

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4662629号
(P4662629)

(45) 発行日 平成23年3月30日(2011.3.30)

(24) 登録日 平成23年1月14日(2011.1.14)

(51) Int. Cl.		F I	
CO8L 23/10	(2006.01)	CO8L 23/10	
CO8J 5/18	(2006.01)	CO8J 5/18	CES
CO9J 7/02	(2006.01)	CO9J 7/02	Z

請求項の数 4 (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2000-561258 (P2000-561258)	(73) 特許権者	590000422
(86) (22) 出願日	平成11年1月4日(1999.1.4)		スリーエム カンパニー
(65) 公表番号	特表2002-521517 (P2002-521517A)		アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
(43) 公表日	平成14年7月16日(2002.7.16)		1000, セント ポール, スリーエム
(86) 国際出願番号	PCT/US1999/000016		センター
(87) 国際公開番号	W02000/005305	(74) 代理人	100077517
(87) 国際公開日	平成12年2月3日(2000.2.3)		弁理士 石田 敬
審査請求日	平成18年1月4日(2006.1.4)	(74) 代理人	100092624
(31) 優先権主張番号	09/119,494		弁理士 鶴田 準一
(32) 優先日	平成10年7月20日(1998.7.20)	(74) 代理人	100087871
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 福本 積
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也
		(74) 代理人	100081330
			弁理士 樋口 外治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリマーブレンド及びそれから作製されたテープ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも95重量%のプロピレンモノマーを含み、融解温度が少なくとも149 (300°F) であり、かつヤング率が103MPa未満である第1のポリプロピレンポリマー、及び

少なくとも95重量%のプロピレンモノマーを含み、融解温度が少なくとも149 (300°F) であり、かつヤング率が207MPaより大きい第2のポリプロピレンポリマー、のブレンドを含み、

93 (200°F) でASTM D1204に従って試験したときに5%未満の収縮を示す、軟質フィルム。

【請求項2】

前記フィルムが、57%の伸びにおいて試験したときに40%より大きい応力緩和を示す、請求項1に記載の軟質フィルム。

【請求項3】

前記第1のポリプロピレンポリマーは少なくとも20%がアタクチックであり、かつ、前記第2のポリプロピレンポリマーは少なくとも80%がシンジオタクチック及び/又はアイソタクチックである、請求項1に記載の軟質フィルム。

【請求項4】

請求項1～3のいずれか1項記載の軟質フィルムを含む裏材と、

基材に付着させるために該裏材の一方の面の少なくとも一部分の上に塗布された接着剤

と、を含むテープ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

技術分野

本発明は、テープ裏材用組成物に有用な性質を示すポリマーブレンドに関する。テープ裏材用組成物は、自動車用ペイントのマスキングテープのテープ裏材など、フィルム形成に有用である。

【0002】

背景技術

ポリ塩化ビニル(PVC)フィルム及びテープは、多種多様な適用のために以前から用いられている。1つの普及した使用は、自動車用ペイントのマスキングの適用である。PVCは、このような適用のために有利な多くの性質を有する。例えば、PVCフィルムは、自動車の外面の上に存在しているいろいろな表面形状になじみやすいことが周知である。

【0003】

しかしながら、PVCフィルムの不便な点の1つは、PVCフィルム中での可塑剤の併用である。可塑剤は、フィルムをより軟質にし、フィルムのガラス転移温度を下げ、フィルムをなじみやすくするためにPVCフィルム中で一般に必要とされる。しかしながら、可塑剤は、PVCフィルムが表面に付着させられる基材に移行することがあり、除去時に残留物を残すか、または「ゴースティング」することがある。ゴースティングは、溶剤で拭き取ることによって除去可能ではない。このように、自動車の外観は、PVCフィルムが自動車用ペイントのマスキングテープ中でテープ裏材として用いられるとき、悪影響を及ぼされることがある。更に、このような可塑剤は、隣接した接着剤層を劣化させ、テープの自動車への付着を低下させることがある。

【0004】

テープ裏材及びフィルム中で用いるための別の組成物を有することが望ましい。ゴースティングがしばしば従来のテープに伴う自動車用ペイントのマスキングテープ中で用いるための別の組成物を有することが特に望ましい。

【0005】

発明の要旨

本発明のテープ裏材用組成物は、第1及び第2のポリマーのブレンドを含み、前記の2つのポリマーの融解温度は、少なくとも約93(200°F)、より好ましくは少なくとも約149(300°F)、更により好ましくは少なくとも約154(310°F)である。概して、前記の2つのポリマーの一方が他方のポリマーより軟質である。例えば、1つの実施態様において、第1のポリマーは約103MPa以下の弾性率を有し、第2のポリマーは約207MPa以上の弾性率を有する。一般に、第1及び第2のポリマーの各々が、前記のブレンドの少なくとも約20重量%、より好ましくは少なくとも約40重量%、を占める。ブレンド中のポリマーの各々が相溶性であることが好ましい。このように、例えば、好ましくは前記のブレンドは単一の融解温度を示す。

【0006】

したがって、1つの実施態様において、前記の2つのポリマーはポリプロピレンポリマーである。一般に、ポリプロピレンポリマーの少なくとも一方が他方のポリプロピレンポリマーより軟質である。このように、例えば、第1のポリプロピレンポリマーは少なくとも約20%アタクチック、より好ましくは約25%のアタクチック~約50%アタクチックであってもよく、第2のポリプロピレンポリマーは少なくとも約80%シンジオタクチック及び/またはアイソタクチックであってもよい。別の実施態様において、前記の2つのポリマーはポリエステルポリマーである。更に別の実施態様において、前記の2つのポリマーはポリアミドポリマーである。

【0007】

本発明のテープ裏材用組成物は、軟質フィルムの作製に特に有用である。このようなフィルムは有利には、自動車用ペイントのマスキングテープの適用など、高温を伴う適用に特

10

20

30

40

50

に有用な性質を有する。例えば、本発明の特定の軟質フィルムは、93（200° F）及び149（300° F）でASTM D1204に従って試験したときに約5%未満の、より好ましくは約2%未満の収縮を示す。更に、本発明の特定の軟質フィルムは好ましくは、10%の伸びにおいて試験したときに約20%より大きい応力緩和を示し、及び/または、57%の伸びにおいて試験したときに約40%より大きい応力緩和を示す。別の好ましい性質は、前記の軟質フィルムが約5%未満のネッキングを示し、及び/または、ASTM D882-95aに従って試験したときに前記のフィルムが本質的に降伏点を示さないという性質である。手で引裂くことができる特定の軟質フィルムもまた好ましい。上記の性質のいくつかを達成するために、好ましくは前記の軟質フィルムは熱処理される。

10

【0008】

一般に、本発明による軟質フィルムは、上に記載された性質の1つより多くを有する。例えば、本発明の特に好ましい軟質フィルムの一つは、融解温度が少なくとも約149（300° F）である第1のポリマー、及び融解温度が少なくとも約149（300° F）である第2のポリマー、を含み、前記のフィルムは、149（300° F）でASTM D1204に従って試験したときに約5%未満の収縮を示し、10%の伸びにおいて試験したときに約40%より大きい応力緩和を示し、57%の伸びにおいて試験したときに約55%より大きい応力緩和を示し、ASTM D882-95aに従って試験したときに本質的に降伏点を示さない。

【0009】

20

前記の軟質フィルムを含むテープは、軟質フィルムの裏材、及び基材に付着させるために裏材の一方の面の少なくとも一部分の上に塗布された接着剤を備える。軟質フィルムのような、本発明のテープは任意に、熱処理されてもよい。従来のポリ塩化ビニルを含有するテープと比較すると、本発明のテープは、例えば、高温に暴露される基材上のペイントのマス킹テープとして用いられるときに本質的にゴースティングを示さないように作製され得る。

【0010】

1つの応用において、自動車用ペイントのマス킹テープは、少なくとも1つの相対的に軟質でないポリマー及び少なくとも1つの相対的に軟質のポリマーを含むブレンドを含む塩化物を含まない裏材、及び自動車に付着させるために前記の裏材の一方の面の少なくとも一部分の上に塗布された接着剤、を含む。別の実施態様において、自動車用ペイントのマス킹テープは、少なくとも1つの相対的に軟質でないポリマー及び少なくとも1つの相対的に軟質のポリマーを含むブレンドを含む裏材、及び自動車に付着させるために前記裏材の一方の面の少なくとも一部分の上に塗布された接着剤、を含み、前記の裏材は本質的に可塑剤を含まない。

