

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5475439号  
(P5475439)

(45) 発行日 平成26年4月16日(2014.4.16)

(24) 登録日 平成26年2月14日(2014.2.14)

(51) Int.Cl.

F I

C O 8 F 220/28 (2006.01)

C O 8 F 220/28

C O 8 F 2/50 (2006.01)

C O 8 F 2/50

C O 9 J 4/02 (2006.01)

C O 9 J 4/02

請求項の数 4 (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2009-512216 (P2009-512216)  
 (86) (22) 出願日 平成19年5月11日(2007.5.11)  
 (65) 公表番号 特表2009-538380 (P2009-538380A)  
 (43) 公表日 平成21年11月5日(2009.11.5)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2007/068768  
 (87) 国際公開番号 W02007/140102  
 (87) 国際公開日 平成19年12月6日(2007.12.6)  
 審査請求日 平成22年5月11日(2010.5.11)  
 (31) 優先権主張番号 11/420,288  
 (32) 優先日 平成18年5月25日(2006.5.25)  
 (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 敬  
 (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】 紫外線重合性組成物類

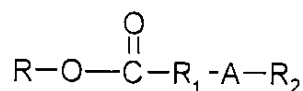
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

紫外線重合性組成物あって、

(a) 次の一般式で表されるアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルで、

【化1】



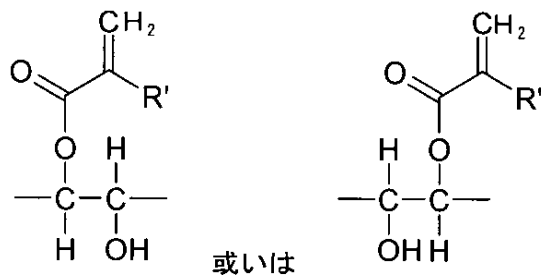
式中、

R が、アルキル基であり、

R<sub>1</sub> が、アルキレン基であり、R<sub>2</sub> が、アルキル基又はHであり、

A が、次の一般式の1つで表され、

## 【化 2】



10

式中、 $R'$  が H 又は  $CH_3$  であり、  
 且つ  $-R_1-A-R_2$  が、1 4 個 ~ 2 2 個 の炭素原子をカテナリー鎖内に有するもの；  
 (b) 非三級アルキルアルコール（アルキル基が、1 個 ~ 2 0 個 の炭素原子を有する）  
 のモノエチレン性不飽和（メタ）アクリル酸エステル；及び  
 (c) 3 8 0 ~ 4 5 0 nm の範囲において吸収性である光開始剤を有する、前記紫外線  
 重合性組成物。

## 【請求項 2】

(1) 前記アクリレート化脂肪酸アルキルエステルが、アクリレート化メチルパルミ  
 レート及びアクリレート化メチルオレートから成る群から選択されること、

20

(2) 前記アクリレート化脂肪酸アルキルエステルが、キャノーラ油、オリーブ油、パ  
 ーム油、及びオレイン酸高含有大豆油から成る群から選択される植物油から誘導されるこ  
 と、

(3) 前記（メタ）クリル酸エステルが、 $n$ -ブチルアクリレート、2-エチルヘキシ  
 ルアクリレート、及びイソ-オクチルアクリレートから成る群から選択されること、

(4) 前記光開始剤が、ビスアシルホスフィン及び 2, 2-ジエトキシアセトフェノン  
 から成る群から選択されること、

(5) 架橋剤をさらに含み、この架橋剤が、1, 6-ヘキサンジオールジアクリレート  
、トリメチロールプロパントリアクリレート、及び 2, 4-ビス(トリクロロメチル)-  
6-(4-メトキシフェニル)-s-トリアジンから成る群から選択されること、

30

(6) 構成成分 (a)、(b)、及び (c) の反応生成物が、感圧接着剤であること、  
 のいずれか 1 つを特徴とする、請求項 1 に記載の紫外線重合性組成物。

## 【請求項 3】

(a) (i) 請求項 1 に記載の紫外線重合性組成物と (ii) 梱包材料とを組み合わせ  
 て、パッケージ化された紫外線重合性組成物を形成すること、

(b) 前記紫外線重合性組成物を紫外線にさらして、前記紫外線重合性組成物を重合し  
 て、パッケージ化された感圧接着剤組成物を形成すること、から成る感圧接着剤組成物の  
 製造方法。

## 【請求項 4】

前記パッケージ材料が、溶融可能且つ前記感圧接着剤組成物と混合可能であって、パッ  
 ケージ化された該感圧接着剤組成物を溶融した際に、塗布可能な感圧接着剤組成物を提供  
 することができる、請求項 3 に記載の方法。

40

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、紫外線 (UV) 重合性組成物類、並びに紫外線重合性組成物類から調製され  
 る感圧接着剤類 (PSAs) に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

PSA 類は、次のものを含むある種の性質を室温で有することが良く知られている： (

50

１）強力且つ恒久的粘着性、（２）指圧以下の粘着性、（３）接着剤付着面上への十分な保持力、及び（４）接着剤付着面からきれいに除去するための十分な結合力。ＰＳＡと同様な機能が見出される材料は、必要な粘弾性特性を示し、所望の粘着性バランス、剥離粘着力、剪断強度をもたらすように設計処方されたポリマー類である。

#### 【０００３】

石油系材料例えば、合成ゴム類（例えば、スチレン／ブタジエンコポリマー類（ＳＢＲ）及びスチレン／イソプレン／スチレン（ＳＩＳ）ブロックコポリマー類）、並びに各種（メタ）クリレート（例えば、アクリレート及びメタクリレート）コポリマー類が、ＰＳＡ類の調製のために一般に使用される。アルキルアクリレート（例えば、イソ－オクチルアクリレート）、モノエチレン性不飽和共重合性モノマー（例えば、アクリル酸、Ｎ－ビニルピロリドン、等）、及びポリ－（－オレフィン類）（例えば、ポリ（１－ヘキセン）、ポリ（１－ヘキセン－ｃｏ－プロピレン－ｃｏ－エチレン、等）を紫外線重合することによって調製されるＰＳＡ類は、例えば、良好な高温及び低温性能を示し、且つ低エネルギー及び高エネルギー基材類（例えば、米国特許第５，２０２，３６１号（ジーママン（Zimmerman）ら）を参照のこと）に対する優れた接着性を示すことが、当技術分野において既知である。

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【０００４】

ＰＳＡ類内の石油系原材料の幾つかを再生可能資源によって置き換えることは、経済的観点及び環境的観点の両方において魅力的であり得る。再生可能な植物系原材料は、相対的に安価であり、それらの使用は乏しい資源を枯渇させることなく、グローバルな持続可能性に寄与することができる。加えて、多くの天然に生ずる材料、例えば植物油は、天然培地において生分解性である。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【０００５】

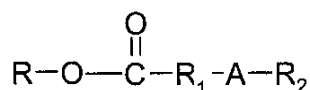
前述したことを考慮すると、本発明者らは、再生可能な原材料を含む紫外線重合性組成物類から調製されるＰＳＡ類が、当該技術分野において求められていると考えている。更に、本発明者らは、このようなＰＳＡ類が有用な貼着性剪断強度、粘着、及び剥離接着性をも示さなければならないと考えている。

#### 【０００６】

要約すると、本発明は、（ａ）アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル、（ｂ）非三級アルキルアルコール（アルキル基が、約１個～約２０個の炭素原子を有する）のモノエチレン性不飽和（メタ）アクリル酸エステル、及び（ｃ）光開始剤を含む紫外線重合性組成物を提供する。前記アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルは、以下の一般式で表わすことができ、

#### 【０００７】

#### 【化１】



#### 【０００８】

式中、

R が、アルキル基であり、

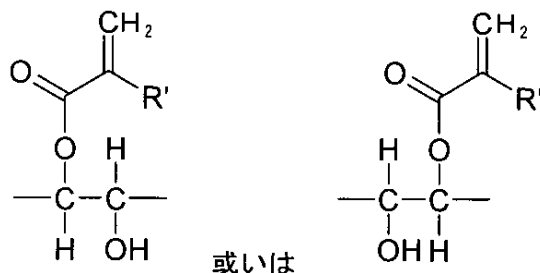
R<sub>１</sub> が、アルキレン基であり、

R<sub>２</sub> が、アルキル基又はHであり、

A が、次の一般式の１つで表され、

【 0 0 0 9 】

【 化 2 】



10

【 0 0 1 0 】

式中、 $R'$  が H 又は  $CH_3$  であり、

且つ  $-R_1-A-R_2$  が、約 14 個～約 22 個の炭素原子をカテナリー鎖内に有する（即ち、ペンダント部分の炭素原子を除く）。

【 0 0 1 1 】

本発明の紫外線重合性組成物を使用して、PSA 類を調製することができる。従って、別の態様では、本発明は、本発明の組成物を紫外線にさらすことによって調製される PSA 類を提供する。

20

【 0 0 1 2 】

本発明の紫外線重合性組成物のアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルは、植物油から誘導されることができる。このため、本発明は、当該技術分野において、再生可能な原材料を含む紫外線重合性組成物類から調製される PSA 類における要求を満たす。

