

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6000697号
(P6000697)

(45) 発行日 平成28年10月5日 (2016. 10. 5)

(24) 登録日 平成28年9月9日 (2016. 9. 9)

(51) Int. Cl.	F 1
C 0 9 J 133/00 (2006. 01)	C 0 9 J 133/00
C 0 9 J 11/04 (2006. 01)	C 0 9 J 11/04
C 0 9 J 7/00 (2006. 01)	C 0 9 J 7/00

請求項の数 7 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2012-151227 (P2012-151227)	(73) 特許権者	000003964
(22) 出願日	平成24年7月5日 (2012. 7. 5)		日東電工株式会社
(65) 公開番号	特開2013-40327 (P2013-40327A)		大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号
(43) 公開日	平成25年2月28日 (2013. 2. 28)	(74) 代理人	100122471
審査請求日	平成27年4月24日 (2015. 4. 24)		弁理士 初井 孝文
(31) 優先権主張番号	特願2011-158006 (P2011-158006)	(74) 代理人	100121636
(32) 優先日	平成23年7月19日 (2011. 7. 19)		弁理士 吉田 昌靖
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	樋田 貴文
			大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東電工株式会社内
		(72) 発明者	長崎 国夫
			大阪府茨木市下穂積 1 丁目 1 番 2 号 日東電工株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明粘接着剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

焼結前は粘着性を有し、焼結後は接着性を有する、透明粘接着剤であって、
 焼結性粒子およびポリマー成分を含み、
 焼結前において、ガラス板に対する、剥離速度 3 0 0 mm / 分、剥離角度 1 8 0 °、2 3 °Cでの粘着力が 2 N / 1 0 mm ~ 9 N / 1 0 mmであり、
 該焼結性粒子が、ケイ酸、ホウ酸、ホウケイ酸、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化リチウム、酸化リンから選ばれる少なくとも 1 種の成分から形成され、

該ポリマー成分がアクリル系ポリマーであり、

全光線透過率が 9 0 % 以上であり、

H A Z E 値が 6 以下であり、

該焼結性粒子の屈折率と該ポリマー成分の屈折率との差が 0 . 0 2 以下である、

透明粘接着剤。

【請求項 2】

前記焼結性粒子の屈伏点が 2 5 0 °C ~ 8 0 0 °Cである、請求項 1 に記載の透明粘接着剤

。

【請求項 3】

前記焼結性粒子の平均粒子径が 0 . 1 μm ~ 1 0 0 0 μmである、請求項 1 または 2 に記載の透明粘接着剤。

【請求項 4】

シート状である、請求項 1 から 3 までのいずれかに記載の透明粘接着剤。

【請求項 5】

厚みが $1\ \mu\text{m} \sim 1000\ \mu\text{m}$ である、請求項 4 に記載の透明粘接着剤。

【請求項 6】

前記ポリマー成分を形成するための材料が光重合開始剤を含む、請求項 1 から 5 までのいずれかに記載の透明粘接着剤。

【請求項 7】

請求項 1 から 6 までに記載の透明粘接着剤の製造方法であって、

ポリマー成分を形成するために用いるモノマー成分と光重合開始剤を含む重合性組成物を一部重合させて重合性シロップを調製し、該重合性シロップに焼結性粒子を添加して均一に分散させ、光照射して光重合（硬化）させる、
透明粘接着剤の製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、透明粘接着剤に関する。詳細には、焼結性を有する透明粘接着剤であって、焼結前には粘着性を有し、焼結後には接着性を有する、透明粘接着剤に関する。

【背景技術】

20

【0002】

無機粒子の水分散体に代表される焼結性接着剤（例えば、特許文献 1 参照）は、粘着性を有さない。このため、被着体同士の貼り直しが困難である。また、このような焼結性接着剤は、塗工してから固定化するまでに時間や熱処理が必要であるため、打ち抜き加工などのシート形状での切り出しが困難である。

【0003】

一方、粘着剤（例えば、特許文献 2 参照）は、被着体同士を瞬時に固定化できるという利点があるが、火災時など高温雰囲気下に曝された場合に、粘着剤のポリマー成分が分解し、被着体から剥がれてしまうという問題がある。

【0004】

30

そこで、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、シート形状での切り出しが可能であるなど加工性に優れ、しかも、火災時など高温雰囲気下に曝された場合にも被着体から剥がれない、粘接着剤の開発が求められる。

【0005】

さらに、粘接着剤の透明性が低いと、被着体の意匠性が損なわれるという問題が生じ得る。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献 1】特開 2002-173379 号公報

40

【特許文献 2】特開 2005-082775 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、シート形状での切り出しが可能であるなど加工性に優れ、しかも、火災時など高温雰囲気下に曝された場合にも被着体から剥がれず、被着体の意匠性が損なわれ難いような透明性を有する、透明粘接着剤を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

50

本発明の透明粘接着剤は、焼結前は粘着性を有し、焼結後は接着性を有する。

【0009】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、焼結性粒子およびポリマー成分を含む。

【0010】

好ましい実施形態においては、上記焼結性粒子の屈折率と上記ポリマー成分の屈折率との差が0.02以下である。

【0011】

好ましい実施形態においては、上記焼結性粒子の屈伏点が250℃～800℃である。

【0012】

好ましい実施形態においては、上記焼結性粒子が、ケイ酸、ホウ酸、ホウケイ酸、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化リチウム、酸化リンから選ばれる少なくとも1種の成分から形成される。

【0013】

好ましい実施形態においては、上記焼結性粒子の平均粒子径が0.1μm～1000μmである。

【0014】

好ましい実施形態においては、上記焼結性粒子の含有割合が、上記透明粘接着剤の固形分に対して1重量%～150重量%である。

【0015】

好ましい実施形態においては、上記ポリマー成分が、ゴム系ポリマー、シリコン系ポリマー、アクリル系ポリマーから選ばれる少なくとも1種の成分である。

【0016】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、全光線透過率が80%以上である。

【0017】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、HAZE値が30以下である。

【0018】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、シート状である。

【0019】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、厚みが1μm～1000μmである。

【0020】

好ましい実施形態においては、上記ポリマー成分を形成するための材料が光重合開始剤を含む。

【0021】

好ましい実施形態においては、本発明の透明粘接着剤は、光重合によって得られる。

【0022】

本発明の透明粘接着剤の製造方法は、
上記透明粘接着剤の製造方法であって、
ポリマー成分を形成するために用いるモノマー成分と光重合開始剤を含む重合性組成物を一部重合させて重合性シロップを調製し、該重合性シロップに焼結性粒子を添加して均一に分散させ、光照射して光重合（硬化）させる。

【発明の効果】

【0023】

本発明によれば、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、シート形状での切り出しが可能であるなど加工性に優れ、しかも、火災時など高温雰囲気下に曝された場合にも被着体から剥がれず、被着体の意匠性が損なわれ難いような透明性を有する、透明粘接着剤を提供することができる。

10

20

30

40

50

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本発明の透明粘接着剤の概略断面図の一例である。

【図2】高温雰囲気下に曝された場合の剥がれ性を評価するための方法の概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0025】