30

【0011】

本発明の自動車用ペイントのマス킹テープを、その表面のペイントをマス킹するために自動車上で効果的に用いることができる。例えば、自動車の選択された部分は、このような自動車用ペイントのマス킹テープを自動車の選択された部分に付着させ、自動車を塗装し、自動車用ペイントのマス킹テープを自動車の選択された部分から除去することによって、自動車を塗装する間にペイントから保護され得る。

40

【0012】

好ましい実施態様の詳細な説明

本発明のテープ裏材用組成物は、少なくとも2つのポリマーを含有するポリマーブレンドを含む。好ましくは、前記のポリマーの少なくとも1つが相対的に軟質であり、前記のポリマーの少なくとも1つが相対的に軟質でない。しかしながら、本発明の文脈の以外では、ブレンド中のすべてのポリマーが軟質であると考えられることがあるのは理解されよう。

【0013】

ポリマーの柔軟性（軟質性）は、本明細書中に用いたように、ブレンド中の他のポリマー

50

との関係で測定される。何れの適した方法をもポリマーの柔軟性を測定するために利用することができる。例えば、ポリマーの弾性率（例えば、ヤング率）は、ポリマーの柔軟性に相関することがわかった。

【0014】

本明細書中で用いた「相対的に軟質のポリマー」は概して、ブレンド中の他のポリマーと比較したとき相対的に低いヤング率を有する。例えば、好ましくは、本明細書中の相対的に軟質のポリマーのヤング率は約207 MPa (30,000 psi)未満、より好ましくは約103 MPa (15,000 psi)未満、更により好ましくは約34 MPa (5,000 psi)未満である。

【0015】

本明細書中で用いた「相対的に軟質でないポリマー」は概して、ブレンド中の他のポリマーと比較したとき相対的に高いヤング率を有する。例えば、好ましくは、本明細書中の相対的に軟質でないポリマーのヤング率は、約207 MPa (30,000 psi)より大きく、より好ましくは約345 MPa (50,000 psi)より大きく、更により好ましくは約517 MPa (75,000 psi)より大きい。

【0016】

さまざまなポリマーを前記のブレンド中で用いることができ、少なくとも1つのポリマーが他のポリマーと比較して相対的に軟質である（好ましくは、2つのポリマーのヤング率が少なくとも約100 MPa、より好ましくは、少なくとも約300 MPa、更により好ましくは少なくとも約500 MPaだけ異なる）が、前記のブレンドのヤング率は、約34 MPa (5,000 psi) ~ 約345 MPa (50,000 psi)、より好ましくは約69 MPa (10,000 psi) ~ 約276 MPa (40,000 psi)、更により好ましくは約103 MPa (15,000 psi) ~ 約207 MPa (30,000 psi)であることが好ましい。

【0017】

ブレンドを利用する1つの利点は、それらが提供するより大きな配合の寛容度である。すなわち、前記のブレンドを含むフィルムのいろいろな物理的な性質の変化は、例えば、ブレンド中の個々のポリマーの比を変えることによってもたらされ得る。更に、経費効率はブレンドを利用する別の利点である。例えば、それほど高価でないポリマーがより高価なポリマーとブレンドされてもよい。そのようにして、それほど高価でないポリマーが、より高価なポリマーのための「増量剤」として作用することができる。同様に、ブレンドを用いることは有利な相乗効果を提供することができ、そこにおいて、特定の適用について、前記のブレンドは同じ適用についていずれかのポリマーだけより実質的に良好に機能することができる。

【0018】

何れの適したポリマー成分をもブレンド中で用いることができる。例えば、ポリオレフィン（例えば、ポリプロピレン及びポリエチレン）、ポリエステル（例えば、ポリエチレンテレフタレート）、及びポリアミド（すなわち、ナイロン）ポリマー成分が適している。ブレンド中のポリマーが相溶性である（すなわち、室温で肉眼の人間の目にポリマーのグロスの相分離の形跡がない）ことが好ましい。相溶性は好ましくは、単一の融解温度を示すブレンドによって証明され、及び/または、走査電子顕微鏡法を用いて測定可能であるとき、直径100ナノメートル以下、より好ましくは約20ナノメートル以下である、ブレンドまたはそれから作製されたフィルム（測定値はブレンド及びフィルムの両方について実質的に同じである）内の不連続な相の各々の領域によって証明される。したがって、好ましくは、前記のブレンド中のポリマーの各々は他のポリマーと実質的に同じ化学的性質（すなわち、ポリマーが同じモノマー単位から誘導される）を有する（例えば、ブレンド中のポリマーのすべてがポリプロピレンであるか、ブレンド中のポリマーのすべてがポリエステルであるか、またはブレンド中のポリマーのすべてがポリアミドである）。

【0019】

1つの実施態様において、前記のブレンドは、少なくとも2つのポリプロピレンポリマー

10

20

30

40

50

を含み、好ましくは本質的にポリプロピレンポリマーだけからなる。したがって、下に規定されるように、以下に用いられる用語が基準とされる。

【0020】

「ポリプロピレンポリマー」は、少なくとも約50重量%のプロピレンモノマーから誘導されたポリマーを指す。好ましくは、本発明のポリプロピレンポリマーは、少なくとも約75重量%のプロピレンモノマーから誘導され、より好ましくは少なくとも約95重量%のプロピレンモノマー、最も好ましくは約100%のプロピレンモノマーから誘導される。

【0021】

本発明の好ましいポリプロピレンポリマーは、制御された立体規則性を有する（すなわち、このようなポリプロピレンポリマーは、特定の比率の、例えば、アイソタクチック及びシンジオタクチック構造体を有する）。

10

【0022】

「立体規則性」ポリマーは、ホーリーの縮約化学辞典（Hawley's Condensed Chemical Dictionary）（第12版）に定義されるように、その分子構造が、非晶質ポリマーの特性を決定する不規則及びさまざまな配列ではなく、一定の空間配列を有するポリマーである。立体規則性構造体は、アイソタクチック及びシンジオタクチック構造体を含む。概して、ポリマーは、その鎖長にわたって構造体の1つより多いタイプを含有することができる。例えば、ポリマーは、立体規則性のあるアイソタクチック、及びシンジオタクチック構造体、並びに非晶質のアタクチック構造体、またはそれらの組合せを含有することができる。

20

【0023】

「アイソタクチック」ポリマーは、ホーリーの縮約化学辞典（第12版）に定義されるように、その構造が、主鎖の原子がすべて同一平面にあるとき、主鎖の構造の一部でない原子の群がすべてそれらの上、またはすべて下に配置されているようになっているポリマーである。

【0024】

「シンジオタクチック」ポリマーは、ホーリーの縮約化学辞典（第12版）に定義されるように、その構造が、主鎖の原子がすべて同一平面にあるとき、主鎖の構造の一部でない原子の群がそれらの上及び下に特定の対称的及び反復的な仕方で配置されているようになっているポリマーである。

30

【0025】

「アタクチック」ポリマーは、ホーリーの縮約化学辞典（第12版）に定義されるように、その構造が、主鎖の原子がすべて同一平面にあるとき、原子の主鎖の上及び下に不規則に配置されているようになっているポリマーである。実質的にアタクチックのポリマーが非晶質であり、明瞭な融点がない非晶質のポリマーであることは一般に理解されている。

【0026】

ポリマーの構造を何れかの適した方法を用いて確認することができる。例えば、炭素-13核磁気共鳴を用いてポリマーの立体規則性を確認することができる。炭素-13NMRを用いてポリマーを測定するために、以下の試験方法に記載した試験方法を用いることができる。

40

【0027】

「相対的に軟質の」ポリプロピレンポリマーは、ブレンド中の他のポリマーより軟質のポリマーである。概して、相対的に軟質のポリプロピレンポリマーは、コモノマー（例えば、1-オクテンまたは1-ヘキセンなど、 α -オレフィン）をより高い比率で及び/またはアタクチック単位をより高い比率で有する。好ましくは、軟質のポリプロピレンポリマーは、少なくとも約20%アタクチック、より好ましくは少なくとも約25%アタクチック、更により好ましくは少なくとも約30%アタクチックである。しかしながら、前記のポリマー構造体の大部分が結晶性であるのが好ましい。このように、このようなポリマーは一般に約50%より少ないアタクチックである。同様に、メタロセン触媒系を用いて重

50

合させられるそれらのポリプロピレン（例えば、PCT公開第WO96/26967Aに記載されたポリプロピレン）は、チーグラナッタ触媒系を用いて重合させられたポリプロピレン（例えば、欧州特許第0475306号に記載されたポリプロピレン）より軟質である傾向がある。

