

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4520150号
(P4520150)

(45) 発行日 平成22年8月4日(2010.8.4)

(24) 登録日 平成22年5月28日(2010.5.28)

(51) Int.Cl.

F 1

C09J 183/04	(2006.01)	C09J 183/04
C09J 175/02	(2006.01)	C09J 175/02
C09J 11/06	(2006.01)	C09J 11/06
C09J 11/08	(2006.01)	C09J 11/08

請求項の数 1 (全 28 頁)

(21) 出願番号	特願2003-552888 (P2003-552888)
(86) (22) 出願日	平成14年10月10日 (2002.10.10)
(65) 公表番号	特表2005-513195 (P2005-513195A)
(43) 公表日	平成17年5月12日 (2005.5.12)
(86) 國際出願番号	PCT/US2002/032483
(87) 國際公開番号	W02003/052019
(87) 國際公開日	平成15年6月26日 (2003.6.26)
審査請求日	平成17年10月11日 (2005.10.11)
(31) 優先権主張番号	10/028,553
(32) 優先日	平成13年12月18日 (2001.12.18)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	505005049 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー アメリカ合衆国、ミネソタ州 55133 -3427, セント ポール, ポスト オ フィス ボックス 33427, スリーエ ム センター
(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】加工助剤を用いて製造されるシリコーン感圧接着剤、物品および方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリコーン粘着付与樹脂；

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー；および
可塑剤；

を含む感圧接着剤であって、

前記可塑剤が、芳香族油、鉛油、ナフテン系オイル、トリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサン、トリス(トリ-s-ブトキシシロキシ)メチルシラン、ヒドロシリル化により1-アルケンをシリコーン水酸化物官能性シロキサンと反応させることにより得られる有機置換シロキサンポリマー、2-(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-t-ベンチルフェノール、及びオクタデシル-3-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネットより選ばれ、

前記シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーが均一に分布されている感圧接着剤。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコーン接着剤、物品、および製造方法に関する。その接着剤は、例えばテープ、特にフォームテープなどの物品に特に有用である。

【背景技術】

【0002】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーおよび相溶性粘着付与剤を含有する感圧接着剤はよく知られている。それらは、以下の特性：高い熱安定性；高い酸化安定性；多くの気体に対する透過性；低い表面エネルギー；低い屈折率；低い親水性；誘電特性；生体適合性；および接着性；のうちの1つまたは複数を有し得ることから、様々な用途を有する。かかる感圧接着剤の例は、米国特許第5,461,134号明細書（レイリア（Lei r）ら）、米国特許第5,512,650号明細書（レイリア（Lei r）ら）、米国特許第5,475,124号明細書（マズレック（Mazurek）ら）ならびに国際公開第96/30426号パンフレット（ミネソタ州セントポールの3M社（3M Co., St. Paul, MN））、国際公開第96/34028号パンフレット（3M社（3M Co.））、および国際公開第98/15602号パンフレット（3M社（3M Co.））に開示されている。10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

シリコーン感圧接着剤は、多種多様な基材に接着することが知られているが、多種多様な材料に対して有効な剥離強さおよび剪断強さならびに粘着性を提供する、接着剤および接着物品、特にフォームテープなどのテープが依然として必要とされている。

【課題を解決するための手段】20

【0004】

本発明は、感圧接着剤（PSA）、接着物品、および方法を提供する。この物品は、例えばフォームテープなどのテープ形状であることが好ましい。

【0005】

一般に、本発明の感圧接着剤は、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーを含む。通常、シリコーン粘着付与樹脂は比較的高い量で感圧接着剤中に存在し、それによって、接着剤と、その上に配置される剥離ライナーとの間の境界面で（つまり、剥離ライナーと接触する接着剤表面上で）粘着性が低減される。

【0006】

この比較的高い量（例えば、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの質量に対して少なくとも約55wt%）のシリコーン粘着付与樹脂によって、有機溶媒系から塗布し、乾燥させた場合に、成分の非均一な分布が生じ得る。注目すべきことには、接着剤／ライナーの境界面における粘着性を低減させる、この非均一な分布は、一時的、永久的、またはその組み合わせであろうとなかろうと、混合性加工助剤を組み込むことによって克服することができる。通常、永久的な場合には、その加工助剤は、本明細書において可塑剤と呼ばれる。30

【0007】

このように、加工助剤を使用した結果として、加工助剤なしの同じ組成物と比べて、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは一般に、均一に分布される。これは、加工助剤が存在した結果として、感圧接着剤コーティングの製造中に起こる。かかる不均質性が生じた後に塗布した場合、加工助剤によって、非均一な分布が逆に変わることはないだろう。40

【0008】

本発明の接着剤は、基材（例えば、テープのパッキング）上に不連続層（例えば、パターン）を形成するか、または少なくとも1つのその主面上に連続層を形成することができる。熱活性化接着剤（heat activated adhesive）とは異なり、感圧接着剤は通常、圧力を用いて室温（約20～約30）で接着させ、加熱装置を使用する必要はない。

【0009】

一実施形態において、本発明は、シリコーン粘着付与樹脂；ポリジオルガノシロキサン50

ポリ尿素コポリマー；および可塑剤（つまり、永久的な加工助剤）；を含む感圧接着剤を提供し；そのシリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは一般に均一に分布される。シリコーン粘着付与樹脂は、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの質量に対して、少なくとも約 5.5 wt % の量で存在することが好ましい。

【0010】

その他の実施形態において、本発明は、シリコーン粘着付与樹脂；ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー；および可塑剤；を含む感圧接着剤を提供し；そのシリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは一般に均一に分布され、かつシリコーン粘着付与樹脂は、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの質量に対して、少なくとも約 5.5 wt % の量で存在する。10

【0011】

さらに他の実施形態において、本発明は、シリコーン粘着付与樹脂；ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー；加工助剤（一時的、永久的、またはその組み合わせであり得る）；および有機溶媒；を含む感圧接着剤溶液を提供する。加工助剤は、感圧接着剤の総質量に対して、少なくとも約 0.5 wt % の量で溶液中に存在することが好ましい。

【0012】

かかる接着剤を製造する方法も提供する。一実施形態において、一方法は、感圧接着剤を形成するのに有効な量で、シリコーン粘着付与樹脂、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー、および加工助剤を合わせることを含み、そのシリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは一般に均一に分布される。20

【0013】

その他の実施形態において、本発明は、上記の式のシリコーンベース感圧接着剤の少なくとも 1 つの主面上に配置される基材を含む接着物品を提供する。接着物品としては、テープ、ラベル、および限定されないが、医療、グラフィックス、標識、減衰、および分析用途などを含む種々の形式で有用な他のシート材料が挙げられる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

本発明は、シリコーンベースの感圧接着剤、その上にかかる接着剤が配置された物品（例えば、テープ、特にトランスファー・テープ）、ならびにかかる接着剤および物品を製造かつ使用する方法を提供する。この感圧接着剤は、少なくとも 1 種類のポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー、少なくとも 1 種類のシリコーン粘着付与樹脂を、好ましくは、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの質量に対して少なくとも約 5.5 wt % の量で、および少なくとも 1 種類の加工助剤（好ましくは、可塑剤）を含有する。30

【0015】

接着剤がフルオロシリコーン剥離ライナー上でエージングした場合、かかる高レベルのシリコーン粘着付与樹脂は、引きはがし粘着力を増大するのに、かつ接着力の増大（*adhesion build*）のレベルを制限するのに望ましい。重要かつ有利なことには、シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素成分は一般に均一に（つまり、接着剤表面にて、および接着剤本体の全体にわたって等しい濃度および一定の濃度で）分布されるのが好ましい。しかしながら、かかる接着剤において（シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素成分に対して）5.5 wt % 以上の粘着付与樹脂を使用し、その接着剤を剥離ライナーなどの適切な基材上にコーティングし、乾燥させる場合には、接着剤の空気境界面とライナー境界面との間に粘着性の著しい差が生じる。注目すべきことには、空気境界面は通常、剥離ライナーと接触する接着剤面よりも著しく高い粘着性を示す。組成物中に混和性加工助剤を用いることによって、粘着性のかかる差を最小限に抑えるか、または無くすことができる。40

【0016】

本発明の接着物品（例えば、テープ）は、永久的であるか、または剥離ライナーを有す50

る場合のように一時的であることが可能である、パッキング(つまり、基材)上に配置されるシリコーン感圧接着剤を含む。特に好ましい物品は、トランスファーテープなどのテープである。かかるトランスファーテープは、フォームテープなどの他の好ましいテープ物品を製造する際に使用されるか、またはそれを製造するために使用され得る。

【0017】

本明細書で使用される、感圧接着剤は、以下の特性：(1) 粘着性；(2) わずかな指の圧力での付着性；(3) 被着体上に保持するのに十分な能力；および(4) 十分な凝集強さ；のバランスがとれている。P S Aとして十分に機能することが見出されている材料は、必須の粘弾性を示し、その結果として粘着性、引きはがし粘着力、および剪断保持力の所望のバランスが得られるように、設計かつ配合されたポリマーである。

