

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-512952

(P2012-512952A)

(43) 公表日 平成24年6月7日(2012.6.7)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C09J 7/02 (2006.01)	C09J 7/02	Z 4 J 0 0 4
C09J 133/04 (2006.01)	C09J 133/04	4 J 0 4 0
C09J 121/00 (2006.01)	C09J 121/00	
C09J 153/02 (2006.01)	C09J 153/02	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2011-542461 (P2011-542461)	(71) 出願人	505005049 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー
(86) (22) 出願日	平成21年12月18日 (2009.12.18)		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
(85) 翻訳文提出日	平成23年8月2日 (2011.8.2)	(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(86) 國際出願番号	PCT/US2009/068632	(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敏
(87) 國際公開番号	W02010/080567	(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(87) 國際公開日	平成22年7月15日 (2010.7.15)	(74) 代理人	100111903 弁理士 永坂 友康
(31) 優先権主張番号	61/139,009		
(32) 優先日	平成20年12月19日 (2008.12.19)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】接着剤物品の製造方法

(57) 【要約】

本出願は、接着剤物品の製造方法を目的とする。本方法は、感圧性接着剤を含む第1の押出可能な原料の調製、及び0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む第2の押出可能な原料を調製することを含む。第1の押出可能な原料及び第2の押出可能な原料が互いに接触した状態で共押出され、共押出フィルムが形成される。この方法は共押出フィルムの冷却も含む。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

接着剤物品の製造方法であって、
感圧性接着剤を含む第1の押出可能な原材料を調製する工程と、
0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む第2の押出可能な原材料を調製する工程と、
前記第2の押出可能な原材料と接触している前記第1の押出可能な原材料を共押し出し、
共押出フィルムを形成する工程と、
前記共押出フィルムを冷却する工程と、を含む、接着剤物品の製造方法。

【請求項 2】

前記共押出フィルムが、前記感圧性接着剤を含む接着剤層と、0.91g/cc以下の密度を有する前記ポリオレフィンポリマーを含む剥離層と、を含む接着剤層を含み、
更に前記第1の層を前記第2の層から取り除くことを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記ポリオレフィンが、ブロックコポリマーである、請求項1に記載の方法。

【請求項 4】

前記ポリオレフィンが、メタロセン触媒を使用して製造される、請求項1に記載の方法。
。

【請求項 5】

前記ポリオレフィンポリマーが、ポリエチレンを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 6】

前記ポリオレフィンポリマーが、ポリプロピレンを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 7】

前記第1の押出可能な原材料及び第2の押出可能な原材料が、共押出工程中連続して接觸している、請求項1に記載の方法。

【請求項 8】

前記感圧性接着剤が、アクリル接着剤である、請求項2に記載の方法。

【請求項 9】

前記アクリル接着剤が、粘着性を付与された、請求項8に記載の方法。

【請求項 10】

前記第1の押出可能な原材料が、架橋剤を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 11】

前記共押出フィルムを紫外線に暴露する工程を含む、請求項10に記載の方法。

【請求項 12】

前記共押出フィルムを電子ビーム放射線に暴露する工程を含む、請求項10に記載の方法。

【請求項 13】

前記感圧性接着剤が、実質的にシリコーンを含まない、請求項2に記載の方法。

【請求項 14】

前記感圧性接着剤が、酸を含む感圧性接着剤である、請求項2に記載の方法。

【請求項 15】

前記感圧性接着剤が、塩基を含む感圧性接着剤である、請求項2に記載の方法。

【請求項 16】

前記感圧性接着剤が、従来のゴム感圧性接着剤である、請求項2に記載の方法。

【請求項 17】

前記感圧性接着剤が、ブロックコポリマー合性ゴム感圧性接着剤である、請求項2に記載の方法。

【請求項 18】

前記第2の押出可能な原材料が、更に0.91g/cc以下の密度を有する第2のポリオレフィンポリマーを含む、請求項1に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 19】

前記第2の押出可能な原材料が、更にポリプロピレンを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 20】

前記第2の押出可能な原材料が、更にポリエステルを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 21】

前記第2の押出可能な原材料が、更にポリウレタンを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 22】

前記第2の押出可能な原材料が、更にポリ乳酸を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 23】

前記第2の押出可能な原材料が、更にポリジオルガノシロキサンボリオキサミドコポリマーを含む、請求項1に記載の方法。 10

【請求項 24】

前記共押出工程が、インフレーションフィルム工程である、請求項1に記載の方法。

【請求項 25】

前記インフレーションフィルム工程でチューブを形成し、前記押出工程の後で前記チューブをつぶすことを含む、請求項24に記載の方法。

【請求項 26】

前記共押出工程が、キャスト押出工程である、請求項1に記載の方法。

【請求項 27】

前記共押出フィルムを配向させる工程を含む、請求項1に記載の方法。 20

【請求項 28】

前記第2の押出可能な原材料の反対側で前記第1の押出可能な原材料と接觸している第3の押出可能な原材料を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 29】

