

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号

特表2023-551402  
(P2023-551402A)

(43)公表日 令和5年12月8日(2023.12.8)

(51)国際特許分類		F I	テーマコード(参考)
C 0 8 L	83/06 (2006.01)	C 0 8 L 83/06	4 H 0 1 7
C 0 8 K	3/013(2018.01)	C 0 8 K 3/013	4 J 0 0 2
C 0 8 K	5/54 (2006.01)	C 0 8 K 5/54	4 J 0 3 8
C 0 8 K	3/04 (2006.01)	C 0 8 K 3/04	4 J 0 4 0
C 0 9 J	183/06 (2006.01)	C 0 9 J 183/06	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全41頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2023-528610(P2023-528610)	(71)出願人	506416400
(86)(22)出願日	令和3年11月29日(2021.11.29)		シーカ テクノロジー アクチェンゲゼル シャフト
(85)翻訳文提出日	令和5年5月15日(2023.5.15)		スイス国, ツェーハー - 6 3 4 0 パー ル, ツガーシュトラッセ 5 0
(86)国際出願番号	PCT/EP2021/083406	(74)代理人	100099759
(87)国際公開番号	WO2022/117513		弁理士 青木 篤
(87)国際公開日	令和4年6月9日(2022.6.9)	(74)代理人	100123582
(31)優先権主張番号	20211309.8		弁理士 三橋 真二
(32)優先日	令和2年12月2日(2020.12.2)	(74)代理人	100123593
(33)優先権主張国・地域又は機関	欧州特許庁(EP)		弁理士 関根 宣夫
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA ,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA( AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR ,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC, ,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC, 最終頁に続く	(74)代理人	100208225
			弁理士 青木 修二郎
		(74)代理人	100217179
			弁理士 村上 智史
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 より長いミキサーオープンタイムを有する速硬化性2成分系シリコーン組成物

(57)【要約】

本発明は、以下のものからなる2成分系シリコーン組成物に関する：

以下を含む成分(A)：

少なくとも1種のヒドロキシル基末端ポリジオルガノシロキサン(P)；好ましくは少なくとも1種の充填剤；成分(A)を基準にして0.05～5.0重量%の間のエマルジョン水；及び

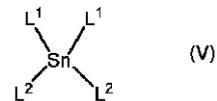
以下を含む成分(B)：

可塑剤としての少なくとも1種の非縮合性ポリジオルガノシロキサン(W)、架橋剤としての少なくとも1種のオルガノシラン(V)、ポリジオルガノシロキサンを架橋させるための少なくとも1種の触媒(K)；

ここで、

すべてのオルガノシラン(V)が、好ましくは、同一の加水分解可能なアルコキシシラン基、好ましくはメトキシシラン基を有し；かつ

触媒(K)が、式(V)の2個のメルカプチド配位子を有するスズ錯体であり、配位子(L<sup>1</sup>)が、互いに独立して、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

以下を含む 2 成分系シリコーン組成物であって：

以下を含む成分 A：

( i ) 少なくとも 1 種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P；

( i i ) 好ましくは少なくとも 1 種の充填剤；

( i i i ) 前記成分 A を基準にして、0.05 重量% ~ 5.0 重量% のエマルション水；及び

以下を含む成分 B：

( i ) 可塑剤としての少なくとも 1 種 of 非縮合性ポリオルガノシロキサン W；

( i i ) 架橋剤としての少なくとも 1 種 of オルガノシラン V；

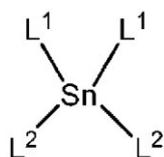
( i i i ) ポリオルガノシロキサンを架橋するための少なくとも 1 種 of 触媒 K；

ここで、

すべての前記オルガノシラン V が、好ましくは、同一の加水分解性アルコキシシラン基、好ましくはメトキシシラン基を有し；かつ

前記触媒 K が、2 個のメルカプチド配位子を有する式 ( V ) のスズ錯体であり：

## 【化 1】



(V)