本発明の透明粘接着剤は、高い透明性を有する。本発明の透明粘接着剤が高い透明性を有することにより、被着体の意匠性が損なわれ難い。

【0026】

本発明の透明粘接着剤は、全光線透過率が、好ましくは80%以上であり、より好ましくは85%以上であり、さらに好ましくは88%以上であり、特に好ましくは90%以上である。

【0027】

本発明の透明粘接着剤は、HAZE値が、好ましくは30以下であり、より好ましくは20以下であり、さらに好ましくは15以下であり、特に好ましくは10以下であり、最も好ましくは6以下である。

【0028】

本発明の透明粘接着剤は、焼結前は粘着性を有し、焼結後は接着性を有する。ここで、本発明の透明粘接着剤は、焼結前の粘接着剤を意味する。すなわち、本発明の透明粘接着剤は、そのままで粘着性を有し、焼結を行うことによって、接着性が発現される。

【0029】

本発明でいう「粘着」(Pressure-sensitive Adhesive)とは、JISで規定されているように、接着の一種であって、一時的な接着であり、わずかな圧力を加えただけで接着できる性質をいう。また、凝集力と弾性を有しているため、強く接着する反面、硬い平滑面からは剥がすこともできる性質をいう。粘着剤は柔らかい固体であり、接着剤のように状態の変化を起こさない。粘着剤は、そのままの状態で被着体に濡れ、剥離に抵抗するため、被着体同士を貼り合わせると瞬時に実用に耐える接着力を発揮できる。すなわち、粘着剤は、被着体に濡れていくための液体の性質(流動性)と、剥離に抵抗する固体の性質(凝集力)とを併せ持つ。粘着剤は、柔らかい固体であるので、圧力を加えたり、時間をかけたりすることによって、徐々に被着体への接触面積が増えていく。そして、この柔らかさを長時間保つことができるため、剥がしたい時に剥がせるという性質を有する。

【0030】

本発明でいう「接着」(Adhesive)とは、JISで規定されているように、同種または異種の固体の面と面を貼り合わせて一体化できる性質をいう。接着剤は、被着体同士を貼り合わせる時には流動性のある液体であり、被着体に濡れ、なじんでいく。その後、加熱や化学反応により固体に変化し、被着体同士の界面で強固に結びつき、剥離に抵抗する力を発揮する。すなわち、接着剤は、液体で濡れ、固体で接着する。

【0031】

本発明の透明粘接着剤は、焼結性粒子およびポリマー成分を含む。図1は、本発明の透明粘接着剤の概略断面図の一例である。本発明の透明粘接着剤100は、ポリマー成分10中に焼結性粒子20が分散している。

【0032】

本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の含有割合は、該透明粘接着剤の固形分に対して、好ましくは1重量%~150重量%であり、より好ましくは2重量%~120重量%であり、さらに好ましくは3重量%~100重量%であり、さらに好ましくは4重量%~80重量%であり、さらに好ましくは5重量%~70重量%であり、さらに好ましくは10重量%~60重量%であり、特に好ましくは20重量%~50重量%である。本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の含有割合が上記範囲内に収まることによって、火災時など高温雰囲気下に曝されても被着体から非常に剥がれ難いという効果を十分に発現できる。

【0033】

本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の屈伏点は、好ましくは250℃～800℃であり、より好ましくは250℃～700℃であり、さらに好ましくは250℃～600℃であり、特に好ましくは250℃～500℃である。本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の屈伏点が上記範囲内に収まることによって、火災時など高温雰囲気下に曝されても被着体から非常に剥がれ難いという効果を十分に発現できる。

【0034】

本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子としては、任意の適切な焼結性粒子を採用し得る。このような焼結性粒子としては、好ましくは、焼結性を有する無機粒子であり、より好ましくは、ケイ酸、ホウ酸、ホウケイ酸、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、酸化ナトリウム、酸化リチウム、酸化リンから選ばれる少なくとも1種の成分から形成される焼結性粒子である。このような焼結性粒子を採用することによって、火災時など高温雰囲気下に曝されても被着体から非常に剥がれ難いという効果を十分に発現できる。

【0035】

本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の平均粒子径は、好ましくは0.1μm～1000μmであり、より好ましくは0.5μm～500μmであり、さらに好ましくは1μm～300μmであり、特に好ましくは2μm～150μmである。本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の平均粒子径が上記範囲内に収まることによって、火災時など高温雰囲気下に曝されても被着体から非常に剥がれ難いという効果を十分に発現できる。

【0036】

本発明の透明粘接着剤におけるポリマー成分は、好ましくは、酸化防止剤を含む。本発明の透明粘接着剤におけるポリマー成分が酸化防止剤を含むことにより、本発明の透明粘接着剤は非常に優れた耐熱性を発現することができる。

【0037】

本発明の透明粘接着剤中の酸化防止剤の含有割合は、該透明粘接着剤の固形分に対して、好ましくは0.1重量%～10重量%であり、より好ましくは0.3重量%～8重量%であり、さらに好ましくは0.5重量%～6重量%であり、特に好ましくは0.7重量%～5重量%である。上記酸化防止剤の含有割合が上記範囲内に収まることにより、本発明の透明粘接着剤は一層非常に優れた耐熱性を発現することができる。上記酸化防止剤は、1種のみであっても良いし、2種以上であっても良い。

【0038】

上記酸化防止剤としては、任意の適切な酸化防止剤を採用し得る。このような酸化防止剤としては、好ましくは、フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、アミノエーテル系酸化防止剤、リン系酸化防止剤から選ばれる少なくとも1種が挙げられる。

【0039】

フェノール系酸化防止剤としては、例えば、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-エチルフェノール、2,6-ジシクロヘキシル-4-メチルフェノール、2,6-ジイソプロピル-4-エチルフェノール、2,6-ジ-tert-アミル-4-メチルフェノール、2,6-ジ-tert-オクチル-4-n-プロピルフェノール、2,6-ジシクロヘキシル-4-n-オクチルフェノール、2-イソプロピル-4-メチル-6-tert-ブチルフェノール、2-tert-ブチル-4-エチル-6-tert-オクチルフェノール、2-イソブチル-4-エチル-6-tert-ヘキシルフェノール、2-シクロヘキシル-4-n-ブチル-6-イソプロピルフェノール、スチレン化混合クレゾール、DL-α-トコフェロール、ステアリルβ-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートなどの単環フェノール化合物；2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、4,4'-ブチリデンビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、2,2'-チオビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、4,4'-メチレンビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、2,2'-メチレンビス[6-(1-メチルシクロヘキシル)-p-クレゾール]、2,2'-エチリデンビス(4,6-ジ-tert-ブチル

フェノール)、2, 2'-ブチリデンビス(2-tert-ブチル-4-メチルフェノール)、3, 6-ジオキサオクタメチレンビス[3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオネート]、トリエチレングリコールビス[3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、1, 6-ヘキサンジオールビス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、2, 2'-チオジエチレンビス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]などの2環フェノール化合物; 1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン、1, 3, 5-トリス(2, 6-ジメチル-3-ヒドロキシ-4-tert-ブチルベンジル)イソシアヌレート、1, 3, 5-トリス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシエチル]イソシアヌレート、トリス(4-tert-ブチル-2, 6-ジメチル-3-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート、1, 3, 5-トリメチル-2, 4, 6-トリス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼンなどの3環フェノール化合物; テトラキス[メチレン-3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタンなどの4環フェノール化合物; ビス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホン酸エチル)カルシウム、ビス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホン酸エチル)ニッケルなどのリン含有フェノール化合物; などを挙げる
ことができる。

