

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6241345号
(P6241345)

(45) 発行日 平成29年12月6日(2017.12.6)

(24) 登録日 平成29年11月17日(2017.11.17)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 J 133/04 (2006.01)

C O 9 J 133/04

C O 9 J 7/02 (2006.01)

C O 9 J 7/02

Z

請求項の数 3 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2014-63917(P2014-63917)
 (22) 出願日 平成26年3月26日(2014.3.26)
 (65) 公開番号 特開2015-183178(P2015-183178A)
 (43) 公開日 平成27年10月22日(2015.10.22)
 審査請求日 平成28年10月28日(2016.10.28)

(73) 特許権者 000222118
 東洋インキＳＣホールディングス株式会社
 東京都中央区京橋二丁目２番１号
 (73) 特許権者 711004506
 トーヨーケム株式会社
 東京都中央区京橋二丁目２番１号
 (72) 発明者 田邊 慎吾
 東京都中央区京橋二丁目７番１９号 トー
 ヨーケム株式会社内

審査官 田澤 俊樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粘着剤および粘着シート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項１】

２－エチルヘキシルアクリレートと、２－エチルヘキシルアクリレート以外の炭素数８～１２の分岐アルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル（ａ）と、水酸基含有モノマーと、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレートおよびｎ－プロピル（メタ）アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー（ｂ）とを含むモノマー混合物を重合してなる重合体（Ａ）を含有し、

周波数１００ｋＨｚにおける誘電率が３．５以下である粘着剤層を形成可能な粘着剤。

【請求項２】

前記重合体（Ａ）の水酸基価が０．０１～３ｍｇＫＯＨ／ｇ以下である、請求項１記載の粘着剤。

【請求項３】

基材と、請求項１または２に記載の粘着剤から形成されてなる粘着剤層とを備えた粘着シート。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、粘着剤に関する。

【背景技術】

【０００２】

近年のエレクトロニクスの飛躍的な進歩により、液晶ディスプレイ（LCD）、プラズマディスプレイ（PDP）、リアプロジェクションディスプレイ（RPJ）、ELディスプレイ、発光ダイオードディスプレイなどの様々なフラットパネルディスプレイ（FPD）が、表示装置として広く使用されている。このような表示装置には、通常、外部光源からの反射を防ぐための反射防止フィルムや、表示装置表面の傷付き防止の為に保護フィルム（プロテクトフィルム）など、用途に応じて様々なフィルムが使用されている。例えば、LCDに使用する液晶セル用部材には、偏光フィルムや位相差フィルムが使用されている。

【0003】

また、FPDは、表示装置としての利用に加えて、タッチパネルのような入力装置としても利用されている。タッチパネルには、一般的に保護フィルム、反射防止フィルムおよび透明電極フィルムなどが使用されている。これらのフィルムは、粘着剤（感圧式接着剤ともいう）を使用して貼り合わされるのが一般的である。

10

タッチパネルの作動原理としては、静電容量方式、抵抗膜方式、赤外線方式等、種々の方式があるが、それらの中でも静電容量方式のタッチパネルは、実用性に優れるため広く用いられている。当該方式は、指先でのディスプレイ表面へのタッチした際の、そのポイントにおける、指先と導電膜との間の静電容量の変化を感知して作動するものである。

【0004】

また、スマートフォンやタブレット型端末の電子機器は、その厚みを増やさずに高機能化を進めているため、搭載する部材を小型化・薄型化しているが、粘着剤層の厚みの薄型化も例外ではない。しかし、粘着剤層の厚みを薄くすると静電容量方式のタッチパネルは、指先でタッチしたポイントの静電容量の変化が、そのポイントの周囲に影響を与えてしまうためディスプレイにタッチした際、誤作動が生じ易い問題があった。そして、前記誤作動は、粘着剤層の誘電率の高さに比例して増加する傾向があった。なお、誘電率は静電容量を決定する、物質に固有の定数であって、静電容量は誘電率と比例関係にあり、物質の誘電率が高いほど、静電容量の値は変化しやすい。一方、誘電率が低いほど、静電容量の値は変化しにくい。そこで、粘着剤層の厚みに静電容量の値が依存し難い、誘電率が低い粘着剤層を形成できる粘着剤が求められていた。