【0028】

このような相対的に軟質のポリプロピレンポリマーの例には、REXFLEX FPO W101（テキサス州、ヒューストンのハンツマンケミカルコーポレーション製）、テキサス州、ダラスの以前はレキシプロダクツ製の商品名REXFLEX D100及び「弾性ポリプロピレン及びそれらの製造のための触媒」と題された係属中の米国特許出願第08/956,880号に記載されたポリマーなどがある。

10

【0029】

「相対的に軟質でない」ポリプロピレンポリマーは、ブレンド中の他のポリマーほど軟質でないポリマーである。一般に、前記の相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーは主にアイソタクチック、シンジオタクチック、またはそれらの組合せである。好ましくは、このようなポリマーはアイソタクチックである。好ましい相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーは、少なくとも約80%アイソタクチック及び/またはシンジオタクチックである。より好ましくは、相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーは、少なくとも約95%アイソタクチック及び/またはシンジオタクチックである。最も好ましくは、相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーは、本質的にアイソタクチック及び/またはシンジオタクチック（すなわち、少なくとも約99%アイソタクチック及び/またはシンジオタクチック、好ましくは100%アイソタクチック及び/またはシンジオタクチック）である。

20

【0030】

多種多様な相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーが容易に入手でき、商品名：FINA（テキサス州、ダラスのフィナオイルアンドケミカルカンパニー製）及びESCORENE（テキサス州、ヒューストンのエクソンポリマーズ製）で数多くある。このような軟質でないプロピレンポリマーの例には、FINA3374（フィナオイルアンドケミカルカンパニー製）、ESCORENE 1024E3（エクソンポリマーズ製）、ESCORENE 2172E1（エクソンポリマーズ製）、ESCORENE 4792E1（エクソンポリマーズ製）、及びESCORENE 6114E1（エクソンポリマーズ製）などがある。

30

【0031】

相対的に軟質及び相対的に軟質でないポリプロピレンポリマーの各々はまた、プロピレン以外のモノマーから誘導され得る。例えば、他の共重合性モノマーには、 α -オレフィン（例えば、エチレン、1-ヘキセン、1-ブテン、1-オクテンなど）などがある。これらのモノマーが含まれてもよいが、それらの量はブレンドの全融点を低下させないように最小にされるのが好ましい。好ましくは、このような他の共重合性モノマーは、全モノマーの重量に対して約10重量%以下、より好ましくは約5重量%以下、最も好ましくは約1重量%以下の量で存在している。

【0032】

別の実施態様において、前記のブレンドは、少なくとも2つのポリエステルポリマーを含み、好ましくは本質的にポリエステルポリマーだけからなる。例えば、ポリエチレンテレフタレート相対的に軟質でないポリマーとして利用することができ、ポリエステルエラストマーを相対的に軟質のポリマーとして利用することができる。このようなポリエステルエラストマーの例は、共にデラウェア州、ウィルミントンのデュボンポリマーズ製のHYTREL G3548W及びHYTREL G4074である。

40

【0033】

別の実施態様において、前記のブレンドは、少なくとも2つのポリアミドポリマーを含み、好ましくは本質的にポリアミドポリマーだけからなる。ポリアミドポリマーの一方が他方のポリアミドポリマーより軟質である。

50

【0034】

更に別の実施態様において、前記のブレンドは、少なくとも2つのポリエチレンポリマーを含み、好ましくは本質的にポリエチレンポリマーだけからなる。ポリエチレンの融解温度は一般に、前に記載したそれらの化学成分と同じ温度ではないが、このようなブレンドは、温度がブレンド中の各々の個々のポリマーの融解温度より低い環境で用いるのに適している。例えば、自動車アフター・マーケットの塗装温度は一般に、ポリエチレンの融解温度より低い。多くの他のポリマーの化学的性質は、当業者には明白であり、添付されたクレームの範囲内である。

【0035】

相対的に軟質及び相対的に軟質でないポリマーの各々が好ましくは、ブレンドの全重量に対して約20重量%～約80重量%の量で存在している。より好ましくは、相対的に軟質及び相対的に軟質でないポリマーの各々が、ブレンドの全重量に対して少なくとも約40重量%の量で存在している。

10

【0036】

有利には、本発明のブレンドは、軟質フィルムに容易に形成され、テープ裏材などの適用にそれらを有用にするいくつかの性質を示すことができる。このようなテープ裏材を何れかの適した方法を用いて接着テープに作製することができる。これらのテープは、自動車用ペイントのマスキング、屋外グラフィックスディスプレイ、屋外レーンマーキング、及び産業の適用、特に高温への暴露が必要である適用に可能性としては有用である。

【0037】

本ブレンド及びそれから作製されたフィルムは、下に記載された性質の少なくとも1つを示す。これらの性質の多くは、例えば、自動車用ペイントのマスキングテープに非常に望ましい。

20

【0038】

「環境への優しさ」：好ましいテープ裏材用組成物、それから作製されたフィルム及びテープは本質的にポリ塩化ビニルを含有しない（すなわち、それらは本質的に塩化物を含まない）。最も一般に、本ブレンドは何れのポリ塩化ビニルをも含有しない。このように、焼却されるとき、このようなブレンドは、その存在が特別な取り扱い問題を結果するポリ塩化ビニルの存在から生じる副生成物を生じない。

【0039】

「ゴースティングが最小、または存在しない」：ゴースティングは、テープが適用され、加熱を含む塗装プロセスに送られ、除去時に、人間の肉眼に見える残留物を残し、残留物が溶剤による拭き取りで除去可能ではないこととして、ペイントのマスキングの適用において定義されている。好ましくは、テープ裏材用組成物を含むフィルム及びテープのゴースティングは最小である。すなわち、ゴースティングの量は、従来のポリ塩化ビニルの自動車用ペイントのマスキングテープで見られるゴースティングより少ない。しかしながら、最も好ましくは、本ブレンドを含むテープはゴースティングを示さない。

30

【0040】

「本質的に可塑剤を含まない」：ゴースティングを最小にするために、本発明の好ましい実施態様は可塑剤を含有しない。可塑剤が存在しないことにより、それらが基材を劣化させることがある、隣接した基材へのこのような可塑剤の移行を最小にする。しかしながら、存在している場合、全フィルム中の可塑剤の比率が約3重量%以下であることが好ましい。

40

【0041】

「最小のネッキング」：好ましくは、本発明のテープ裏材用組成物を含むフィルムは、ネッキングの最小レベルを示す。「ネッキング」は、回復不可能に生じ、フィルムの歪みを引き起こすフィルムの傾向を指す。このような歪みが適用の間に不規則なテープラインを結果することがある。好ましくは、前記のフィルムは、以下の「極限引張強さ」試験に従って試験したとき、約5%未満のネッキングを示す。しかしながら、より好ましくは、0%のネッキングが示される。それ故に、好ましくは前記のフィルムは、以下のASTM

50

D 8 8 2 - 9 5 a に従って試験したときに降伏点を示さない。

【 0 0 4 2 】

「相対的に高い応力緩和」：好ましくは、本発明のテープ裏材用組成物を含むフィルムは、すぐれた応力緩和を示し、不規則な表面への容易な適用を可能にする。適用されると、前記のフィルムは、このような不規則な表面に容易に付着する（すなわち、それらは容易に剥離しない）。したがって、前記のフィルムは、以下の「応力緩和」試験に従って 10 % の伸びにおいて試験したとき、少なくとも約 20 %、より好ましくは 40 % の応力緩和を示すことが好ましい。同様に、前記のフィルムは、以下の「応力緩和」試験に従って 57 % の伸びにおいて試験したとき、少なくとも約 35 %、より好ましくは 55 % の応力緩和を示すことが好ましい。

10

【 0 0 4 3 】

「手で引裂くことができる」：本フィルムが容易に手で引裂くことができることもまた好ましい。これは主観的な試験であるが、好ましいフィルムは少なくとも、自動車用ペイントのマスキングの適用で用いられた従来のポリ塩化ビニルフィルムと同様に手で引き裂くことが容易である。

【 0 0 4 4 】

「耐熱性」：本フィルムが耐熱性であることもまた好ましい。自動車用ペイントのマスキングテープにおいて用いられるとき、例えば、前記のフィルムは約 149 (300 ° F) の温度に、または自動車アフター・マーケットについては、約 93 (200 ° F) の温度に耐性があるのがよい。好ましくは、前記のフィルムは、約 154 (310 ° F) もの温度に耐熱性である。熱耐性の証拠として、前記のフィルムは好ましくは、相対的に高い温度に暴露されるとき、最小の程度の収縮を示す。このように、それらは高温で寸法安定性があり、それらが付着される表面の保護を維持する。