【0040】

アミン系酸化防止剤としては、例えば、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、コハク酸ジメチルと1-(2-ヒドロキシエチル)-4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジンエタノールの重縮合物、N, N', N'', N'''-テトラキス-(4, 6-ビス-(ブチル-(N-メチル-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン-4-イル)アミノ)-トリアジン-2-イル)-4, 7-ジアザデカン-1, 10-ジアミン、ジブチルアミン・1, 3, 5-トリアジン・N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)-1, 6-ヘキサメチレンジアミンとN-(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)ブチルアミンの重縮合物、ポリ[6-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)アミノ-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル]{(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ}ヘキサメチレン{(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノ}]、テトラキス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジルベンゾエート、ビス-(1, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ペピリジル)-2-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-n-ブチルマロネート、ビス-(N-メチル-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、1, 1'-(1, 2-エタンジイル)ビス(3, 3, 5, 5-テトラメチルピペラジノン)、(ミックス2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル/トリデシル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、(ミックス1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル/トリデシル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、ミックス[2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル/β, β, β', β'-テトラメチル-3, 9-[2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ(5, 5)ウンデカン]ジエチル]-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、ミックス[1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル/β, β, β', β'-テトラメチル-3, 9-[2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ(5, 5)ウンデカン]ジエチル]-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、N, N'-ビス(3-アミノプロピル)エチレンジアミン-2, 4-ビス[N-ブチル-N-(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)アミノ]-6-クロロ-1, 3, 5-トリアジン縮合物、ポリ[6-N-モルホルル-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル][2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル]イミノヘキサメチレン[(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミド]、N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)ヘキサメチレン

10

20

30

40

50

ジアミンと1, 2-ジブロモエタンとの縮合物、[N-(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)-2-メチルなどが挙げられる。

【0041】

アミノエーテル系酸化防止剤としては、例えば、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-メトキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-エトキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-プロポキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ブトキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ペンチロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ヘキシロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ヘプチロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-オクトキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ノニロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-デカニロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1-ドデシロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケートなどが挙げられる。

10

【0042】

リン系酸化防止剤としては、例えば、トリフェニルホスファイト、ジフェニルイソデシルホスファイト、フェニルジイソデシルホスファイト、4, 4'-ブチリデン-ビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェニルジトリデシル)ホスファイト、サイクリックネオペンタンテトライルビス(ノニルフェニル)ホスファイト、サイクリックネオペンタンテトライルビス(ジノニルフェニル)ホスファイト、サイクリックネオペンタンテトライルトリス(ノニルフェニル)ホスファイト、サイクリックネオペンタンテトライルトリス(ジノニルフェニル)ホスファイト、10-(2, 5-ジヒドロキシフェニル)-10H-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキシド、ジイソデシルペンタエリスリトールジホスファイト、トリス(2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイトなどが挙げられる。

20

【0043】

本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分は、好ましくは、架橋構造を有する。本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分が架橋構造を有することにより、本発明の透明粘接着剤は非常に優れた耐熱性を発現することができる。

30

【0044】

上記架橋構造は、任意の適切な方法によって構築し得る。上記架橋構造は、好ましくは、上記ポリマー成分を構成する全モノマー成分中に架橋性モノマーを含有させることによって構築する。この場合、上記ポリマー成分を構成する全モノマー成分中の架橋性モノマーの含有割合は、好ましくは2.0重量%~60重量%であり、より好ましくは3.0重量%~57重量%であり、さらに好ましくは5.0重量%~55重量%であり、特に好ましくは7.0重量%~53重量%であり、最も好ましくは8.0重量%~50重量%である。上記架橋性モノマーの含有割合が上記範囲内に収まることによって、本発明の透明粘接着剤は一層非常に優れた耐熱性を発現することができる。

40

【0045】

上記架橋性モノマーは、1種のみであっても良いし、2種以上であっても良い。

【0046】

上記架橋性モノマーとしては、架橋構造を構築し得るモノマーであれば、任意の適切な架橋性モノマーを採用し得る。このような架橋性モノマーとしては、好ましくは、アクリロイル基、エポキシ基、イソシアネート基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、ビニル基、アミノ基から選ばれる少なくとも1種の官能基を有する架橋性モノマーが挙げられる。このような架橋性モノマーの具体例としては、例えば、後述する多官能性モノマーが挙げられる。

50

【0047】

本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分の含有割合は、該粘接着剤の固形分に対して、好ましくは20重量%～99重量%であり、より好ましくは30重量%～95重量%であり、さらに好ましくは40重量%～90重量%であり、特に好ましくは50重量%～80重量%である。本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分の含有割合が上記範囲内に収まることによって、火災時など高温雰囲気下に曝されても被着体から非常に剥がれ難いという効果を十分に発現できる。

【0048】

本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分としては、粘着性を発現できるポリマー成分であれば任意の適切なポリマー成分を採用し得る。このようなポリマー成分としては、好ましくは、ゴム系ポリマー、シリコン系ポリマー、アクリル系ポリマーから選ばれる少なくとも1種の成分である。本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分は、1種のみであっても良いし、2種以上であっても良い。

10

【0049】

ゴム系ポリマーとしては、粘着性を発現できる任意の適切なゴム系ポリマーを採用し得る。

【0050】

シリコン系ポリマーとしては、粘着性を発現できる任意の適切なシリコン系ポリマーを採用し得る。

【0051】

アクリル系ポリマーとしては、粘着性を発現できる任意の適切なアクリル系ポリマーを採用し得る。アクリル系ポリマーは、好ましくは、アクリル系モノマーを必須とするモノマー成分から形成し得る。アクリル系ポリマーを形成するために用い得る全モノマー中のアクリル系モノマーの含有割合は、好ましくは50重量%～100重量%であり、より好ましくは55重量%～98重量%であり、さらに好ましくは60重量%～95重量%であり、特に好ましくは65重量%～93重量%である。アクリル系モノマーは、1種のみであっても良いし、2種以上であっても良い。

20

【0052】

アクリル系モノマーとしては、好ましくは、アルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルが挙げられる。アルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルは、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。なお、「（メタ）アクリル」とは、「アクリル」および／または「メタクリル」を表す。

30

【0053】

アルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルとしては、例えば、直鎖状または分岐鎖状のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル、環状のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルなどが挙げられる。なお、ここでいう（メタ）アクリル酸アルキルエステルとは、単官能（メタ）アクリル酸アルキルエステルを意味する。

【0054】

直鎖状または分岐鎖状のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルとしては、例えば、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸プロピル、（メタ）アクリル酸イソプロピル、（メタ）アクリル酸ブチル、（メタ）アクリル酸イソブチル、（メタ）アクリル酸sec-ブチル、（メタ）アクリル酸tert-ブチル、（メタ）アクリル酸ペンチル、（メタ）アクリル酸イソペンチル、（メタ）アクリル酸ヘキシル、（メタ）アクリル酸ヘプチル、（メタ）アクリル酸オクチル、（メタ）アクリル酸2-エチルヘキシル、（メタ）アクリル酸イソオクチル、（メタ）アクリル酸ノニル、（メタ）アクリル酸イソノニル、（メタ）アクリル酸デシル、（メタ）アクリル酸イソデシル、（メタ）アクリル酸ウンデシル、（メタ）アクリル酸ドデシル、（メタ）アクリル酸トリデシル、（メタ）アクリル酸テトラデシル、（メタ）アクリル酸ペンタデシル、（メタ）アクリル酸ヘキサデシル、（メタ）アクリル酸ヘプタデシル、（メタ）