20

【0005】

タッチパネルは、表面ガラス板と液晶モジュールで構成されているが、液晶モジュール内部の偏光子を保護する保護フィルムに使用するトリアセチルセルロースを光漏れ防止のためアクリル樹脂に置き換えたい市場からの要求がある。しかしアクリル樹脂に対する粘着力が得にくいという問題があった。

30

また、電子機器の軽量化および耐衝撃性強化のため、タッチパネルのガラス板をアクリル板に置き換える場合が増えている。しかし、アクリル板は、上記同様に粘着力が得難いという問題があった。

【0006】

そこで特許文献1には、炭素数10～24の分岐したアルキル基をエステル基の末端に有するアルキル（メタ）アクリレート（19～99.5重量%、）ならびにカルボキシル基含有モノマーおよび水酸基含有モノマーのいずれかを含むモノマー成分を重合することにより得られた（メタ）アクリル系ポリマーを含む粘着剤が開示されている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2012-246477号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかし、従来の粘着剤は、ガラス板に対してはある程度の粘着力が得られたが、アクリル板に対する粘着力は不足していた。

50

【 0 0 0 9 】

本発明は、アクリル板に対する粘着力および誘電率が低い粘着剤および粘着シートの提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

本発明の粘着剤は、2 - エチルヘキシルアクリレートと、2 - エチルヘキシルアクリレート以外の8 ~ 12の分岐アルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)と、水酸基含有モノマーと、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレートおよびn - プロピル(メタ)アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー(b)とを含むモノマー混合物を重合してなる重合体(A)を含有し、

10

周波数100kHzにおける誘電率が3.5以下である粘着剤層を形成可能である。

【発明の効果】

【 0 0 1 1 】

上記の本発明によれば、2 - エチルヘキシルアクリレートと、2 - エチルヘキシルアクリレート以外の8 ~ 12の分岐アルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)と、水酸基含有モノマーと、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレートおよびn - プロピル(メタ)アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー(b)とを含むモノマー混合物を重合してなる重合体(A)含む粘着剤は、アクリル板との粘着力に優れ、低い誘電率を両立することができた。

20

【 0 0 1 2 】

本発明により、アクリル板に対する粘着力および誘電率が低い粘着剤および粘着シートを提供できる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 3 】

【図1】誘電率測定用サンプルの模式的断面図。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 4 】

本発明を説明する前に、以下の用語を説明する。まず、粘着シート、粘着テープおよび粘着フィルムを同義語である。次に(メタ)アクリル酸アルキルエステルは、アクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルを含む。またモノマーとは、エチレン性不飽和単量体を意味する。また、被着体は、粘着シートを貼り付ける相手をいう。

30

【 0 0 1 5 】

本発明の粘着剤は、2 - エチルヘキシルアクリレートと、2 - エチルヘキシルアクリレート以外の8 ~ 12の分岐アルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)と、水酸基含有モノマーと、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレートおよびn - プロピル(メタ)アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー(b)とを含むモノマー混合物を重合してなる重合体(A)を含有し、

周波数100kHzにおける誘電率が3.5以下である粘着剤層を形成可能である。

本発明の粘着剤は、基材または剥離性シート上に塗工することで粘着剤層を形成し、粘着シートとして使用することが好ましい。

40

【 0 0 1 6 】

本発明において重合体(A)は、2 - エチルヘキシルアクリレートと、2 - エチルヘキシルアクリレート以外の8 ~ 12の分岐アルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)と、水酸基含有モノマーと、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレートおよびn - プロピル(メタ)アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー(b)とを含むモノマー混合物を重合してなる。重合体(A)、その合成に使用する各モノマーの相乗効果でアクリル板に対する良好な粘着力および低い誘電率が得られるが、その中でも2 - エチルヘキシルアクリレート、および2 - エチルヘキシルアクリレート以外の8 ~ 12の分岐アルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)(以下、(メタ)アクリル酸アルキルエステル(a)という)の使用は、低い誘電

50

率への寄与が大きい。また、2 - エチルヘキシルアクリレート、ならびにメチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレートおよび n - プロピル（メタ）アクリレートからなる群より選ばれるいずれかのモノマー（b）（以下、モノマー（b）という）の使用は、アクリル板に対する高い粘着力への寄与が大きい。