前記共押出工程が、インフレーションフィルム工程である、請求項28に記載の方法。

【請求項 30】

前記インフレーションフィルム工程でチューブが形成され、前記押出工程後に前記チューブをつぶすことを含む、請求項29に記載の方法。

【請求項 31】

前記第3の押出可能な原材料が、前記チューブの最内側層であり、前記最内側層が自己結合してフィルムを形成する、請求項30に記載の方法。 30

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本出願は接着剤物品の製造方法を目的とする。

【背景技術】**【0002】**

感圧性接着剤物品を含む接着剤物品は多くの用途を有する。接着剤層及び通常支持体を有する接着剤物品を製造することは一般に知られている。幾つかの接着剤物品においては、物品は接着剤上の、支持体の反対側のライナーも含む。 40

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0003】**

支持体及び／又はライナーは、通常剥離剤を含む。剥離剤は、テープの裏側に又はライナーの表面に接着剤が貼り付くことなくロールからテープの巻きが解けるように、剥離面を提供することが、感圧性接着剤テープ業界で周知である。

【課題を解決するための手段】**【0004】**

接着剤層及び剥離層が事実上効果的に相互に剥離しないので、剥離剤を含む層との接着剤層の共押出は一般に行われて来なかった。本出願は、接着剤物品の製造方法を目的とす 50

る。

【0005】

本方法は、感圧性接着剤を含む第1の押出可能な原料の調製、及び0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む第2の押出可能な原料の調製を含む。第1の押出可能な原料及び第2の押出可能な原料が、互いに接触した状態で共押出され、共押出フィルムが形成される。この方法は共押出されたフィルムの冷却も含む。

【0006】

共押出フィルムは、感圧性接着剤を含む接着剤層、及び0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む剥離層を含む。特定の実施形態においては、この方法は第2の層からの第1の層の除去を更に含む。幾つかの実施形態においては、ポリオレフィンはブラックコポリマーである。他の実施形態においては、ポリオレフィンはメタロセン触媒を使用して製造される。

10

【発明を実施するための形態】

【0007】

本出願は、接着剤物品の製造方法を目的とする。接着剤物品は、押出技術を使用し、第2の押出可能な原料と接触した第1の押出可能な原料を共押出し、共押出フィルムを形成することにより製造される。第1の押出可能な原料は感圧性接着剤を含む。第2の押出可能な原料は0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む。その結果、共押出フィルムは感圧性接着剤を含む接着剤層、及び0.91g/cc以下の密度を有するポリオレフィンポリマーを含む剥離層を含む。

20

【0008】

幾つかの実施形態においては、追加の原料が第1又は第2の原料の片面上又は両面上に加えられる。例えば、第3の押出可能な原料が、剥離層の反対側の接着剤層上にフィルムを形成するために使用されてもよい。このような層は、例えば、ポリ塩化ビニルなどのグラフィックフィルム、又はEmslanderらの米国特許第6,589,636号に記載されたようなオレフィン性グラフィックフィルム基材、又はエチレンアクリル酸コポリマーなどのテープ支持体、又は剥離剤を含む別の層であってよい。追加の層は、印刷用粘着シート、グラフィック保護フィルム及び落書き防止用として使用されるフィルムを含むことができる。

30

【0009】

押出技術

共押出は公知のフィルムの製造方法である。共押出は、本出願においては、複数の溶融流の同時融解プロセス、及びこののような溶融流の、例えば1つの押出ダイからの単一の統合した構造又は共押出フィルムへの結合、例えばキャスト押出及びインフレーション押出、を意味する。接着剤物品は、例えば米国特許第5,660,922号（共押出両面接着テープ）及び米国特許第6,777,053号に示されている押出技術により製造されてきた。剥離材料配合物を押し出して剥離フィルムを形成することも公知である。例えば、米国特許出願第2004-0127121号を参照する。インフレーションフィルムプロセスでは、後でつぶされるチューブが通常、得られる。次にチューブは2枚のフィルムに（例えば切りこみを入れて）分離されるか、又は（例えば、最内側層が自己接着すれば）1枚のフィルムが結果として得られる。

40

【0010】

プロセスは、通常、原料をその融点以上の温度でダイを通して処理して実行され、結果として共押出フィルムが得られる。共押出フィルムは、通常、共押出プロセスに入れた全溶融原料のコンポジットである。結果として得られる共押出フィルムは、通常、多層である。層は溶融状態において互いに接触している。ある実施形態においては、層は押出工程を通して接触しており、例えば層が溶融するとすぐに接触する。

【0011】

共押出フィルムは更に、例えば配向、処理されてもよい。フィルムの配向の1つの例は2軸配向である。2軸配向は、相互に直角の2方向への、通常、ダウンウェブ方向及びク

50

ロスウェブ方向への、フィルムを延伸することを伴う。標準的な操作においては、新しく押し出された溶融フィルムはクエンチされた非晶質フィルムを製造するために冷却ロールの上に送り込まれ、クエンチフィルムは短時間加熱されダウンウェブ方向に延伸され、次にテンタ機に導かれ穏やかに加熱されながら横方向に延伸される。ダウンウェブ方向の延伸は、2セットのニップロールの間を通して、第2セットの回転を第1セットより速くすることにより達成することができる。