【 0 0 1 3 】

更に、本発明の紫外線重合性組成物類から調製される PSA 類は、有用な貼着性剪断強度、粘着、及び剥離接着性を示し、且つ使用温度において、「感圧接着剤技術ハンドブック（the Handbook of Pressure-sensitive Adhesive Technology）」（D. サタス（D. S atas）編、172 ページ、1989 年）に記載されているように、ダルキスト（Dahlquist）の粘着判定基準を満たす。

30

【 0 0 1 4 】

更に別の態様では、本発明は、感圧接着剤組成物の製造方法を提供する。本方法は、（a）（i）紫外線重合性組成物と（ii）梱包材料とを組み合わせ、パッケージ化された紫外線重合性組成物を形成すること、及び（b）前記紫外線重合性組成物を紫外線にさらして、前記紫外線重合性組成物を重合させ、パッケージ化された感圧接着剤組成物を形成することから構成される。前記パッケージ材料は、好ましくは溶融可能であり、前記感圧接着剤組成物と混合可能であって、パッケージ化された該感圧接着剤組成物を溶融した際に、塗布可能な感圧接着剤組成物を提供することができる。

【 0 0 1 5 】

40

本明細書で使用する時、「（メタ）クリル系」とは、アクリレート、メタクリレート、アクリルアミド、及びメタクリルアミド化合物類、並びにアクリレート基又はメタクリレート基で置換されたアルキル化合物類及びアリール化合物類を意味する。

【 0 0 1 6 】

本明細書で使用する時、「アクリレート化」モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルとは、（メタ）クリレート基がその不飽和の以前の部位（単独又は複数）に存在する、モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルを意味する。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 7 】

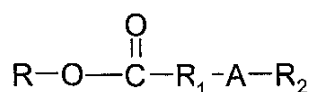
アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル

50

本発明の紫外線重合性組成物は、次の一般式で表されるアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルを含み、

【 0 0 1 8 】

【 化 3 】



10

【 0 0 1 9 】

式中、

R が、アルキル基であり、

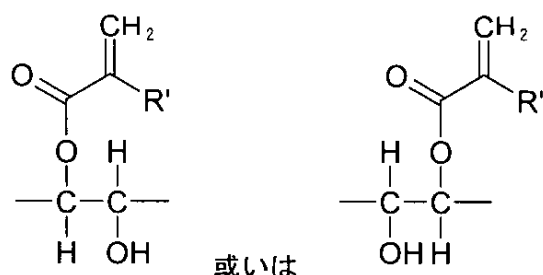
R<sub>1</sub> が、アルキレン基であり、

R<sub>2</sub> が、アルキル基又はHであり、

A が、次の一般式の1つで表され、

【 0 0 2 0 】

【 化 4 】



20

【 0 0 2 1 】

式中、R' がH又はCH<sub>3</sub>であり、

且つ - R<sub>1</sub> - A - R<sub>2</sub> が、約14個～約22個の炭素原子をカテナリー鎖内に有する。

【 0 0 2 2 】

好ましくは、- R<sub>1</sub> - A - R<sub>2</sub> は、約16個～約18個の炭素原子をカテナリー鎖内に有する。

【 0 0 2 3 】

好ましくは、R は、約1個～約12個の炭素原子を有するアルキル基であり、R は、メチル基である。

【 0 0 2 4 】

好ましくは、R' はHである。

40

【 0 0 2 5 】

有用なアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル類としては、例えば、アクリレート化アルキルミリストレート、アクリレート化アルキルパルミトレート、アクリレート化アルキルマルゴレート (margoleate)、アクリレート化アルキルオレート、アクリレート化アルキルガドレート、及びアクリレート化アルキルエルシエートが挙げられる。好ましくは、前記アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルは、例えば、アクリレート化メチルマルガロレート、アクリレート化メチルパルミトレート、又はアクリレート化メチルオレートなどのアクリレート化モノ不飽和脂肪酸メチルエステルである。好ましくは、前記アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルは、アクリレート化メチルパルミトレート又はアクリレート化メチルオレートであり、より好ましく

50

は、それはアクリレート化メチルオレエートである。

【0026】

アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル類は、例えば、植物油類（例えば、米国特許第6,646,033号及び「ポリマー・サイエンス雑誌（Journal of Polymer Science）：パートA：高分子化学（Polymer Chemistry）」（ブンカー（Bunker）ら著、第40巻、451～458ページ、2002年）を参照のこと）から誘導することができる。植物油類は、脂肪酸類のトリグリセリドエステル類である。脂肪酸のトリグリセリドエステル類は、多数の反応部位（例えば、二重結合、アリル炭素、エステル基及びエステル基に対する炭素において）にて、官能化（例えば、アクリレート化）することができる、それらを重合させることができる。

10

【0027】

脂肪酸エステルの上にエチレン系不飽和官能性を導入するには、幾つかの方法がある。1つの方法は、エチレン系不飽和カルボン酸をエポキシ化形態の脂肪酸と反応させることであり、別の方法は、メタクリロイルクロライドをヒドロキシル化形態の脂肪酸エステルと反応させることである。

【0028】

アクリレート化メチルオレエートは、例えば、まずトリグリセリド分子をオレイン酸メチルエステルへと周知のメタノリシス反応を介して化学的に還元することによって合成することができる。次に、アクリル酸などのエチレン系置換カルボン酸をオレイン酸メチルエステルの不飽和部上へ配置することができる。これには、2段階が必要となる。

20

【0029】

第1に、前記メチルオレエート内の不飽和結合は、ペルオキシ酸によってエポキシ化される。有用なペルオキシ酸エポキシ化剤としては、例えば、m-クロロ過安息香酸、過ギ酸、過安息香酸、及び過酢酸が挙げられる。化学-酵素エポキシ化は、過酸化水素の存在下で、固定化リパーゼを使用して *Candida antarctica*（ノヴォザイム（Novozyme）-435）を使用することができる。

【0030】

次に、前記エポキシ化オレイン酸メチルエステルは、アクリル酸と反応して、アクリレート化メチルオレエートを生成する。有用なアクリレート化触媒としては、例えば、四級アンモニウム塩類、トリフェニルホスフィン、クロム（III）ジイソプロピルサリチレートなどのクロム（III）有機金属類、芳香族N-複素環類、三級脂肪族アミン類、及び芳香族アミン類が挙げられる。前記アクリレートは、分子を重合可能にする。

30

【0031】

天然植物油類は、脂肪酸類の分布を含有する。本発明で有用な脂肪酸類の例としては、ミリストレイン酸（14：1）、パルミトレイン酸（16：1）、マルガロレイン酸（17：1）、オレイン酸（18：1）、ガドレイン酸（20：1）、及びエルカ酸（22：1）（ここで、括弧内の最初の数字は、炭素数を示し、括弧内の二番目の数字は、二重結合数を示す。例えば、（14：1）は、1個のC=C二重結合を含有する14個の炭素原子を示す）が挙げられる。そこから本発明で有用なアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル類を誘導することができる、好適な植物油類としては、例えば、キャノーラ油、オリーブ油、パーム油、及びオレイン酸高含有大豆油（例えば、デュポン社（Dupont）から入手可能な遺伝子組み換えされた大豆油）が挙げられる。

40

【0032】

通常は、本発明の紫外線重合性組成物は、約1重量%～約99重量%（好ましくは、約1重量%～約50重量%）のアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステルを含む。

【0033】

モノエチレン性不飽和（メタ）アクリル酸エステル

本発明の紫外線重合性組成物は、非三級アルキルアルコール（アルキル基が、約1個～約20個の炭素原子を有し、好ましくは、約3個～約18個の炭素原子、より好ましくは、約4個～約12個の炭素原子を有する）のモノエチレン性不飽和（メタ）アクリル酸エ

50

ステルをも含む。好適なモノマー類としては、例えば、メチルアクリレート、エチルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、ラウリルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、イソ-オクチルアクリレート、オクタデシルアクリレート、ノニルアクリレート、デシルアクリレート、イソボルニルアクリレート、及びドデシルアクリレートが挙げられる。ベンジルアクリレート及びシクロベンジル(cyclobenzyl)アクリレートなどの芳香族アクリレート類も有用である。好適なモノマー類としては、例えば、イソ-オクチルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、イソノニルアクリレート、デシルアクリレート、及びドデシルアクリレートが挙げられる。最も好ましいモノマーは、イソ-オクチルアクリレートである。