10

【0018】

本発明の接着剤は、多種多様な材料、好ましくは高い表面エネルギー(例えば、約70ダイン/cmを超える)および低い表面エネルギー(例えば、約50ダイン/cm未満)を有する材料、ならびに中間の材料によく付着することが好ましい。かかる材料の例としては、ポリメチルメタクリレート(P M M A)、ポリエチレンテレフタレート(P E T)、ポリウレタン、ポリアミド(例えば、ナイロン-6, 6)、ポリ塩化ビニル(P V C)、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリカーボネット、ポリテトラフルオロエチレン、鉄、ステンレス鋼、銅、アルミニウム、ガラス、塗面、粉体被覆面、例えば粉体被覆ペイント等が挙げられる。

【0019】

20

驚くべきことに、一時的、永久的、またはその組み合わせであろうと、加工助剤を組み込むことによって、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーを含有する感圧接着剤の粘着性が向上する。かかる接着剤の特性は添加剤で容易に改質されないことから、このことは有意である。つまり、一般に、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは多くの添加剤と容易に適合しない。さらに、一時的、永久的、またはその組み合わせであろうと、加工助剤を組み込むことによって、本発明の感圧接着剤の性能に悪影響は及ばない。かかる不均質性が生じた後に塗布した場合、加工助剤によって、非均一な分布が逆に変わることはないだろう。

【0020】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー

30

本明細書において、コポリマーは、ターポリマー、テトラポリマー等の2種類以上の異なるモノマーを含有するポリマーを意味する。本発明による接着剤の製造に使用するのに適した、好ましいポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは、少なくとも1種類のポリジオルガノシロキサンポリアミン(好ましくは、ジアミン)を含む、少なくとも1種類のポリアミンと、少なくとも1種類のポリイソシアネート、および有機アミンおよび/またはアルコールなどの任意の多官能性鎖延長剤と、の反応生成物である。イソシアネートとアミンとのモル比は、好ましくは約0.9:1～約1.1:1、さらに好ましくは約0.95:1～約1.05:1、最も好ましくは約0.97:1～約1.03:1の範囲である。つまり、本発明による感圧接着剤の製造に使用するのに適した、好ましいポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは、ポリジオルガノシロキサン単位、ポリイソシアネート残基単位(residue unit)、および任意に有機ポリアミンおよび/またはポリオール残基単位を有する。ポリイソシアネート残基単位およびポリアミン残基単位は、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの、好ましくは15wt%未満、さらに好ましくは5wt%未満を形成する。ポリイソシアネート残基は、ポリイソシアネート-(マイナス)-NCO基であり、ポリアミン残基は、ポリアミン-(マイナス)-NH₂基である。ポリイソシアネート残基は、尿素結合によってポリアミン残基に連結される。ポリイソシアネート残基は、ウレタン結合によってポリオール残基に連結される。かかるセグメント化コポリマーの例は、米国特許第5,461,134号明細書(レイリア(Leir)ら)、および国際公開第96/34029号パンフレット、国際公開第96/35458号パンフレット、および国際公開第98/17726号パンフレット(すべて40

40

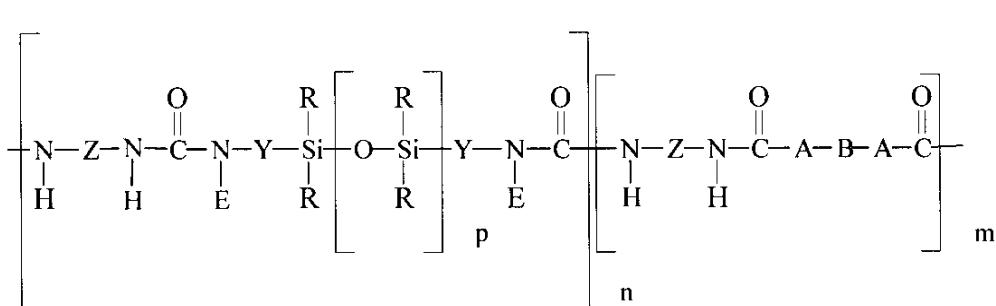
50

、ミネソタ州セントポールの3M社(3M Co., St. Paul, MN)による)に開示されている。本明細書で使用されている、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素という用語は、式Iの反復単位を有する材料を包含する。

【0021】

好ましくは、本発明の接着剤の製造に使用されるポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは、反復単位(式I)：

【化1】



10

(式中、Rはそれぞれ独立して、アルキル部位(好ましくは、炭素原子1~12個を有し、例えばトリフルオロアルキルまたはビニル基で置換してもよい)、ビニル部位または高級アルケニル部位(好ましくは、式-R²(CH₂)_aCH=CH₂(R²は-(CH₂)_b-または-(CH₂)_cCH=CH-であり、aは1、2、または3であり、bは0、3、または6であり、cは3、4、または5である)によって表される)、シクロアルキル部位(好ましくは、炭素原子6~12個を有し、例えばアルキル、フルオロアルキルまたはビニル基で置換してもよい)、またはアリール部位(好ましくは、炭素原子6~20個を有し、例えばアルキル、シクロアルキル、フルオロアルキルまたはビニル基で置換してもよい)であるか、あるいはRはフッ素含有基(米国特許第5,236,997号明細書(フィジキ(Fijiki))に記載の基など)、米国特許第5,028,679号明細書(テラエ(Terae)ら)に記載のパーフルオロアルキル基、または米国特許第4,900,474号明細書(テラエ(Terae)ら)および米国特許第5,118,775号明細書(イノマタ(Inomata)ら)に記載のパーフルオロエーテル含有基など)；好ましくは、R部位の少なくとも50%がメチル部位であり、その残りは、炭素原子1~12個を有する一価アルキルまたは置換アルキル部位、アルケニレン部位、フェニル部位、または置換フェニル部位であり；

Zはそれぞれ独立して、アリーレン部位、アラルキレン部位、アルキレン部位、またはシクロアルキレン部位(それぞれが好ましくは、炭素原子6~20個を有する)である多価部位であり；好ましくは、Zは、2,6-トリレン、4,4'-メチレンジフェニレン、3,3'-ジメトキシ-4,4'-ビフェニレン、テトラメチル-m-キシレン、4,4'-メチレンジシクロヘキシレン、3,5,5-トリメチル-3-メチレンシクロヘキシレン、1,6-ヘキサメチレン、1,4-シクロヘキシレン、2,2,4-トリメチルヘキシレン、およびその混合物であり；

Yはそれぞれ独立して、独立してアルキレン部位(好ましくは、炭素原子1~10個を有する)、アラルキレン部位またはアリーレン部位(それぞれが好ましくは、炭素原子6~20個を有する)である、多価部位であり；

Eはそれぞれ独立して、水素、炭素原子1~10のアルキル部位、フェニル、またはYを含む環構造を完成して複素環を形成する部位であり；

Aはそれぞれ独立して、酸素または-N(G)-(Gはそれぞれ独立して、水素、炭素原子1~10個のアルキル部位、フェニル、またはBを含む環構造を完成して複素環を形

20

30

40

50

成する部位である)であり;

Bは、アルキレン、アラルキレン、シクロアルキレン、フェニレン、ポリアルキレン、ポリアルキレンオキシド(例えば、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、ポリテトラメチレンオキシド、ポリカプロラクトン、アジピン酸ポリエチレンなど)、コポリマー、またはその混合物、またはAを含む環構造を完成して複素環を形成する部位であり;

mは、0~約1000、好ましくは0~約25の数であり;

nは、1以上の数であり(好ましくは、nは8を超える);

pは、約5以上、好ましくは約15~約2000、さらに好ましくは約70~約1500、最も好ましくは約150~約1500の数である)によって表すことができる。10

【0022】

ポリイソシアネートの使用において、Zが2を超える官能価を有する部位および/またはポリアミンである場合、Bが2を超える官能価を有する部位である場合、式Iの構造は、ポリマー主鎖にて枝分れを示すように改変されるだろう。

【0023】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの反応性成分

反応における異なるイソシアネートは、様々な方法でポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの特性を改質するだろう。本発明のプロセスにおいて有用なジイソシアネートは、以下の(式II):



によって表すことができる。20

【0024】

ポリアミン、特に以下の式IIIのポリジオルガノシロキサンジアミンと反応することができる、いずれかのジイソシアネートを本発明において使用することができる。かかるジイソシアネートの例としては、限定されないが、芳香族ジイソシアネート、例えば2,6-トルエンジイソシアネート、2,5-トルエンジイソシアネート、2,4-トルエンジイソシアネート、m-フェニレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、メチレンビス(o-クロロフェニルジイソシアネート)、メチレンジフェニレン-4,4'-ジイソシアネート、ポリカルボジイミド-改質メチレンジフェニレンジイソシアネート、(4,4'-ジイソシアナト-3,3',5,5'-テトラエチル)ジフェニルメタン、4,4'-ジイソシアナト-3,3'-ジメトキシビフェニル(o-ジアニシジンジイソシアネート)、5-クロロ-2,4-トルエンジイソシアネート、1-クロロメチル-2,4-ジイソシアナトベンゼン、芳香族-脂肪族ジイソシアネート、例えばm-キシレンジイソシアネート、テトラメチル-m-キシレンジイソシアネート、脂肪族ジイソシアネート、例えば1,4-ジイソシアナトブタン、1,6-ジイソシアナトヘキサン、1,12-ジイソシアナドデカン、2-メチル-1,5-ジイソシアナトペンタン、および脂環式ジイソシアネート、例えばメチレンジシクロヘキシレン-4,4'-ジイソシアネート、3-イソシアナトメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシリソシアネート(イソホロンジイソシアネート)、2,2,4-トリメチルヘキシリジイソシアネート、およびシクロヘキシレン-1,4-ジイソシアネートおよびその混合物が挙げられる。40