20

【 0 0 4 5 】

それ故、前記のフィルムは、約 93 (200 ° F) もの温度、より好ましくは 149 (300 ° F) もの温度、最も好ましくは 154 (310 ° F) もの温度に暴露されるときに収縮しないのが最も好ましい。しかしながら、約 5 % までの収縮は、以下の ASTM D 1204 に従って試験したとき、ある適用において許容されることがある。したがって、前記のフィルムは、約 5 % より大きい収縮を示さず、より好ましくは約 3 % 未満の収縮、更により好ましくは約 1 % 未満の収縮を示すことが好ましい。

30

【 0 0 4 6 】

耐熱性フィルムを得るために、前記のブレンド中の各々のポリマーが、それが用いられる温度と少なくとも同じぐらいの融解温度を有するのが好ましい。より好ましくは、前記のブレンド中の各々のポリマーが、それが用いられる温度より少なくとも約 10 高い融解温度を有する。

【 0 0 4 7 】

「ペイントに耐性である」：更に、本フィルムがペイントに対して耐性であることが好ましい。すなわち、溶剤ペイントは、フィルムの反対側の面に表抜けすることなく、フィルムの一方向の面に適用され得る。

【 0 0 4 8 】

ブレンド

ポリマーのブレンドは、相対的に軟質のポリマー及び相対的に軟質でないポリマーの実質的に均一な分布をもたらす何れかの方法によってなされる。前記のポリマーを、いろいろな方法を用いてブレンドすることができる。特に、前記のポリマーを、溶融ブレンド、溶剤ブレンド、または何れかの適した物理的な手段によってブレンドすることができる。

40

【 0 0 4 9 】

例えば、前記のポリマーを、米国特許第 4,152,189 号にゲーリンらによって記載されているような方法によって溶融ブレンドすることができる。すなわち、すべての溶剤（用いる場合）が、約 5 トール～約 10 トールの圧力で約 150 ～約 175 の温度で

50

加熱することによって各々のポリマーから除去される。次いで、前記のポリマーは、所望の比率で容器中に秤量される。次に、前記のブレンドが、攪拌しながら容器の内容物を約 175 に加熱することによって形成される。

【0050】

溶融ブレンドが好ましいが、本発明の接着剤のブレンドはまた、溶剤ブレンドを用いて加工されてもよい。このような場合、前記のブレンド中のポリマーは、用いられた溶剤に実質的に可溶性であるのがよい。

【0051】

分散混合、分配混合 (distributive mixing)、または分散及び分配混合の組合せを提供する物理的ブレンド装置が、均一なブレンドを作製するのに有用である。物理的ブレンドのバッチ及び連続法の両方を用いることができる。バッチ法の実施例には、BRABENDER (ニュージャージー州、ハッケンサックのC.W.ブラベンダーインストルメントインク製のBRABENDER PREP CENTERを用いる) またはBANBURY内部混合またはロールミル (コネチカット州、アンソニアのファーレルカンパニー製の装置を用いる) などがある。連続法の例には、単一スクリー推出し、双スクリー推出し、往復単一スクリー推出し、及びピンバレル単一スクリー推出しなどがある。前記の連続法は、キャビティ転写要素 (例えば、イギリスのシュルーズベリ、ラプラテクノロジーリミテッド製のCTM) 及びピン混合要素、静電混合要素など、分配要素と分散要素 (例えば、クリスローウエンダー編、「Mixing in Single-Screw Extruders」、Mixing in Polymer Processing (マーセルデッカーインク、ニューヨーク (1991年)、129ページ、176~177ページ、及び185~186ページ) に記載されているような、MADDOCK混合要素またはSAXTON混合要素) の両方の利用を含むことができる。

【0052】

他の添加剤

他の添加剤もまた、所望の適用に依存して、テープ裏材用組成物及びそれから作製された軟質フィルム及びテープ中にブレンドされてもよい。例えば、難燃剤、充填剤 (例えば、炭酸カルシウム、ケイ酸塩、タルク、及びチヨーク)、染料、顔料、及び核剤を、当業者に周知であるように添加することができる。

【0053】

テープ裏材用組成物の適用

前記のテープ裏材用組成物は、下に記載したように、軟質フィルムに容易に形成される。前記のフィルムを、何れの適した適用においても利用することができる。例えば、前記のフィルムは、シーティング製品 (例えば、装飾用、反射用、及びグラフィック)、ラベル素材及びテープ裏材において用いられてもよい。概してこのようなフィルムは、厚さが約 25.4 μm ~ 約 127 μm (約 1 ミル ~ 約 5 ミル) である。

【0054】

本発明によるテープ裏材用組成物を、例えば、テープを形成するために利用することができる。接着剤が、裏材の少なくとも一方の面に適用される。好ましくは前記の接着剤は、フィルム裏材と同じ温度に耐えることが可能である。何れの適した接着剤化学成分をも利用することができる。例えば、アクリレート接着剤、架橋したゴムベースの接着剤、及びオレフィン接着剤を用いることができる。このような接着剤は、接着剤の高温性能を更に改善するために架橋されてもよい。何れの適した架橋方法 (例えば、紫外線または電子ビームなど、放射線への曝露) または架橋剤添加剤 (例えば、フェノール及びシラン硬化剤) が利用されてもよい。

【0055】

両面テープが形成されるとき、接着剤が裏材の両側の少なくとも一部分に塗布される。あるいは、必要ならば、剥離材料 (例えば、低粘着バックサイズ) を裏材の反対側の面に適用することができる。有利には、接着剤及び/または剥離材料を、例えば、加工の容易さ

10

20

30

40

50

のためにフィルム裏材と同時押しすることができる。

【 0 0 5 6 】

フィルムを、当業者に周知の方法を用いて形成することができる。例えば、前記のフィルムを、溶融押し技術を用いて形成することができる。前記のテープ裏材用組成物を、連続またはバッチプロセスのどちらかによってフィルムまたは塗膜に形成することができる。バッチプロセスの例は、フィルムまたは塗膜が付着される基材と接着フィルムまたは塗膜を剥離することができる表面との間にテープ裏材用組成物の一部分を配置して複合構造体を形成することである。次に、前記の複合構造体を、冷却後に所望の厚さの塗膜または層を形成するのに十分な温度及び圧力で圧縮することができる。あるいは、テープ裏材用組成物を2つの剥離表面の間で圧縮し、冷却することができる。

10

【 0 0 5 7 】

連続形成法は、テープ裏材用組成物を加熱したフィルムダイから圧伸成形する工程、及びその後前記の圧伸成形された組成物を移動プラスチックウェブまたは他の適した基材に接触させる工程を含む。関連した連続法は、テープ裏材用組成物の押し出し、フィルムダイから同時押しされた剥離材料及び/または接着剤、及び前記の層状の製品を冷却して接着テープを形成する工程を必要とする。他の連続形成法は、テープ裏材用組成物を急速移動プラスチックウェブまたは他の適した予備成形された基材に直接に接触させる工程を必要とする。この方法を用いて、前記のテープ裏材用組成物は、従来のフィルムまたはシーティングダイなど、軟質のダイリップを有するダイを用いて移動予備成形ウェブに適用される。これらの連続法の何れかによって形成後に、前記のフィルムまたは層は、直接法（例えば、冷却ロールまたは水槽）及び間接法（例えば、空気またはガス衝突）の両方を用いて急冷することによって、固化され得る。

20

【 0 0 5 8 】

溶剤からの塗布は好ましくないが、前記のテープ裏材用組成物を、溶剤ベースの方法を用いて塗布することができる。例えば、テープ裏材組成物を、ナイフ塗布、ロール塗布、グラビア塗布、ロッド塗布、カーテン塗布、及びエアナイフ塗布などの方法によって塗布することができる。次に、前記の塗布された溶剤ベースのテープ裏材用組成物を乾燥させ、溶剤を除去する。好ましくは、前記の塗布された溶剤ベースのテープ裏材用組成物は、炉によって供給された高温など、高温にかけられ、乾燥を促す。

【 0 0 5 9 】

フィルム及びそれから作製された物品を、任意に、熱処理し、フィルム及び物品の寸法安定性を更に改善することができる。何れかの適した熱処理及びその方法を用いることができる。しかしながら、好ましくは、処理されるフィルムまたは物品は、熱処理の間、拘束されない。例えば、前記のフィルムまたは物品を、加熱ロール上に通すことができる。別の例として、前記のフィルムまたは物品をロール間に通し、輻射加熱器などによって、加熱することができる。