40

50

）アクリル酸オクタデシル、（メタ）アクリル酸ノナデシル、（メタ）アクリル酸エイコシルなどの、アルキル基の炭素数が1～20の（メタ）アクリル酸アルキルエステルなどが挙げられる。これらの中でも、好ましくは、アルキル基の炭素数が2～14の（メタ）アクリル酸アルキルエステルであり、より好ましくは、アルキル基の炭素数が2～10の（メタ）アクリル酸アルキルエステルである。

【0055】

環状のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステルとしては、例えば、シクロペンチル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート、イソボルニル（メタ）アクリレートなどが挙げられる。

【0056】

アクリル系ポリマーを形成し得るモノマー成分としては、多官能性モノマーを用い得る。多官能性モノマーとしては、任意の適切な多官能性モノマーを採用し得る。多官能性モノマーを採用することにより、アクリル系ポリマーに架橋構造を付与することができる。多官能性モノマーは、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。

【0057】

多官能性モノマーとしては、例えば、1，9－ノナンジオールジ（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、1，4－ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、（ポリ）プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールジ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、テトラメチロールメタントリ（メタ）アクリレート、アリル（メタ）アクリレート、ビニル（メタ）アクリレート、ジビニルベンゼン、エポキシアクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレート、4－ヒドロキシブチルアクリレートグリシジルエーテル、グリシジル（メタ）アクリレート、2－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2－ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、ブタンジオール（メタ）アクリレート、2－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、4－ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、グリシジルエーテル 2－イソシアナトエチルアクリレート、イソシアネートエチル（メタ）アクリレート、イソシアネート（メタ）アクリレート、トリグリシジルイソシアヌレート、（メタ）アクリル酸、フタル酸モノヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヘキサヒドロフタル酸モノヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2－ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、4－ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、ジメチル（メタ）アクリルアミド、ジエチル（メタ）アクリルアミド、イソプロピル（メタ）アクリルアミド、ヒドロキシエチル（メタ）アクリルアミド、1，4－ブタンジオールジグリシジルエーテル、1，2－エタンジオ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、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、トリメチロールプロパンポリグリシジルエーテル、ヘキサメチレンジイソシアナート、トリレンジイソシアナート、ジフェニルメタンジイソシアナート、トリフェニルメタントリイソシアナート、メチルトリイソシアネートシラン、テトライソシアネートシラン、ポリイソシアナート、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、フタル酸、イソフタル酸、1，2，3－プロパントリカルボン酸、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1，4－ブタンジオール、1，6－ヘキサジオール、3－メチルー1，5－ペンタンジオール、1，2，4－ブタントリオール、ポリオキシプロピレントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、アミノメタノール、2－アミノエタノール、3－アミノ－1－プロパノール、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N，N－ジーｎ－ブチルエタノールアミン、エチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、トリレンジアミン、水添トリレンジアミン、ジフェニルメタンジアミン、水添ジフェニルメタンジアミン、トリジンアミン、ナフタリレンジアミン、イソホロン

10

20

30

40

50

ジアミン、キシレンジアミン、水添キシレンジアミン、ビニルアミン、2-(2-チエニル)ビニルアミン、1-(アリルオキシ)ビニルアミン、アリルアルコール、1,3-ブタジエンモノエポキシド、1-ビニル-3,4-エポキシシクロヘキサンなどが挙げられる。これらの中でも、反応性が高い点で、好ましくはアクリレート系の多官能性モノマーであり、より好ましくは、1,9-ノナンジオールジ(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、4-ヒドロキシブチルアクリレートグリシジルエーテルが挙げられる。

【0058】

アクリル系ポリマーを形成し得るモノマー成分としては、極性基含有モノマーを用い得る。極性基含有モノマーとしては、任意の適切な極性基含有モノマーを採用し得る。極性基含有モノマーを採用することにより、アクリル系ポリマーの凝集力を向上させることが可能となったり、アクリル系ポリマーの粘着力を向上させることが可能となったりする。極性基含有モノマーは、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。

10

【0059】

極性基含有モノマーとしては、例えば、(メタ)アクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イソクロトン酸などのカルボキシル基含有モノマーまたはその無水物(無水マレイン酸など)；(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシプロピル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシブチル等の(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキル、ビニルアルコール、アリルアルコールなどの水酸基含有モノマー；(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-メトキシメチル(メタ)アクリルアミド、N-ブトキシメチル(メタ)アクリルアミドなどのアミド基含有モノマー；(メタ)アクリル酸アミノエチル、(メタ)アクリル酸ジメチルアミノエチル、(メタ)アクリル酸 γ -ブチルアミノエチルなどのアミノ基含有モノマー；(メタ)アクリル酸グリシジル、(メタ)アクリル酸メチルグリシジルなどのグリシジル基含有モノマー；アクリロニトリルやメタクリロニトリルなどのシアノ基含有モノマー；N-ビニル-2-ピロリドン、(メタ)アクリロイルモルホリンの他、N-ビニルピリジン、N-ビニルピペリドン、N-ビニルピリミジン、N-ビニルピペラジン、N-ビニルピロール、N-ビニルイミダゾール、N-ビニルオキサゾール等の複素環含有ビニル系モノマー；(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシエチルなどの(メタ)アクリル酸アルコキシアルキル系モノマー；ビニルスルホン酸ナトリウムなどのスルホン酸基含有モノマー；2-ヒドロキシエチルアクリロイルフォスフェートなどのリン酸基含有モノマー；シクロヘキシルマレイミド、イソプロピルマレイミドなどのイミド基含有モノマー；2-メタクリロイルオキシエチルイソシアネートなどのイソシアネート基含有モノマー；などが挙げられる。極性基含有モノマーとしては、好ましくは、カルボキシル基含有モノマーまたはその無水物であり、より好ましくは、アクリル酸である。なお、アクリル酸を用いることにより、親水性が付与されて、例えば、ガラスへの粘着力は高まる。このため、粘着力の向上にはアクリル酸が好ましい。しかし、アクリル酸を用いることにより、サッシ部などの金属の腐食が懸念される。また、アクリル酸と併せてグリシジルエーテル系の架橋剤を用いた場合、これらが反応することによって、粘着力が著しく低下するおそれがある。このため、上記のような金属の腐食やグリシジルエーテル系の架橋剤との反応による粘着力の低下が懸念されるような場合には、N-ビニル-2-ピロリドンを用いることが好ましい。親水性を付与できるN-ビニル-2-ピロリドンを用いることで、ガラスへの粘着力が高まるとともに、サッシ部などの金属の腐食を抑制でき、グリシジルエーテル系の架橋剤などとの反応による粘着力の低下も抑制できる。

