許請求の範囲、実施例（ファミリーなし）	1-7

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02.08.2018

国際調査報告の発送日

14.08.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

吉岡 沙織

4Z

3646

電話番号 03-3581-1101 内線 3480

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 4-348180 A (エヌオーケー株式会社) 1992. 12. 03, 特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1-7