【0012】

接着剤技術

押出可能な任意の接着剤が本出願に適している。接着剤は、通常、冷却後感圧性接着剤である。感圧性接着剤は、例えば、アクリル接着剤であつてよい。感圧性接着剤は粘着性を付与されていてよい。10

【0013】

幾つかの実施形態においては、感圧性接着剤は実質的にシリコーンを含まない。本出願の目的には、「実質的に含まない」とは、シリコーンが存在する場合、感圧性接着剤が10重量%未満のシリコーン、例えば5重量%未満を有することを意味する。

【0014】

幾つかの実施形態においては、感圧性接着剤はアクリル感圧性接着剤を含む酸であり、例えば10%以下のアクリル酸などの酸を接着剤に含む。他の実施形態においては、感圧性接着剤はアクリル感圧性接着剤を含む塩基である。感圧性接着剤は、従来の若しくは天然ゴム感圧性接着剤又はブロックコポリマー合成ゴム感圧性接着剤でもよい。更に感圧性接着剤構成要素は、1種類の感圧性接着剤であり得、又は感圧性接着剤は2種以上の感圧性接着剤の組み合わせであり得る。20

【0015】

本出願に有用な感圧性接着剤には、例えば、天然ゴム、合成ゴム、スチレンブロックコポリマー、ポリビニルエーテル、(アクリレートとメタクリレートの両方を含む)ポリ(メタ)アクリレート、ポリオレフィン及びシリコーンに基づくものが挙げられる。

【0016】

感圧性接着剤は本質的に粘着性であつてよい。望ましい場合には、感圧性接着剤を形成するため、粘着付与剤を基材に加えることができる。有用な粘着付与剤としては、例えば、ロジンエステル樹脂、芳香族炭化水素樹脂、脂肪族炭化水素樹脂及びテルペン樹脂が挙げられる。例えば、油、可塑剤、酸化防止剤、紫外線(「UV」)安定剤、水素添加ブチルゴム、顔料及び硬化剤を含めた他の材料を、特殊な目的で添加することができる。30

【0017】

好適な接着剤の具体例には、WO 2002/081586及び米国特許第6,294,249号に開示されたようなアクリル酸含有感圧性接着剤が挙げられる。

【0018】

剥離技術

剥離層は剥離剤を含む。剥離層は剥離剤に混合された他のポリマーも含んでよい。

【0019】

本出願において剥離剤は、0.91g/cc以下の密度の、エチレンと、3~約10個の炭素原子を有するアルファ-オレフィンとのコポリマーを含む。好適なアルファ-オレフィンとしては、ブテン-1、ヘキセン-1、オクテン-1及びこれらの組み合わせが挙げられる。エチレンとオクテン-1とのコポリマーが、アクリレート系の感圧性接着剤と共に使用に好まれる。コポリマーは、ブロックコポリマーでも又は非ブロックコポリマーでもよい。幾つかの実施形態では、コポリマーは0.91g/cc以下、例えば0.89g/cc以下の密度を有する。好適なコポリマーは、Dow Chemical Company, Midland, MichiganからINFUSEという商標名、及びExxonMobil Chemical Company, Houston, TXからEXACTという商標名として、入手できる。幾つかの実施形態においては、コポリマーはメタロセン触媒を使用して作られる、ポリオレフィンポリマーである。40

【0020】

上述したように、剥離剤に他のポリマーを追加して混合して剥離層を形成してもよい。剥離剤との混合に有益なポリマーの例として、0.91 g / cc 以下の密度を有する他のポリオレフィンポリマー、ポリエチレン（低密度ポリエチレンを含む）、ポリジオルガノシロキサンポリオキサミドコポリマー、ポリプロピレン及びNucrēl、Base 11 HL 456J、Vistamax、Byne1 の商標名で販売されているポリマー、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。

【0021】

幾つかの実施形態においては、接着剤は少なくとも共押出フィルムの状態で又は剥離ライナーからの分離後に、押出後処理を受ける。例えば、粘着剤は架橋されることがある。架橋は、後硬化としても知られていることもあり、化学架橋剤の使用とともに電子ビーム又は紫外線のようななんらかの放射エネルギーにコーティングされた物質を暴露することを、通常、含む。有用な架橋剤の例は、例えば、米国特許第6,369,123号（Starkら）、同第5,407,971号（Everaertsら）及び同第4,737,559号（Keleenら）に開示された共重合可能な光開始剤を含む。共重合可能な光架橋剤は直接フリーラジカルを発生させるか、又はフリーラジカルの発生に水素引抜き原子を利用する。水素引抜き型光架橋剤の例としては、例えば、ベンゾフェノン、アセトフェノン、アントラキノンなどに基づくものが挙げられる。好適な共重合可能な水素引き抜き架橋化合物の例としては、オルト位の芳香族ヒドロキシル基を持たない、モノエチレン性不飽和芳香族ケトンモノマーが挙げられる。好適な共重合可能なフリーラジカル発生架橋剤の例としては、4-アクリルオキシベンゾフェノン（ABP）、パラ-アクリルオキシエトキシベンゾフェノン、及びパラ-N-（メタクリルオキシエチル）-カルバモイルエトキシベンゾフェノンからなる群から選択されるものが挙げられるが、これらに限定されない。共重合可能な開始剤は、使用される場合には、通常、全モノマー含量に基づき約0%～約2%の量、又は約0.025%～約0.5%の量含まれる。