30

【 0 0 6 0 】

テープ裏材用組成物、それから作製されたフィルム及びテープは以下の実施例で例示される。これらの実施例は説明に役立つ目的のためであり、添付したクレームの範囲に基づいて制限することを意図するものではない。特に指示しない限り、明細書の実施例及びその他のすべての部、パーセンテージ、比などは重量基準である。

40

【 0 0 6 1 】

実施例

試験方法

示差走査熱量測定 (D S C)

変調 D S C を用いてポリマー及びブレンドの融点を測定した。各々約 5 ~ 10 ミリグラムの質量を有するポリマーの断片を、ポリマーのペレットから切り分け、アルミニウムパン内にクランプシールした。前記のシールしたパンを、共にデラウェア州、ニューキャッスルの T A インストルメント製の、データシステム 2 2 0 0 (データ収集及び管理システム) を有する示差走査熱量計モデル T A D S C 2 9 2 0 内に置いた。前記のパンを、 1 0

50

1 / 分の温度変化で - 5 0 ~ + 2 0 0 の温度の単一サイクルに暴露した。前記のポリマー / ブレンドの熱容量を、融解温度に対してプロットした。

【 0 0 6 2 】

炭素 - 1 3 核磁気共鳴 (N M R)

前記のポリマーの立体化学を、炭素 - 1 3 N M R を用いて分析し、その立体規則性を確認した。1 1 0 で混合しながら、ポリマーの約 5 0 ミリグラムをオルト - ジクロロベンゼンの約 1 ミリリットル中に溶解し、溶液を形成した。前記の溶液を、ユニティ 5 0 0 N M R 分光計 (カリフォルニア州、パロアルトのヴァリアン・アソシエイツ製) 内に置いた。N M R スペクトルは、0 . 4 ~ 0 . 8 秒の収集時間、3 . 4 ~ 7 . 4 マイクロセカンドのパルス幅及び 2 0 0 百万分率 (p p m) のスイープ幅を用いて、1 2 0 で得られた。1 8 ~ 2 3 p p m の間の領域が広がり、販売元によって供給されたソフトウェアを用いて積算された。スペクトルのトリアッド及びペンタッドは、A ・ E ・トネリ著 (フェアラークカールハンサー (V C H) 出版、ミュンヘン、1 9 8 9 年、7 5 ページ)、*「NMR Spectroscopy and Polymer Microstructure」* に記載されているように帰属された。

10

【 0 0 6 3 】

動的機械的分析 (D M A)

以下のポリマーのいくつかを D M A を用いて試験し、剪断弾性率を調べた。同様に、D M A 分析は、前記の材料が概して非晶質であるか (すなわち、それらが融解温度を示さなかった) または結晶性であるかどうかを示した。

20

【 0 0 6 4 】

直径 2 5 ミリメートルの平行したプレート形状を有する、ニュージャージー州、ピスカタウェイのレオメトリクスコーポレーション製のレオメトリクス R D A I I ソリッドアナライザを D M A のために用いた。前記のアナライザの設定は次の通りであった。角振動数 = 6 . 2 8 ラジアン / 秒 (1 ヘルツ)、加熱速度 = 2 / 分、歪み = 1 % (ただし、ポリマーの E S C O R E N E 4 7 9 2 E 1 は 0 . 6 % の歪みで試験された)、及び雰囲気 = 空中窒素。試験される各々のポリマーを室温で平行プレート上に置き、2 0 0 に 1 0 分間加熱した。次に、平行なプレートを 2 2 (7 2 ° F) に冷却した。次いで、D M A を 2 / 分の加熱速度で各々の試料について行った。試験条件及び装置を、「引張応力におけるプラスチックの動的機械的性質の測定のための標準試験方法」と題された、A S T M D 5 2 7 9 - 9 5 に従って設定した。試験したポリマーの剪断弾性率は、以下の材料の用語集に示される。

30

【 0 0 6 5 】

【表 1】

材料の用語集

アクロンP115	ニュージャージー州、ムーンアーキーのアラカワケミカルインダストリー製の、芳香族水素化炭化水素樹脂粘着付与剤	
エルボックス500W	デラウェア州、ウィルミントンのデュポンポリマー製の、85%のエチレン対15%のビニルアセテートの重量比を有するモノマーから作製されたエチレンビニルアセテートコポリマー(DSCを用いて測定したとき、融点: 91°C、剪断弾性率: DMAを用いて測定したとき、測定可能でない)	
エスコレン4792E1	テキサス州、ヒューストンのエクソンポリマー製の、0.6%のエチレン対99.4%のプロピレンの重量比を有するモノマーから作製されたエチレン/プロピレンコポリマー(DSCを用いて測定したとき、融点: 161°C、剪断弾性率: DMAを用いて測定したとき、261kPa) 立体化学: アイソタクチック-90+%)	10
フィナ3374	テキサス州、ダラスのフィナオイルアンドケミカルカンパニー製のポリプロピレン(融点: DSCを用いて測定したとき、166°C、立体化学: アイソタクチック-90+%)	
ハイトレルG3548W	デラウェア州、ウィルミントンのデュポンポリマー製のポリブチレンテレフタレート/ポリエーテルグリコールブロックコポリマー(融点: デュポンの、熱可塑性エラストマーによって測定したとき、156°C)	
ハイトレルG4074	デラウェア州、ウィルミントンのデュポンポリマー製のポリブチレンテレフタレート/ポリエーテルグリコールブロックコポリマー(融点: デュポンの、熱可塑性エラストマーによって測定したとき、170°C)	
アーガノックス1010	ニュージャージー州、タリータウンのチバスペシャルティケミカルズコーポレーション製のヒンダードフェノール酸化防止剤	20
クレイトンG-1726X	テキサス州、ヒューストンのシェルケミカルカンパニー製の、70重量パーセントのエチレン/ブチレン及び30重量パーセントのステレンの重量比を有するモノマーから作製されたステレン/エチレン/ブチレンターポリマーのジブロック/トリブロック混合物(融点: DMAを用いて無し、剪断弾性率: DMAを用いて測定したとき、22.8kPa、ジブロック含有量: 70重量%)	
PET A	ニューヨークのテイジンアメリカインクなど、いろいろな供給元から市販されている、ジメチルテレフタレート及びエチレングリコールから作製された磁気フィルム銘柄ポリエチレンテレフタレート	
PSA1	ARKON P115が、ポリオクテンのARKON P115に対する重量比80:20で添加されたことを除き、米国特許第5,112,882号の実施例86に従って作製された、ポリオレフィン感圧接着剤	30
PSA2	米国特許第4,629,663号の実施例1に従って作製された、アクリレート感圧接着剤	
レノリットSK-M サインマスクブルー	ニュージャージー州、フィッパニーのアメリカンレノリットコーポレーション製の、可塑化ポリ塩化ビニルフィルム	
レノリットSK-M サインマスクホワイト	ニュージャージー州、フィッパニーのアメリカンレノリットコーポレーション製の、可塑化ポリ塩化ビニルフィルム	
レックスフレックスFPO D100	テキサス州、ダラスのレキセンプロダクツ製のポリプロピレン(融点: DSCを用いて測定したとき、158°C、立体化学: NMRを用いて測定したとき、アタクチック-25%、シンジオタクチック-31%、アイソタクチック-44%)	
レックスフレックスFPO W101	テキサス州、ヒューストンのハンツマンケミカルカンパニー製のポリプロピレン(融点: DSCを用いて測定したとき、158°C、剪断弾性率: DMAを用いて測定したとき、58.0kPa、立体化学: NMRを用いて測定したとき、アタクチック-21%、シンジオタクチック-26%、アイソタクチック-53%)	40

【0066】

機械的性質の試験

極限引張強さ:

幅25ミリメートル(1インチ)、長さ102ミリメートル(4インチ)及び厚さ250µm未満の、前記のブレンドのフィルム試料を、マサチューセッツ州、カントンのインストロンコーポレーション製のインストロン引張試験機(モデル1122)で、「薄プラスチックシーティングの引張性質のための標準試験方法」と題された、ASTM D882

- 95 aに従ってグリップ間の51ミリメートル(2インチ)の初期距離「B」及び305ミリメートル/分(12インチ/分)のグリップ分離「A」の速度を用いて試験した。

【0067】

各々のフィルム試料を、試験前に40時間、23(74°F及び50%の相対湿度で平衡させた。前記のフィルム試料は、その最も厚い寸法(すなわち、その幅)全体にわたって歪みを与えられるようにインストロン引張試験機内に置かれた。初期歪み率「C」は、 A/B 、6ミリメートル/(ミリメートル・分)に等しかった。引張試験は、23(74°F及び50%の相対湿度で行われた。各々の試料フィルムは、それが破断するまで歪みを与えられた。適用された負荷対伸びが、試験の間にプロットされた。