10

#### 【0034】

通常は、本発明の紫外線重合性組成物は、約1重量%～約99重量%(好ましくは、約50重量%～約99重量%)のモノエチレン性不飽和(メタ)アクリル酸エステルを含む。

#### 【0035】

##### 光反応開始剤

本発明の紫外線重合性組成物は、光開始剤をも含む。有用な光開始剤類としては、ベンゾイソメチルエーテル、及びベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル類；2,2-ジエトキシアセトフェノン(チバ-ガイギー社からイルガキュア(IRGACURE)(商標)651光開始剤として入手可能)、2,2-ジメトキシ-2-フェニル-1-フェニルエタノン(サルトマー社(Sartomer)からエサキュア(Esacure)(商標)KB-1光開始剤)、及びジメトキシヒドロキシアセトフェノンなどの置換アセトフェノン類；ビスアシルホスフィン(イルガキュア(IRGACURE)(商標)819光開始剤としてチバ-ガイギー社から入手可能)；2-メチル-2-ヒドロキシプロピオフェノンなどの置換-ケトール類；2-ナフタレンスルホンクロライドなどの芳香族スルホンクロライド類；及び1-フェニル-1,2-プロパンジオン-2-(*O*-エトキシカルボニル)オキシムなどの光活性オキシム類が挙げられる。これらのうちで好ましいのは、置換アセトフェノン類である。

20

#### 【0036】

本発明のアクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル類は、重合開始のために通常使用されるUV波長(例えば、350nm)にて、高吸収性(例えば、4ミリメートルの経路長にて、透過率が10%未満)であることができる。これにより、アクリレート化モノマーからポリマーへの転換が少なくなる可能性がある。非三級アルキルアルコール、例えば、イソ-オクチルアルコールのモノエチレン性不飽和(メタ)アクリル酸エステルを添加することによって、透過率パーセントを増加させ、より高い転換率にすることができる。より高レベルでのモノマーからポリマーへの転換は、吸収性を増大させた光開始剤(例えば、イルガキュア(IRGACURE)(商標)819)と380～450nmの波長帯におけるスペクトル出力を増大させたUVランプ(シルヴァニア・スーパー・ブルー(Sylvania Super Blue)F40T12ランプ)との組み合わせを使用することによっても達成することができる。

30

40

#### 【0037】

光開始剤は、本発明の紫外線重合性組成物に、光化学的有効量にて(即ち、組成物のフリーラジカル重合を開始させるために必要な量にて)、存在する。通常は、光開始剤は、前記組成物100pbw当たり、約0.01重量部(pbwt)%～約5重量部(pbwt)の量で存在する。

#### 【0038】

##### 任意構成成分

本発明の紫外線重合性組成物としては、前述したもの以外のアクリレート化脂肪酸アルキルエステル類、連鎖移動剤類、架橋剤類、アクリル酸、及び粘着付与樹脂類を含む任意構成成分類を挙げることができるが、これらに限定するものではない。

50

## 【 0 0 3 9 】

上述したように、植物油類は、脂肪酸類の分布を含む。例えば、多数の一般的な植物油は、望ましいオレイン酸（１８：１）に加えて、比較的大きな百分率のリノール酸（１８：２）及びリノレン酸（１８：３）を含む。リノール酸及びリノレン酸をオレイン酸から分離することが困難な場合がある。従って、純粋なアクリレート化メチルオレートを得ることが困難になり得る。このため、多くの場合、本発明の紫外線重合性組成物は、前述したもの以外のアクリレート化脂肪酸アルキルエステル類（例えば、アクリレート化メチルリノレート及びアクリレート化メチルリノレネート）を含む。通常は、本発明の紫外線重合性組成物は、約２５重量％未満（好ましくは、約１５重量％未満、より好ましくは、約５重量％未満）のこれらその他のアクリレート化脂肪酸アルキルエステル類を含む。

10

## 【 0 0 4 0 】

連鎖移動剤類は、本発明の紫外線重合性組成物内に含まれて、得られるポリマーの分子量を制御することができる。連鎖移動剤は、ラジカル重合を調節する物質であり、且つ一般に当技術分野で公知である。好適な連鎖移動剤類としては、四臭化炭素などのハロゲン化炭化水素；ラウリルメルカプタン、ブチルメルカプタン、エタンチオール、イソオクチルチオグリコレート（ＩＯＴＧ）、２－エチルヘキシルチオグリコレート、２－エチルヘキシルメルカプトプロピオネート、２－メルカプトイミダゾール、及び２－メルカプトエチルエーテルなどのイオウ化合物類；並びにエタノール、イソプロパノール、及びエチルアセテートなどの溶媒類が挙げられる。好ましい連鎖移動剤類としては、例えば、ＩＯＴＧ及び四臭化炭素が挙げられる。

20

## 【 0 0 4 1 】

有用な連鎖移動剤の量は、所望の分子量及び連鎖移動剤の種類に応じて異なる。溶媒類は、連鎖移動剤類として有用であるが、それらは一般に、例えば、前記イオウ化合物類程には活性でない。連鎖移動剤は、通常、全モノマー１００部当たり約０．００１ｐｂｗ～約１ｐｂｗ、好ましくは約０．０１ｐｂｗ～約０．５ｐｂｗ、最も好ましくは約０．０２ｐｂｗ～約０．２０ｐｂｗの量で使用される。

## 【 0 0 4 2 】

本発明の紫外線重合性組成物は、例えば、剪断強度を向上させるために、有効量の架橋剤を含んでもよい。架橋剤は、得られた接着剤がホットメルトコーティングされた後で、活性化されてよい。通常は、前記量は、全モノマー１００部当たり約０．００１ｐｂｗ～約１ｐｂｗの範囲である。架橋剤は、接着剤中に別個の種としてそのままとどまることが可能で、或いはそれはモノマー類と共重合することができる。架橋は、ホットメルトコーティング後に開始されることが好ましく、架橋は、紫外線照射又は電離放射線、例えば放射線又は電子ビームによって開始されることが好ましい（別個の架橋剤の使用は電離放射線の場合には任意である）。

30

## 【 0 0 4 3 】

紫外線重合性組成物に添加することができる架橋剤類としては、多官能性アクリレート架橋剤類例えば、多価アルコール類のアクリル酸エステル類（例えば、１，６－ヘキサジオールジアクリレート及び米国特許第４，３７９，２０１号に記載されているもの、例えば、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、１，２－エチレングリコールジアクリレート、１，２－ドデカンジオールジアクリレート、など）が挙げられる。通常は、多官能性アクリレート架橋剤類は、全モノマー１００部当たり約０．００１ｐｂｗ～約１ｐｂｗの量で本発明の組成物中に存在する。

40

## 【 0 0 4 4 】

好ましい架橋剤類としては、例えば、多官能性アクリレート類例えば、１，６－ヘキサジオールジアクリレート及びトリメチロールプロパントリアクリレート、並びに置換トリアジン類例えば、２，４－ビス（トリクロロメチル）－６－（４－メトキシフェニル）－ｓ－トリアジン及び２，４－ビス（トリクロロメチル）－６－（３，４－ジメトキシフェニル）－ｓ－トリアジン（米国特許第４，３２９，３８４号及び米国特許第４，３３０，５９０号で記載の如く）が挙げられる。好ましい架橋剤類の別部類は、米国特許第４，

50



737, 559号に開示されているもののようなオルト-芳香族ヒドロキシル基類を含まない共重合性モノ-エチレン系不飽和芳香族ケトンモノマー類である。具体例としては、パラ-アクリロキシベンゾフェノン、パラ-アクリロキシエトキシベンゾフェノン、パラ-N-(メチルアクリロキシエチル)-カルバモイルエトキシベンゾフェノン、パラ-アクリロキシアセトフェノン、オルト-アクリルアミドアセトフェノン、アクリレート化アントラキノン類、などが挙げられる。

【0045】

最も好ましい架橋剤類としては、例えば、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、及び2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(4-メトキシフェニル)-s-トリアジンが挙げられる。

10

【0046】

更に別の好適な架橋剤は、1,5-ビス(4-ベンゾイルベンゾキシ)ペンタンである。水素引き抜きカルボニル類例えば、アントラキノン、ベンゾフェノン、及びこれらの誘導体類(米国特許第4,181,752号に開示されている如く)も適している。

【0047】

所望により、紫外線重合性組成物中の光開始剤もまた、光架橋剤として機能する。光開始剤類及び光架橋剤類の両方として機能する物質としては、発色団置換ビストリクロロメチルトリアジン類例えば、米国特許第4,391,681号、米国特許第4,330,590号、及び米国特許第4,329,384号に記載されるもの(例えば、2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(4-メトキシフェニル)-s-トリアジン、2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(3,4-ジメトキシフェニル)-s-トリアジン、2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(3,5-ジメトキシフェニル)-s-トリアジンなど; 2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(1-ナフチル)-s-トリアジン、2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(2-ナフチル)-s-トリアジン、及び2,4-ビス(トリクロロメチル)-6-(1-(4-メトキシナフチル))-s-トリアジン)が挙げられる。これらの化合物類などは、放射線硬化性組成物100pbw当たり約0.01pbw~約5pbwの量で存在する場合、光活性剤類として有用である。それらは、単独で又は光開始剤と共に使用することが可能である(上記の通り)。これらの化合物類の有用性は、それらが本発明の組成物類へ高温剪断力を付与できることである。