【0017】

（メタ）アクリル酸アルキルエステル（a）は、例えば2 - エチルヘキシルメタアクリレート、イソオクチル（メタ）アクリレート、s - オクチル（メタ）アクリレート、t - オクチル（メタ）アクリレート、イソノニル（メタ）アクリレート、s - ノニル（メタ）アクリレート、t - ノニル（メタ）アクリレート、イソデシル（メタ）アクリレート、s - デシル（メタ）アクリレート、t - デシル（メタ）アクリレート、イソウンデシル（メタ）アクリレート、s - ウンデシル（メタ）アクリレート、t - ウンデシル（メタ）アクリレート、イソラウリル（メタ）アクリレート、s - ラウリル（メタ）アクリレート、t - ラウリル（メタ）アクリレート等が挙げられる。

10

これらの中でもイソデシルアクリレート等が好ましい。

【0018】

水酸基含有モノマーは、例えば2 - ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2 - ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、3 - ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、4 - ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、6 - ヒドロキシヘキシル（メタ）アクリレート等のヒドロキシアルキル（メタ）アクリレート等が挙げられる。これらの中でも4 - ヒドロキシブチルアクリレートがより好ましい。

20

【0019】

重合体（A）の合成には、さらに他のモノマー（c）を使用できる。

他のモノマー（c）は、例えばイソプロピル（メタ）アクリレート、炭素数4～7のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル、炭素数8～12の直鎖アルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル、炭素数13以上のアルキル基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル、環状置換基を有する（メタ）アクリル酸アルキルエステル；

（メタ）アクリルアミド、N - メチロールアクリルアミド、N, N - ジメチル（メタ）アクリルアミド、ダイアセトン（メタ）アクリルアミド、N - ビニルアセトアミド、N - ビニルピロリドンなどのアミド基含有モノマー；

30

グリシジル（メタ）アクリレート、3, 4 - エポキシシクロヘキシルメチル（メタ）アクリレート、アリルグリシジルエーテル等のエポキシ基含有モノマー；

アミノメチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノメチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリレートなどのアミノ基含有モノマー；

（メタ）アクリロニトリルなどのニトリル基含有モノマー；

2 - （メタ）アクリロイルオキシエチルアシッドホスフェート等のリン酸基含有モノマー；

（メタ）アクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、 α - カルボキシエチル（メタ）アクリレート等のカルボキシル基含有単量体およびその無水物；

40

（メタ）アクリロイルオキシエチルイソシアネート等のイソシアネート基含有モノマー；
テトラヒドロフルフリル（メタ）アクリレート、（メタ）アクリロイルモルフォリン等の複素環含有モノマー；

2, 2, 2 - トリフルオロエチル（メタ）アクリレート等のフッ素原子含有モノマー；

ポリエチレングリコール（メタ）アクリレート、ポリプロピレングリコール（メタ）アクリレート等のアルキレンオキサイド構造含有モノマー；

メトキシエチル（メタ）アクリレート等のアルコキシアルキル（メタ）アクリレートおよびそのアルキレンオキサイド構造含有モノマー；

フェノキシエチル（メタ）アクリレート等のアリーロキシアルキル（メタ）アクリレートおよびそのアルキレンオキサイド構造含有モノマー；

50

ベンジル（メタ）アクリレート等の芳香族系（メタ）アクリレート；
スチレン、 α -メチルスチレン等の芳香族系ビニル単量体；
酢酸ビニル、酢酸プロピル等のビニルエステル系単量体；
ビニルエーテル化合物、 α -オレフィン等が挙げられる。

他のモノマー（c）は、単独または2種類以上併用できる。

【0020】

重合体（A）の合成に使用するモノマー混合物100重量%のうち、2-エチルヘキシルアクリレートは、20～80重量部使用することが好ましく、30～70重量部がより好ましい。

【0021】

また、（メタ）アクリル酸アルキルエステル（a）は、前記モノマー混合物100重量%のうち10～70重量%を使用することが好ましく、15～60重量%がより好ましい。（メタ）アクリル酸アルキルエステル（a）を10～70重量%程度使用すると低い誘電率が得易くなる。

【0022】

水酸基含有モノマーは、重合体（A）の水酸基価が0.01～3mg KOH/g程度になるように使用することが好ましく、0.01～2.5mg KOH/gがより好ましく、0.01～2mg KOH/gがさらに好ましい。

【0023】

また、モノマー（b）は、前記モノマー混合物100重量%のうち1～15重量%を使用することが好ましく、8～15重量%がより好ましい。モノマー（b）を1～15重量%程度使用するとアクリル板に対する高い粘着力が得易くなり、耐湿熱性がより向上する。