10

20

式中、配位子  $L^1$  は、それぞれ独立して、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、特に  $C_6 \sim C_{16}$  アルキルメルカプチドであり、ここで、配位子  $L^1$  は、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有していてもよく、かつ配位子  $L^2$  は、それぞれ独立して、アルキル配位子、特に  $C_6 \sim C_{14}$  アルキル配位子である；かつ

前記成分 B が、前記成分 B を基準にして、5 重量% 未満のカーボンブラックを含むことを特徴とする、

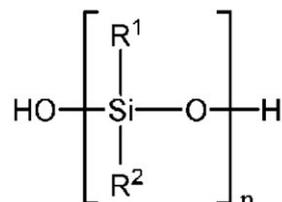
30

2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 2】

前記ヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P が、下記式 ( I ) のポリオルガノシロキサン P' であることを特徴とする、請求項 1 に記載の 2 成分系シリコーン組成物：

## 【化 2】



(I)

40

式中、

基  $R^1$  及び  $R^2$  は、それぞれ独立して、1 ~ 12 個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状の一価のヒドロカルビル基であって、1 個又は複数のヘテロ原子を含んでいてもよく、かつ 1 個又は複数の C - C 多重結合を含んでいてもよく、かつ / 又は脂環式及び / 又は芳香族成分を含んでいてもよい、一価のヒドロカルビル基であり；かつ

$n$  は、ポリスチレンを標準とした前記ポリオルガノシロキサン P' の重量平均分子量  $M_w$  が、500 ~ 250,000 g/mol となるように選択される。

50

## 【請求項 3】

請求項 2 に記載の 2 成分系シリコーン組成物であって：

前記ヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P' が、前記式 (I) のポリジオルガノシロキサン P 1 であり、ここで、n は、ポリスチレンを標準とした前記ポリジオルガノシロキサン P 1 の重量平均分子量  $M_w$  が、30,000 ~ 80,000 g/mol となるように選択されるか；あるいは

使用されるポリジオルガノシロキサン P' が、以下の混合物であるか：

(i') 少なくとも 1 種の前記式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 2、ここで、n は、ポリスチレンを標準とした前記ポリジオルガノシロキサン P 2 の重量平均分子量  $M_w$  が、80,000 g/mol 超 ~ 250,000 g/mol になるように選択される；及び

(ii') 少なくとも 1 種の前記式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 3、ここで、n は、ポリスチレンを標準とした前記ポリジオルガノシロキサン P 3 の重量平均分子量  $M_w$  が、500 ~ 30,000 g/mol となるように選択される；あるいは

使用されるポリジオルガノシロキサン P' が、以下の混合物である：

(i'') 少なくとも 1 種の前記式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 1、ここで、n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P 1 の重量平均分子量  $M_w$  が、30,000 ~ 80,000 g/mol、になるように選択される；及び

(ii'') 少なくとも 1 種の前記式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 3、ここで、n は、ポリスチレンを標準とした前記ポリジオルガノシロキサン P 3 の重量平均分子量  $M_w$  が、500 ~ 30,000 g/mol となるように選択される；

2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 4】

前記基 R<sup>1</sup> 及び R<sup>2</sup> が、1 ~ 5 個、特に 1 ~ 3 個の炭素原子を有するアルキル基、好ましくはメチル基であることを特徴とする、請求項 2 又は 3 に記載の 2 成分系シリコーン組成物。

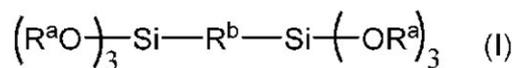
## 【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物であって、

前記オルガノシラン V が、

前記成分 B を基準にして、0 重量% ~ 50 重量% の少なくとも 1 種の下記式 (I) の第一のオルガノシラン V 1 を含み；

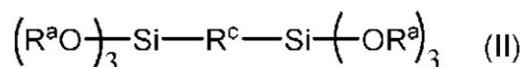
## 【化 3】



かつ

前記成分 B を基準にして、2 重量% ~ 60 重量% の少なくとも 1 種の下記式 (II) の第二のオルガノシラン V 2 を含み；

## 【化 4】



かつ

前記成分 B を基準にして、25 重量% までの、前記式 (I) 及び (II) には該当しない、加水分解性アルコキシシラン基 Si-OR<sup>a</sup> を有するさらなるオルガノシラン V 3 を含み；