【0068】

「極限引張強さ」は、破断点での適用された負荷をフィルムの元の断面積で割ることによって前記のプロットから計算された。「破断点伸びのパーセント」は、破断点での伸長されたフィルムの長さをフィルムの初期ゲージ長で割り、100で乗ずることによって計算された。「降伏応力」は、降伏点での適用された負荷をフィルム試料の元の断面積で割ることによって計算された。「降伏点伸び」は、降伏点での伸長されたフィルムの長さをフィルムの初期ゲージ長で割り、100で乗ずることによって計算された。「弾性率」(ヤング率とも称される)は、応力-歪プロットの初期の直線部分の傾きとして計算された。「ネッキングのパーセント」は、降伏点から隣接最小応力を差し引いた値を降伏応力で割り、100で乗じた値と定義される。試験時に、定義された降伏点は存在せず、ネッキングは起こらなかった。

【0069】

応力緩和

時間によってフィルムが弛緩、または応力を失う傾向を確認するために、応力緩和試験が行われた。前記の試験は、マサチューセッツ州、カントンのインストロンコーポレーション製のインストロン引張試験機(モデル1122)で、グリップ間の51ミリメートル(2インチ)の初期距離及び1.27メートル/分(50インチ/分)のグリップ分離の速度を用いて行われた。(下に記載したような)予め定めた伸びが得られるまで、グリップの分離の速度は一定のままであった。予め定めた伸びが達せられた後、グリップは停止し、ゼロの歪み速度を提供した。

【0070】

予め定めた伸び点は10%(フィルムがネッキングする傾向がある場合、ネッキングが通常生じる点に相当する)及び57%であった(間隔が5.1センチメートル(2インチ)の4つの細長い、丸い突起を有し、漸増する深さが1.52ミリメートル(0.06インチ)、3.04ミリメートル(0.12インチ)、5.08ミリメートル(0.20インチ)、及び7.36ミリメートル(0.29インチ)である表面に平らなポリマーフィルムがなじむのに必要とされる伸びの計算値に相当する)。各々の突起のそれぞれの幅もまた、15.24ミリメートル(0.60インチ)から、19.05ミリメートル(0.75インチ)、21.60ミリメートル(0.85インチ)、及び23.62ミリメートル(0.93インチ)に漸増した。

【0071】

応力は、3分間、記録をとられた。予め定めた伸びの応力の減少のパーセントは、(予め定めた伸びまでのそれを含む範囲の最大応力から3分後の最小応力を差し引いた値)を予め定めた伸びまでのそれを含む範囲の最大応力で割った値の100倍と定義された。フィルムが寸法上安定し、且つなじみやすいために、それは好ましくは、測定可能な大きさのネッキングがなく10%の伸びの後に少なくとも20%の応力緩和を有する。より好ましくは、前記のフィルムは、測定可能な大きさのネッキングがなく57%の伸びの後に少なくとも45%の応力緩和を有する。

【0072】

収縮

「プラスチックフィルムの無拘束の線熱収縮」を、ASTM D1204に従って測定し

10

20

30

40

50

た。2.54センチメートル×10.16センチメートルの寸法を有するフィルム試料をダイで切分けた。ノッチを、基準点のために、縦方向(MD)に75ミリメートル(3インチ)離して作製した。各々のフィルム試料を、149(300°F)で10分間、炉内に無拘束のまま置いた。除去時に、フィルムの収縮を、MD方向及び横ウェブ(または横断)方向(CD)の両方の方向について測定した。MD収縮は、縦方向に離れた75ミリメートル(3インチ)のノッチ間の初期距離で割ったノッチ間の距離の変化に等しいとされた。CD収縮は、初期幅(横ウェブ方向)で割った幅の変化として測定された。大きい方の値が記録され、特に記載しない限り、MD収縮であった。

【0073】

ゴースティング

直径2.54センチの円を、試験されるフィルムから切り分けた。次に、前記の円を、予備塗装された、乾燥したパネル上に置いた。25グラムの重りをフィルムの上に置いた。前記の構造体を炉内に置き、30分間、149(300°F)に加熱した。次いで、前記の構造体を除去し、冷却させた。冷却時に、フィルムをパネルから除去し、ゴースティングの量を測定した。

【0074】

フィルムのゴースティングの測定は定性的であり、「無し」の測度は、フィルムがどこにあったか区別することができないことを示した。「大きい」の測度は、ゴースティングが、表IV(比較例C2~C3)に記載したように、従来のPVCフィルムで受けたゴースティングに相当することを示した。

【0075】

テープもまた、ゴースティングについて試験された。テープのゴースティングの測定もまた定性的であり、「無し」の測度は、フィルムがどこにあったか区別することができないことを示した。「大きい」の測度は、ゴースティングが、表IV(比較例C2~C3)に記載したように、従来のPVCフィルムで受けたゴースティングに相当することを示した。

【0076】

手による裂け易さ

手による裂け易さ試験は、開始点を設けていない引き裂き試験(すなわち、ノッチまたは開始点がフィルム上に配置されなかった)を用いて横ウェブ方向でフィルム/テープを引き裂こうと試みることを必要とした。テープの裂け易さの能力は、対照標準を基準とした。手による裂け易さの容易さが記載され、対照標準が手による裂け易さの平均の容易さを示した(比較例C2)。

【0077】

剥離粘着力

各々のテープ試料を、「180°の角度の感圧接着剤の剥離粘着力の標準試験方法」と題された、ASTM D3330の試験方法Aに従って剥離粘着力について試験した。

【0078】

実施例1~7、比較例C1~C3

実施例1において、REX FLEX W101、ESCORENE 4792E1、及びIRGANOX 1010を、30:70:0.1の重量比で予めブレンドした。前記のブレンドを、内径30ミリメートル、長さの直径に対する(L/D)比が27:1、スクリー速度が毎分350回転の、直径30ミリメートルの完全かみ合い同時回転式双スクリー押出機 モデルZSK(ニュージャージー州、ラムゼイのW&Pコーポレーション製)の供給スロートに供給し、溶融ブレンドを形成した。領域1から領域3まで押出機内で、温度が138から204まで(280°Fから400°Fまで)漸増した。領域4~8において、温度は204に維持された。

【0079】

前記の溶融ブレンドを、1回転当たり10立方センチメートルの溶融ポンプのZENITH HPEPII(ノースカロライナ州、サンフォードのパーカーハンニフィンコーポレ

10

20

30

40

50

ーション製)中に少なくとも約0.69MPa(100psi)の圧力で連続的に放出し、単一層の幅25.4cm(10インチ)のフィルムダイ(ウイスコンシン州、チペワーフォールズのエクストルージョンダイズインク製の商品名ULTRAFLEX 40)に送り、フィルムを形成した。前記のフィルムダイを、ダイ間隔を約0.5ミリメートル(20ミル)にして、204(400°F)に維持した。

【0080】

前記の溶融ブレンドを、24(75°F)に維持された冷却ロール上に流延した。次に、前記の溶融ブレンドを、6.4メートル/分(21フィート/分)のライン速度で移動する厚さ25μm(1ミル)の二軸延伸ポリエチレンテレフタレート(PET)ライナーにラミネートし、77μm(3ミル)の厚さを有するフィルムを製造した。前記のポリプロピレンフィルムを集め、PETライナーを除去し、前記のフィルムをTEFLONシートにラミネートし、フィルムを149(300°F)の炉内に10分間置き、残留応力をアニールし、フィルムの結晶性を最適化した。

10

【0081】

実施例2~7のフィルムを実施例1と実質的に同じようにして作製したが、ただし、REX FLEX W101及びESCORENE 4792E1の重量比は、それぞれ、40:60、50:50、60:40、70:30、80:20、及び90:10であった。比較例C1を実施例1と同様に作製したが、ただし、REX FLEX W101を用いなかった。比較例C2及びC3は、それぞれ、RENOLIT SK-M SIGNMASK BLUE及びRENOLIT SK-M SIGNMASK WHITEであり、各々、厚さ79μm(3.1ミル)であった。