【0024】

重合体（A）は、塊状重合、溶液重合、乳化重合、懸濁重合、活性エネルギー線重合等の公知の手法により得ることができる。これらの中で重量平均分子量および粘着性能の調整が容易な溶液重合が好ましい。なお、重合体（A）の合成の際、有機溶剤および水等の溶媒を適宜選択して使用できる

【0025】

重合体（A）の合成には、通常、重合開始剤を使用する。重合開始剤は、公知の過酸化物および公知のアゾ化合物を適宜選択できる。

【0026】

重合体（A）の重量平均分子量は、60万～150万程度が好ましく、80万～120万がより好ましい。重量平均分子量が60万～150万程度の範囲内であれば低い誘電率、および粘着剤の塗工性をより向上できる。なお、重量平均分子量は、GPC（ゲルパーミエーションクロマトグラフィー）により得られるポリスチレン換算の値である。

【0027】

本発明の粘着剤は、硬化剤を含むことが好ましい。硬化剤を含むことで粘着剤層に凝集力が得易くなる。硬化剤は、イソシアネート硬化剤、エポキシ硬化剤、金属キレート硬化剤、アジリジン硬化剤、カルボジイミド硬化剤等が好ましい。

【0028】

前記イソシアネート硬化剤は、例えば芳香族ジイソシアネート、脂肪族ジイソシアネート、芳香脂肪族ジイソシアネート、および脂環族ジイソシアネート等、ならびにこれらのビュレット体、ヌレート体およびアダクト体等で2官能以上のイソシアナト基を有する化合物が挙げられる。

【0029】

前記エポキシ硬化剤は、例えばグリシジルエーテル基または脂環式エポキシ基を有する化合物等が挙げられる。

【0030】

前記金属キレート硬化剤は、例えば日本曹達株式会社製各種チタンキレート、マツモト

10

20

30

40

50

ファインケミカル株式会社製各種ジルコニウムキレート、川研ファインケミカル株式会社製各種アルミニウムキレート等が挙げられる。

【 0 0 3 1 】

前記アジリジン硬化剤は、例えば株式会社日本触媒製ケミタイト P Z - 3 3 や D Z - 2 2 E 等が挙げられる。

【 0 0 3 2 】

前記カルボジイミド硬化剤は、例えば日清紡ケミカル株式会社製カルボジライト V - 0 5 や V - 0 7 等が挙げられる。

【 0 0 3 3 】

本発明において硬化剤は、イソシアネート硬化剤が好ましい。硬化剤は、2種類以上併用することもできる。

【 0 0 3 4 】

硬化剤の使用量は、重合体 (A) 1 0 0 重量部に対して 0 . 0 1 ~ 5 重量部を配合することがこのましく、0 . 1 ~ 2 重量部がより好ましい。硬化剤を 0 . 0 1 ~ 5 重量部を配合することで凝集力と粘着力をより向上できる。

【 0 0 3 5 】

本発明の粘着剤は、シランカップリング剤を含むこともできる。シランカップリング剤を含むことで耐湿熱性をより向上できる。

【 0 0 3 6 】

前記シランカップリング剤は、アルコキシシリル基に加えて、エポキシ基、(メタ)アクリロキシ基、アミノアルキル基、メルカプト基、アルキル基、およびフェニル基等のいずれかの置換基を有する。前記置換基はエポキシ基が好ましい。

【 0 0 3 7 】

前記シランカップリング剤は、重合体 (A) 1 0 0 重量部に対して 0 . 0 0 1 ~ 1 重量部を配合することが好ましく、0 . 0 0 5 ~ 0 . 8 重量部がより好ましい。シランカップリング剤を 0 . 0 0 1 ~ 1 重量部配合することで耐湿熱性をより向上できる。

【 0 0 3 8 】

本発明の粘着剤は、必要に応じて他の樹脂、シランカップリング剤、粘着付与剤、充填剤、着色剤、軟化剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、消泡剤、光安定剤、耐候安定剤、硬化促進剤、硬化遅延剤等の添加剤を配合しても良い。

【 0 0 3 9 】

前記他の樹脂は、例えばアクリル樹脂、ポリエステル樹脂、アミノ樹脂、エポキシ樹脂、およびポリウレタン樹脂等が挙げられる。前記充填剤は、例えばタルク、炭酸カルシウム、酸化チタン等が挙げられる。