20

30

40

【0060】

アクリル系ポリマーを形成し得るモノマー成分としては、その他の共重合性モノマーを用い得る。その他の共重合性モノマーとしては、任意の適切なその他の共重合性モノマーを採用し得る。その他の共重合性モノマーを採用することにより、アクリル系ポリマーの凝集力を向上させることが可能となったり、アクリル系ポリマーの粘着力を向上させるこ

50

とが可能となったり、屈折率の調整が可能となったりする。その他の共重合性モノマーは、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。

【0061】

その他の共重合性モノマーとしては、例えば、ベンジル（メタ）アクリレート、フェノキシエチル（メタ）アクリレート等の芳香族炭化水素基を有する（メタ）アクリル酸エステルなどの（メタ）アクリル酸アルキルエステル；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニルなどのビニルエステル類；スチレン、ビニルトルエンなどの芳香族ビニル化合物；エチレン、ブタジエン、イソプレン、イソブチレンなどのオレフィン又はジエン類；ビニルアルキルエーテルなどのビニルエーテル類；塩化ビニル；（メタ）アクリル酸メトキシエチル、（メタ）アクリル酸エトキシエチルなどの（メタ）アクリル酸アルコキシアルキル系モノマー；ビニルスルホン酸ナトリウムなどのスルホン酸基含有モノマー；2-ヒドロキシエチルアクリロイルホスフェートなどのリン酸基含有モノマー；シクロヘキシルマレイミド、イソプロピルマレイミドなどのイミド基含有モノマー；2-メタクリロイルオキシエチルイソシアネートなどのイソシアネート基含有モノマー；ハロゲン含有（メタ）アクリレート；ケイ素原子含有（メタ）アクリレート；などが挙げられる。

10

【0062】

アクリル系ポリマーの重量平均分子量は、好ましくは30万以上であり、より好ましくは40万～300万である。アクリル系ポリマーの重量平均分子量は、ゲルパーミュエーションクロマトグラフィ法（GPC法）によって求めることができる。

【0063】

屈折率の調整には、限定されないが、フェニル骨格、ナフチル骨格、ビフェニル骨格、ピリジニル骨格、スチレン骨格、ナフタレン骨格、スルホン骨格、フルオレン骨格、ビスフェノールA骨格、ウレタン骨格、エポキシ骨格を持つポリマーなどから選択された一種以上の高屈折率材料を添加しても良い。

20

【0064】

本発明の透明粘接着剤においては、本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の屈折率と本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分の屈折率との差が、好ましくは0.02以下であり、より好ましくは0.01以下であり、さらに好ましくは0.005以下である。本発明の透明粘接着剤中の焼結性粒子の屈折率と本発明の透明粘接着剤中のポリマー成分の屈折率との差が上記範囲内に収まることにより、被着体の意匠性が損なわれ難いような高い透明性を発現することができる。

30

【0065】

本発明の透明粘接着剤は、焼結性粒子およびポリマー成分以外に、本発明の効果を損なわない範囲で、上述の酸化防止剤以外に、任意の適切な他の成分を含んでも良い。このような他の成分は、1種のみを含んでも良いし、2種以上を含んでも良い。

【0066】

他の成分としては、例えば、他のポリマー成分、軟化剤、老化防止剤、硬化剤、可塑剤、充填剤、熱重合開始剤、光重合開始剤、紫外線吸収剤、光安定剤、着色剤（顔料や染料など）、溶剤（有機溶剤）、界面活性剤（例えば、イオン性界面活性剤、シリコーン系界面活性剤、フッ素系界面活性剤など）、架橋剤（例えば、ポリイソシアネート系架橋剤、シリコーン系架橋剤、エポキシ系架橋剤、アルキルエーテル化メラミン系架橋剤など）などが挙げられる。なお、熱重合開始剤や光重合開始剤は、ポリマー成分を形成するための材料に含まれ得る。

40

【0067】

熱重合開始剤としては、任意の適切な熱重合開始剤を採用し得る。このような熱重合開始剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化ベンゾイル、t-ブチルパーオキシド等の過氧化物系重合開始剤；2, 2'-アゾビス-2-メチルプロピオアミジン酸塩、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-N, N'-ジメチレンイソブチルアミジン酸塩、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、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系重合開

50

始剤；などが挙げられる。熱重合開始剤は、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。また、このような熱重合開始剤は、還元剤と組み合わせてレドックス系重合開始剤として使用してもよい。このような還元剤としては、例えば、亜硫酸塩、亜硫酸水素塩、鉄、銅、コバルト塩等のイオン化の塩；トリエタノールアミン等のアミン類；アルドース、ケトース等の還元糖；などが挙げられる。

【0068】

本発明の透明粘接着剤中の熱重合開始剤の含有割合は、該透明粘接着剤のポリマー成分を形成するために用いるモノマー成分に対して、好ましくは5重量部以下であり、より好ましくは0.01重量部～5重量部であり、さらに好ましくは0.05重量部～3重量部である。

10

【0069】

光重合開始剤としては、任意の適切な光重合開始剤を採用し得る。このような光重合開始剤としては、例えば、ベンゾインエーテル系光重合開始剤、アセトフェノン系光重合開始剤、 α -ケトール系光重合開始剤、芳香族スルホニルクロリド系光重合開始剤、光活性オキシム系光重合開始剤、ベンゾイン系光重合開始剤、ベンジル系光重合開始剤、ベンゾフェノン系光重合開始剤、ケタール系光重合開始剤、チオキサントン系光重合開始剤などが挙げられる。光重合開始剤は、1種のみを用いても良いし、2種以上を併用しても良い。

【0070】

ケタール系光重合開始剤としては、例えば、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン（例えば、商品名「イルガキュア651」（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製）など）などが挙げられる。アセトフェノン系光重合開始剤としては、例えば、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（例えば、商品名「イルガキュア184」（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製）など）、2,2-ジエトキシアセトフェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、4-フェノキシジクロロアセトフェノン、4-(*t*-ブチル)ジクロロアセトフェノンなどが挙げられる。ベンゾインエーテル系光重合開始剤としては、例えば、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、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテルなどが挙げられる。アシルホスフィンオキサイド系光重合開始剤としては、例えば、商品名「ルシリンTPO」（BASF社製）などが挙げられる。 α -ケトール系光重合開始剤としては、例えば、2-メチル-2-ヒドロキシプロピオフェノン、1-[4-(2-ヒドロキシエチル)フェニル]-2-メチルプロパン-1-オンなどが挙げられる。芳香族スルホニルクロリド系光重合開始剤としては、例えば、2-ナフタレンスルホニルクロライドなどが挙げられる。光活性オキシム系光重合開始剤としては、例えば、1-フェニル-1,1-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。ベンゾイン系光重合開始剤には、例えば、ベンゾインなどが含まれる。ベンジル系光重合開始剤としては、例えば、ベンジルなどが挙げられる。ベンゾフェノン系光重合開始剤としては、例えば、ベンゾフェノン、ベンゾイル安息香酸、3,3'-ジメチル-4-メトキシベンゾフェノン、ポリビニルベンゾフェノン、 α -ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンなどが挙げられる。チオキサントン系光重合開始剤には、例えば、チオキサントン、2-クロロチオキサントン、2-メチルチオキサントン、2,4-ジメチルチオキサントン、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、ドデシルチオキサントンなどが挙げられる。