20

【0048】

アクリル酸は、所望により、本発明の紫外線重合性組成物に、例えば、硬化剤として添加することもできる。アクリル酸を添加する場合、通常は、紫外線重合性組成物の約0.5重量%~約20重量%(好ましくは、約2重量%~約10重量%)の量で添加される。

30

【0049】

本発明の組成物は、得られた接着剤の粘着性を増大させるための粘着付与樹脂類を更に含むことができる。粘着付与樹脂類は、ホットメルトコーティング工程中においてもまた添加することができる。好適な粘着付与樹脂類としては、ロジンエステル類、テルペン類、フェノール類、及び脂肪族、芳香族、又は脂肪族と芳香族との混合である合成炭化水素純粋モノマー樹脂類が挙げられる。市販されている有用な粘着付与樹脂類の例としては、フォーラル(Foral)(商標)85及び炭化水素樹脂類(レガルRez(Regalrez)(商標)の商標名にて、ハーキュレス社(Hercules, Inc.)から販売されている)、ECR-180(エクソン・ケミカルズ社(Exxon Chemicals)から入手可能)、及びSP553テルペンフェノール樹脂(スケネクタディー社(Schenectady International, Inc)から入手可能)が挙げられる。使用する場合、粘着付与樹脂の量は、紫外線重合性組成物の約1重量%~約50重量%(好ましくは、約5重量%~約30重量%)の範囲であり得る。

40

【0050】

その他の添加剤類は、本発明の紫外線重合性組成物内に含まれ得、或いはホットメルトコーティング時に添加して、得られる接着剤の性質を変化させることができる。このような添加剤類又は充填剤類としては、可塑剤類、顔料類、ガラス性又は高分子性の気泡又はビーズ(それは、エクспанデッド(expanded)又はアンエクспанデッド(unexpanded)

50

）であってよい）、繊維類、補強剤類、疎水性シリカ又は親水性シリカ、炭酸カルシウム、強化剤類、難燃剤類、酸化防止剤類、微粉碎ポリマー粒子類例えば、ポリエステル、ナイロン、及びポリプロピレン、並びに安定剤類が挙げられる。添加剤類は、所望の最終性質を得るのに十分な量で添加される。

#### 【0051】

##### 調製

本発明の紫外線重合性組成物は、アクリレート化モノ不飽和脂肪酸アルキルエステル、非三級アルキルアルコールのモノエチレン性不飽和（メタ）アクリル酸エステル、光開始剤、及び任意構成成分類を混合することにより調製することができる。

#### 【0052】

次に、紫外線重合性組成物をパッケージ材料と混ぜ合わせて、パッケージ化された紫外線重合性組成物を形成することができる。パッケージ化された紫外線重合性組成物を紫外放射線にさらして、組成物を重合させてパッケージ化されたP S A組成物を形成することができる。

#### 【0053】

紫外線重合性組成物は、パッケージ材料によって組成物をほぼ又は完全に囲むことによって、パッケージ材料と組み合わせることができる。紫外線重合性組成物は、それをシート表面上又は一対のシート間に配設することによって、パッケージ材料と組み合わせることもできる。後者の場合、シートの少なくとも1つは、P S A組成物と該シートと一緒に熔融且つ混合した際に、シートの少なくとも1つがP S A組成物の粘着性に対して実質的に悪影響を与えないように選択される。或いは、パッケージ材料は、プロファイルにおける長さと同断面積の平方根との比が、少なくとも約30：1となる、中空プロファイルの形態であり得る。

#### 【0054】

パッケージ材料は、引き続き重合させ（従って、最終生成物の一部となる）、或いはそれを引き続いての重合及び後続の処理前に除去することができる。

#### 【0055】

パッケージ材料に引き続き重合を起こさせる場合には、パッケージ材料は、P S A接着剤組成物及びパッケージ材料が、一緒に熔融され、混合された際に、P S A組成物の所望の粘着性に対して、実質的に悪影響を与えないように選択される。所望の粘着性は、エンドユーザの要求によって決定される。所望のP S A特性としては、剥離強度及び剪断強度を挙げることができる。

#### 【0056】

パッケージ材料によって紫外線重合性組成物を完全に囲むことができる。好ましくは、約0.1g～約500gの紫外線重合性組成物が、パッケージ材料により完全に囲まれている。別の実施形態では、約3g～約100gの紫外線重合性組成物が、パッケージ材料により完全に囲まれている。別の実施形態では、パッケージ材料によって紫外線重合性組成物は実質的に取り囲まれる。更に別の実施形態では、紫外線重合性組成物は、シート表面上に、又はパッケージ材料の実質的に平行な2枚のシートの一対の間に配置されている。別の実施形態では、紫外線重合性組成物は、長さと同断面積の平方根との比が少なくとも30：1というパッケージ材料の中空プロファイルによって、ほぼ又は完全に囲まれている。

#### 【0057】

少量の揮発性非重合性溶媒が、架橋剤などの他の添加剤を溶解するために紫外線重合性組成物中に含まれてもよい。紫外線重合性組成物は、好ましくは、10重量%未満（好ましくは、5重量%未満、より好ましくは、1重量%未満）の溶媒を含有する。好ましい実施形態では、プレ接着剤組成物は、溶媒を実質的に含まない。

#### 【0058】

パッケージ材料は、P S Aと組み合わされた際に、所望の接着剤特性に実質的に悪影響を与えることが無い材料により構成されている。

## 【0059】

一実施形態では、紫外線重合性組成物は、パッケージ材料によって実質的に取り囲まれており、本発明の別の実施形態では、紫外線重合性組成物は、パッケージ材料によって完全に取り囲まれている。本実施形態では、プレ接着剤組成物がパッケージ材料によって完全に取り囲まれることを意図するが、製造における様々な変化によって、紫外線重合性組成物がパッケージ材料によって完全に取り囲まれていないパッケージ化プレ接着剤類が製造される場合がある。更に他の実施形態では、紫外線重合性組成物は、シート表面上又は一対のシート間に配置される。

## 【0060】

パッケージ材料は、好ましくはP S A加工温度にて又はそれ以下にて（即ち、P S Aが流動する温度で）溶融する。パッケージ材料は、好ましくは200 以下、好ましくは170 以下の融点を有する。好ましい実施形態では、融点は、90 ~ 150 の範囲である。パッケージ材料は、可撓性熱可塑性高分子フィルムであってよい。パッケージ材料は、好ましくは、エチレン - ビニルアセテート、エチレン - アクリル酸、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリブタジエン、又はアイオノマーフィルム類から選択される。好ましい実施形態では、パッケージ材料は、エチレン - アクリル酸又はエチレン - ビニルアセテートフィルムである。

## 【0061】

実際には、通常、約0.01mm~約0.25mmの厚みのフィルムが使用される。素早くヒートシールするのに十分に薄く且つ使用するフィルム材料の量を最少化しつつ、加工中に良好な強度を有するフィルムを得るには、約0.025mm~約0.127mmの厚みが好ましい。

## 【0062】

パッケージ材料の量は、材料の種別及び所望の最終性質に依存する。パッケージ材料の量は、通常は、紫外線重合性組成物及びパッケージ材料の総重量の約0.5%~約20%の範囲である。好ましくは、パッケージ材料は、2重量%~15重量%、より好ましくは3重量%~5重量%である。このようなパッケージング材料は、P S Aの所望の性質に悪影響を及ぼさない限り、フィルムの可撓性、取り扱い性、可視性、又は他の有用な性質を高めるために、可塑剤類、安定剤類、染料類、香料類、充填剤類、スリップ剤類、粘着防止剤類、難燃剤類、静電防止剤類、マイクロウェーブ・サセプタ類、熱伝導粒子類、導電性粒子類、及び/又は他の材料を含有してよい。

## 【0063】

フィルム材料は、重合を引き起こすために必要な波長での紫外線照射に十分に透過性でなければならない。

## 【0064】

重合は、米国特許第4,181,752号（マーテンズ（Martens）ら）にて記載の通り、紫外放射線にさらすことで引き起こされることも可能である。好ましい実施形態では、重合は、約0.1mW/cm<sup>2</sup>~約25mW/cm<sup>2</sup>の強度にて、60%超、好ましくは75%超の発光スペクトル（280~400ナノメートル（nm））を有するUV不可視光線にて実施される。

## 【0065】

光重合中、パッケージ化された紫外線重合性組成物の周りに冷却用空気を吹き込むことにより、冷却されたプラテン上にパッケージ化された紫外線重合性組成物を動かすことにより、又は重合中に、パッケージ化された紫外線重合性組成物を水浴若しくは熱伝達流体に浸漬することにより、温度を制御することが望ましい。好ましくは、パッケージ化された紫外線重合性組成物類を、水温約5 ~ 約90 にて、好ましくは約30 未満にて水浴中に浸漬する。水又は流体を攪拌すれば、反応中のホットスポットを防止することができる。