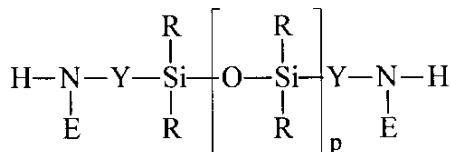
【0025】

好ましいジイソシアネートとしては、2,6-トルエンジイソシアネート、メチレンジフェニレン-4,4'-ジイソシアネート、ポリカルボジイミド-改質メチレンジフェニルジイソシアネート、4,4'-ジイソシアナト-3,3'-ジメトキシビフェニル(o-ジアニシジンジイソシアネート)、テトラメチル-m-キシレンジイソシアネート、メチレンジシクロヘキシレン-4,4'-ジイソシアネート、3-イソシアナトメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシリソシアネート(イソホロンジイソシアネート)、1,6-ジイソシアナトヘキサン、2,2,4-トリメチルヘキシリジイソシアネート、およびシクロヘキシレン-1,4-ジイソシアネートが挙げられる。50

【0026】

本発明のプロセスにおいて有用なポリジオルガノシロキサンポリアミンは、以下の（式I I I）：

【化2】



10

（式中、R、Y、E、およびpはそれぞれ、上記のように定義される）によって表すことができるジアミンであることが好ましい。一般に、本発明において有用なポリジオルガノシロキサンポリアミンの数平均分子量は、約700を超える。

【0027】

本発明において有用な、好ましいポリジオルガノシロキサンジアミン（シリコーンジアミンとも呼ばれる）は、上記の式I I Iに含まれ、範囲約5000～約150,000の数平均分子量を有するものを含むいずれかである。ポリジオルガノシロキサンジアミンは、例えば、米国特許第3,890,269号明細書（マーティン（Martin））、米国特許第4,661,577号明細書（ジョラン（Jolane）ら）、米国特許第5,026,890号明細書（ウェップ（Webb）ら）、米国特許第5,214,119号明細書（レイリア（Leir）ら）、米国特許第5,276,122号明細書（アオキ（Aoki）ら）、米国特許第5,461,134号明細書（レイリア（Leir）ら）、および米国特許第5,512,650号明細書（レイリア（Leir）ら）に開示されている。

20

【0028】

ポリジオルガノシロキサンポリアミンは、例えば、オハイオ州アクロンのアメリカのシンエツシリコーン社（Shin-Etsu Silicones of America, Inc., Akron, OH）およびニュージャージー州ピットカタウェイのハルス・アメリカ社（Huels America, Inc., Pitscataway, NJ）から市販されている。米国特許第5,214,119号明細書（レイリア（Leir）ら）に開示のように製造された、実質的に純粋なポリジオルガノシロキサンジアミンが好ましい。このように高い純度を有するポリジオルガノシロキサンジアミンは、テトラメチルアンモニウム-3-アミノプロピルジメチルシラノレートなどの無水アミノアルキル官能性シラノレート（silanolate）触媒を、好ましくは、環状オルガノシランおよびビス（アミノアルキル）ジシロキサンの反応から製造され、その反応は2段階で行われる。特に好ましいポリジオルガノシロキサンジアミンは、セシウムおよびルビジウム触媒を用いて製造され、米国特許第5,512,650号明細書（レイリア（Leir）ら）に開示されている。

30

【0029】

本発明において有用なポリジオルガノシロキサンポリアミンの例としては、限定されないが、ポリジメチルシロキサンジアミン、ポリジフェニルシロキサンジアミン、ポリトリフルオロプロピルメチルシロキサンジアミン、ポリフェニルメチルシロキサンジアミン、ポリジエチルシロキサンジアミン、ポリジビニルシロキサンジアミン、ポリビニルメチルシロキサンジアミン、ポリ（5-ヘキセニル）メチルシロキサンジアミン、およびそのコポリマーおよび混合物が挙げられる。

【0030】

40

50

本発明のポリジオルガノシロキサンポリ尿素セグメント化コポリマーを製造するために用いられるポリジオルガノシロキサンポリアミン成分は、得られたコポリマーの弾性率を調節する手段を提供する。一般に、高分子量のポリジオルガノシロキサンポリアミンが、低いモジュラスのコポリマーを提供するのに対して、低分子量ポリジオルガノシロキサンポリアミンは、高いモジュラスのポリジオルガノシロキサンポリ尿素セグメント化コポリマーを提供する。

【0031】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素セグメント化コポリマー組成物が任意の有機ポリアミンを含有する場合、この任意の成分は、本発明のコポリマーの弾性率を改変する、さらに他の手段を提供する。有機ポリアミンの濃度ならびに有機ポリアミンの種類および分子量から、この成分を含有するポリジオルガノシロキサンポリ尿素セグメント化コポリマーのモジュラスに、それがどのように影響を及ぼすかが決定される。10

【0032】

本発明において有用な有機ポリアミンの例としては、限定されないが、ユタ州ソルトレーケシティのハンツマン・ケミカル社 (Huntsman Chemical Corp., Salt Lake City, UT) からすべて入手可能なD-230、D-400、D-2000、D-4000、DU-700、ED-2001およびEDR-148などのポリオキシアルキレンジアミン、ハンツマン社 (Huntsman) から入手可能なT-3000およびT-5000などのポリオキシアルキレントリアミン、デラウェア州ウィルミントンのデュポン社 (DuPont, Wilmington, DE) から入手可能なDYTEK AおよびDYTEK EPなどのポリアルキレンジアミン、ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社 (Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI) からどちらも入手可能な1,4-ビス(3-アミノプロピル)ピペラジンおよび3,3'-ジアミノ-N-メチル-ジプロピルアミン、およびその混合物が挙げられる。20

【0033】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマー中のイソシアネート残基の性質は、剛性および流動性に影響を及ぼし、混合物の特性にも影響を及ぼす。テトラメチル-m-キシレンジイソシアネート、1,12-ドデカンジイソシアネート、およびジアニシジンジイソシアネートなどの、結晶性尿素を形成するジイソシアネートから得られるイソシアネート残基は、十分なポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーを使用した場合には、メチレンジシクロヘキシレン-4,4'-ジイソシアネート、3-イソシアナトメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシルイソシアネートおよびm-キシレンジイソシアネートから製造されるものよりも、硬い混合物を提供する。30

【0034】

所望の場合には、架橋剤を使用してもよく、例えばSi-H含有剤を使用して、硬化性ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーを架橋することが可能であるし、またはラジカル硬化性ポリジオルガノシロキサン尿素コポリマーに光開始剤を使用することができる。ヒドロシリル化硬化剤、過酸化物硬化剤、およびトリアジンなどの光硬化剤など、他の硬化剤が存在してもよい。使用する場合、かかる成分の量は、意図する目的に適した量であり、重合性組成物の総質量に対して約0.1wt%~約5wt%の濃度で通常使用される。所望の場合には、電子ビーム放射線を用いて、架橋を行うこともできる。40

【0035】

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの製造

ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーは、溶剤型の方法および無溶剤法を含む、公知の様々な方法のいずれかによって製造することができる。溶剤型プロセスの例としては、ティアギ (Tyagi) ら, "Segmented Organosiloxane Copolymers: 2. Thermal and Mechanical Properties of Siloxane urea Copolymers," Polymer, Vol. 25, 1984年12月および米国特許第5,214,119号50

明細書（レイリア（Leir）ら）が挙げられる。適切な溶媒は、ポリイソシアネートと非反応性であり、かつ重合反応の全体にわたり、溶液状態で反応物および生成物を完全に保持する、有機溶媒である。一般的な有機溶媒としては、極性および非極性の特性の組み合わせを有する溶媒が挙げられ、あるいは極性溶媒と非極性溶媒との混合物を使用することができる。好ましい有機溶媒としては、極性非プロトン性溶媒、塩素化溶媒、エーテル、芳香族炭化水素、脂肪族炭化水素、およびアルコールが挙げられる。例には、ヘプタン、トルエン、キシレン、メチルエチルケトン、2-プロパノール、t-ブタノール、テトラヒドロフラン、イソアミルアルコール、クロロホルム、ジクロロメタン、ジメチルホルムアミド等、およびその組み合わせが含まれる。無溶剤プロセスの例としては、国際公開第96/34029号パンフレット、国際公開第96/35458号パンフレット、および国際公開第98/17726号パンフレット（すべて、ミネソタ州セントポールの3M社（3M Co., St. Paul, MN）による）が挙げられる。

【0036】

シリコーン粘着付与樹脂

ポリマーの感圧接着性を提供するため、または高めるために、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーにシリコーン粘着付与樹脂が添加される。シリコーン粘着付与樹脂は、本発明のポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの物理的性質の決定において重要な役割を果たし得る。例えば、シリコーン粘着付与樹脂含有率が低濃度から高濃度へと増加するに従って、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーのガラス-ゴム転移は次第に高い温度で生じる。所望の性能を達成するために、単一組成物において樹脂の組み合わせを用いることが有益であり得ることから、単一のシリコーン粘着付与樹脂に限定する必要はない。