20

30

40

【0071】

本発明の透明粘接着剤中の光重合開始剤の含有割合は、該透明粘接着剤のポリマー成分を形成するために用いるモノマー成分に対して、好ましくは5重量部以下であり、より好ましくは0.01重量部～5重量部であり、さらに好ましくは0.05重量部～3重量部である。

【0072】

本発明の透明粘接着剤は、焼結前において粘着性を有する。本発明の透明粘接着剤は、

50

焼結前において、ガラス板に対する、剥離速度300mm/分、剥離角度180°、23℃での粘着力が、好ましくは0.1N/10mm~15N/10mmであり、より好ましくは0.5N/10mm~10N/10mmであり、さらに好ましくは1N/10mm~10N/10mmであり、特に好ましくは2N/10mm~9N/10mmである。上記粘着力が上記範囲内に収まることにより、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、シート形状での切り出しが可能であるなど加工性に優れる、適度な粘着性を発現することができる。粘着力の具体的な測定方法は後述する。

【0073】

本発明の透明粘接着剤は、焼結性を有する。焼結温度は、本発明の透明粘接着剤に含まれる焼結性粒子の種類や量に応じて、任意の適切な温度を採用し得る。

10

【0074】

本発明の透明粘接着剤は、任意の適切な形態を採用し得る。本発明の透明粘接着剤の形態としては、例えば、シート状やテープ状が挙げられる。本発明の透明粘接着剤の形態がシート状の場合は、粘接着剤シートとして用い得る。本発明の透明粘接着剤は、シート状やテープ状のものがロール状に巻回された形態を有していてもよい。また、本発明の透明粘接着剤は、シート状やテープ状のものが積層された形態を有していてもよい。

【0075】

本発明の透明粘接着剤がシート状の場合、その厚みは、好ましくは1μm~1000μmであり、より好ましくは5μm~500μmであり、さらに好ましくは10μm~300μmであり、特に好ましくは20μm~200μmである。本発明の透明粘接着剤がシート状の場合のその厚みが上記範囲内に収まれば、粘接着剤シートとしての取り扱い性に優れる。

20

【0076】

本発明の透明粘接着剤は、焼結性粒子およびポリマー成分を含む粘接着剤が得られる製造方法であれば、任意の適切な方法によって製造し得る。

【0077】

本発明の透明粘接着剤の好ましい製造方法としては、例えば、ポリマー成分を形成するために用いるモノマー成分と任意の適切な光重合開始剤を含む重合性組成物を一部重合させて重合性シロップを調製し、該重合性シロップに焼結性粒子を添加して均一に分散させた後に、任意の適切な基材（セパレーターなど）上に塗工し、光照射して光重合（硬化）させる方法が挙げられる。

30

【0078】

光照射の際の、光源、照射エネルギー、照射方法、照射時間などの条件については、任意の適切な条件を採用し得る。

【0079】

光照射に用いる活性エネルギー線としては、例えば、α線、β線、γ線、中性子線、電子線などの電離性放射線や、紫外線などが挙げられる。好ましくは紫外線である。

【0080】

活性エネルギー線の照射としては、例えば、ブラックライトランプ、ケミカルランプ、高圧水銀ランプ、メタルハライドランプなどによる照射が挙げられる。

40

【0081】

重合の際は、加熱を施しても良い。加熱方法としては、任意の適切な加熱方法を採用し得る。加熱方法としては、例えば、電熱ヒーターを用いた加熱方法、赤外線などの電磁波を用いた加熱方法などが挙げられる。

【実施例】

【0082】

以下に、実施例に基づいて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

【0083】

なお、以下の各例で用いた、セパレーター、カバーセパレーターは、いずれも、片面が

50

シリコン系離型処理された、厚さ38 μm の2軸延伸ポリエチレンテレフタレートフィルム（商品名「MRN38」、三菱化学ポリエステルフィルム株式会社製）を用いた。各種評価を行う際には、これらセパレーター、カバーセパレーターは、適宜剥離した。

【0084】

〔合成例1〕（光重合性シロップ（A）の調製）

モノマー成分として、2-エチルヘキシルアクリレート：64.8重量部、アクリル酸：7.2重量部、ベンジルアクリレート：28重量部、光重合開始剤（商品名「イルガキュア651」、BASF製）：0.05重量部、および光重合開始剤（商品名「イルガキュア184」、BASF製）：0.05重量部を、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、冷却管を備えた4つ口のセパラブルフラスコ中で均一になるまで攪拌した後、窒素ガスによりバブリングを1時間行って溶存酸素を除去した。その後、ブラックライトランプにより紫外線をフラスコ外側より照射して重合し、適度な粘度になった時点でランプを消灯し、窒素吹き込みを停止して、重合率5%の、一部が重合した組成物である光重合性シロップ（A）を調製した。

10

【0085】

〔合成例2〕（光重合性シロップ（B）の調製）

モノマー成分として、2-エチルヘキシルアクリレート：64.8重量部、アクリル酸：7.2重量部、フェノキシエチルアクリレート：28重量部、光重合開始剤（商品名「イルガキュア651」、BASF製）：0.05重量部、および光重合開始剤（商品名「イルガキュア184」、BASF製）：0.05重量部を、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、冷却管を備えた4つ口のセパラブルフラスコ中で均一になるまで攪拌した後、窒素ガスによりバブリングを1時間行って溶存酸素を除去した。その後、ブラックライトランプにより紫外線をフラスコ外側より照射して重合し、適度な粘度になった時点でランプを消灯し、窒素吹き込みを停止して、重合率5%の、一部が重合した組成物である光重合性シロップ（B）を調製した。

20

【0086】

〔合成例3〕（光重合性シロップ（C）の調製）

モノマー成分として、2-エチルヘキシルアクリレート：90重量部、アクリル酸：10重量部、光重合開始剤（商品名「イルガキュア651」、BASF製）：0.05重量部、および光重合開始剤（商品名「イルガキュア184」、BASF製）：0.05重量部を、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、冷却管を備えた4つ口のセパラブルフラスコ中で均一になるまで攪拌した後、窒素ガスによりバブリングを1時間行って溶存酸素を除去した。その後、ブラックライトランプにより紫外線をフラスコ外側より照射して重合し、適度な粘度になった時点でランプを消灯し、窒素吹き込みを停止して、重合率5%の、一部が重合した組成物である光重合性シロップ（C）を調製した。

30

【0087】

〔合成例4〕（光重合性シロップ（D）の調製）

モノマー成分として、2-エチルヘキシルアクリレート：67重量部、N-ビニルピロリドン：14重量部、ベンジルアクリレート：19重量部、光重合開始剤（商品名「イルガキュア651」、BASF製）：0.05重量部、および光重合開始剤（商品名「イルガキュア184」、BASF製）：0.05重量部を、攪拌機、温度計、窒素ガス導入管、冷却管を備えた4つ口のセパラブルフラスコ中で均一になるまで攪拌した後、窒素ガスによりバブリングを1時間行って溶存酸素を除去した。その後、ブラックライトランプにより紫外線をフラスコ外側より照射して重合し、適度な粘度になった時点でランプを消灯し、窒素吹き込みを停止して、重合率5%の、一部が重合した組成物である光重合性シロップ（D）を調製した。