## 【0066】

その中でP S A及びそのパッケージ材料が溶融される容器中に、P S A及びそのパッケ

10

20

30

40

50

ージ材料を導入することによって、コーティング可能な熱可塑性又は熱硬化性ホットメルト接着剤を製造するため、重合させたP S A類の使用が可能である。溶融P S A及びそのパッケージ材料をシート材料上に又は別の好適な基材上にコーティングすることによってP S Aシートを形成するために、本ホットメルト接着剤を使用することが可能である。シート材料は、好ましくはテープバックング（例えば、ポリエチレンテレフタレート）又は剥離ライナー（例えば、シリコン処理紙）から選択される。好ましくは、重合済みP S A類は、パッケージ化されたP S Aをホットメルトコーター内に、パッケージ化された接着剤を溶融させるのに十分な温度にて、並びに混合して基材上にコーティング可能な混合物（基材上にコーティングされる）を形成するのに十分な混合によってホットメルトコーティングする。本工程は、加熱押出成形機、バルクタンク溶解装置、メルト・オン・デマンド装置、又はハンドヘルド型ホットメルト接着剤ガン内にて都合良く行うことができる。架橋剤を添加する場合には、次いで、コーティングされたP S Aを十分な紫外線照射又は電離放射線にさらして、架橋を生じさせることができる。架橋は、好ましくは、コーティング後に開始される。

10

#### 【0067】

各工程は、インライン（即ち、紫外線重合性組成物が、パッケージ材料によって取り囲まれ、重合し、ホットメルトコーティングされて、テープを形成し、所望により架橋される）で実施されてよく、又は各工程が個別に、別個の時間と場所において実施されてよい。例えば、パッケージ化された紫外線重合性組成物は、一度に重合させられ、別の時点で押出加工及び架橋されてよい。

20

#### 【0068】

熱可塑性フィルムは、底部と各外側縁とを液体形態充填密封装置上にて二つ折りにして共に熱融着させて、開放式ポーチを形成してよい。紫外線重合性組成物は、ポンプによってホースを通してポーチへと充填し、次に該ポーチの上部を熱融着して、接着剤組成物を完全に取り囲むようにする。

#### 【0069】

好ましくは、ポーチの最上部と底部を密封するために、製袋 - 充填 - 密封装置に、インパルスシーラーを装備する。このようなシーラーは、密封前にポーチをクランプで閉じる1対又は2対の咬み合いを有する。次に、密封するまでシーリングワイヤを加熱し、咬み合いを開放する前にシーリングを冷却する。シーリング温度は、通常、ポーチを形成するために使用されるフィルムの軟化点より高く且つ融点より低い。

30

#### 【0070】

シーリングプロセス中、密封前にポーチから空気の大部分を追い出すことが望ましい。少量の空気は、酸素量が実質的に重合プロセスを妨げるのに十分なものでない限り、許容範囲内である。取り扱いを容易にするために、全ての場合において、直ちに密封する必要はないが、ポーチに組成物を充填するとすぐに、ポーチを密封するのが望ましい。場合によっては、プレ接着剤組成物は、パッケージ材料を変更する場合があります、充填の約1分以内に、より好ましくは30秒以内に、最も好ましくは15秒以内に、ポーチをクロスシーリングすることが望ましい。紫外線重合性組成物が、パッケージ材料の強度を減少させる場合、プレ接着剤組成物がパッケージ材料に取り囲まれた後できるだけ速やかに（例えば、24時間以内に）、組成物を重合させることが好ましい。

40

#### 【0071】

或いは、フィルムの一辺を長手方向に折り畳んで、一端で密封し、紫外線重合性組成物を充填し、密閉することができる。別の実施形態では、フォーミングカラーを通してフィルムの一辺を引っ張って密封し、チューブを形成し、組成物を充填して密封することができる。別の実施形態は、市販の液体製袋 - 充填 - 密封装置で行うことができる。このような装置の入手先は、イーグル社（Eagle Corp）のパッケージング装置部門である。シーリングは、任意の多数の異なった構成にて行い、フィルムの長さ方向に対して縦横に複数のポーチを形成することができると考えられる。例えば、外側縁上のシーリングに加えて、交差したシーリングが2個の充填済みポーチを形成するように、フィルム長さの中心にも

50

シーリングを形成することができる。ポーチは、クロスシーリング及び／又は垂直シーリングにて互いに結合させたまま、或いは個々のポーチ又はポーチのストランドに切り分けるかのいずれかにすることができる。各々のポーチは、同じか又は異なる組成物類を含有してよい。

#### 【0072】

紫外線重合性組成物はまた、高分子フィルム材料の中空プロファイル内へ連続的に導入されたり、紫外線重合性組成物を重合させることが可能な紫外線照射へ連続的にさらされたり、連続的に重合させて、熱可塑性又は熱硬化性ホットメルト接着剤を得ることもでき、並びに高分子フィルム材料及びその内容物を連続的に容器（その中で、高分子フィルム材料及びその内容物を溶融する）内に導入することができる。高分子フィルム材料は、接着剤と高分子フィルム材料とのホットメルトコーティングした混合物の接着剤特性に対して実質的に悪影響を与えることが無い。ホットメルト接着剤及び高分子フィルム材料は、溶融され、混合され、シート材料上にコーティングされ、PSAコーティングシートを形成することが可能である。高分子フィルム材料の中空プロファイルは、高分子フィルム材料の連続チューブの内部空間である。連続チューブは、好ましくは円柱状、楕円形、又は矩形連続チューブである。好ましい実施形態では、連続チューブは、楕円形連続チューブである。本発明の一実施形態では、チューブは、クロスシールを有さない。高分子フィルム材料の中空プロファイルは、好ましくは約  $0.5 \text{ cm}^2$  ～ 約  $25 \text{ cm}^2$  の、より好ましくは約  $1 \text{ cm}^2$  ～ 約  $10 \text{ cm}^2$  の断面積を有する。

#### 【0073】

紫外線重合性組成物はまた、支持ウェブ上にコーティングしたり、シート材料で被ったり、紫外線照射によって重合させたりすることもでき、この際、支持ウェブ、シート材料、又はその両者は、接着剤によってホットメルトコーティング可能である。支持ウェブとシート材料の両方がホットメルトコーティング可能である場合、得られたコンポジット缶をホットメルトコーター内へと直接的に供給したり、より小さいストリップ又はピースへと切断して、ホットメルトコーターに供給することができる。支持ウェブ又はシート材料の1つのみが接着剤によってホットメルトコーティング可能な場合、接着剤がホットメルトコーティングされる前に、非コーティング可能なものは除去される。コーティング不可能なものを除去した後の取り扱い性を向上させるために、重合済み接着剤をそれ自体の上で重ね合わせて、コーティング可能なものがコーティングされた接着剤の主表面を実質的に取り囲むようにすることができる。次に、接着剤ウェブをホットメルトコーター内へ供給したり、或いはホットメルトコーティング前により小さいストリップ又はピースへと切断することができる。

#### 【0074】

支持ウェブ又はシート材料のいずれかが、接着剤によってコーティングできない場合（例えば、下記に述べる様に、パッケージ材料が重合後、並びにそれに続く処理前に除去されるような場合）、必要に応じて、接着剤がそこから容易に除去できるように処理されるべきである。そのような処理としては、シリコーン放出コーティング材、ポリフルオロポリエーテルコーティング材、及びテフロン（登録商標）（Teflon）（商標）などのポリフルオロエチレンコーティング材が挙げられる。

#### 【0075】

支持ウェブは、コーティングされた紫外線重合性組成物を重合中支持するのに十分な強度を提供すべきであり、或いは重合中プラテンによって支持することができる。支持ウェブは、エンドレスコンベアベルトであることができ、或いは、それは接着剤によってロールへと巻き取ることができる可撓性材料であることができ、支持ウェブはそれ自体がシート材料である。エンドレスコンベアベルトは、シリコーンエラストマー類；ポリフルオロエチレン、ポリエステル、ナイロン、ポリカーボネートなどから作製されたもののような高分子フィルム類；ステンレス鋼などの金属類；ゴム；ガラス繊維類；などから作製することができる。有用な可撓性材料としては、紙及びポリエステル、ナイロン、ポリカーボネート類、ポリオレフィン類、エチレンアクリル酸、エチレンビニルアセテート、イオノ

マー類などから作製されたもののような高分子フィルム類が挙げられる。コーティング可能な可撓性材料としては、ポリプロピレン、ポリエチレン、及びポリブタジエンなどのポリオレフィン類；エチレンアクリル酸；エチレンビニルアセテート；並びにイオノマー類が挙げられる。

【0076】

同様に、シート材料は、ガラス、ポリマー類、又は金属類（所望により、分離材料でコーティングしてよい）で作製された非可撓性プレートと同様に、上述した可撓性材料から作製することができる。支持ウェブ、シート材料、又はその両方は、重合を生じさせるために紫外線に対して十分に透過性でなければならない。

【0077】

紫外線重合性組成物は、支持ウェブ上にコーティングすることもでき、且つ紫外線によって重合することもできる（ここでは、プレ接着剤がシート材料によって被われていない）。支持ウェブは、接着剤によってコーティング可能である。好ましい実施形態では、コーティングされたプレ接着剤がシート材料によって被われていない場合、重合は不活性雰囲気中で実施される。