20

【0082】

【表2】

表 I I

実施例	重量% レックスフ レックス W101	重量% エスコレン 4792E1	極限引張強さ, Mpa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)
C1	0	100	66 (9,540)	711 (103,100)	23.0
1	30	70	31 (4,429)	262 (37,860)	5.0
2	40	60	25 (3,679)	206 (29,890)	3.0
3	50	50	22 (3,157)	169 (24,530)	0
4	60	40	21 (3,078)	120 (17,430)	0
5	70	30	16 (2,390)	85 (12,300)	0
6	80	20	19 (2,804)	39 (5,590)	0
7	90	10	15 (2,222)	39 (5,630)	0
C2	無し	無し	25 (3,563)	218 (14,810)	0
C3	無し	無し	27 (3,976)	305 (44,160)	0

10

20

30

【 0 0 8 3 】

【 表 3 】

表 I I I

実施例	重量% レックスフレ ックス W101	重量% エスコレン 4792E1	収縮 (%)	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)
C1	0	100	2.0	36.4	52.7
1	30	70	2.0	36.3	57.6
2	40	60	0.6	32.3	56.2
3	50	50	1.0	38.5	57.3
4	60	40	1.0	38.4	58.1
5	70	30	2.0	41.8	60.7
6	80	20	1.0	52.0	60.3
7	90	10	18	39.3	66.5
C2	無し	無し	12	63.7	72.7
C3	無し	無し	7.4	50.8	63.9

10

20

【0084】

【表4】

表 I V

実施例	重量% レックスフ レックス W101	重量% エスコレン 4792E1	手による裂け易さ	ゴースティング
C1	0	100	容易	無し
1	30	70	平均	中程度
2	40	60	平均	中程度
3	50	50	平均	中程度
4	60	40	容易	中程度
5	70	30	容易	中程度
6	80	20	容易	中程度
7	90	10	容易	中程度
C2	無し	無し	平均	大きい
C3	無し	無し	難	大きい

30

40

【0085】

実施例 8

実施例 8 を実施例 1 と同様に作製したが、ただし、FINA3374 を ESCORENE 4792E1 の代わりに用いた。前記の 2 つのポリマーを 50 : 50 の重量比でブレンドした。結果を、比較のために実施例 3 (50 : 50 の重量比でブレンドしたポリマー) の結果と共に下に記載する。

50

【 0 0 8 6 】

【 表 5 】

表 V

実施例	極限引張強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)	収縮 (%)	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)
8	26 (3,828)	192 (27,770)	0	1.0	37.0	57.1
3	22 (3,157)	169 (24,530)	0	1.0	38.5	57.3

10

【 0 0 8 7 】

実施例 9 ~ 13

実施例 9 ~ 13 を、50 : 50 : 0.1 の重量比で REXFLEX W101、ESCORENE 4792E1 及び IRGANOX 1010 を予めブレンドすることによって作製した。前記のブレンドを、内径 30 ミリメートル、長さの直径に対する (L/D) 比が 27 : 1、スクリュウ速度が毎分 350 回転の、直径 30 ミリメートルの完全かみ合い同時回転式双スクリュウ押出機 モデル ZSK (ニュージャージー州、ラムゼイの W&P コーポレーション製) の供給スロートに供給し、熔融ブレンドを形成した。領域 1 から領域 3 の押出機内で、温度が 138 から 204 まで (280° F から 400° F まで) 漸増した。領域 4 ~ 8 において、温度は 204 に維持された。

20

【 0 0 8 8 】

前記の熔融ブレンドを、1 回転あたり 10 立方センチメートルの熔融ポンプの ZENITH PEP II (ノースカロライナ州、サンフォードのパーカーハンニフィンコーポレーション製) 中に少なくとも約 0.69 MPa (100 psi) の圧力で連続的に放出し、単一層の幅 25.4 cm (10 インチ) のフィルムダイ (ウィスコンシン州、チペワーフォールズのエクストルージョンダイズインク製の商品名 ULTRAFLEX 40) に送り、フィルムを形成した。前記のフィルムダイを、ダイ間隔を約 0.5 ミリメートル (20 ミル) にして、204 (400° F) に維持した。

30

【 0 0 8 9 】

前記の熔融ブレンドを、24 (75° F) に維持された冷却ロール上に流延した。次に、前記の熔融ブレンドを、6.4 メートル / 分 (21 フィート / 分) のライン速度で移動する厚さ 25 μm (1 ミル) の二軸延伸ポリエチレンテレフタレート (PET) ライナーにラミネートし、77 μm (3 ミル) の厚さを有するフィルムを製造した。前記のポリプロピレンフィルムを集め、PET ライナーを除去し、前記のフィルムを TEFロンシートにラミネートし、フィルムを 149 (300° F) の炉内に 10 分間置き、残留応力をアニールし、フィルムの結晶性を最適化した。

40

【 0 0 9 0 】

実施例 10 ~ 13 を、102 ミリメートル (4.00 インチ) の初期のジョー分離を有する、マサチューセッツ州、カントンのインストロンコーポレーション製のインストロン引張試験機 (モデル No. 1122) 内に置き、約 112 ミリメートル (4.4 インチ)、117 ミリメートル (4.6 インチ)、122 ミリメートル (4.8 インチ) 及び 127 ミリメートル (5.0 インチ) の最終長さがそれぞれ、得られるまで、50 ミリメートル / 分 (2.0 インチ / 分) の速度で延伸した。これらの最終長さは、それぞれ、10%、

50

15%、20%及び25%の歪みに相当した。次に、炉熱処理及び制御された延伸のプロセスを、これらの4つのフィルム上で繰り返した。

【0091】

前記のフィルムを、上に記載した試験方法に従って各々の炉熱処理及び延伸サイクルの後に試験した。結果を、2つのサイクルの平均として以下に記載する。

【0092】

【表6】

表VI

実施例	歪み %	極限引張 強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキ ング (%)	収縮 (%)	10% の応力 緩和 (%)	57% の応力 緩和 (%)
9	0	34 (4,969)	104 (15,115)	0	0.8	42.1	55.6
10	10	31 (4,503)	93 (13,520)	0	1.4	41.1	55.5
11	15	32 (4,575)	96 (13,900)	0	4.5	35.6	43.6
12	20	21 (3,075)	91 (13,205)	0	3.5	40.0	44.3
13	25	21 (3,000)	90 (13,080)	0	2.5	36.6	43.7

10

20

【0093】

実施例14～15

実施例14及び15を実施例3と実質的に同様にして作製したが、ただし、応力緩和条件をいろいろ変えた。実施例14を、135 (275°F)でアニールした。実施例15はアニールされなかった。結果を実施例3と比較する。

30

【0094】

【表7】

表VII

実施例	極限引張 強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキ ング (%)	収縮 (%)	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)
14	24 (3,418)	164 (23,740)	4	1.0	37.6	59.7
15	24 (3,471)	192 (27,850)	21	3.0	43.1	57.3
3	22 (3,157)	169 (24,530)	0	1.0	38.5	57.3

40

50

【 0 0 9 5 】

実施例 1 6 及び比較例 C 4 ~ C 6

実施例 1 6 及び比較例 C 4 ~ C 6 を実施例 1 と同様に作製したが、ただし、単一スクリュ
ー押出機を用い、成分の比をいろいろで変えた。前記の押出機は、長さの直径に対する（
L / D）比が 2 4 : 1 である、直径 3 2 ミリメートル（ 1 . 2 5 インチ）の単一スクリュ
ー押出機（ニュージャージー州、セダーグローブのキリオンエクストルーダー製のモデル
ナンバー K T S - 1 2 5 ）であった。前記の押出機はまた、分散混合部を備えた。実施例
1 6 において、R E X F L E X W 1 0 1 の E S C O R E N E 4 7 9 2 E 1 に対する重
量比は 5 0 : 5 0 であった。比較例 C 4 及び C 5 において、K R A T O N G - 1 7 2 6
X 及び F I N A 3 3 7 4 を、それぞれ、2 0 : 8 0 及び 3 5 : 6 5 の重量比で R E X F L
E X W 1 0 1 及び E S C O R E N E 4 7 9 2 E 1 の代わりに用いた。比較例 C 6 におい
て、E L V A X 5 0 0 0 W 及び F I N A 3 3 7 4 を、2 0 : 8 0 の重量比で R E X F L E
X W 1 0 1 及び E S C O R E N E 4 7 9 2 E 1 の代わりに用いた。

10

【 0 0 9 6 】

前記のフィルム試料を上に記載した方法に従って試験した。結果を実施例 3 の結果と共に
下に記載する。

【 0 0 9 7 】

【表 8】

表 V I I I

実施例	極限引張強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)	収縮 (%)	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)
16	17 (2,467)	119 (17,300)	4.0	4.0	47	71
C4	35 (5,103)	268 (38,850)	27	3.0	42	64
C5	19 (2,832)	98 (14,170)	11	25	39	62
C6	19 (2,785)	182 (26,350)	11	12	42	58
3	22 (3,157)	169 (24,530)	0	1.0	38.5	57.3