【0037】

本発明において有用なシリコーン粘着付与樹脂としては、以下の構造単位：M（ $R'_{3}SiO_{1/2}$ 単位）、D（ $R'_{2}SiO_{2/2}$ 単位）、T（ $R'SiO_{3/2}$ 単位）およびQ（ $SiO_{4/2}$ 単位）、およびその組み合わせで構成される樹脂が挙げられる。一般的な例としては、MQシリコーン粘着付与樹脂、MQDシリコーン粘着付与樹脂、およびMQTシリコーン粘着付与樹脂が挙げられる。これらは好ましくは、約100～約50,000、さらに好ましくは約500～約15,000の数平均分子量を有し、一般にメチル置換基を有する。

【0038】

MQシリコーン粘着付与樹脂は、 $R'_{3}SiO_{1/2}$ 単位（「M」単位）および $SiO_{4/2}$ 単位（「Q」単位）を有するコポリマーシリコーン樹脂であり、M単位はQ単位に結合しており、その単位のそれぞれは、少なくとも1つの他のQ単位に結合されている。 $SiO_{4/2}$ 単位（「Q」単位）の一部はヒドロキシルラジカルに結合し、その結果HO $SiO_{3/2}$ 単位（「T^{OH}」単位）が生じ、それによって、シリコーン粘着付与樹脂のケイ素結合ヒドロキシル含有率が明らかとなり、一部は他の $SiO_{4/2}$ 単位のみに結合する。

【0039】

かかる樹脂は、例えば、Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, vol. 15, John Wiley & Sons, New York, (1989), pp. 265-270、および米国特許第2,676,182号明細書（ダウト（Daoudt）ら）、米国特許第3,627,851号明細書（ブレーディー（Brady））、米国特許第3,772,247号明細書（フラニガン（Flannigan））、および米国特許第5,248,739号明細書（シュミット（Schmidt）ら）に記載されている。他の例は、米国特許第5,082,706号明細書（タングニー（Tangney））に開示されている。上述の樹脂は一般に、溶媒中で製造される。米国特許第5,319,040号明細書（ウェングロヴィウス（Wengrovius）ら）、米国特許第5,302,685号明細書（ツムラ（Tsumura）ら）、および米国特許第4,935,484号明細書（ウルフグルーバー

10

20

30

40

50

(Wolfgubber)ら)に記載のように、乾燥または無溶剤のMQシリコーン粘着付与樹脂を製造することができる。

【0040】

特定のMQシリコーン粘着付与樹脂は、米国特許第3,627,851号明細書(ブレーディー(Bradley))および米国特許第3,772,247号明細書(フラニガン(Flannigan))に従って変更が加えられているように、米国特許第2,676,182号明細書(ダウト(Daudt)ら)に記載のシリカヒドロゾルキャッピング法によって製造することができる。変更が加えられた、ダウト(Daudt)らのプロセスは、ケイ酸ナトリウム溶液の濃度、および/またはケイ酸ナトリウムのケイ素対ナトリウム比、および/または中和されたケイ酸ナトリウム溶液をキャッピングする前の時間を、ダウト(Daudt)らにより開示されているよりも概して低い値に制限することを含む。
10 中和シリカヒドロゾルを、2-プロパノールなどのアルコールで安定化し、中和後にできる限り早く $R_3SiO_{1/2}$ シロキサン単位でキャッピングすることが好ましい。MQ樹脂上のケイ素結合ヒドロキシル基のレベルは、好ましくは約1.5wt%未満に、さらに好ましくは約1.2wt%を超えない量に、またさらに好ましくは約1.0wt%を超えない量に、最も好ましくは0.8wt%を超えない量に低減され得ることに留意することが重要である。これは、例えば、ヘキサメチルジシラザンをシリコーン粘着付与樹脂と反応させることによって達成される。かかる反応は、例えばトリフルオロ酢酸で触媒することができる。代替方法としては、トリメチルクロロシランまたはトリメチルシリルアセトアミドをシリコーン粘着付与樹脂と反応させることができ、触媒はこの場合には必要ない。
20

【0041】

MQDシリコーン粘着付与樹脂は、米国特許第2,736,721号明細書(デクスター(Dexter))において教示されているように、 $R'_3SiO_{1/2}$ 単位('M'単位)、 $SiO_{4/2}$ 単位('Q'単位)、および $R'_2SiO_{2/2}$ 単位('D'単位)を有するターポリマーである。MQDシリコーン粘着付与樹脂において、 $R'_2SiO_{2/2}$ 単位('D'単位)のメチル基の一部は、ビニル($CH_2=CH-$)基('D^Vi'単位)で置換することができる。

【0042】

MQTシリコーン粘着付与樹脂は、米国特許第5,110,890号明細書(バトラー(Butler))および特公平2-36234号公報に教示されているように、 $R'_3SiO_{1/2}$ 単位、 $SiO_{4/2}$ 単位および $R'SiO_{3/2}$ 単位('T'単位)を有するターポリマーである。
30

【0043】

適切なシリコーン粘着付与樹脂は、ミシガン州ミッドランドのダウコーニング社(Dow Corning, Midland, MI)、ニューヨーク州ウォーターフォードのジェネラル・エレクトリック・シリコーン社(General Electric Silicones, Waterford, NY)およびサウスカロライナ州ロックヒルのローディア・シリコーン社(Rhodia Silicones, Rock Hill, SC)などの製造業者から市販されている。特に有用なMQシリコーン粘着付与樹脂の例としては、商品名SR-545およびSR-1000として入手可能な樹脂が挙げられ、そのどちらもニューヨーク州ウォーターフォードのGEシリコーン社(GE Silicones, Waterford, NY)から市販されている。かかる樹脂は一般に、有機溶媒に溶解して供給されており、そのままで本発明の接着剤に用いることができる。2種類以上のシリコーン樹脂のブレンドもまた、本発明のポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーにおいて有用である。
40

【0044】

シリコーン粘着付与樹脂(MQ樹脂、MQT、およびMQDを含む)の必要とされる量によって、PSA組成物の剥離力および引き剥がし力の所望のレベルが決定されるだろう。剥離力、引き剥がし、およびせん断性能の所望のバランスを達成するために、粘着付与樹脂+ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの総質量部(つまり、質量による部
50

) が 100 部である (したがって、これらの質量部はパーセンテージで表される) 場合、好ましくは少なくとも約 55 質量部、さらに好ましくは少なくとも約 58 質量部の粘着付与樹脂が使用される。剥離力、引き剥がし、およびせん断性能の所望のバランスを達成するためには、粘着付与樹脂 + ポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの総質量部 (つまり、質量による部) が 100 部である (したがって、これらの質量部は、シリコーン粘着付与樹脂とポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーの質量に対するパーセンテージである) 場合、好ましくは少なくとも約 70 質量部を超えない、さらに好ましくは約 65 質量部を超えない粘着付与樹脂が使用される。

【 0045 】

有用なシリコーン粘着付与樹脂は、比較的高い M / Q 比および低いシラノール含有量の樹脂を含む。好ましくは、シリコーン粘着付与樹脂は、シリコーン粘着付与樹脂の総質量に対して、約 1.5 wt % 未満のシラノール (Si-OH) 含有量 (つまり、シラノールとしてのヒドロキシル含有量) を含む。10

【 0046 】

加工助剤

接着剤層の厚さ全体にわたってポリジオルガノシロキサンポリ尿素コポリマーおよびシリコーン粘着付与樹脂の一般に均一な分布を確実にするために、可塑剤などの加工助剤が有利に、本発明の溶剤型接着剤組成物 (有機溶媒からコーティングされる組成物) に添加される。上述のように、接着剤がフルオロシリコーン剥離ライナー上に配置され、かつエーテリングした場合、高濃度のシリコーン粘着付与樹脂は、引きはがし粘着力を増大するのに、かつ接着力の増大のレベルを制限するために有利に用いられる。しかしながら、55 wt % 以上の粘着付与樹脂濃度 (シリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンポリ尿素成分に対して) をかかる接着剤に使用し、剥離ライナーなどの適切な基材にその接着剤を溶媒から塗布した場合には、接着剤の空気界面とライナー界面との間に粘着性の著しい差が生じる。特に、空気界面は通常、剥離ライナーと接触する接着剤面よりも著しく高い粘着性を示す。接着剤のライナー面上の粘着性がこのように低下するのは、接着剤を乾燥させると生じるシリコーン粘着付与樹脂の濃度勾配が原因だと考えられ、接着剤の空気界面の粘着付与樹脂は欠乏し、接着剤のライナー面の粘着付与樹脂は豊富である。PSA のライナー面上のシリコーン粘着付与樹脂濃度の増加、その結果としての粘着性の低下は、接着剤組成物中に可塑剤などの混和性加工助剤を用いることによって最小限に抑えるか、または無くすことができる。剪断保持力はかかる加工助剤を使用することで低減されるが、驚くべきことに、それらによって、粘着性、引きはがし粘着力、および剪断保持力の優れたバランスが得られる。20