【0078】

場合によっては、パッケージ材料は、重合後に除去されて、任意の更なる処理（例えば、融解、コーティング、又は接着剤の単なる適用）が接着剤のみに関わるようにする。上記パッケージング材料が、好適である。しかし、パッケージ材料は任意の重合後処理の前に除去されるために、パッケージ材料の選択は、共に溶解した際の最終生成物の粘着性に実質的に影響を及ぼさない材料に限定されるものではない。このため、多種多様なパッケージ材料を使用してもよく、この材料は、好ましい接着剤から素早く除去できる。パッケージ材料から接着剤を除去する能力を向上させるためには、パッケージ材料が分離材料を備えることが可能である。

【0079】

本発明の紫外線重合性組成物から調製されるPSA類は、例えば、リントローラー類、テープ類（例えば、電氣的、医学的、表面保護、且つカートンシーリングテープ類）、包帯類、印刷用粘着シートなどの物品及びその他構造接着用途のための物品において有用である。

【実施例】

【0080】

本発明の目的及び利点は、以下の実施例によって更に例示されるが、これらの実施例において列挙された特定の材料及びその量は、他の諸条件及び詳細と同様に、本発明を不当に制限するものと解釈すべきではない。

【0081】

試験方法

紫外線（UV）ランプ強度

本発明の接着剤を調製するために使用されたランプのUV強度は、型式・UR365CH1・UV積算ラジオメーター（エレクトロニック・インスツルメンテーション・アンド・テクノロジー社（Electronic Instrumentation & Technology, Inc.）（バージニア州スターリング））を使用して測定した。2個のシルヴァニア（Sylvania）社製ランプ・F20T12/350/BL/50W（オスラム・シルヴァニア社（Osram Sylvania Inc.）（マサチューセッツ州ダンバーズ））の出力が測定され、5.9ミリワット（mW）/平方センチメートル（ $\text{cm}^2$ ）であった。2個のシルヴァニア・スーパー・ブルー（Sylvania Super Blue）・F40T12/SDB/65Wランプ（オスラム・シルヴァニア社（Osram Sylvania Inc.）（マサチューセッツ州ダンバーズ））の出力が測定され、0.33 mW/ $\text{cm}^2$ であった。

【0082】

180°剥離力

本発明の接着剤を使用して実現されるテープ性能は、鋼鉄に対する接着性試験（AST

10

20

30

40

50

M・D・3330)を使用して評価した。試験速度30.5cm/分と共に、剥離角180°を使用した。試験片は、幅2.54cmであり、2.0kgのスチール製ローラーを2回通過させることによって、ステンレス鋼パネルに付着させた。試験片からスチール製パネルへと移動した接着剤の量は、パネル及びテープ試験体の上に残った接着剤の量を定性的に評価することによって測定した。

#### 【0083】

##### 剪断力ハング時間

本発明の接着剤を使用して実現されるテープ性能は、静的剪断力試験を使用して評価した。2.0kgスチール製ローラーを2回通過させることによって、幅2.54cm、長さ7.62cmのテープ試験体の2.54×2.54cm部分を、研磨したステンレス鋼試験用パネル表面に付着させた。3Mスコッチ(Scotch)893工業用荷造テープ(3M社(ミネソタ州、セントポール))及びステابلを使用して、試験体の非付着部分を補強した。試験体の補強端から荷重1kgをぶら下げて、落下するまでの時間を分単位にて記録した。全ての落下は、別途注記のない限り、感圧接着剤コーティングの貼着性剥離によるものであった。試験片からスチール表面へと移動した接着剤の量は、表面及びテープ試験体の上に残った接着剤の量を定性的に評価することによって測定した。観測結果「0% coh」とは、接着剤剥離破壊又は剪断力における「ポップ・オフ(pop-off)」破壊を意味する。各剪断力のハング時間の値は、2回の測定値の平均値として報告した。「+」値は、試験終了時において、試験体が依然としてぶら下がっていることを示した。

#### 【0084】

##### ポリマーゲル部分

本発明のUV重合感圧接着剤は、不溶性ゲル含有量により評価した。0.1~0.3グラムのポリマーを18グラムのエチルアセテートへ添加し、24時間振盪させた。64メッシュの3.8cm×3.8cmバスケットを使用して、振盪させた溶液を濾過した。バスケットを121にて30分間乾燥させた。ゲル部分は、乾燥させた残留ポリマー重量をポリマーの初期重量で除して計算することによって測定した。

#### 【0085】

##### モノマー粘度

本発明のアクリレート化メチルエステル類の粘度を21にて、ブルックフィールド社製デジタル式粘度計・型式DV-L E(ブルックフィールド・エンジニアリング・ラボラトリーズ社(Brookfield Engineering Laboratories, Inc.))(マサチューセッツ州ミドルボロー))を使用して評価した。粘度計に64番スピンドルを装着し、30rpmにて稼動させた。粘度値は、センチポアズ(cps)に相当するミリパスカル(mPas)で報告される。

#### 【0086】

##### (実施例1)

感圧接着剤処方物及びテープは、以下の手順を使用して調製した。200グラムのメチルオレエート(純度99%、アルドリッチ社(Aldrich Inc.))(ウィスコンシン州ミルウォーキー)製)を160グラムの30%・H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(マリンクロット・ベーカー社(Mallinckrodt Baker Inc.))(ニュージャージー州フィリップスバーグ)及び104グラムのギ酸(88%、EMサイエンス社(ニュージャージー州ギブスタウン))を、1000mL三角フラスコ内で混ぜ合わせた。テフロン(登録商標)(Teflon)(商標)製ブレードを装着したガラス製かき混ぜ棒を使用して16時間、構成成分を激しく攪拌した。200mLのエチルアセテートを、反応混合物に添加した。分液漏斗を使用して有機相を収集し、次に、300グラムの脱イオン水、300グラムの飽和重炭酸ナトリウム溶液(残留している全ての酸類を中和するため)及び300グラムの飽和塩化ナトリウム溶液にて洗浄した。残留有機相を硫酸ナトリウム上で乾燥させ、濾過し、エチルアセテートをアスピレーションで除去し、187グラムのエポキシ化メチルオレエートを残した。

#### 【0087】

187グラムのエポキシ化メチルオレエートを65.5グラムのアクリル酸(99%、

マリンクロット・ベーカー社 (Mallinckrodt Baker Inc.) (ニュージャージー州フィリップスバーグ) 製)、0.56グラムのヒドロキノン阻害物質 (99%、アルドリッチケミカル社 (ウイスコンシン州ミルウォーキー) 製及び1.9グラムの加速触媒 (accelerating catalyst) [クロム (III) 有機金属] と混ぜ合わせて、エポキシ - 酸反応 (AMC - 2、エアロジェット・ファイン・ケミカルズ社 (Aerojet Fine Chemicals Inc.) (カルフォルニア州ランチョコードヴァ) 製) を500 mL 三角フラスコ内で生じさせた。テフロン (登録商標) (Teflon) (商標) 製ブレードを装着したガラス製かき混ぜ棒を使用して構成成分を油浴中にて激しく攪拌し、 $90 \pm 3$  にて6時間維持した。200 mL のエチルアセテートを、反応混合物に添加し、分液漏斗を使用して有機相を収集した。次に、有機相を300グラムの脱イオン水、300グラムの飽和重炭酸ナトリウム溶液 (残留している全ての酸類を中和するため) 及び300グラムの飽和塩化ナトリウム溶液で洗浄した。残留有機相を硫酸ナトリウム上で乾燥させ、濾過し、次にエチルアセテートをアスピレーションで除去して、187グラムのアクリレート化メチルオレエート (AMO) を残した。AMO は、残留クロム (III) 触媒の存在に起因する緑色を帯びた琥珀色を有し、350 nm にて0.05の透過率 (%T) (4 mm 経路長)、420 nm にて0.9 % T 及び450 nm にて4.3 % T の透過率を有した。

10

#### 【0088】

47.5 % の AMO は、47.5 % イソオクチルアクリレート (IOA)、5 % アクリル酸 (AA) 及び100モノマー当たり0.2部 (0.2 pphm) のイルガキュア (Irgacure) 651 光開始剤 (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社 (Ciba Specialty Chemicals) (スイス、パーゼル)) と混ぜ合わされた。混合物を5分間振盪させ、約10グラムをピペットで5.1 cm (2 インチ) 幅  $\times$  7.6 cm (3 インチ) 長のジップ・ロック (ZIP LOCK) ポリエチレンポーチ (気泡を最小限とした) へと取り分ける。密封されたポーチを室温にて脱イオン水内に置き、スクリーンにてポーチを水面下に保持した。次に、ポーチを、主として、2個のシルヴァニア (Sylvania) 社製ランプ・F20T12/350/B/L/50W (オスラム・シルヴァニア社 (Osram Sylvania Inc.) (マサチューセッツ州ダンバーズ)) からの350 nm の紫外線に、ポーチ各側面当たり10分間さらした (総照射時間は、20分であった)。液体窒素にさらすことによって、得られたポリマーをポーチ材料から分離した。