10

20

30

40

【0022】

共押出フィルム

共押出フィルムは、押出後に冷却され結果として多層フィルムが得られる。幾つかの実施形態においては、多層フィルムは、次に、剥離層／接着層の界面に沿って分離され得る。このような実施形態の剥離抵抗力は、剥離層が剥離ライナーとして作用し、通常は190 g力/インチ（74.8 g力/センチメートル）（7 N/dm）、例えば50 g力/インチ（19.7 g力/センチメートル）（1.9 N/dm）、及び特定の例では40 g力/インチ（15.7 g力/センチメートル）（1.5 N/dm）未満である。他の実施形態においては、冷却後、剥離層は低接着性バックサイズ（「LAB」）のテープ支持体として作用する。このような実施形態においては、接着剤は剥離層に出てくる。このような実施形態の剥離は、剥離層が低接着性バックサイズであり、通常は1100 g力/インチ（433.1 g力/センチメートル）（42 N/dm）未満、例えば750 g力/インチ（295.3 g力/センチメートル）（29 N/dm）未満であり、特定の実施形態においては500 g力/インチ（196.9 g力/センチメートル）（19 N/dm）未満である。

【実施例】

【0023】

これらの実施例は単に例示を目的としたものであり、添付した特許請求の範囲を限定するものではない。本明細書の実施例及びその他の部分におけるすべての部、百分率、比などは特に注記がない限り、重量による。

【0024】

【表1】

略語又は商品名	説明
AA	アクリル酸モノマー
IOA	アクリル酸イソオクチルモノマー
AcAm	アクリルアミドモノマー
2-EHA	アクリル酸2-エチルヘキシル
2MBA	アクリル酸2-メチルブチル
Irgacure 651	CIBA Corporation Tarrytown, NYからの2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン
Irgacure 184	CIBA Corporation Tarrytown, NYからの1-ヒドロキシ-シクロヘキシル-フェニル-ケトン
OTG	チオールグリコール酸イソオクチル
ABP	アクリロキシベンゾフェノン
Irganox 1076	CIBA Corporation Tarrytown, NYから入手できる酸化防止剤
VA-24	Pliant Corporation, Dallas, TXから入手できる、0.0635ミリメートルの厚さのエチレンビニルアセテートコポリマー
Foral 85	Hercules Incorporated, Wilmington, DEから入手できる粘着付与剤として使用される水素添加ロジンのグリセロールエステル
Exxon 129. 24	ExxonMobil Chemical Company, Houston, TXから入手できる、密度が0.929 g/ccである低密度ポリエチレン樹脂
EXACT 5181	ExxonMobil Chemical Company, Houston, TXから入手できる、メタロセン触媒による密度が0.882 g/ccである、エチレンとオクテンアルファオレフィンとのコポリマー
EXACT 8201	ExxonMobil Chemical Company, Houston, TXから入手できる、メタロセン触媒による密度が0.882 g/ccである、エチレンとオクテンアルファオレフィンとのコポリマー
PRIMACOR 1410	PRIMACOR 1410コポリマーは、Dow Plasticsからのエチレンアクリル酸コポリマーである
S Polymer	米国特許出願第2007-0148474号に記載されている方法で調製される、シロキサンセグメントの平均分子量が約25,000グラム/モルのポリジオルガノシロキサンとポリオキサミドとのコポリマー
VECTOR 4111	低スチレン含有量、低二元ブロック含有量、低モジュラスを有する直鎖スチレン-イソブレン-スチレン三元ブロックコポリマーであり、Dow/Exxon Mobil VentureであるDexco Polymers LP, Houston, TXの独占所有権のある逐次アニオン重合技術により製造される。
ELASTOLLAN ET-590	BASF Japan, Limited, Tokyo, Japanのポリエステル系熱可塑性ポリウレタン樹脂
TAFMER (商標) A-4085S	Mitsui Chemicals, Incorporated, Tokyo, Japanのメタロセン触媒を使用して調製された、0.885 g/ccの密度を有するエチレン/アルファ-オレフィンコポリマー。
3M (商標) Double Coated Tape Y-410	紙の支持体及び天然ゴム接着剤を含む接着層を有する、2重コーティングされた接着テープ。3M Company, St. Paul, MN
3M (商標) Single Coated Tape 851	ポリエステルフィルム支持体、並びにシリコーン及びゴムの混合物を含む接着剤層を有する、1重コーティング接着テープ。3M Company, St. Paul, MN

10

20

30

40

【0025】

押出可能なPSAの説明

PSA 1: アクリル酸含有アクリレートPSA

PSA組成物は、93重量部のIOA、7重量部のAA、0.15重量部のIrgac

50

ure 651、0.10重量部のABP、0.05重量部のIOTG及び0.4重量部のIrganox 1076を混合して作製した。PSA組成物を、VA-24フィルムで作られた約10センチメートルと5センチメートルのパッケージに入れ熱シールした。組成物を米国特許第5,804,610号に記載された方法により重合した。