【 0047 】

一時的、永久的、またはその組み合わせであり得る適切な加工助剤は、一般に、感圧接着剤の成分、特にシリコーン粘着付与樹脂およびポリジオルガノシロキサンと混和性があり (つまり、一般に透明な混合物を形成する)、かつ接着剤の性能に悪影響を及ぼさない加工助剤である。通常、かかる加工助剤としては、ヘテロ原子等の官能基を持つ、または持たない炭化水素、グリコールエーテル、エステル、アルコール、エステルアルコール、ケトン、アミン、および有機置換シリコーンオイルが挙げられる。例としては、アルカン、アルケン、アクリレート、エステル、オイル (例えば、芳香族油、鉱油、ナフテン系オイル)、およびオルガノシロキサンが挙げられる。所望の場合には、かかる加工助剤の様々な組み合わせを用いることができる。実施例のセクションにかかる加工助剤の特に好ましい例を示す。30

【 0048 】

当業者であれば、以下の試験を実施することによって、特定の分子、オリゴマー、またはオイルがシリコーンポリ尿素ベースの接着剤に適した加工助剤かどうかを容易に決定することができる。シリコーンポリ尿素エラストマー固体 40 部および M Q 樹脂 S R 545 固体 60 部を含有する溶剤型シリコーンポリ尿素接着剤組成物に、接着剤固体 100 部当たり加工助剤 1.5 部を添加し、フルオロシリコーン剥離ライナー上にその接着剤をコ-

5020304050

ティングし、70°で10分間乾燥させて、フィルムバッキングにこれを積層してテープを形成し、剥離ライナーを除去し、実施例のセクションに記載のプローブ粘着性試験(Probe Tack Test)によって、同じ手段により処理された親(parent)接着剤組成物と暴露された接着剤の粘着性を比較する。本発明での使用に適した加工助剤は、加工助剤なしで製造された親接着剤組成物の粘着性を少なくとも10%超える粘着性の向上を提供する。

【0049】

加工助剤は一時的(つまり、揮発性)または永久的であり得る。特定のアルカンは一時的であるのに対して、特定のアルケン、アクリレート、エステル、オイル(例えば、芳香族油、鉱油、ナフテン系オイル)およびオルガノシロキサンは永久的である。一時的という用語は、溶媒からコーティングし、溶媒を除去した後に、加工助剤が接着剤組成物中に実質上残らないことを意味する。永久的という用語は、溶媒からコーティングし、溶媒を除去した後に、加工助剤の一部またはすべてが接着剤組成物中に残ることを意味する。かかる永久的な加工助剤は、本明細書において可塑剤と呼ばれる。

10

【0050】

上述の加工助剤の種類の他に、配合物において異なる機能を満たすために使用される材料もまた、加工助剤、通常可塑剤として機能を果たすことができる。これらの例としては、酸化防止剤、静菌剤、紫外線安定剤、および吸収剤、例えばヒンダードアミン光安定剤(HALS)のようなものが挙げられる。かかる可塑剤の好ましい例としては、チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社(Ciba Specialty Chemicals)から市販のTINUVIN 328、TINUVIN 292、TINUVIN 765、TINUVIN 123、CGL-139、およびIRGANOX 1076、ならびにサイテック・インダストリーズ社(Cytel Industries, Inc.)から市販のCYASORB UV-3581およびCYASORB UV-531が挙げられる。

20

【0051】

1種または複数種の加工助剤(好ましくは、永久的な加工助剤、つまり可塑剤)を本発明の感圧接着剤に使用することができる。好ましくは、加工助剤の総量は最初に、感圧接着剤組成物の総質量に対して、少なくとも約0.5wt%、さらに好ましくは少なくとも約1wt%の量で存在する。好ましくは、加工助剤の総量は最初に、感圧接着剤組成物の総質量に対して、約10wt%を超えない量、さらに好ましくは少なくとも約6wt%を超えない量、最も好ましくは約5wt%を超えない量で存在する。

30

【0052】

他の任意の添加剤

本発明の感圧接着剤は、所望の特性を得るために他の添加剤を含み得る。例えば、染料または顔料を着色材として添加することが可能であり；導電性および/または熱伝導性化合物を添加して、接着剤を導電性および/または熱伝導性または帯電防止性にすることが可能であり；酸化防止剤および静菌剤を添加してもよく；ヒンダードアミン光安定剤(HALS)などの紫外線安定剤および吸収剤を添加して、紫外線分解に対してPSAを安定化すること、および物品を通る特定の紫外線波長をブロックすることができる。他の添加剤としては、定着剤、充填剤、粘着向上剤(tack enhancer)、ガラスもしくはセラミック微泡、発泡および非発泡ポリマー微小球、発泡剤、ポリマー、および他の特性改質剤、例えば粘土、難燃剤、および相溶化剤が挙げられる。これらの添加剤は、ポリジオルガノシロキサンポリ尿素接着剤組成物の総質量に対して、約0.05wt%～約2.5wt%の量で、様々な組み合わせで使用することができる。

40

【0053】

接着物品の製造および使用

溶液コーティング、溶液吹付、ホットメルトコーティング、押し出し成形、同時押し出し成形、貼合せ法、模様塗り等を含む広範な方法によって、この接着剤組成物を適切な剥離ライナーまたはテープバッキングに塗布し、接着積層物を製造することができる。通常、それは、フルオロシリコーン剥離材料でコーティングされたポリエチレンテレフタレートな

50

どの基材（米国特許第5,082,706号に開示されているもの、およびイリノイ州ベッドフォードパークのロパレックス社（Loparex, Inc., Bedford Park, IL）から市販のものなど）に塗布され、接着剤／剥離ライナー積層物が形成される。そのライナーは、接着剤表面上に微細構造を形成するように接着剤に付与される、その表面上に微細構造を有し得る。二軸延伸ポリエチレンまたは高密度ポリエチレンなどの所望の基材の少なくとも1つの面に、接着トランスクーパーテープを適用し、例えば積層して、接着テープを形成することができる。基材、例えばバッキングフィルムまたはフォーム基材の一方の面のみに積層した場合、片面テープを製造することができる。基材、例えばフィルムまたはフォームの両面に積層した場合には、両面テープを製造することができる。さらに、両面テープの場合には、テープはその面上に化学的または流動学的に同じまたは異なる接着剤を有することができ、例えば一方の接着剤は感圧接着剤であり、他方は熱活性化接着剤であることができ、あるいは一方の接着剤がシリコーンベースであり、他方がアクリルベースである。

【0054】

本発明の接着物品に使用するのに適したバッキングには、広範囲の基材材料が含まれ、例としては、ポリマーフィルム、例えばポリイミド、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート（PET）、二軸延伸ポリプロピレン（BOPP）、およびメタロセン重合ポリ（-オレフィン）コポリマー、フォーム、布、紙、処理紙、スクリム織物および不織スクリム、網、メッシュ等が挙げられる。

【0055】

本発明の接着物品は、プライマー、バリアコーティング、金属および／または反射層、タイ層（tie layer）、およびその組み合わせなど、追加の層を含有し得るテープまたはシートである。層（1つまたは複数）の下塗は、化学的または機械的下塗などの下塗段階を含み得る。有用な化学的プライマーの例は、アクリロニトリルブタジエンゴム、エポキシ樹脂、およびポリアミド樹脂の溶媒溶液である。他の適切な化学的プライマーは、これと共に同じ日付でファイルされた米国特許出願番号_____（代理人整理番号56008US002）に記載されている。

【0056】

本発明の接着物品は、打抜き、物品の発泡、例えば金型内発泡を生じさせるための加熱段階等の後処理段階にかけることが可能である。

【0057】

本発明の目的および利点は以下の実施例によってさらに説明されるが、これらの実施例に記載の特定の材料およびその量、ならびに他の条件および詳細は、本発明によって過度に制限されるものではない。テープの製造および実施例に示されるすべての量は、別段の指定がない限り質量による。

【実施例】

【0058】

これらの実施例は単に、例示的な目的のために示されるものであり、添付の特許請求の範囲に限定することを意味するものではない。実施例および明細書の残りの部分におけるすべての部、パーセンテージ、比等は、別段の指定がない限り質量による。

【0059】

10

20

30

40

【表1】

略称の表

商品名または他の略称	説明
DYTEK A	デラウェア州ウィルミントンのデュポン社 (DuPont, Wilmington, DE) から市販されている2-メチル-1,5-ジアミノペンタン
メタ-TMXDI (「m-TMXDI」とも呼ばれる)	ニュージャージー州ウェストパターソンのサイテック・インダストリーズ社 (Cytec Industries Inc, West Paterson, NJ) から市販のベンゼン, 1,3-ビス(1-イソシアナト-1-メチルエチル)
DESMODUR W H12MDI (「H-MDI」とも呼ばれる)	ペンシルバニア州ピッツバーグのバイエル社 (Bayer, Pittsburgh, PA) から市販されているメチレジシクロヘキシレン-4,4'-ジイソシアネート
PET	厚さ38マイクロメートルを有する、ポリエチレンテレフタレートの、アミノ化ポリブタジエン下塗フィルム
PDMS ジアミン 33,000	米国特許第5,461,134号の実施例2に記載のように製造された、分子量約33,000のポリジメチルシロキサンジアミン
PDMS ジアミン 22,000	米国特許第5,461,134号の実施例2に記載のように製造された、分子量約22,000のポリジメチルシロキサンジアミン
PDMS ジアミン 65,000	米国特許第5,461,134号の実施例2に記載のように製造された、分子量約65,000のポリジメチルシロキサンジアミン
PDMS ジアミン 10,000	米国特許第5,461,134号の実施例2に記載のように製造された、分子量約10,000のポリジメチルシロキサンジアミン
PDMS ジアミン 6,400	米国特許第5,461,134号の実施例2に記載のように製造された、分子量約6,400のポリジメチルシロキサンジアミン
SR-545	ニューヨーク州ウォーターフォードのGEシリコーン社 (GE Silicones, Waterford, NY) から商品名SR-545で市販されている、トルエン中のMQ樹脂の固体60%溶液
SR-1000	ニューヨーク州ウォーターフォードのGEシリコーン社 (GE Silicones, Waterford, NY) から商品名SR-1000で市販されている、MQ樹脂(固体100%)