20

#### 【0089】

ポリマー溶液は、固形分が20%又は33%のいずれかで、得られたポリマーをエチルアセテート中に溶解させることによって調製した。感圧性接着テープは、ポリマー溶液を25ミクロン厚のポリエチレンテレフタレート (PET) フィルム上に、ナイフコーティング器具を使用してコーティングすることによって作製した。サンプルは、15分間70 ( $158^{\circ}\text{F}$ ) にて乾燥させた。接着剤の塗布量は、 $29 \text{ g/m}^2$  ( $6.9 \text{ g/in}^2$ ) であった。

30

#### 【0090】

##### (実施例2)

重合前の組成が、AMO 67.5%、IOA 22.5%、AA 10% 及び100モノマー当たり0.2部 (0.2 pphm) のイルガキュア (Irgacure) 651 である以外は、上記実施例1の材料及び手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。接着剤の塗布量は、 $36 \text{ g/m}^2$  ( $8.5 \text{ g/in}^2$ ) であった。

40

#### 【0091】

##### 比較例C1

エポキシ化大豆油系トリエステルアクリレート (ESOA、CN - 111、サルトマー社 (Sartomer Co. Inc.) (ペンシルベニア州エクストン)) をAMO に代えて使用した以外は、上記実施例1の材料及び手順を使用して、接着剤配合物を調製した。重合前の組成は、ESOA 12%、IOA 88%、及び100モノマー当たり0.2部 (0.2 pphm) のイルガキュア (Irgacure) 651 であった。組成物は、ポーチ各側面当たり6分間、総照射時間12分間にて重合させた。得られた材料は、ごわごわして、ごくわず

50



かの粘着しかなかった。それは、貧弱な結合力しか持たず、引っ張ると粉々に砕けた。

【0092】

比較例 C 2

重合前の組成が、ESO A 5 %、IOA 95 % 及び 100 モノマー当たり 0.2 部 (0.2 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 651 である以外は、上記比較例 C 1 の材料及び手順を使用して、接着剤配合物を調製した。組成物は、ポーチ各側面当たり 6 分間 (総照射時間は、12 分間であった) 最大出力にて重合させた。得られた材料は、ごわごわして、ごくわずかの粘着しかなかった。それは、貧弱な結合力しか持たず、引っ張ると粉々に砕けた。

【0093】

比較例 C 3

AMO が配合物から除外された以外は、上記実施例 1 の材料と手順を使用して、接着剤配合物及びテープを調製した。重合前の組成は、IOA 90 %、AA 10 % 及び 100 モノマー当たり 0.2 部 (0.2 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 651 であった。接着剤の塗布量は、21 グラム / m<sup>2</sup> (5.0 グレイン / インチ<sup>2</sup>) であった。

【0094】

比較例 C 4

IOA が配合物から除外された以外は、上記実施例 1 の材料と手順を使用して、接着剤配合物を調製した。重合前の組成は、AMO 90 %、AA 10 % 及び 100 モノマー当たり 0.2 部 (0.2 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 651 であった。配合物は、UV 重合波長における組成物の高吸収性ゆえに、20 分間の UV 照射時間では適切に重合しなかった。

【0095】

(実施例 3)

イルガキュア (IRGACURE) 819 (チバ・スペシャルティ・ケミカルズ社 (Ciba Specialty Chemicals) (スイス、バーゼル) 製) を光開始剤として使用した以外は、上記実施例 1 の材料と手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。重合前の組成は、AMO 47.5 %、IOA 47.5 %、AA 5 % 及び 100 モノマー当たり 0.5 部 (0.5 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 819 であった。ポーチを主として、2 個のシルヴァニア・スーパー・ブルー (Sylvania Super Blue) ・F40 T12 / SDB / 65 W (オスラム・シルヴァニア社 (Osram Sylvania Inc.) (マサチューセッツ州ダンバーズ) 製) ランプからの 350 nm の紫外線に、ポーチ各側面当たり 10 分間さらした (総照射時間は、20 分であった)。接着剤の塗布量は、29 グラム / m<sup>2</sup> (6.9 グレイン / インチ<sup>2</sup>) であった。

【0096】

(実施例 4)

重合前の組成が、AMO 46.5 %、IOA 46.5 %、AA 7 % 及び 100 モノマー当たり 0.5 部 (0.5 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 819 である以外は、上記実施例 3 の材料及び手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。接着剤の塗布量は、37 グラム / m<sup>2</sup> (8.8 グレイン / インチ<sup>2</sup>) であった。

【0097】

(実施例 5)

重合前の組成が、AMO 60 %、IOA 30 %、AA 10 % 及び 100 モノマー当たり 0.5 部 (0.5 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 819 である以外は、上記実施例 3 の材料及び手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。接着剤の塗布量は、37 グラム / m<sup>2</sup> (8.9 グレイン / インチ<sup>2</sup>) であった。

【0098】

(実施例 6)

重合前の組成が、AMO 70 %、IOA 20 %、AA 10 % 及び 100 モノマー当たり 0.5 部 (0.5 p p h m) のイルガキュア (Irgacure) 819 である以外は、上

10

20

30

40

50

記実施例 3 の材料及び手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。接着剤の塗布量は、 $32 \text{ g/m}^2$  ( $7.6 \text{ g/in}^2$ ) であった。

【0099】

(実施例 7)

重合前の組成が、AMO 80%、IOA 10%、AA 10%及び100モノマー当たり0.5部(0.5pphm)のイルガキュア(Irgacure) 819である以外は、上記実施例 3 の材料及び手順を使用して、感圧接着剤処方物及びテープを調製した。接着剤の塗布量は、 $28 \text{ g/m}^2$  ( $6.6 \text{ g/in}^2$ ) であった。

【0100】

比較例 C 5

AMOが配合物から除外された以外は、上記実施例 3 の材料と手順を使用して、接着剤配合物及びテープを調製した。重合前の組成は、IOA 95%、AA 5%及び100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)のイルガキュア(Irgacure) 651であった。接着剤の塗布量は、 $34 \text{ g/m}^2$  ( $8.2 \text{ g/in}^2$ ) であった。

【0101】

比較例 C 6

IOAが配合物から除外された以外は、上記実施例 3 の材料と手順を使用して、接着剤配合物及びテープを調製した。重合前の組成は、AMO 90%、AA 10%及び100モノマー当たり0.5部(0.5pphm)のイルガキュア(Irgacure) 819であった。接着剤の塗布量は、 $21 \text{ g/m}^2$  ( $5.0 \text{ g/in}^2$ ) であった。

【0102】

(実施例 8)

メチルオレエート(99+%、シグマ・ケミカル社(Sigma Chemical Co.)(ミズーリ州セントルイス)製)を実施例 1 と同様にエポキシ化し、AMC-2クロム(III)触媒を使用してアクリレート化した。AMOの粘度を測定して、 $140 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ であった。AMOは、残留クロム(III)触媒の存在に起因する緑色を帯びた黄色を有し、 $350 \text{ nm}$ にて7.8の透過率(%T)(4mm経路長)、 $420 \text{ nm}$ にて45.6%T及び $450 \text{ nm}$ にて58.3%Tの透過率を有した。ゲル部分を測定して、0.61であった。感圧接着剤処方物及びテープは、AMO 50%、IOA 50%及びイルガキュア(Irgacure) 651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、102ミクロン(0.004インチ)のコーティング厚みであった。

【0103】

(実施例 9)

メチルオレエート(99+%、シグマ・ケミカル社(Sigma Chemical Co.)(ミズーリ州セントルイス)製)を実施例 1 と同様にエポキシ化したが、アクリレート化には異なった触媒(イミダゾール)を使用した。50グラムの99%エポキシ化メチルオレエートを17グラムのアクリル酸、0.5グラムのイミダゾール(99%、アルドリッチケミカル社(ウィスコンシン州ミルウォーキー)製)及び0.15グラムのヒドロキノンと500rpmにて6時間90で反応させた。AMOの粘度を測定して、 $140 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ であった。AMOは、淡黄色の琥珀色を有し、 $350 \text{ nm}$ にて0.1の透過率(%T)(4mm経路長)、 $420 \text{ nm}$ にて1.4%T及び $450 \text{ nm}$ にて4.2%Tの透過率を有した。感圧接着剤処方物及びテープは、AMO 50%、IOA 50%、及びイルガキュア(Irgacure) 651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコン処理済みPETフィルムとの間に置いて

10

20

30

40

50

、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、65ミクロン(0.0025インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定し、0.64であった。

【0104】

(実施例10)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例8にあるように、クロム(III)触媒化AMO 10%、IOA 88%、AA 2%、及びイルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、70ミクロン(0.0028インチ)のコーティング厚みであった。

【0105】

(実施例11)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例8にあるように、クロム(III)触媒化AMO 88%、IOA 10%、AA 2%及びイルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。組成物は、シルヴァニア・スーパー・ブルー(Sylvania Super Blue)・F40T12/SD B/65W(オスラム・シルヴァニア社(Osram Sylvania Inc.)(マサチューセッツ州ダンバーズ)製)ランプからの光に6分間さらした。組成物は、170ミクロン(0.0067インチ)のコーティング厚みであった。