【0026】

PSA 2：粘着性を付与した、アクリル酸含有アクリレートPSA

PSA組成物は、93重量部のIOA、7重量部のAA、0.15重量部のIrgacure 651、0.10重量部のABP、0.05重量部のIOTG及び0.4重量部のIrganox 1076を混合して作製した。PSA組成物を、VA-24フィルムで作られた約10センチメートルと5センチメートルのパッケージに入れ熱シールした。組成物を米国特許第5,804,610号に記載された方法により重合した。重合したPSAを従来の方法により14重量部のForal 85と溶融混合し、ほぼ幅が5センチメートルで厚さが0.5センチメートルの粘着性が付与されたPSAのリボンを作製した。取扱及び試料の調製に使用する押出成形機の供給口への供給を容易にするために、リボンを作製した。

【0027】

PSA 3：アクリルアミド系アクリルPSA

96wt%のアクリル酸2-メチルブチル及び4wt%のアクリルアミドの組成を有する感圧性接着剤組成物を、モノマー及び熱反応開始剤の約50%固体溶媒溶液を加熱して調製した。次に、0.6wt%のベンゾフェノンを得られたポリマー溶液に加えた。このポリマー溶液は、酢酸エチル中、27で約0.57dL/gの固有粘度を有していた。次にポリマー溶液から溶媒を除き、押出プロセスで使用する塊を調製した。

【0028】

PSA 4：アクリル酸含有アクリレートPSA

PSA組成物は、96.3重量部の2-EHA、3.5重量部のAA、0.19重量部のIrgacure 184、0.075重量部のABP及び0.05重量部のIOTGを混合して作製した。PSA組成物を、VA-24フィルムで作られた約10センチメートルと5センチメートルのパッケージに入れ熱シールした。組成物を米国特許第5,804,610号に記載された方法により重合した。

【0029】

剥離試験1

INSTRUMENTORS, Inc.のSlip/Peel試験機Model 3M 90Aの作業取り付け盤を、3Mブランドの2重コーティング接着テープで覆った。幅が2.54cm及び名目長さが25cmのライナー付きテープ構造体の試験試料を、作業取り付け台の表面に剥離層が2重コーティングテープの露出表面に接触するように置いた。

【0030】

2.3kgのゴム製ローラーを試験試料の上を2回往復させた。次に、結合した支持体及び感圧性接着剤(PSA)を剥離層から2.3メートル/分(90インチ/分)の速度で、5秒間のデータ収集時間引きはがした。3つの試料を試験し、3つの個々の平均剥離抵抗力の平均を報告した。注記しない限り、一定温度(70)かつ一定湿度(50%RH)の設備内ですべての試験を実施した。測定値はg/インチで得られ、N/dmに換算した。

【0031】

剥離試験2

2センチメートル(cm)の幅及び10cmの名目長さを有するライナー付きテープ構造体試料の下の剥離層を、2重コーティングされた接着テープ(3M(商標)Y-410 Double Coated Tape, Sumitomo 3M, Japan)の1つの接着剤面に接触するように置き、2キログラム(kg)のゴム製ローラーを使用して押し付けた。次に、ライナー付きテープ構造体の外側の剥離層から補強ポリエステル剥離フィルムを取り除き、補強用の1回コーティングされたテープ(3M(商標)Singl

10

20

30

40

50

e Coated Tape 851, 3M Company, St. Paul, MN) を露出した剥離層の上に置き、上述したように押し付けた。次に2重コーティングされたテープの保護ライナーを除き、次に露出した接着剤表面を SHIMADZU Autograph Model AG-X (100N) の作業取り付け台に置き、得られたラミネート構造体の上でゴム製ローラを2回往復させ押し付けた。ラミネート構造体の、1回コーティングされたテープで補強された外側の剥離層を、180°の角度で30cm/分の剥離速度で剥離し、約15秒間データを収集した。結果はニュートン(N)/2cmとして得られ、N/cmに換算した。2つの試料を評価しその平均を報告した。すべての試験を、特に注記しない限り、23及び65%の相対湿度において実施した。

【0032】

10

剪断試験

剪断力は、70でステンレス鋼パネル及び500グラム(g)の荷重を用いて次のとおり評価した。シリコーン処理したポリエステルフィルムで補強された剥離層を、約2cmの幅及び約10cmの名目長さを有するライナー付きテープ構造体の試料から取り除いた。厚さが25マイクロメートルのポリエステルフィルム(Unitika Limited, Osaka, Japanから入手可能な「EMBLE」)を、露出した接着剤層にラミネートし、ライナー付片面感圧性接着剤(PSA)テープを作製した。次にこのテープを1.2cm幅及び10cmの名目長さを有するストリップに切り、残りの剥離層を取り除いた。得られた試験ストリップを、ステンレス鋼基材(Nihon Tact Company, Limited, Tokyo, Japanから入手可能なSUSパネル)に、テープ試料が2.5cmに1.2cmの面積を覆うように、又ループの形成に十分な余分のテープが基材の端を越え突きでるように、長手方向を接触させ接着した。次に、得られた試験パネルの上に2kgのゴム製ローラーを1回往復させ、着実な密着が確実に行われるようとした。基材の端を越えて飛び出している余分のテープを金属フックの周囲と次にそれ自身に巻きつけ、接着剤と接着剤を合わせ、ホッチキスで留めてフックを固定し、試験試料を調製した。次に試験用サンプルを70の炉中の固定治具に移し、テープの自由端が試験用パネルに対して178°の角度で下方に延びる状態で、パネルが垂直に対して2°の角度で配置されるように、試験用サンプルを定置した。15分間慣らした後、500gの重りをフックに吊るし、重りが落ちるまでの時間を測定した。2つの試料を評価し、分単位の平均剪断時間を報告した。