ここで、

10

20

30

40

50

R<sup>a</sup> が、水素原子又はエチル基又はメチル基、特にメチル基であり；

R<sup>b</sup> が、二価の、2～20個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基又はアルケニル基であり、かつ

R<sup>c</sup> が、2～20個の炭素原子を有し、かつ少なくとも1種の第二級アミノ基を含む、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基であり；

ただし、前記組成物が、前記オルガノシランV2の量を基準にして、10mol%未満の、エポキシ基を有するオルガノシランを含む

ことを特徴とする、

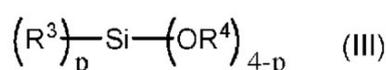
2成分系シリコーン組成物。

【請求項6】

10

請求項5に記載の2成分系シリコーン組成物であって、前記オルガノシランV3が、少なくとも1種の下記式(III)のシランを含むことを特徴とする、2成分系シリコーン組成物：

【化5】



式中、

基R<sup>3</sup>は、それぞれ独立して、1～12個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状の一価のヒドロカルビル基であって、1個又は複数のヘテロ原子を含んでいてもよく、かつ1個又は複数のC-C多重結合を含んでいてもよく、かつ/又は脂環式及び/又は芳香族成分を含んでいてもよい、一価のヒドロカルビル基であり；

20

基R<sup>4</sup>は、基R<sup>a</sup>であり；かつ

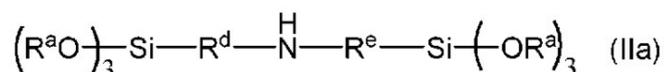
pは、0～4の値を有し、ただし、pが3又は4の値を有するとき、少なくとも(p-2)個の基R<sup>3</sup>がそれぞれ、前記ポリジオルガノシロキサンのヒドロキシル基と、反応性があり、特に縮合可能な少なくとも1個の基を有している。

【請求項7】

前記オルガノシランV2が、少なくとも1種の下記式(IIa)のオルガノシランを含むことを特徴とする、請求項5又は6に記載の2成分系シリコーン組成物：

【化6】

30



式中、

R<sup>d</sup>は、2～10個の炭素原子を有し、かつヒドロキシル基及びエーテル酸素を含んでいてもよい、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基であり、かつ

R<sup>e</sup>は、2～10個の炭素原子を有し、かつ第二級アミノ基を含んでいてもよい、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基である。

【請求項8】

請求項7に記載の2成分系シリコーン組成物であって、

40

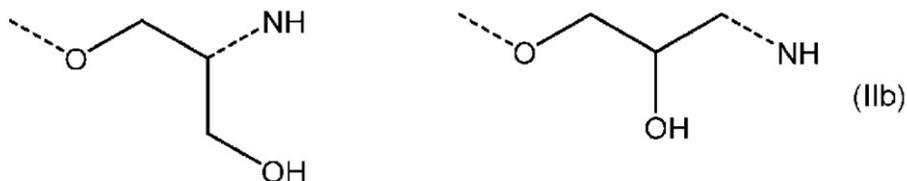
前記オルガノシランV2が、

- 前記式(IIa)の中の前記基R<sup>d</sup>及びR<sup>e</sup>がいずれも、2～10個の炭素原子を有する、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基である、オルガノシランV2a；あるいは

- 前記式(IIa)の中の前記基R<sup>e</sup>が、2～10個の炭素原子を有し、第二級アミノ基を含んでいてもよい、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基であり、かつ前記基R<sup>d</sup>が、2～10個の炭素原子を有する二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基を含み、かつ下記式(IIb)で示された二つの構造要素のうちの一つをさらに含む、オルガノシランV2b；

50

## 【化 7】



あるいは

- 前記オルガノシラン V 2 a 及び前記オルガノシラン V 2 b の混合物、ここで、上記のオルガノシラン V 2 a 及び V 2 b が、好ましくは、前記成分 B 中に、1 : 2 ~ 2 : 1 の重量比で存在する；