40

【0088】

〔合成例5〕（粘着付与剤（A）の調製）

トルエン100重量部、ジシクロペンタニルメタクリレート（FA-513M、日立化成工業株式会社製）：60重量部、メチルメタクリレート：40重量部、および連鎖移動

50

剤として α -チオグリセロール：3.5重量部を4つ口フラスコに投入した。そして、70℃にて窒素雰囲気下で1時間保持した後、熱重合開始剤としてアゾビスイソブチロニトリル：0.2重量部を投入し、70℃で2時間反応させ、続いて80℃で2時間反応させた。その後、反応液を130℃の温度とし、トルエン、連鎖移動剤、および未反応モノマーを乾燥除去させ、固形状の粘着付与剤（A）を得た。得られた粘着付与剤（A）のガラス転移温度は144℃、重量平均分子量は4300であった。

【0089】

〔実施例1〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1,6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカラスタンダード株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μ m）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μ mとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μ mのシート状の透明粘接着剤（1）を製造した。

得られた透明粘接着剤（1）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0090】

〔実施例2〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1,6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とほうろうフリット（タカラスタンダード株式会社製、CY0098M1、屈伏点：約500℃、平均粒子径：10 μ m）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μ mとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μ mのシート状の透明粘接着剤（2）を製造した。

得られた透明粘接着剤（2）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0091】

〔実施例3〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1,6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカラスタンダード株式会社製、屈伏点：397℃、平均粒子径：3 μ m）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μ mとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μ mのシート状の透明粘接着剤（3）を製造した。

得られた透明粘接着剤（3）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0092】

〔実施例4〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1,6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカラスタンダード株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μ m）：100重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μ mとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μ mのシート状の透明粘接着剤（4）を製造した。

得られた透明粘接着剤（4）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0093】

〔実施例5〕

合成例2で得られた光重合性シロップ（B）：100重量部に1,6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカラスタンダード

株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μm）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μmとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μmのシート状の透明粘接着剤（5）を製造した。

得られた透明粘接着剤（5）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0094】

〔実施例6〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1，6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカスタンダード株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μm）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ200 μmとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが200 μmのシート状の透明粘接着剤（6）を製造した。

得られた透明粘接着剤（6）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0095】

〔実施例7〕

合成例4で得られた光重合性シロップ（D）：100重量部に1，6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部、4-ヒドロキシブチルアクリレートグリシジルエーテル（4HBAGE）（日本化成株式会社製）：10重量部、合成例5で得られた粘着付与剤（A）：10重量部、リン酸系フリット（タカスタンダード株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μm）：20重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μmとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μmのシート状の透明粘接着剤（7）を製造した。

得られた透明粘接着剤（7）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0096】

〔比較例1〕

合成例3で得られた光重合性シロップ（C）：100重量部に1，6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部とリン酸系フリット（タカスタンダード株式会社製、VY0144、屈伏点：397℃、平均粒子径：10 μm）：50重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ150 μmとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μmのシート状の粘接着剤（C1）を製造した。

得られた粘接着剤（C1）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0097】

〔比較例2〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1，6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部を添加し、厚さ150 μmとなるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm²）を5分間照射して硬化させ、厚みが150 μmのシート状の粘接着剤（C2）を製造した。

得られた粘接着剤（C2）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0098】

〔比較例3〕

合成例1で得られた光重合性シロップ（A）：100重量部に1，6-ヘキサンジオールジアクリレート（HDDA）：0.1重量部と有機微粒子（綜研化学株式会社製、MX

10

20

30

40

50

ー 1 0 0 0、平均粒子径：1 0 μm ）：5 0 重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ1 5 0 μm となるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。カバーセパレーターをして、光源としてブラックライトランプを用い、紫外線（照度：5 mW/cm^2 ）を5分間照射して硬化させ、厚みが1 5 0 μm のシート状の粘接着剤（C 3）を製造した。

得られた粘接着剤（C 3）の評価を行った。結果を表1、表2に示した。

【0 0 9 9】

〔比較例4〕

トルエン：1 0 0 重量部にリン酸系フリット（タカラスタANDARD株式会社製、V Y 0 1 4 4、屈伏点：3 9 7 $^{\circ}\text{C}$ 、平均粒子径：1 0 μm ）：5 0 重量部を添加し、ディスパーで均一に分散した。得られた分散体を厚さ1 5 0 μm となるようにセパレーターの剥離処理面上に塗工した。乾燥させ、厚みが約2 0 μm のシートを製造した。

得られたシートは粘着性を示さなかったため、以降の評価はできなかった。

【0 1 0 0】

<粘着性の評価>

標準のガラス板に、2 5 μm のP E Tフィルムで裏打ちした1 0 mm幅サンプルを、2 k g ゴムローラーを用いて、3 0 0 mm/分の速さでローラを1往復転がしながら圧着した。圧着3 0 分後に引張試験機にて、2 3 $^{\circ}\text{C}$ で、引張速度（剥離速度）3 0 0 mm/分で1 8 0 $^{\circ}$ 方向に引張り、その粘着力を評価した。

【0 1 0 1】

<屈折率の評価>

粘接着剤中の焼結性粒子およびポリマー成分のそれぞれの屈折率の評価を、アッペ屈折計（株式会社アタゴ製）を用いて5 8 9 nmの波長の光を測定することによって行った。

【0 1 0 2】

<透明性の評価>

粘接着剤を厚み1 mmのガラス板に挟んだときの全光線透過率およびH A Z E値を、J I S 7 3 6 1 に準じて、ヘイズメーター（株式会社村上色彩技術研究所製、「H M - 1 5 0」）を用いて測定した。

【0 1 0 3】

<意匠性の評価>

被着体として、厚み1 mmのガラス板および厚み0 . 5 mmのアルミ板を用い、粘接着剤をこれらの間に挟んだときに、ガラス板からアルミ板の裏が鮮明に見えるかを評価した。

○：鮮明に見える。

×：鮮明に見えない。

【0 1 0 4】

<剥がれ確認（焼結後の接着性の評価）>

図2に示すように、実施例および比較例で得られた粘接着剤と4 0 mm×4 0 mm四方の被着体（A）を貼り合せ、さらに5 0 mm×6 0 mm四方の被着体（B）の中心範囲に貼り合せ、積層体（L）を作製した。被着体（B）が下面になり且つ試験台に積層体（L）が水平になるように固定した。プロパンガスを用いたガスバーナーの炎を輝炎（オレンジ色の火）に調節し、炎の高さが1 5 0 mmとなるように調節した。被着体（B）の中心部に炎が当たるように下からガスバーナーで接炎し、3分間試験を続けた。試験後、試料が常温に戻った際に被着体（A）と被着体（B）が剥がれるか否かを評価した。別途準備したガラス板の上方5 c mから垂直に試験後の積層体（L）を自由落下させ、被着体（A）と被着体（B）が剥がれなかったものは○とし、どちらか一方でも剥がれてしまったものは×とした。

被着体（A）と被着体（B）の組み合わせを以下の通りとした。

（1）被着体（A）：ガラス（1 mm）、被着体（B）：ガラス（1 mm）

（2）被着体（A）：ガラス（1 mm）、被着体（B）：アルミ（0 . 5 mm）

(3) 被着体 (A) : アルミ (0.5 mm)、被着体 (B) : アルミ (0.5 mm)