20

【0033】

30

実施例

【0034】

【表2】

実施例番号	内側層	PSA中間層	外側層	剥離値*、N/cm	剥離値、N/dm	g-力/インチ(N/dm)
比較例A	Primacor 1410	PSA-1	Exxon 129.	2.4	0.74	192(7.56)
比較例B	Primacor 1410	PSA-3	Exxon 129.	2.4	1.34	348(13.60)
1	Primacor 1410	PSA-1	Exact 5181	0.099	25.	6(1.00)
2	Primacor 1410	PSA-1	Exact 8201	0.078	20.	3(0.80)
3	Primacor 1410	PSA-2	Exact 5181	0.11	28.	7(1.12)
4	Primacor 1410	PSA-3	Exact 5181	0.12	32.	5(1.28)
5	Exact 5181	PSA-1	Exact 8201	0.092	23.	8(0.92)
6	なし	PSA-1	Exact 8201	0.16	41	(1.6)
7	Exxon 129.24	PSA-1	Exact 8201	0.093	24	(0.96)
8	Primacor 1410	PSA-1	90% Exact 5181及び 10% S Polymer	0.11	27.	4(1.08)
9	Primacor 1410	PSA-2	90% Exact 5181及び 10% S Polymer	0.11	29.	2(1.16)
10	Primacor 1410	PSA-3	90% Exact 5181及び 10% S Polymer	0.13	32.	5(1.28)
11	Elastollan ET-590:VECTOR 4111/95:5(w:w)	PSA 4	Tafmer A-4085S	0.51**	90.	7(3.56)
12	Elastollan ET-590:VECTOR 4111/95:5(w:w)	PSA 4	Tafmer A-4085S	0.17	38.	9(1.52)

【0035】

* 実施例1~10並びに比較実施例A及びBは、「剥離試験1」を使用して剥離抵抗力に関して評価した。実施例11及び12は、「剥離試験2」を使用して、剥離抵抗力に関

して評価した。

【0036】

* * 剥離層の分離中、接着剤の部分的な移動が観察された。

【0037】

実施例11及び12の差は、下の表に示されているように個々の層の厚さである。

【0038】

【表3】

実施例	層の厚さ(マイクロメートル)			剥離抵抗力 (N/cm)	70°Cにおける 剪断(分)
	内側(支持体) (合計、推定)	中間(PSA) (層当たり、推定)	外側(剥離) (層当たり)		
11	89	18	50	0.51*	N.T.
12	47	22	47	0.17	10

10

20

30

40

【0039】

* 剥離層の分離中、接着剤の部分的な移動が観察された。

50

【0040】

N.T.=試験していない。

【0041】

実施例1、2、3、4、8、9、10、及び比較例A及びB

3層で直径が2インチ(5.1cm)の環状ダイを使用するインフレーションフィルムプロセスを使用して、内側支持体層、中間PSA層及び外側剥離層を有する3層のチューブ状共押出フィルムを作りだした。各層は直径が3/4インチ(1.9cm)のBrabender社の押出成形機により供給された。

【0042】

各実施例の温度プロファイルを以下に示す。

10

【0043】

以下のすべての実施例において、ダイ温度は182とした。

【0044】

比較例A

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0045】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：150、170、175。

【0046】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0047】

比較例B

20

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0048】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：140、150、165。

【0049】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0050】

(実施例1)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0051】

30

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：155、170、180。

【0052】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0053】

(実施例2)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0054】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：130、160、180。

【0055】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

40

【0056】

(実施例3)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0057】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：140、150、160。

【0058】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0059】

(実施例4)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

50

【0060】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：140、150、160。

【0061】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0062】

(実施例8)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0063】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：155、170、180。

【0064】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0065】

(実施例9)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、180。

【0066】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：140、150、160。

【0067】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0068】

(実施例10)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0069】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：140、150、160。

【0070】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0071】

上述の実施例では、得られたチューブ状の共押出されたインフレーションフィルムはつぶれ、幅が約6インチ(15.2cm)の平らなチューブが形成された。次に、つぶれたチューブを3インチ(7.6cm)の紙の芯に巻き取った。3つの共押出された層はライナー付きテープ構造体を形成し、つぶれたインフレーションフィルムチューブの内側層はテープの支持体であり、中間層は内側のテープ支持体層に結合したPSAであり、外側の層はPSA層から剥離した剥離層であった。内側及び外側層は約2ミル(50マイクロメートル)の厚さであり、芯の接着剤層は約1ミル(25マイクロメートル)の厚さであった。