10

20

30

【表 2】

商品名または他の略称	説明
MQ 樹脂 1	M、Q、およびT ^{OH} 構造ユニットからなり、1.2のM/Q比、SiOH含有率0.7%、Mn = 2730 およびMw = 4410、キシレン中で固体62.4重量%を有する、MQシリコーン樹脂であり、これと共に同じ日付でファイルされた米国特許出願番号_____（代理人整理番号55468US002）において「MQ樹脂F」と呼ばれ、それに記載の方法に従って特徴付けられている。
鉱油	ミズーリ州ブルックフィールドのメディケイ・ラボラトリーズ社(MediKay Laboratories in Brookfield, MO)から市販の重鉱油、ラキサティブ(laxative)グレード
PLASTHALL D10DD	イリノイ州シカゴのC.P.ホール社(C.P. Hall Co., Chicago, IL)から市販のジイソオクチルドデカンジオエート
BENZOFLEX 9-88	イリノイ州ローズモントのヴェルシコール・ケミカル社(Velsicol Chemical Corporation, Rosemont, IL)から市販のジプロピレングリコールジベンゾエート
Santicizer 141	カリフォルニア州ラグナーヒルズのソルーシア社(Solutia, Laguna Hills, CA)から市販の2-エチルヘキシリジフェニルホスフェート
Kaydol 油	ペンシルベニア州ペトロリアのCK Witco Corporation, Petrolia, PA)から市販のUSP鉱油
Ageflex FA 12	ニュージャージー州オールドブリッジのCPSケミカルズ社(CPS Chemicals, Old Bridge, NJ)から市販のラウリルアクリレート
Santicizer (97)	カリフォルニア州ラグナーヒルズのソルーシア社(Solutia, Laguna Hills, CA)から市販のアジピン酸ビス(2-エチルヘキシリ)
IPM	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社(Aldrich Chemical, Milwaukee, WI)から市販のミリスチン酸イソプロピル
デカン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社(Aldrich Chemical, Milwaukee, WI)から市販のn-アルカン
ドデカン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社(Aldrich Chemical, Milwaukee, WI)から市販のn-アルカン
テトラデカン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社(Aldrich Chemical, Milwaukee, WI)から市販のn-アルカン

【表3】

商品名または他の略称	説明
ヘキサデカン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社 (Aldrich Chemical, Milwaukee, WI) から市販の n-アルカン
EXXSOL D80	テキサス州ヒューストンのエクソン社 (Exxon Co., Houston, TX) から市販の脱芳香族化脂肪族溶媒
EXXSOL D110	テキサス州ヒューストンのエクソン社 (Exxon Co., Houston, TX) から市販の脱芳香族化脂肪族溶媒
EXXSOL D130	テキサス州ヒューストンのエクソン社 (Exxon Co., Houston, TX) から市販の脱芳香族化脂肪族溶媒
オクタデセン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社 (Aldrich Chemical, Milwaukee, WI) から市販の 1-アルケン
トリブチリン	ウィスコンシン州ミルウォーキーのアルドリッヂ・ケミカル社 (Aldrich Chemical, Milwaukee, WI) から市販のグリセリンと酪酸とのトリエステル
トリカプリリン	スイス、ブーフスのフルカ社 (Fluka Chemika, Buchs, Switzerland) から市販のグリセリンとオクタン酸とのトリエステル
CITROFLEX A-4	ノースカロライナ州グリーンズボロのモルフレックス社 (Morflex Inc., Greensboro, NC) から市販のクエン酸アセチルトリブチル
CITROFLEX B-6	ノースカロライナ州グリーンズボロのモルフレックス社 (Morflex Inc., Greensboro, NC) から市販のクエン酸ブチリルトリヘキシル
TELLURA 315A	テキサス州ヒューストンのエクソン社 (Exxon Co., Houston, TX) から市販のナフテン系プロセス油
TELLURA 415A	テキサス州ヒューストンのエクソン社 (Exxon Co., Houston, TX) から市販のナフテン系抽出口セス油
BRITOL	ペンシルバニア州ペトロリアの CK ウィトコ社 (CK Witco Corporation, Petrolia, PA) から市販の USP 鉱油
DC 200	ミシガン州ミッドランドのダウ・コーニング社から市販の 10 センチストークの粘度を有するトリメチルシリル末端ポリジメチルシリコキサンの液体
Silicate Cluster 102	コネチカット州スタムフォードのオリン・ケミカルズ社 (Olin Chemicals, Stamford, CT) から市販のトリス(トリ-s-ブトキシリコキシ)メチルシラン

10

20

30

40

【表4】

商品名または他の略称	説明
D10HEX	以下の有機置換シロキサンのセクションを参照
D10DEC	以下の有機置換シロキサンのセクションを参照
D30HEX	以下の有機置換シロキサンのセクションを参照
D2DEC	以下の有機置換シロキサンのセクションを参照
D2TET	以下の有機置換シロキサンのセクションを参照
TINUVIN 328	ニューヨーク州タリータウンのチバ・スペシャルティ・ケミカルズ (Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY) から市販の紫外線 吸収剤
TINUVIN 292	ニューヨーク州タリータウンのチバ・スペシャルティ・ケミカルズ (Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY) から市販のヒンダ ードアミン光安定剤
IRGANOX 1076	ニューヨーク州タリータウンのチバ・スペシャルティ・ケミカルズ (Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY) から市販の酸化防 止剤

【0060】

有機置換シロキサン

いくつかの有機置換シロキサンポリマーは、ヒドロシリル化により 1 - アルケンをシリコーン水酸化物官能性シロキサンと反応させることによって製造した。用いられたシリコーン水酸化物官能性シロキサンは、ジメチルシロキサン (D) およびメチル水素シロキサン (D^H) 構造単位、およびテトラメチルジシロキサン (T M D S) で構成されるトリメチルシリル (M) 末端シリコーンコポリマーからなる。一般的な製造手順は、シロキサン中に存在する水酸化ケイ素に対して 50 モル% 過剰量の 1 - アルケンをバイアルに計量し、ジビニルテトラメチルジシロキサンとの複合体として Pt 50 ppm をそれに添加することからなる。バイアルを氷浴中に入れ、シリコーン水酸化物官能性シロキサンを一滴ずつ添加し、温度を 40 ~ 50 に維持した。反応の完了は、IR 分光法により水酸化ケイ素のバンドの消失によって確認した。0.2 mmHg の圧力下にて 70 で 24 時間、揮発分を除去することによって、得られた有機置換シロキサンから余分な 1 - アルケンを除去した。表 A に示される量を用いて、以下の材料を製造した。

【0061】

10

20

30

40

【表5】

表A

加工助剤	シロキサン	1-アルケン
D10HEX	MD _{5.8} D ^H _{5.0} M 10.19 部	1-ヘキセン 7.21 部
D10DEC	MD _{5.8} D ^H _{5.0} M 8.40 部	1-デセン 9.90 部
D30HEX	MD ₁₅ D ^H ₁₅ M 9.49 部	1-ヘキセン 8.26 部
D2DEC	TMDS 9.95 部	1-デセン 33.66 部
D2TET	TMDS 7.46 部	1-テトラデセン 35.35 部

10

【0062】

試験法

180度引きはがし粘着力

この引きはがし粘着力試験は、ASTM D 3330-90に記載の試験法と同様であるが、その試験に記載のステンレス鋼の代わりにガラス基材または高密度ポリエチレン(HDPE)基材を使用する。HDPE基材を使用した場合、試験データは、「HDPEからの180度剥離」と示される。

20

【0063】

PETフィルム上の接着剤コーティングを1.27cm×20cmのストリップに切断した。次いで、ストリップ上を通過する2kgのローラーを用いて、10cm×20cmの清潔な、溶媒で洗浄されたガラス試験片またはHDPEパネルに、各ストリップを接着した。結合アセンブリーを、室温で約1分間一時停止し、IMASSスリップ/剥離試験機(3M90モデル、オハイオ州ストロングズヴィルのインスツルメンターズ社(Instructionors Inc., Strongsville, OH)から市販されている)を使用して、速度2.3m/分(90インチ/分)にて、2つの第2データの収集時間にわたり、180度引きはがし粘着力について試験した。2つの試料を試験し；報告される引きはがし粘着力値は、2つの試料それぞれからの引きはがし粘着力値の平均である(HDPEに対する3つの試料)。