【 0 0 4 0 】

本発明の粘着シートは、基材と、本発明の粘着剤から形成した粘着剤層を備えている。前記粘着シートは、例えば、基材に粘着剤を塗工、乾燥することで粘着剤層を形成することで得られる。また、剥離性シートに粘着剤を塗工、乾燥することで粘着剤層を形成し、基材を貼り合わせることで得られる。前記粘着剤層は基材の少なくとも一方の面に設けられていれば良い。なお、粘着剤層に異物が付着するのを防止するため、通常、粘着剤層の基材と接していない面に剥離性シートを貼り合せる。

【 0 0 4 1 】

また、本発明の粘着シートの別の態様として、剥離性シートに粘着剤を塗工、乾燥することで粘着剤層を形成し、さらに剥離性シートを貼り合わせた粘着シート(キャスト粘着シートという)も好ましい。

【 0 0 4 2 】

前記粘着剤層の厚みは、普通 1 0 ~ 1 7 5 μ m 程度である。

【 0 0 4 3 】

前記塗工は、例えばマイヤーバー、アプリケーター、刷毛、スプレー、ローラー、グラビアコーター、ダイコーター、リップコーター、コンマコーター、ナイフコーター、リバ

10

20

30

40

50

ースコ-ター、スピンコーター等の公知の塗工装置を使用できる。塗工の際、加熱等により溶媒を乾燥除去することができる。

【0044】

前記基材は、例えば紙、セロハン、プラスチック、ゴム、発泡体、布帛、ゴムびき布、樹脂含浸布、ガラス板、木材等が好ましい。基材は板状でもフィルム状でも良い。また基材は、単独または、複数の基材を積層した構成も好ましい。

【0045】

前記プラスチックは、例えば、ポリビニルアルコールやトリアセチルセルロース、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリシクロオレフィン、エチレン-酢酸ビニル共重合体などのポリオレフィン系樹脂、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、
10
ポリエチレンナフタレートなどのポリエステル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリノルボルネン系樹脂、ポリアリレート系樹脂（PAR：ビスフェノールAとフタル酸の共重合樹脂）、ポリアクリル系樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリイミド系樹脂、エポキシ系樹脂（エポキシ基含有樹脂とポリアミン又は無水カルボン酸を反応させた樹脂）などが挙げられる。

【0046】

前記基材は、プラスチックフィルムに光学機能を付与した、例えば反射防止（AR）フィルム、偏光板、位相差板等の光学部材であっても良い。

本発明の粘着シートは、光学部材を使用することで液晶ディスプレイ（特にタッチパネル用途）を構成する部材として使用できる。
20

【0047】

本発明の粘着シートの粘着剤層の周波数100kHzにおける誘電率は、3.5以下であること。前記誘電率は低いほど好ましいが、現在の技術水準での下限値は2.5程度である。本発明の粘着剤は、前記のように低い誘電率の粘着剤層を形成できる。このため本発明の粘着シートを使用したタッチパネルは、粘着剤層の厚みが薄くとも誤作動が生じ難い。

【0048】

本発明の粘着シートは、光学ディスプレイの用途に好ましく使用できるが、特に用途が制限されるものではなく、一般ラベル、ならびに窓ガラスおよび車両用ガラスなど光透過性がある被着体に使用することが好ましい。
30

【実施例】

【0049】

以下に実施例によって、本発明をより具体的に説明する。なお例中、特に断りのない限り「部」は「重量部」を、「%」は「重量%」を表すものとする。

また、「Mn」は数平均分子量を、「Mw」は重量平均分子量をそれぞれ表す。

【0050】

<重量平均分子量の測定条件>

- ・装置：島津製作所製、LC-GPCシステム「Prominence」
 - ・カラム：東ソー（株）製GMHXL4本、東ソー（株）製HXL-H1本を直列に連結
 - ・移動相溶媒：テトラヒドロフラン
 - ・カラム温度：40
 - ・流量：1.0ml/min
-
- 40