のいずれかであることを特徴とする、

2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 9】

前記オルガノシラン V 2 が、前記オルガノシラン V 2 a を含み、前記オルガノシラン V 2 a が、前記成分 B を基準にして、5 重量% ~ 20 重量% の量で存在し、かつ

前記オルガノシラン V 2 が、前記オルガノシラン V 2 b を含み、前記オルガノシラン V 2 b が、前記成分 B を基準にして、5 重量% ~ 20 重量% の量で存在し、かつ

少なくとも 1 種の前記オルガノシラン V 3 が、前記成分 B を基準にして、2 . 5 重量% ~ 20 重量% の量で存在し、かつ

前記触媒 K が、前記成分 B 中に、前記成分 B を基準にして、0 . 1 重量% ~ 1 . 5 重量% の量で存在する

ことを特徴とする、

請求項 8 に記載の 2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 10】

前記オルガノシラン V 2 b における前記基 R<sup>e</sup> が、炭素鎖中に第二級アミノ基を有する二価の C<sub>5</sub> アルキル基であり、かつ前記基 R<sup>d</sup> が、炭素鎖の中にエーテル酸素を有し、かつヒドロキシル基も有する、直鎖状の二価の C<sub>6</sub> アルキル基であることを特徴とする、請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 11】

前記式 (V) の前記触媒 K において、前記配位子 L<sup>1</sup> の両方がドデシルメルカプチドであり、かつ前記配位子 L<sup>2</sup> の両方がオクチルであることを特徴とする、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 12】

前記成分 A 対前記成分 B の重量比が、1 : 1、特に、5 : 1 ~ 20 : 1、好ましくは、7 : 1 ~ 16 : 1 であることを特徴とする、請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物。

## 【請求項 13】

請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物の使用であって、接着剤、シーラント、コーティングとして、又はキャストニングコンパウンドとしての使用。

## 【請求項 14】

前記 2 成分系シリコーン組成物が、ウィンドウ構造物又はファサード構造物で使用されることを特徴とする、請求項 13 に記載の使用。

## 【請求項 15】

前記成分 A を前記成分 B と混合することによって、請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の 2 成分系シリコーン組成物から得られることを特徴とする、硬化したシリコーン組成物。

## 【発明の詳細な説明】



この欠点に対する対策の選択肢としては、たとえば、実際に触媒含量を低下させるか、又は触媒をもっと希釈するかのいずれかにあり、触媒含有成分の中の触媒濃度を下げることが挙げられる。しかしながら、触媒含量を低下させると、必然的に、硬化時間、すなわち、ポットライフも長くなり、このことは、通常、望ましくない。その一方で、触媒の希釈度を上げるということは、追加の希釈剤を使用する必要がある、或いは非反応性成分を、ポリジオルガノシロキサン含有成分から触媒含有成分へ移す必要があるということの意味を意味して、このことには、加工性の低下、及び/又は硬化させた組成物の機械的性質の低下が伴う可能性があり、さらには、その組成物の配置的選択肢 ( c o n f i g u r a t i o n a l o p t i o n s ) が限定される。

【発明の概要】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

したがって、長いポットライフ及びそれと同時に長いミキサーオープンタイムを有する、すなわち上で述べたような望ましくない混合現象を受けにくい、ポットライフの終了後には極めて迅速に硬化して、その組成物を適用して製造している構成部品が、可能な限り早く次工程を送る ( m o v e o n w a r d ) ことができるような、2成分系シリコーン組成物が必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0008】

したがって、本発明の目的は、従来技術の欠点を克服し、混合比とは関係なく、長いミキサーオープンタイム及び長いポットライフを有し、そしてポットライフの終了後には極めて迅速に硬化する、2成分系シリコーン組成物を提供することである。それに加えて、その組成物は、低い架橋剤濃度で配合することが処方であって、それにより脱離するアルコールからのVOC汚染レベルが低く、並外れた貯蔵安定性が高く、そして硬化後には良好な機械的性質を有しているべきである。