30

【0064】

室温および高温剪断強さ

この剪断強さ試験は、ASTM D 3654-88に記載の試験法と同様である。

【0065】

PETフィルム上の接着剤コーティングを1.27cm(0.5インチ)×15cm(6インチ)のストリップに切断した。次いで、各ストリップの1.27cm×1.27cm部分がパネルとしっかりと接触し、テープの一方の末端部分が自由な状態であるよう、各ストリップをステンレス鋼パネルに接着した。被覆ストリップの自由な末端から吊り下げ重りとして1kgの力をかけることによってテンションがかけられる、伸ばされたテープの自由な端と、パネルが178度の角度をなすように、被覆ストリップが付けられたパネルをラックに保持した。試験されるテープの保持力をさらに正確に決定しようと試みて、180度より2度低い角度を用いて、剥離力を打ち消し、このため剪断強さ力(shear strength force)のみが確実に測定された。各テープ例が試験パネルから分離されるのに経過した時間を剪断強さとして記録した。本明細書で報告されるすべての剪断強さ破壊(接着剤が10,000分未満で破損した場合)は、接着剤の凝集破壊であった。接着剤が早い時点で破壊しない限り(記載のように)、各試験は10,0

40

50

00分で終了した。高温剪断強さ試験(70)については、吊り下げ重り1kgを付ける前に、被覆ストリップが付けられたパネルを、荷重なしで70のオーブンに10分間入れた。

【0066】

指による粘着性試験(Finger Tack Test)

被覆接着剤層の粘着性は、指で接着剤に触れ、粘着性を0~3スケール、0=粘着性なし、3=非常に粘着性である、にランク付けすることによって推定した。

【0067】

プローブによる粘着性試験(Probe Tack Test)

プローブ粘着性試験は、ニューヨーク州アミティービルL.I.のテスティング・マシンズ社(Testing Machines Inc., Amityville L.I., New York)製のPOLYKENプローブ粘着性試験機(POLYKEN Probe Tack Tester)で行った。ASTM試験法D 2979-95に記載のように、PSAテープを20gの環状リングに付け、1cm/秒の速度で除去する前に、直径5ミリメートルのステンレス鋼プローブを露出したPSAテープと1秒間接触させることによって、粘着性試験を行った。各テープの5つの試料を試験した;報告される粘着力値(g)は、5つの試料のそれからの粘着力値の平均である。各試験の間に、メチルエチルケトンをたっぷり含ませた綿が先端に付いた綿棒で粘着プローブをきれいにした。

【0068】

実施例1~15および比較例C1

PDMSSジアミン33,000 11.77部と、トルエン中のSR-545の60%溶液30.00部と、DYTEK A0.04部と、を反応器に入れた。トルエン(37.00部)および2-プロパノール(21.00部)を添加して、固体含有率30%にした。その溶液を室温で攪拌し、H-MDI0.19部を添加し、得られた混合物を2時間攪拌して、エラストマーとSR-545(粘着付与樹脂)との質量比が40:60であるPSA溶液が得られた。表1に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70で10分間乾燥させた。その結果得られたPSAコーティングをPETフィルム上に積層し、テープを形成した。180度剥離力、高温剪断強さ、指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表1に示す。

【0069】

【表6】

表1

実施例	加工助剤の種類	加工助剤の レベル(重量%)	180° 剥離 (N/dm)	70°C剪断 (分)	指による 粘着性
1	鉛油	1	57.1	10,000	1
2	鉛油	2	70.9	10,000	2
3	PLASTHALL D10D	2	51.9	3,860	2
4	PLASTHALL D10D	4	51.4	2,300	3
5	BENZOFLEX 9-88	1	77.9	10,000	1
6	BENZOFLEX 9-88	2	50.5	10,000	2
7	BENZOFLEX 9-88	3	NR*	5,140	3
8	Kaydol オイル	1	60.8	10,000	1
9	Kaydol オイル	3	61.8	4,130	2
10	Ageflex FA12	3	57.8	10,000	1
11	Ageflex FA12	5	62.4	2,180	2
12	Santicizer (97)	3	62.8	5,320	1
13	Santicizer (97)	5	57.1	2,390	2
14	IPM	3	76.6	10,000	2
15	IPM	5	72.2	10,000	3
C1	なし	0	61.7	10,000	0

* 試験はこの試料で行わなかった。

【0070】

実施例16～19および比較例C2

P D M S ジアミン 22,000 13.23部と、トルエン中の S R - 545 の 60% 溶液 27.50 部と、D Y T E K A 0.03 部と、を反応器に入れた。トルエン (38.00 部) および 2 - プロパノール (21.00 部) を添加して、固体含有率 30% にした。その溶液を室温で攪拌し、H - M D I 0.24 部を添加し、得られた混合物を 2 時間攪拌して、エラストマーと S R - 545 (粘着付与樹脂)との質量比 45 : 55 を有する P S A 溶液が得られた。表 2 に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70°で 10 分間乾燥させた。その結果得られた P S A コーティングを P E T フィルム上に積層し、テープを形成した。180 度剥離力、室温剪断強さ、指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表 2 に示す。

【0071】

10

20

30

40

【表7】

表2

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180° 剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性
16	鉱油	1	58.6	10,000	2
17	鉱油	3	49.2	10,000	3
18	IPM	3	54.5	10,000	2
19	IPM	5	43.1	10,000	3
C2	なし	0	62.6	10,000	1

10

【0072】

実施例20～23および比較例C3

P D M S ジアミン 22,000 11.76部と、トルエン中の S R - 545 の 60% 溶液 30.00 部と、D Y T E K A 0.03 部と、を反応器に入れた。トルエン (37.00 部) および 2 - プロパノール (21.00 部) を添加して、固体含有率 30% にした。その溶液を室温で攪拌し、H - M D I 0.21 部を添加し、得られた混合物を 2 時間攪拌して、エラストマーと S R - 545 (粘着付与樹脂)との質量比 40 : 60 を有する P S A 溶液が得られた。表3に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70 で 10 分間乾燥させた。その結果得られた P S A コーティングを P E T フィルム上に積層し、テープを形成した。180 度剥離力、室温剪断強さ、指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表3に示す。

20

【0073】

【表8】

30

表3

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180° 剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性
20	鉱油	1	61.7	10,000	1
21	鉱油	3	53.4	10,000	2
22	IPM	3	49.0	10,000	2
23	IPM	5	47.3	10,000	3
C3	なし	0	60.2	10,000	0

40

【0074】

実施例24～27および比較例C4

P D M S ジアミン 65,000 13.33 部と、トルエン中の S R - 545 の 60%

50

溶液 27.50 部と、DYTEK A0.04 部と、を反応器に入れた。トルエン(38.00 部)および 2-プロパノール(21.00 部)を添加して、固体含有率 30% にした。その溶液を室温で攪拌し、H-MDI0.13 部を添加し、得られた混合物を 2 時間攪拌して、エラストマーと SR-545(粘着付与樹脂)との質量比 45:55 を有する PSA 溶液が得られた。表 4 に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70°で 10 分間乾燥させた。その結果得られた PSA コーティングを PET フィルム上に積層し、テープを形成した。180 度剥離力、室温剪断強さ、指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表 4 に示す。

【0075】

【表 9】

10

表 4

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180° 剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性
24	鉛油	1	52.7	9,000	2
25	鉛油	3	65.9	1,500	3
26	IPM	3	75.9	2,000	2
27	IPM	5	74.6	1,200	3
C4	なし	0	68.0	10,000	1

20

【0076】

実施例 28 ~ 31 および比較例 C5

30

PDMSSジアミン 22,000 11.85 部と、トルエン中の SR-545 の 60% 溶液 30.00 部と、DYTEK A0.03 部と、を反応器に入れた。トルエン(37.00 部)および 2-プロパノール(21.00 部)を添加して、固体含有率 30% にした。その溶液を室温で攪拌し、H-MDI0.12 部を添加し、得られた混合物を 2 時間攪拌して、エラストマーと SR-545(粘着付与樹脂)との質量比 40:60 を有する PSA 溶液が得られた。表 5 に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70°で 10 分間乾燥させた。その結果得られた PSA コーティングを PET フィルム上に積層し、テープを形成した。180 度剥離力、室温剪断強さ、および指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表 5 に示す。

【0077】

40

【表10】

表5

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180° 剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性
28	鉛油	1	64.5	10,000	1
29	鉛油	3	75.0	3,000	2
30	IPM	3	60.0	10,000	2
31	IPM	5	72.6	6,000	3
C5	なし	0	66.5	10,000	0

10

【0078】

実施例32

P D M S ジアミン 6 , 4 0 0 75 wt% と P D M S ジアミン 3 3 , 0 0 0 25 wt% のブレンド 11 . 11 部と、トルエン中の S R - 5 4 5 の 6 0 % 溶液 3 0 . 0 0 部と、D Y T E K A 0 . 0 3 部と、を反応器に入れた。トルエン (3 7 . 0 0 部) および 2 - プロパノール (2 1 . 0 0 部) を添加して、固体含有率 3 0 % にした。その溶液を室温で攪拌し、H - M D I 0 . 7 3 部を添加し、得られた混合物を 2 時間攪拌して、エラストマーと S R - 5 4 5 (粘着付与樹脂) との質量比 4 0 : 6 0 を有する P S A 溶液が得られた。表 6 に示す量で加工助剤をこの溶液に添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70 °C で 10 分間乾燥させた。その結果得られた P S A コーティングを P E T フィルム上に積層し、テープを形成した。180 度剥離力、高温剪断強さ、および指による粘着性についてテープを試験した。これらのデータを表 6 に示す。