【0051】

<水酸基価（OHV）の測定>

共栓三角フラスコ中に試料（重合体の溶液）約1gを精密に量り採り、トルエン/エタノール（容量比：トルエン/エタノール=2/1）混合液100mlを加えて溶解する。更にアセチル化剤（無水酢酸25gをピリジンで溶解し、容量100mlとした溶液）を正確に5ml加え、約1時間攪拌した。これに、フェノールフタレイン試液を指示薬として加え、30秒間持続する。その後、溶液が淡紅色を呈するまで0.1Nアルコール性水酸化カリウム溶液で滴定する。
50

水酸基価は次式により求めた。水酸基価は樹脂の乾燥状態の数値とした（単位：mg KOH / g）。

水酸基価（mg KOH / g）= [{ (b - a) × F × 28.25 } / S] / (不揮発分 / 100) + D

ただし、S：試料の採取量（g）

a：0.1 N アルコール性水酸化カリウム溶液の消費量（ml）

b：空実験の0.1 N アルコール性水酸化カリウム溶液の消費量（ml）

F：0.1 N アルコール性水酸化カリウム溶液の力価

D：酸価（mg KOH / g）

【0052】

10

製造例（A1）〔重合体（A）の製造〕：

攪拌機、還流冷却管、窒素導入管、温度計、滴下管を備えた反応装置に窒素雰囲気下、2-エチルヘキシルアクリレート15部、イソオクチルアクリレート30部、メチルアクリレート4.75部、4-ヒドロキシブチルアクリレート0.25部、重合開始剤であるアゾビスイソブチロニトリルを適量、さらに溶剤として酢酸エチルを仕込んだ。溶液温度が80 になるまで加熱した。

次いで、滴下管に2-エチルヘキシルアクリレート15部、イソオクチルアクリレート30部、メチルアクリレート4.75部、4-ヒドロキシブチルアクリレート0.25部、アゾビスイソブチロニトリルを適量、酢酸エチルを仕込んだ。

前記反応装置を溶液温度が80 になるまで加熱し、反応装置内で反応が開始したことを確認後、前記滴下管から溶液を2時間かけて滴下した。滴下終了後、反応温度を約80 に保持し5時間反応を継続した後、冷却を開始した。次いで酢酸エチルで希釈し、不揮発分を40%に調整した。これにより重量平均分子量は90万の重合体（A1）溶液を得た。

20

【0053】

製造例（A2）～（A17）〔重合体（A）の製造〕：

モノマーの種類および配合量（部）を表1に記載した通りに変更した以外は、製造例（A1）と同様に行うことで、重合体（A2）～（A17）溶液を得た。

【0054】

30

【 表 1 】

	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11	A12	A13	A14	A15	A16	A17
重合体(A)の モ/マ-組成																	
2EHA	30	40	50	60	40	40	40	40	40	40	40	70	70	99.5		40	30
a1:i-OA	60											10					60
a2:i-DA		50			30	30	30	30	50	50	45		10				
a3:t-DA			40														
a4:i-LA				30	20	20	20	20				10	5				
c1:i-TDMA																50	
b1:MA	9.5	9.5	9.5	9.5	9.3	9.3	9.3	9.3	4.5	4.5	9.5	4.5			9.5	9.5	9
b2:MMA									5			5	14.5				
b3:EA										5							
b4:n-PA											5						
c1:n-BA															90		
c2:4HBA	0.5	0.5	0.5	0.5	0.7	0.7	0.7	0.7	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.0
合計(部)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
水酸基価 (mgKOH/g)	1.9	1.9	1.9	1.9	2.7	2.7	2.7	2.7	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	3.9
Mw(万)	90	90	90	90	60	80	120	150	90	90	90	90	90	90	90	90	90

表 1 の略号は、以下の通りである。

2 E H A : 2 - エチルヘキシルアクリレート
 i - O A : イソオクチルアクリレート
 i - D A : イソデシルアクリレート
 t - D A : t - デシルアクリレート
 i - L A : イソラウリルアクリレート
 i - T D M A : イソテトラデシルメタクリレート
 M A : メチルアクリレート
 M M A : メチルメタクリレート
 E A : エチルアクリレート
 n - P A : n - プロピルアクリレート
 n - B A : n - ブチルアクリレート
 4 H B A : 4 - ヒドロキシブチルアクリレート

【 0 0 5 6 】

< 実施例 1 >

重合体 (A 1) の溶液 2 5 0 部 (不揮発分 : 1 0 0 部相当) に対して、イソシアネート硬化剤としてヘキサメチレンジイソシアネート (H D I) のヌレート体 0 . 7 部 (不揮発分換算)、およびシランカップリング剤である K B M - 3 0 3 (信越化学工業株式会社製) 0 . 5 部 (不揮発分換算) を配合して粘着剤を得た。