20

30

【 0 0 9 8 】

実施例 1 7 ~ 1 8

実施例 1 7 のフィルムを実施例 1 と同様に作製したが、ただし、R E X F L E X W
1 0 1 及び E S C O R E N E 4 7 9 2 E 1 の重量比は 5 0 : 5 0 であり、前記のキャスト
フィルムが P E T ライナーにラミネートされた後、前記のラミネートのフィルム面を、採
集後に炉内に置く代わりに一連の 8 つの加熱金属ロールに接して通過させた。各々のロー
ルは、直径が 1 2 . 7 センチメートル（ 5 インチ）であり、1 8 0 ° のフィルムとの表面
接触を有した。前記のロールを以下の温度に予熱し、維持した。：ロール 1 & 2 - 約 4 9
（ 1 2 0 ° F ）、ロール 3 & 4 - 約 7 1 （ 1 5 0 ° F ）、ロール 5 & 6 - 約 9 3 （
2 0 0 ° F ）及びロール 7 & 8 - 約 1 4 9 （ 3 0 0 ° F ）。前記のフィルムを、合計約
5 秒間、ロールのセットに触れさせた。実施例 1 8 を実施例 1 7 の場合と同様に作製した
が、ただし、フィルムは加熱した金属ロールと接触しなかった。

40

【 0 0 9 9 】

50

【表 9】

表 IX

実施例	極限引張強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)	収縮 (%)	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)
17	37 (5,410)	92 (13,290)	0	2	41.0	67.8
18	39 (5,620)	170 (24,580)	19	5	42.9	68.5

10

【0100】

実施例 19 ~ 20 及び比較例 C7 ~ C8

テープを 2 つの異なる感圧接着剤で作製した。実施例 19 を作製するために、内径 19 ミリメートル (0.75 インチ)、L/D 比が 24 : 1、圧縮比 3 : 1、スクリー速度毎分 110 回転のハーケ単一スクリー押出機 (ニュージャージー州、パラマスのハーケ製の Haake RHEOMIX 押出機を有する Haake RHEOCORD) で、PSA1 の層の厚さが 36 μm (1.4 ミル) であるように、PSA1 を実施例 18 のフィルム上にホットメルト塗布した。前記の塗布されたフィルムを、イリノイ州、プレインフィールドのアエテック製の中圧水銀燈から、UVIMAP 365 検知装置 (バージニア州、スターリングの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インク製) によって測定したとき紫外線エネルギーの 300 ミリジュール / cm^2 で、窒素雰囲気下で照射した。紫外線エネルギーの量を測定するために用いた校正標準は、MIL - STD - 45662A であった。

20

【0101】

実施例 20 は、ノッチ付きバーで PSA2 を実施例 18 のコロナ処理されたフィルム上に溶液塗布することによって作製された。前記のフィルムをコロナ処理するために、約 10 ~ 20 キロボルトの電圧及び約 10 - 40 キロヘルツの振動数を有する正弦波交流を 2 つの電極間に発生させた。前記のフィルムを電極の間に通過させた。

30

【0102】

前記の感圧接着剤層を 93 (200 °F) で 5 分間、乾燥させ、厚さ 25.5 μm (1 ミル) の接着剤層を形成した。比較例 C7 及び C8 を比較例 19 及び 20 と同様にして作製したが、ただし、フィルムは、それぞれ、比較例 C2 及び比較例 C3 に用いたフィルムと同じであった。

【0103】

【表 10】

40

表 X

実施例	剥離 粘着力 N/dm (oz/in)	極限引張強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)	収縮 (%)
19	79 (72)	36 (5,200)	171 (24,750)	3	3
20	26 (24)	35 (5,100)	170 (24,600)	2	3
G7	77 (70)	28 (4,050)	159 (23,000)	0	15
G8	22 (20)	29 (4,260)	162 (23,500)	0	15

10

【0104】

20

【表11】

表 X I

実施例	10% の応力緩和 (%)	57% の応力緩和 (%)	ゴースティング	手による裂け易さ
19	44.6	64.0	無し	容易
20	45.0	64.5	非常に小さい	容易
G7	58.0	65.0	中程度	平均
G8	58.1	65.5	大きい	平均

30

【0105】

参考例 21 ~ 24

フィルムを実施例 1 の場合と同様に作製したが、ただし、材料を 110 (230°F) に設定した炉内に 4 時間置き、それらを溶融ブレンド及び押出す前に過剰な水を除去し、用いたポリマー及びそれらの比率は異なっていた。参考例 21 は、ポリマーの PET A 及び HYTREL G3548W の 50 : 50 の比を用いた。参考例 22 は、ポリマーの PET A 及び HYTREL G4074 のそれぞれ、40 : 60 の比を用いた。参考例 23 は、ポリマーの PET A 及び HYTREL G3548W のそれぞれ、40 : 60 の比を用いた。参考例 24 は、ポリマーの PET A 及び HYTREL G3548W のそれぞれ、60 : 40 の比を用いた。前記のポリマーは十分に予備乾燥させられた。前記の PET A ポリマーを、110 (230°F) に設定した炉内に 4 時間置き、それらを溶融ブレンド及び押出す前に過剰な水を除去した。

40

【0106】

前記のブレンドを、内径 30 ミリメートル、長さの直径に対する (L/D) 比が 27 : 1、スクリー速度が毎分 350 回転の、直径 30 ミリメートルの完全かみ合い同時回転式双スクリー押出機モデル ZSK (ニュージャージー州、ラムゼイの W & P コーポレーシ

50

オン製)の供給スロートに供給し、溶融ブレンドを形成した。領域1から領域3の押出機内で、温度が93 から288 まで(200° Fから550° Fまで)漸増した。領域4~8において、温度は288 に維持された。

【0107】

前記の溶融ブレンドを、1回転当たり10立方センチメートルの溶融ポンプのZENITH PEP II(ノースカロライナ州、サンフォードのパーカーハンニフィンコーポレーション製)中に少なくとも約0.69MPa(100psi)の圧力で連続的に放出し、単一層の幅25.4cm(10インチ)のフィルムダイ(ウィスコンシン州、チペワーフォールズのエクストルージョンダイズインク製の商品名ULTRAFLEX40)に送り、フィルムを形成した。前記のフィルムダイを、ダイ間隔を約0.5ミリメートル(20ミル)にして、288 (550° F)に維持した。

10

【0108】

前記の溶融ブレンドを、24 (75° F)に維持された冷却ロール上に流延した。次に、前記の溶融ブレンドを、6.4メートル/分(21フィート/分)のライン速度で移動する厚さ25µm(1ミル)の二軸延伸ポリエチレンテレフタレート(PET)ライナーにラミネートし、77µm(3ミル)の厚さを有するフィルムを製造した。前記のポリプロピレンフィルムを集め、PETライナーを除去し、前記のフィルムをTEFLONシートにラミネートし、フィルムを149 (300° F)の炉内に10分間置き、残留応力をアニールし、フィルムの結晶性を最適化した。

20

【0109】

【表1】

表XII

参考例	PET A	*	極限引張強さ, MPa (psi)	弾性率, MPa (psi)	ネッキング (%)	収縮 (%)	10%の応力緩和 (%)	57%の応力緩和 (%)
21	50	50	13 (1,890)	230 (33,380)	0	3**	24	45
22	40	60	5 (746)	115 (16,650)	0	0.7	28	48
23	40	60	4 (528)	29 (4,212)	0	4**	23	***
24	60	40	42 (6,136)	612 (88,830)	21	3**	14	35

30

*参考例21のポリマーHYTREL G4074及び参考例22~24のポリマーHYTREL G3548W

**CD収縮

***試料が破断した

40

【0110】

この発明のいろいろな改良及び変更が本発明の範囲から逸れることなく実施できることは、当業者には明らかであろう。この発明は、本明細書に明らかにされた具体的な実施態様に限定されるものではないことは理解されよう。

フロントページの続き

- (72)発明者 コラジャ, リチャード エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー.オー.ボックス 3
3 4 2 7
- (72)発明者 ソロモンソン, スティーブン ディー.
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー.オー.ボックス 3
3 4 2 7
- (72)発明者 フランズワ, サラ エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ピー.オー.ボックス 3
3 4 2 7

審査官 大熊 幸治

(56)参考文献 特開平9 - 7 1 7 5 4 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)

C08L 1/00-101/16

C09J 7/00- 7/04