【0072】

つぶれた共押出フィルムの約2フィート(61cm)長の部分を、中圧水銀ランプの下を2回通過させ、EIT Power PUCKのラジオメーター(EIT Incorporated, Sterling, VA)により測定された総量100mJ/cm²のUVCが外側の層を通して照射された。

【0073】

(実施例5)

インフレーションフィルムは、上述の実施例に記載した方法で、下記に示す温度プロファイルにより調製した。

【0074】

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0075】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：130、160、180。

【0076】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0077】

10

20

30

40

50

ダイ温度 182。

【0078】

得られたチューブ状の共押出インフレーションフィルムは、上の実施例に記述したようにつぶされ、架橋され、2重のライナー付き接着剤転写テープ構造体を形成した。PSAから剥離層の1つを取り除いた後、次に得られたPSA／剥離層物品を、PSAと基材が互いに接触するように、基材に貼り合わせ、手で圧力をかけてこすり付けた。次にまだPSAに付いていた剥離層を除去し、基材上に露出したPSA層を得た。内側及び外側層は約2ミル(50マイクロメートル)の厚さであり、中間接着剤層は約1ミル(25マイクロメートル)の厚さであった。

【0079】

10

(実施例6)

インフレーションフィルムは、上述の実施例に記載した方法で下記に示す温度プロファイルを使用して調製した。

【0080】

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0081】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：155、170、180。

【0082】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：使用せず - 押出成形機は遮断されている。

20

【0083】

ダイ温度 182

安定な筒状構造物(bubble)を作製した後、内側の押出成形機を遮断し、接着剤(内側)及び外側のExact 8201の2層からなる筒状構造物を得た。ニップの位置で筒状構造物をつぶし、約6インチ(15.2cm)幅の平らなチューブを得た。つぶす過程で、内側の接着剤層をそれ自体と接触させ、接着剤層の各面にある剥離ライナーで分離できなかった連続した接着剤フィルムを形成した。得られた構造体は2重ライナー付き接着剤転写テープであった。次に、つぶれたチューブを3インチ(7.6cm)の紙の芯に巻き取った。つぶれた共押出フィルムの約2フィート(61cm)長の部分を、上の実施例に述べたように架橋した。PSAから剥離層の1つを取り除いた後、次に得られたPSA／剥離層物品を、PSAと基材が互いに接触するように、基材に貼り合わせ、手で圧力をかけてこすり付けた。まだPSAに付いている剥離層を次に除去し、基材上に露出したPSA層を得た。剥離層は約2ミル(50マイクロメートル)の厚さであり、接着剤層は約1ミル(25マイクロメートル)の厚さであった。

30

【0084】

(実施例7)

インフレーションフィルムを、上述の実施例に記載した方法で下記に示す温度プロファイルを使用して調製した。

【0085】

40

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、175、185。

【0086】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：130、160、180。

【0087】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：160、170、180。

【0088】

ダイ温度 182。

【0089】

得られたチューブ状の共押出インフレーションフィルムをこわして架橋し、2重ライナー付き接着剤転写テープ構成体を調製し、すべてが上の実施例5に記載されているとおり、これを基材に貼り付けた。

50

【0090】

(実施例11及び12)

3層で直径が2インチ(5.1cm)の環状ダイを使用するインフレーションフィルムプロセスを使用して、内側支持体層、中間P S A層及び外側の剥離層を有する3層のチューブ状共押出フィルムを作りだした。支持体及び剥離層は直径が20mmの1軸押出成形機により供給された。P S A層は直径が20mmの2軸押出成形機により供給された。支持体供給物質は、支持体樹脂構成要素及び赤色顔料で着色したオレフィン配合物(45wt.%の赤色顔料)をプラスチック袋の中で、重量比で95:5:1 / V e c t o r 41111 : E l a s t o l l a n E T - 590 : 顔料で着色したオレフィン配合物、の割合で乾燥混合して調製した。剥離層供給物質は、剥離樹脂構成要素及び青色顔料で着色したオレフィン配合物(20wt.%青色顔料)をプラスチック袋の中で、重量比で100:1の割合で乾燥混合して調製した。実施例11及び12の差は、以下に示したように内側(支持体)層の押出成形機のスクリュー速度であった。

10

【0091】

各実施例の温度プロファイルを以下に示す。

【0092】

下記の2つの実施例ではダイ温度を200とした。

【0093】

(実施例11)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：175、230、230。

20

【0094】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：120、120、120。

【0095】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：175、200、210。

【0096】

【表4】

押出成形機スクリュー速度(rpm)	内側 支持体	中間 P S A	外側 剥離
	60	: 30	: 60

30

【0097】

(実施例12)