20

【0009】

驚くべきことには、請求項1で特許請求されている2成分系シリコーン組成物によって、この目的が達成されることが見出された。

【0010】

2個のチオレ-ト配位子を有する特定の触媒(これは、決して当業者に自明ではない)を、好ましくは架橋剤としての特定のオルガノシランを組み合わせて使用することによって、長いポットライフ、及び、なかんずく長いミキサーオープンタイムを有し、そしてそれら2成分を、広い定義域の混合比で使用することが可能な、2成分系シリコーン組成物を得ることが可能である。本発明による2成分系シリコーン組成物は、堅牢な ( r o b u s t ) 混合プロファイルを有している、すなわち、それらは、広く選択することが可能な、ポリマー成分対硬化成分の混合比で使用することができる。それに加えて、本発明による2成分系シリコーン組成物は、特に触媒を含む硬化性成分の点で、並外れて良好な貯蔵安定性を有している。このことは、並外れて低い相分離傾向を示し、したがって、長い貯蔵期間の後であってさえも、何の制約もなしで使用することができる。本発明による2成分系シリコーン組成物は、たとえば、25分のポットライフを達成し、それと同時にたとえば、7~8分のミキサーオープンタイムが可能となるように、調製することができる。それと同時に、本発明による2成分系シリコーン組成物は、満足のいく速度で硬化し、好ましい実施態様においては、その混合物が、30分までのポットライフを有しながらも、適用終了4時間後には80%硬化する。本発明による2成分系シリコーン組成物はさらに、各種の基材に対して、極めて良好な接着性を示す。

30

40

【0011】

本発明のさらなる態様が、さらなる独立請求項の主題である。本発明の特に好ましい実施態様が、従属請求項の主題である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

50

本発明は、以下のものからなる 2 成分系シリコーン組成物であって：

以下を含む成分 A：

- ( i ) 少なくとも 1 種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P；
- ( i i ) 好ましくは少なくとも 1 種の充填剤；
- ( i i i ) 成分 A を基準にして、0.05 重量% ~ 5.0 重量% のエマルション水

；及び

以下を含む成分 B：

- ( i ) 可塑剤としての少なくとも 1 種 of 非縮合性ポリオルガノシロキサン W；
- ( i i ) 架橋剤としての少なくとも 1 種 of オルガノシラン V；
- ( i i i ) ポリオルガノシロキサンを架橋するための少なくとも 1 種 of 触媒 K；

10

ここで、

すべてのオルガノシラン V が、好ましくは、同一の加水分解性アルコキシシラン基、好ましくはメトキシシラン基を有し；かつ

触媒 K が、2 個のメルカプチド配位子を有する式 ( V ) のスズ錯体であり：

【化 1】



20

式中、配位子  $L^1$  は、それぞれ独立して、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、特に  $C_6 \sim C_{16}$  アルキルメルカプチドであり、ここで、配位子  $L^1$  は、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有していてもよく、かつ配位子  $L^2$  は、それぞれ独立して、アルキル配位子、特に  $C_6 \sim C_{14}$  アルキル配位子である；かつ

成分 B が、成分 B を基準にして、5 重量% 未満のカーボンブラックを含むことを特徴とする、

2 成分系シリコーン組成物を提供する。

【0013】

30

本明細書においては、「シラン基」という用語は、有機基又はポリオルガノシロキサン基に結合され、そのケイ素原子の上に 1 ~ 3 個、特に 2 個又は 3 個の、加水分解可能な置換基を有するシリル基を指している。特に好ましい一般的な加水分解性置換基は、アルコキシ基である。それらのシラン基は、「アルコキシシラン基」とも呼ばれている。シラン基が、部分的又は全面的に加水分解された形であってもよい。

【0014】

「アミノシラン」及び「グリシドキシシラン」は、その有機基の上に、シラン基に加えて、それぞれ 1 個又は複数のアミノ基又はグリシドキシ基を有するオルガノアルコキシシランを指している。