得られた粘着剤を、コンマコーターを使用して、剥離性シート (厚さ 3 8 μ m) 上に塗工し、1 0 0 で 2 分間乾燥させ、厚み 2 5 μ m の粘着剤層を形成した。この粘着剤層に別の剥離ライナーを貼り合せ、室温にて 7 日間エージングさせ、キャスト粘着シートを得た。

【 0 0 5 7 】

< 実施例 2 ~ 1 3、比較例 1 ~ 4 >

実施例 1 の配合を表 2 および表 3 に示す配合に変更した以外は実施例 1 と同様に行うことでそれぞれキャスト粘着シートを得た。

【 0 0 5 8 】

得られたキャスト粘着シートを使用して、下記の物性評価を行った。結果を表 2 および表 3 に示す。

【 0 0 5 9 】

< 接着性 >

得られたキャスト粘着シートを幅 2 5 m m \times 長さ 1 0 0 m m の大きさに準備し試験用粘着シートを作製した。前記試験用粘着シートの一方の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層を厚さ 1 0 0 μ m のポリエチレンテレフタレートフィルム (以下、P E T フィルムという、製品名 : A - 4 3 0 0、東洋紡績社製) に貼り合わせた。次いで試験用粘着シートの他方の剥離性シートを剥がし、2 3 - 5 0 % R H 雰囲気下で粘着剤層をガラス板に貼付け、J I S Z - 0 2 3 7 に準じてロールで圧着した。圧着から 2 4 時間経過後、万能引張試験機にて粘着力 (剥離角 1 8 0 $^{\circ}$ 、剥離速度 3 0 0 m m / 分 ; 単位 N / 2 5 m m 幅) を測定した。

別途、被着体をガラス板から、アクリル板、I T O / P E T フィルムにそれぞれ代えて前記同様に粘着力を測定した。なお I T O / P E T フィルムは、酸化インジウムスズを蒸着した P E T フィルムであり、I T O 蒸着面に試験用粘着シートを貼り付けた。評価は以下の通り粘着力により接着性を評価した。

○ : 粘着力が 5 . 0 N / 2 5 m m 以上。 (良好)

：粘着力が 1 . 0 N / 2 5 m m 以上、5 . 0 N / 2 5 m m 未満。 (実用可)

× : 粘着力が 1 . 0 N / 2 5 m m 未満。 (不良)

【 0 0 6 0 】

< 透明性 >

キャスト粘着シートを幅 2 5 m m \times 長さ 1 0 0 m m の大きさに準備し試験用粘着シート

10

20

30

40

50

を作製した。前記試験用粘着シートの一方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層を厚さ100 μ mのPETフィルムに貼り合わせた。次いで、試験用粘着シートの他方向の剥離性シートを剥がし、23 - 50%RH雰囲気下でガラス板にラミネーターを用いて貼着し、85 - 90%RHの環境下に240時間放置した。その後23 - 50%RHの雰囲気下で24時間冷却した後、Turbidimeter NDH5000W（日本電色工業社製）を使用してHAZE（ヘイズ）を測定した。評価基準は以下の通りである。

：HAZEが1.0未満（透明性良好）。

：HAZEが1.0以上、3.0未満（透明性やや良好）。

×：HAZEが3.0以上（透明性不良）。

【0061】

<誘電率>

誘電率の測定方法を図1を元に説明する。得られたキャスト粘着シートを幅100mm×長さ100mmの大きさに準備し試験用粘着シートを作製した。前記試験用粘着シートの一方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層4をガラス板6に形成したアルミニウム蒸着層3Cに貼り合わせた。次いで、試験用粘着シートの他方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層4のアルミニウム蒸着層3Cと接していない面にアルミニウム蒸着層3Aおよび3Bを形成することで誘電率測定サンプル1を得た。次いで誘電率測定サンプル1の測定端子接続部5に測定装置7の接続端子2Aを接続し、アルミニウム蒸着層3Aに接続端子2Bを接続した。そして下記の条件で誘電率を測定した。なお評価基準は下記の通りである。