外側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：175、230、230。

【0098】

中間層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：120、120、120。

【0099】

内側層押出成形機バレル帯域温度プロファイル：175、200、210。

【0100】

【表5】

押出成形機スクリュー速度(rpm)	内側 支持体	中間 P S A	外側 剥離
	30	: 30	: 60

40

【0101】

上述の実施例11及び12では、得られたチューブ状の共押出インフレーションフィルムはつぶされ、幅が約30cm(約12インチ)の平らなチューブとなった。次につぶれ

50

たチューブを補強ポリエステル剥離フィルムのシリコーン処理した面にラミネートし、直徑が 7 . 6 c m (3 インチ) の紙の芯に巻き取った。3 つの共押出層はライナー付き 2 重にコーティングテープ構造体を形成し、内側の自己結合層はテープ支持体を形成し、中間層は内側のテープ支持体層に結合した P S A 層であり、外側の層は P S A 層から剥離した剥離層であった。つぶれた支持体及び P S A 層は容易に分離できなかたので、合計の厚さを測定し、つぶれた支持体層及び各接着剤層の個々の厚さは、これらの 2 つの物質の押出成形機のスクリュー速度に基づき推定した。

【 0 1 0 2 】

これらの実施例は単にあくまで例示を目的としたものであり、添付した「特許請求の範囲」の範囲に限定するものではない。本明細書の実施例及びその他の部分におけるすべての部、百分率、比などは特に注記がない限り、重量による。10

【 0 1 0 3 】

本発明の趣旨及び範囲から逸脱しない、本発明の様々な修正及び変更が、当業者には明らかとなるであろう。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2009/068632
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C09J 7/02(2006.01)i, C09J 109/00(2006.01)i, B29C 47/06(2006.01)i, B05D 7/04(2006.01)i</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) C09J; B32B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2000-063770 A (SEKISUI CHEM. CO., LTD.) 29 February 2000 See abstract; claim 1; paragraphs [0004] - [0009] and examples 1 - 3.	1-7, 13, 16-19, 27, 28
A	KR 10-2008-0086545 A (미쓰이 가가루 가부시(가가루)) 25 September 2008 See the whole document.	1-31
A	US 2004-0013838 A1 (WALTER GUENTER) 22 January 2004 See the whole document.	1-31
A	US 2004-0127121 A1 (JEFFREY J. SCHWAB et al.) 01 July 2004 See the whole document. Cited in the application.	1-31
A	US 6777053 B1 (GUNTER; WALTER) 17 August 2004 See the whole document. Cited in the application.	1-31
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
<p>* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of citation or other special reason (as specified) "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 </p>		<p>"T" 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 "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 "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 "&" document member of the same patent family </p>
Date of the actual completion of the international search 09 AUGUST 2010 (09.08.2010)	Date of mailing of the international search report 09 AUGUST 2010 (09.08.2010)	
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 139 Seonsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140	Authorized officer CHO Han Sol Telephone No. 82-42-481-5580 	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.	
PCT/US2009/068632	

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2000-063770 A	29.02.2000	None	
KR 10-2008-0086545 A	25.09.2008	CN 101374657 A EP 1977888 A1 US 2010-0163881 A1 WO 2007-086434 A1	25.02.2009 08.10.2008 22.07.2010 02.08.2007
US 2004-0013638 A1	22.01.2004	AT 316866 T AU 2001-73922 A1 CN 1302921 C0 CN 1427773 A0 DE 10021109 A1 DE 50108862 D1 EP 1278632 A1 EP 1278632 B1 ES 2256248 T3 US 7648608 B2 WO 01-83212 A1	15.02.2006 12.11.2001 07.03.2007 02.07.2003 08.11.2001 13.04.2006 29.01.2003 01.02.2006 16.07.2006 19.01.2010 08.11.2001
US 2004-0127121 A1	01.07.2004	AU 2003-286646 A1 CA 2508011-A1 CN 1294005 C0 CN 1732241 A EP 1578877 A1 JP 2006-512440 A KR 10-2005-0086952 A US 6921729 B2 WO 2004-061033 A1	29.07.2004 22.07.2004 10.01.2007 08.02.2006 28.09.2005 13.04.2006 30.08.2005 26.07.2005 22.07.2004
US 6777053 B1	17.08.2004	AT 325850 T AU 2000-10455 A1 AU 2000-16510 A1 BR 9916179 A CA 2349246 C CA 2349246-A1 CN 1256231 C0 CN 1331735 A0 DE 19851105 A1 DE 19851105 C2 DE 59913418 D1 EP 1127096 A1 EP 1127096 B1 ES 2264275 T3 PL 347421 A1 RU 2220180 C2 WO 00-27621 A2 WO 00-27940 A1	15.06.2006 29.05.2000 29.05.2000 20.11.2001 13.10.2009 18.05.2000 17.06.2006 16.01.2002 18.05.2000 18.07.2002 14.06.2006 29.08.2001 10.05.2006 16.12.2006 08.04.2002 27.12.2003 18.05.2000 18.05.2000

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(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,SE,SI,S,K,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PE,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100093665

弁理士 蟻谷 厚志

(72)発明者 ジェフェリー オー.エムスランダー

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,スリーエムセンター

(72)発明者 ダニー エル.フレミング

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,スリーエムセンター

(72)発明者 ジョージ ジェイ.クレメンツ

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,スリーエムセンター

Fターム(参考) 4J004 AA05 AA10 AB01 CA04 CB03 CC02 GA01 GA02

4J040 CA001 DF021 DM011 JB09 KA26 PA23