【0106】

(実施例12)

飽和構成成分と不飽和構成成分との混合物を有する異なったメチルエステル(CE-1897、プロクター・アンド・ギャンブル・ケミカルズ社(Proctor and Gamble Chemicals)(オハイオ州シンシナティ)製)を実施例1と同様にしてエポキシ化した。本メチルエステルは、1.1%のメチルパルミテート(C16:0)、9.0%のメチルステアレート(C18:0)、77.6%のメチルオレエート(C18:1)、12.4%のメチルリノレート(C18:2)及び0.1%のメチルリノレート(C18:3)を含有した。飽和構成成分は、-15にて、メタノール対エポキシが2対1の混合物による低温沈殿によってエポキシ化CE-1897から部分的に除去した。更に、沈殿物(9,10-ジヒドロキシステアリン酸メチルエステル)は、吸引濾過によって除去した。50グラムのエポキシ化CE-1897を17グラムのアクリル酸、0.5グラムのAMC-2クロム(III)触媒及び0.15グラムのヒドロキノンと、500rpmにて6時間90で混合した。反応生成物は、実施例1と同様にきれいにした。アクリレート化CE-1897(ACE1897)の粘度を測定して、180mPasであった。ACE1897は、残留クロム(III)触媒の存在に起因する深緑色を有し、350nmにて0.1の透過率(%T)(4mm経路長)、420nmにて4.5%T及び450nmにて13.4%Tの透過率を有した。感圧接着剤処方物及びテープは、アクリレート化CE-1897(ACE1897)50%、IOA 50%及びイルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さ

らした。組成物は、178ミクロン(0.007インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定して、0.92であった。

【0107】

(実施例13)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例12にあるように、クロム(III)触媒化ACE1897 50%、IOA 50%、イルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)、及び連鎖移動剤IOTGを100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコーン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、89ミクロン(0.0035インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定して、0.87であった。

10

【0108】

(実施例14)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例13にあるように、クロム(III)触媒化ACE1897 50%、IOA 50%、イルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)、及び連鎖移動剤IOTGを100モノマー当たり0.5部(0.5pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコーン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、89ミクロン(0.0035インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定して、0.67であった。

20

【0109】

(実施例15)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例13にあるように、クロム(III)触媒化ACE1897 50%、IOA 50%、イルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)、及び連鎖移動剤IOTGを100モノマー当たり0.75部(0.75pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコーン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、89ミクロン(0.0035インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定して、0.51であった。

30

【0110】

(実施例16)

感圧接着剤処方物及びテープは、実施例13にあるように、クロム(III)触媒化ACE1897 50%、IOA 50%、イルガキュア(Irgacure)651を100モノマー当たり0.2部(0.2pphm)、及び連鎖移動剤IOTGを100モノマー当たり1.0部(1.0pphm)で混合することによって調製した。組成物を38ミクロン(0.0015インチ)厚のPETフィルムと51ミクロン(0.002インチ)厚のシリコーン処理済みPETフィルムとの間に置いて、ギャップを178ミクロン(0.007インチ)に設定したナイフコーターで引き伸ばした。シルヴァニア(Sylvania)・F20T12/350/BL/50Wランプからの光に組成物を6分間さらした。組成物は、89ミクロン(0.0035インチ)のコーティング厚みであった。ゲル部分を測定して、0.14であった。

40

50

【 0 1 1 1 】

【 表 1 】

表1 接着剤組成物

実施例	アクリレートモノマー (%w)	IOA (%w)	AA (%w)	IOTG (%w)	光反応開始剤 (%w)
1	47.5 (AMO) Cr (III) 触媒	47.5	5.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
2	67.5 (AMO) Cr (III) 触媒	22.5	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
3	47.5 (AMO) Cr (III) 触媒	47.5	5.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)
4	46.5 (AMO) Cr (III) 触媒	46.5	7.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)
5	60.0 (AMO) Cr (III) 触媒	30.0	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)
6	70.0 (AMO) Cr (III) 触媒	20.0	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)
7	80.0 (AMO) Cr (III) 触媒	10.0	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)
8	50.0 (AMO) Cr (III) 触媒	50.0	—	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
9	50.0 (AMO) イミダゾール触媒	50.0	—	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
10	10.0 (AMO) Cr (III) 触媒	88.0	2.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
11	88.0 (AMO) Cr (III) 触媒	10.0	2.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
12	50.0 (ACE1897) Cr (III) 触媒	50.0	—	—	イルガキュア (Irgacure) 615 (0.2pphm)
13	50.0 (ACE1897) Cr (III) 触媒	50.0	—	0.20pphm	イルガキュア (Irgacure) 615 (0.2pphm)
14	50.0 (ACE1897) Cr (III) 触媒	50.0	—	0.50pphm	イルガキュア (Irgacure) 615 (0.2pphm)
15	50.0 (ACE1897) Cr (III) 触媒	50.0	—	0.75pphm	イルガキュア (Irgacure) 615 (0.2pphm)
16	50.0 (ACE1897) Cr (III) 触媒	50.0	—	1.0pphm	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C1	12.0 (ESOA)	88.0	—	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C2	5.0 (ESOA)	95.0	—	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C3	—	90.0	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C4	90.0 (AMO) Cr (III) 触媒	—	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C5	—	95.0	5.0	—	イルガキュア (Irgacure) 651 (0.2pphm)
C6	90.0 (AMO) Cr (III) 触媒	—	10.0	—	イルガキュア (Irgacure) 819 (0.5pphm)

【 0 1 1 2 】

## 電子ビーム処理

上記接着剤類から作製されたテープ類を以下の手順を使用して電子ビーム（Eビーム）に衝突させることによって架橋させて、それらの結合力を増大させた。毎分9.1メートル（30フィート）の速度で動かしながら、テープ試料を50.8マイクロメートル（0.002インチ）厚のポリエチレンテレフタレート製支持ウェブに接着剤を上にして接着させた。エレクトロカーテン（ELECTROCURTAIN）・型式CB-175（エネルギー・サイエンス社（Energy Sciences Incorporated）（デラウェア州ウィルミントン）製）電子ビ

10

20

30

40

50

ーム道具を使用して、不活性窒素雰囲気中にて計算露光量 2 メガラッド (Mrad) で、加速電圧 175 kV に試料をさらした。

【0113】

【表 2】

表 2 テープ特性

実施例	電子ビームなし		電子ビームあり	
	180° 剥離 (N/cm)	接着剤移動 (%)	180° 剥離 (N/cm)	接着剤移動 (%)
1	3.4	0	2.3	0
2	3.9	0	3.7	0
3	7.7	45	2.5	0
4	3.6	0	3.3	0
5	3.7	0	3.7	0
6	3.2	0	2.8	0
7	1.6	98	2.2	93
8	3.4	0	—	—
9	0.8	0	—	—
10	9.9	0	—	—
11	4.2	0	—	—
12	0.1	0	—	—
13	0.1	0	—	—
14	0.1	0	—	—
15	0.2	0	—	—
16	0.3	0	—	—
C1	—	—	—	—
C2	—	—	—	—
C3	4.2	0	4.4	0
C4	—	—	—	—
C5	4.6	0	3.9	0
C6	3.1	93	1.9	95

【0114】

「-」とは、試料が試験されなかったこと又は試験することができなかったことを意味する。

【0115】

10

20

30

【表 3】

表 3 テープ特性

	電子ビームなし	電子ビームあり
実施例	剪断力ハング時間 (分)	剪断力ハング時間 (分)
1	5	105
2	927	10,000+
3	3	74
4	7	14
5	37	45
6	11	15
7	39	44
8	38 (50%coh)	—
9	22	—
10	8	—
11	46 (30%coh)	—
12	713 (0%coh)	—
13	2800+	—
14	2800+	—
15	154 (25%coh)	—
16	28 (50%coh)	—
C1	—	—
C2	—	—
C3	8810	10,000+
C4	—	—
C5	118	2437
C6	5	6

10

20

30

## 【0116】

「-」とは、試料が試験されなかったこと又は試験することができなかったことを意味する。

## 【0117】

本発明の様々な変更や改変は、本発明の範囲及び趣旨を逸脱せずに、当業者には明らかとなるであろう。本発明は、本明細書で示される例示的な実施形態及び実施例によって不当に限定されることを意図されていないこと、並びに、かような実施例及び実施形態は、以下に示されるように、本明細書に示す請求項によってのみ限定されることを意図し、本発明の範囲に沿った例示としてのみ提示されることを理解すべきである。

## フロントページの続き

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100128495

弁理士 出野 知

(72)発明者 ハイド, パトリック ディー.

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

審査官 松元 洋

(56)参考文献 米国特許出願公開第2002/0188056(US, A1)

特開昭52-052987(JP, A)

大津隆行, 改訂高分子合成の化学, 日本, 化学同人, 1979年 1月10日, 第2版, 69頁

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08F 2/00 - 2/60

C08F 220/00 - 220/70

C09J 4/00 - 4/06