(4) 被着体 (A) : ガラスクロス (0.1 mm)、被着体 (B) : アルミ (0.5 mm)

【0105】

【表1】

	粒子				ポリマー成分		粘接着剤	
	屈伏点 (°C)	平均粒子径 (μm)	粒子添加量 (重量部)	屈折率	種類	屈折率	シート厚み (μm)	粘着力 (N/10mm)
実施例 1	397	10	50	1.495	シロップ (A)	1.495	150	7.9
実施例 2	500	10	50	1.478	シロップ (A)	1.495	150	7.2
実施例 3	397	3	50	1.495	シロップ (A)	1.495	150	6.6
実施例 4	397	10	100	1.495	シロップ (A)	1.495	150	5.8
実施例 5	397	10	50	1.495	シロップ (B)	1.498	150	3.3
実施例 6	397	10	50	1.495	シロップ (A)	1.495	200	8.1
実施例 7	397	10	20	1.495	シロップ (D)	1.495	150	8.7
比較例 1	397	10	50	1.495	シロップ (C)	1.468	150	9.9
比較例 2	—	—	—	—	シロップ (A)	1.495	150	10.1
比較例 3	—	10	50	—	シロップ (A)	1.495	150	5.5
比較例 4	397	10	50	1.495	—	—	20	—

【0106】

10

20

30

40

【表 2】

	透明性		意匠性	接着性				
	全光線透過率 (%)	HAZE値		被着体 (A) 被着体 (B)	ガラス ガラス	ガラス アルミ	アルミ アルミ	ガラスクロス アルミ
実施例 1	91.7	3.8	○		○	○	○	○
実施例 2	90.3	5.5	○		○	○	○	○
実施例 3	91.9	2.2	○		○	○	○	○
実施例 4	90.4	4.4	○		○	○	○	○
実施例 5	90.5	4.5	○		○	○	○	○
実施例 6	91.1	4.0	○		○	○	○	○
実施例 7	91.7	2.4	○		○	○	○	○
比較例 1	87.3	65.5	×		○	○	○	○
比較例 2	91.6	0.7	○		×	×	×	×
比較例 3	85.8	24.8	×		×	×	×	×
比較例 4	—	—	—		—	—	—	—

【0107】

実施例 1～7 で得られた透明粘接着剤は、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、シート形状での切り出しが可能であるなど加工性に優れ、しかも、火災時など高温雰囲気下に曝された場合にも被着体から剥がれず、被着体の意匠性が損なわれ難いような透明性を有していた。

【0108】

比較例 1 で得られた粘接着剤は、全光線透過率が低く、H A Z E 値が大きく、被着体の意匠性が著しく損なわれていた。

【0109】

比較例 2 で得られた粘接着剤は、焼結後の接着性が著しく低下していた。

【0110】

比較例 3 で得られた粘接着剤は、H A Z E 値が大きく、被着体の意匠性が損なわれていた。また、比較例 3 で得られた粘接着剤は、焼結後の接着性が著しく低下していた。

【産業上の利用可能性】

【0111】

本発明の透明粘接着剤は、被着体同士を瞬時に固定化できるとともに、被着体同士の貼り直しができ、さらに、火災時など高温雰囲気下に曝された場合にも被着体から剥がれない。したがって、本発明の透明粘接着剤は、高温雰囲気下に曝されない用途のみならず、高温雰囲気下に曝されるような用途でも、有効に利用できる。

【0112】

本発明の透明粘接着剤は、さらに、非常に優れた透明性を有している。したがって、本発明の透明粘接着剤は、被着体に貼付した際に、被着体の意匠性を損なわない。

【0113】

本発明の透明粘接着剤は、例えば、建材として、在来軸組工法や枠組壁工法などの木造住宅、鉄筋コンクリート造住宅、軽量鉄骨造や重量鉄骨造の鉄骨造住宅、プレハブ工法住宅などの一般住宅や、超高層マンション、高層マンション、中低層マンション、アパートなどの集合住宅、喫茶店、レストラン、オフィスビル、デパート、スーパー、屋内駐車場、映画館、ホテル、各種スポーツ施設、体育館、コンサートホール、ドーム型の野球場やサッカー場、室内サッカー場、室内プール、工場建屋などの大型建造物や公共施設の外壁材、外壁仕上げ材、内壁材、内壁仕上げ材、壁断熱材、天井材、天井仕上げ材、屋根材、床材、床仕上げ材、間仕切り材、浴室の壁材や床材や天井材やそれらの仕上げ材、キッチンの壁材や床材や天井材やそれらの仕上げ材、トイレの壁材や床材や天井材やそれらの仕上げ材、柱材や柱保護材、トイレや室内や玄関や襖など各種の扉の内部材や表面仕上げ材、間仕切り材、カーテン、特にキッチンの壁材や天井材、クリーンルームの間仕切りなどに好適に用いることができる。また、排気ダクトや防火戸や防火シャッターなど防火設備の内部材あるいは表面仕上げ材、テーブルなど家具の表面仕上げ材、扉の表面仕上げ材、窓ガラスの表面仕上げ材、テーブルなど家具の表面仕上げ材、窓ガラス、鏡、タイルなどの飛散防止材や表面仕上げ材、また、看板や電子看板の表面仕上げ材、ロールスクリーンなどに用いることができる。また、船舶や航空機、自動車、鉄道車両のボディ保護材、内外の壁材、天井材、屋根材、床材、また、鉄道車両内外に貼着される印刷物の表面保護材、インクジェットメディア材の表面保護材、他にも太陽電池の外部保護材や内部保護材、リチウムイオンバッテリーなどの電池用保護材、電気機器内部のパーテーションなどの電気・電子機器部材に用いることができる。さらに、灰皿周辺具、ゴミ箱の表面仕上げ材、パチンコ台の前面パネルや筐体保護材としても用いることができる。

【符号の説明】

【0114】

- 10 ポリマー成分
- 20 焼結性粒子
- 100 透明粘接着剤

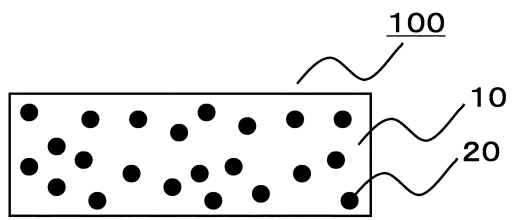
10

20

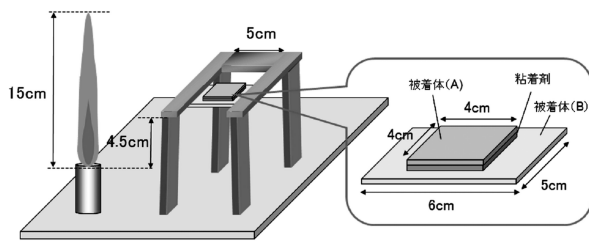
30

40

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

- (72)発明者 杉野 裕介
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
- (72)発明者 土井 浩平
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内
- (72)発明者 仲山 雄介
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

審査官 松原 宜史

- (56)参考文献 特開平10-324853 (JP, A)
特開平08-229695 (JP, A)
特開平08-143840 (JP, A)
特開平10-292158 (JP, A)
特開平10-330692 (JP, A)
特開2009-167311 (JP, A)
特開2006-299130 (JP, A)
特開2005-091489 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09J 1/00-201/10