【0062】

測定装置：英国ソーラトロン社製1260インピーダンス測定器

アンプ：英国ソーラトロン社製1296型誘電率測定インターフェイス

電極構成：21mm、40nmの厚みのアルミ蒸着層

対向電極：21mm、40nmの厚みのアルミ蒸着層

交流電流：100mV

端子：ピンプローブ

周波数：100kHz

測定環境：23 - 50%RH

試料の厚み：25 μ m

（評価基準）

：誘電率が3.0以下。（良好）

：誘電率が3.0より大きく、3.5以下。（実用可）

×：誘電率が3.5より大きい。（不良）

【0063】

<浮き・剥がれ>

耐湿熱性を評価するために下記試験を行い浮き・剥がれを評価した。得られたキャスト粘着シートを幅100mm×長さ100mmの大きさに準備し試験用粘着シートを作製した。前記試験用粘着シートの一方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層を厚さ100 μ mのPETフィルムに貼り合わせた。次いで試験用粘着シートの他方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層をガラス板に貼り付けた後、85 - 90%RHの環境下に240時間放置した。その後23 - 50%RHの雰囲気下で24時間冷却した後、粘着剤層に気泡が発生したか否か、および粘着シートの浮き・剥がれの有無を下記評価基準で目視評価した。

：気泡、浮きおよび剥がれが全く見られない。優れている。

：気泡、浮きおよび剥がれがわずかに見られた。実用可

×：気泡、浮きおよび剥がれが多数見られた。実用不可

【0064】

<耐腐食性>

得られたキャスト粘着シートを幅40mm×長さ100mmの大きさに準備し試験用粘

10

20

30

40

50

着シートを作製した。前記試験用粘着シートの一方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層を厚さ100 μ mのPETフィルムに貼り合わせた。次いで試験用粘着シートの他方向の剥離性シートを剥がし、露出した粘着剤層を23 - 50%RH雰囲気下で、ITOにより透明導電膜が形成された幅40mm \times 長さ160mmのPETフィルムの透明導電膜上に、ラミネーターを用いて貼着し積層体を得、ローレスターGP（型番MCP-T600、三菱化学社製）を使用してその抵抗値を測定した。

次いで、前記積層体を85 - 90%RHの環境下に1000時間放置し、その後再度抵抗値を測定した。前記放置前後における抵抗値の変化率を算出することにより透明導電膜の耐腐食性を評価した。評価基準は以下の通りである。

：抵抗値の変化率が150%未満。良好。

×：抵抗値の変化率が150%以上。実用不可

【0065】

【表 2】

表2		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13
重合体(A)	種類	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11	A12	A13
	配合量	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
物性結果														
接着性	ガラス	△	△	△	△	○	○	○	○	△	△	△	△	△
	アクリル	△	△	○	○	△	△	△	△	○	○	○	○	○
	ITO/PET	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△	△
透明性	Haze	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
誘電率	100Hz	△	○	○	○	△	○	○	○	○	○	△	△	△
耐湿熱性	ガラス	○	○	○	○	△	○	○	○	○	○	○	○	○
耐腐食性	ITO/PET	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

【表 3】

表3

重合体(A)	種類	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
	配合量	A14	A15	A16	A17
物性結果		100	100	100	100
接着性	ガラス	△	△	△	○
	アクリル	△	○	×	×
	ITO/PET	×	○	×	△
透明性	Haze	○	○	○	○
誘電率	100Hz	○	×	○	×
耐湿熱性	ガラス	×	○	○	○
耐腐食性	ITO/PET	○	○	○	○

10

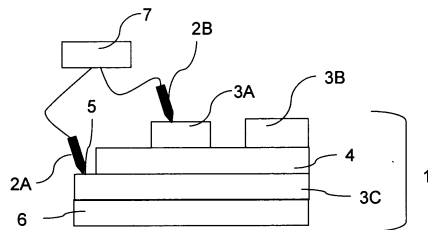
【符号の説明】

【 0 0 6 7 】

- 1 誘電率測定用サンプル
- 2 A 測定端子
- 2 B 測定端子
- 3 A アルミニウム蒸着層
- 3 B アルミニウム蒸着層
- 3 C アルミニウム蒸着層
- 4 粘着剤層
- 5 測定端子接合部分
- 6 ガラス板
- 7 測定装置

20

【図 1】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2012-246477(JP,A)
特開2012-173354(JP,A)
特開2013-082880(JP,A)
特開2014-009314(JP,A)
特開2008-291071(JP,A)

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