20

【0079】

【表11】

30

表6

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180° 剥離(N/dm)	70°Cでの剪断(分)	指による粘着性
32	Santicizer (97)	5	48.4	10,000	2

40

【0080】

実施例33～34および比較例C6

P D M S ジアミン 3 3 , 0 0 0 11 . 8 4 部と、キシレン中の M Q 樹脂 1 の 6 2 . 4 % 溶液 3 0 . 0 0 部と、D Y T E K A 0 . 0 2 部と、を反応器に入れた。トルエン (3 7 . 0 0 部) および 2 - プロパノール (2 1 . 0 0 部) を添加して、固体含有率 3 0 % にした。その溶液を室温で攪拌し、H - M D I 0 . 1 4 部を添加し、得られた混合物を 2 時

50

間攪拌して、エラストマーとMQ樹脂1（粘着付与樹脂）との質量比40：60を有するPSA溶液が得られた。表7に示す量でこの溶液に加工助剤を添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70°で10分間乾燥させた。その結果得られたPSAコーティングをPETフィルム上に積層し、テープを形成した。180度剥離力、高温剪断強さ、および指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表7に示す。

【0081】

【表12】

10

表7

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180°剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性
33	IPM	3	79.2	10,000	2
34	IPM	5	66.1	2100	3
C6	なし	0	5.7	10,000	0

20

【0082】

実施例35～36および比較例C7

PDMSSジアミン33,000 11.77部と、キシレン中のMQ樹脂1の62.4%溶液30.00部と、DYTEKA0.04部と、を反応器に入れた。トルエン(37.00部)および2-プロパノール(21.00部)を添加して、固体含有率30%にした。その溶液を室温で攪拌し、H-MDI0.19部を添加し、得られた混合物を2時間攪拌して、エラストマーとMQ樹脂1（粘着付与樹脂）との質量比40：60を有するPSA溶液が得られた。表8に示す量でこの溶液に加工助剤を添加した。得られた溶液を剥離ライナー上に溶剤コーティングし、70°で10分間乾燥させた。その結果得られたPSAコーティングをPETフィルム上に積層し、テープを形成した。180度剥離力、高温剪断強さ、および指による粘着性についてこれらのテープを試験した。これらのデータを表8に示す。

30

【0083】

【表13】

表8

実施例	加工助剤の種類	加工助剤のレベル(重量%)	180°剥離(N/dm)	室温剪断(分)	指による粘着性	70°Cでの剪断(分)
35	IPM	3	74.8	10,000	2	10,000
36	IPM	5	91.5	10,000	3	9,000
C7	なし	0	77.0	10,000	0	10,000

40

50

【0084】

実施例37～56および比較例C8～C10

機械攪拌機、還流冷却器および窒素雰囲気を備えた反応器に、P D M S ジアミン33, 000 98部、D Y T E K A 0 . 35部、トルエン209.7部および2-プロパノール89.9部を入れた。その反応器を110℃に30分間加熱し、80℃に冷却し、反応器の温度が50℃に達するまで窒素ガス流で反応器のヘッドスペースをバージ(sweeping)することによってガス抜きした。反応器を50℃に維持し、H-MDI1.48部を反応器に添加し、その混合物を2時間攪拌した。H-MDI0.039部をさらに添加して、固体25%のエラストマー溶液を生成した。シリコーンポリ尿素PSAは、このエラストマー50.8部、キシレン中で固体62.4%のMQ樹脂131.5部、トルエン77.4部および2-プロパノール1.43部を合わせて、混合することによって製造した。表9に示すようにシリコーンポリ尿素PSA固体100部当たり加工助剤1.5部の濃度で、このPSA溶液に様々な加工助剤を添加した。押込空気オーブン内で70℃にて10分間乾燥させた後、約0.05mmの乾燥PSAコート厚を得るのに適切な厚さで、得られたPSA溶液を剥離ライナー上にナイフコーティングした。乾燥PSAフィルムをPETに積層し、粘着性および剥離試験を行う前に、周囲条件で2日間エージングした。各テープの第2試料を70℃で1週間エージングし、続いて上述のように高温剪断について試験した。HDP-Eに対する剥離試験を上述のように行った。粘着性、剥離および剪断の結果を表9に示す。

【0085】

【表14】

表9

実施例	加工助剤	プローブ粘着性 (g)	HDPE からの 180° 剥離 (N/dm)	70°Cでの剪断 (分)
C8	なし	6	0.9	10,000
C9	デカン	15	1.1	9,337
C10	ドデカン	5	0.9	9,323
37	テトラデカン	114	4.2	9,365
38	ヘキサデカン	436	79.2	8,611
39	Exxsol D80	34	1.1	10,000
40	Exxsol D110	126	15.7	10,000
41	Exxsol D130	289	75.9	9,365
42	オクタデセン	336	82.7	10,000
43	トリブチリン	123	73.5	8,414
44	トリカブリリン	133	49	2,593
45	Citroflex A-4	106	63	3,869
46	Citroflex B-6	126	78.3	5,436
47	Tellura 315A	159	71.5	7,070
48	Tellura 415A	223	77.2	10,000
49	Britol	210	94.9	6,403
50	DC 200	51	2.2	8,280
51	D10HEX	54	試験せず	試験せず
52	D10DEC	45	試験せず	試験せず
53	D30HEX	43	試験せず	試験せず
54	D2DEC	328	68	3,887
55	D2TET	297	93.2*	1,992
56	Silicate Cluster 102	82	0.7	6,894

* PSAの凝集的分断 (cohesive split)

10

20

30

40

【0086】

実施例57～59および比較例C11

機械攪拌機、還流冷却器および窒素雰囲気を備えた反応器に、P D M S ジアミン 33 , 0 0 0 9 8 部、D Y T E K A 0 . 3 5 部、トルエン 2 0 9 . 7 部および 2 - プロパンオール 8 9 . 9 部を入れた。その反応器を 1 1 0 に 3 0 分間加熱し、8 0 に冷却し、反応器の温度が 5 0 に達するまで窒素ガス流で反応器のヘッドスペースをバージすることによってガス抜きした。反応器を 5 0 に維持し、H - M D I 1 . 4 8 部を反応器に添加し、その混合物を 2 時間攪拌した。H - M D I 0 . 0 3 9 部をさらに添加して、固体 2 5 % のエラストマー溶液を生成した。シリコーンポリ尿素 P S A は、このエラストマー 5 0 . 8 部、キシレン中で固体 6 2 . 4 % の M Q 樹脂 1 3 1 . 5 部、トルエン 7 7 . 4 部お

50

より 2 - プロパノール 1 . 4 3 部を合わせて、混合することによって製造した。表 10 に示すように、シリコーンポリ尿素 P S A 固体 1 0 0 部当たり加工助剤 1 . 5 部の濃度で、この P S A 溶液に様々な加工助剤を添加した。押込空気オーブン内で 7 0 °C にて 1 0 分間乾燥させた後、約 0 . 0 5 mm の乾燥 P S A コート厚を得るのに適切な厚さで、得られた P S A 溶液を剥離ライナー上にナイフコーティングした。乾燥 P S A フィルムを P E T に積層し、粘着性および剥離試験を行う前に、周囲条件で 2 日間エージングした。各テープの第 2 試料を 7 0 °C で 1 週間エージングし、続いて粘着性および剥離について試験した。H D P E に対する剥離試験を上述のように行った。粘着性および剥離の結果を表 10 に示す。

【 0 0 8 7 】

【 表 15 】

10

表 10

実施例	加工助剤	初期の プローブ 粘着性 (g)	HDPE から の初期の 180° 剥離 (N/dm)	70°C で 7 日間 エージング した後の プローブ粘着性 (g)	70°C で 7 日間 エージング した後の HDPE からの 初期の 180° 剥離 (N/dm)
C11	なし	9	1.8	105	9.2
57	TINUVIN 328	299	65.6	419	65.0
58	TINUVIN 292	200	75.9	420	63.5
59	IRGANOX 1076	267	80.3	530	67.8

20

【 0 0 8 8 】

本明細書に記載の特許、特許文書、および出版物は、あたかもそれぞれが個々に組み込まれるように、その開示内容全体が参照により組み込まれる。本発明の範囲および精神から逸脱することなく、本発明に様々な修正および変更を加えることができることは、当業者には明らかであるだろう。本発明は、本明細書に示される実例となる実施形態および実施例によって過度に制限されることを意図するものではなく、かかる実施例および実施形態は、以下のように本明細書で示される特許請求の範囲によってのみ制限されることは意図される本発明の範囲で、単なる一例として示されるものであることは理解すべきである。

40

フロントページの続き

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(72)発明者 シャーマン, オードリー エー.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

(72)発明者 メランコン, カート シー.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

(72)発明者 クレマー, アンソニー エム.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

審査官 松原 宜史

(56)参考文献 特表平11-504370 (JP, A)

特表2001-525445 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09J 1/00-201/10