【0015】

40

「第一級アミノ基」及び「第一級アミン窒素」は、それぞれ、有機基に結合された  $NH_2$  基及びその窒素原子を指しており、そして「第二級アミノ基」及び「第二級アミン窒素」は、それぞれ、2 個の有機基に結合された  $NH$  基及びその窒素原子（それらがさらに合体して環の一部となってもよい）を指しており、そして、「第三級アミノ基」及び「第三級アミン窒素」は、それぞれ、3 個の有機基に結合された  $N$  基及びその窒素原子（そのうちの 2 個又は 3 個が一緒になって 1 個又は複数の環の一部になることもある）を指している。

【0016】

「有機ポリマー」という用語には、重合反応（重合、重付加、重縮合）により形成され、そのポリマー骨格の内の大半が炭素原子である、化学的には均一であるが、それらの重

50

合度、モル質量、及び鎖長の点で異なる、一団のマクロモレキュール、並びにそのような一団のマクロモレキュールの反応生成物が包含される。ポリオルガノシロキサン主鎖を有するポリマー（一般的には、「シリコン」と呼ばれる）は、本明細書の文脈においては、有機ポリマーではない。

【0017】

本明細書においては、「分子量」という用語は、分子、又は分子の一部（「ラジカル」と呼ぶこともある）のモル質量（単位；グラム/モル）を意味していると理解されたい。「平均分子量」という用語は、分子又は基のオリゴマー性又はポリマー性の混合物の数平均  $M_n$  を表しているが、これは、典型的には、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）により、標準としてのポリスチレンを用いて測定される。

10

【0018】

物質又は組成物を、室温で、適切な容器の中で、長期間、典型的には少なくとも6ヶ月から9ヶ月以上まで貯蔵したときに、その貯蔵の結果として、その適用性能又は使用性能、特に粘度及び架橋速度に、その使用に関わるほどの変化が起きない場合には、それが「貯蔵安定性が高い（storage-stable）」又は「貯蔵可能である（storable）」と記述される。

【0019】

本明細書においては、たとえばポリオールのように、「ポリ」で始まる名称の物質は、1分子あたり2個以上の、その名の由来の官能基を形式的に含む物質を指している。

【0020】

本明細書においては、「ポリマー」という用語には、第一には、化学的には均質であるが、それらの重合度、モル質量、及び鎖長が異なるマクロモレキュールの集合体が包含されるが、前記集合体は、重合反応（重合、重付加、重縮合）によって調製されたものである。その用語には、第二には、重合反応からのマクロモレキュールのそのような集合体の誘導体、すなわち、規定されたマクロモレキュールの中の官能基の反応、たとえば付加又は置換反応によって得られ、化学的に均質であるか、又は不均質であってもよい化合物も包含される。その用語にはさらに、いわゆるプレポリマー、すなわちその官能基が、マクロモレキュールの形成に与る、反応性のオリゴマー性の初期アダクトもまた包含される。

20

【0021】

「ポットライフ」又はその別名である「オープンタイム」は、反応性組成物を適用した後での、その加工性のウィンドウを意味していると理解されたい。ポットライフの終了（end of the pot life）には、ほとんどの場合、その組成物をさらに有用に加工することが不可能となるような、組成物の粘度の上昇が伴っている。

30

【0022】

「ミキサーオープンタイム（mixer open time）」という用語は、オープンタイム、すなわち、スタティックミキサーの内部での反応性組成物の加工時間を意味していると理解されたい。この時間の内では、その物質は、その加工特性における顕著な変化はなく、そしてその操作を続けるために、反応生成物をパージしたり、押し出したりすることを必要とせず、そのミキサーの中に留めておくことができる。

【0023】

本明細書における式での点線は、それぞれの場合において、置換基と関連する分子基との間の結合を表している。

40

【0024】

「室温」は、約23の温度を指している。

【0025】

特に断らない限り、本明細書で記述されるすべての工業標準規格又は規格は、その工業標準規格又は規格の、本特許出願がなされた時点で有効である版に関連している。

【0026】

「質量（mass）」と「重量（weight）」とは、本明細書においては、同義語として使用されている。したがって、「重量パーセント」（重量%）は、特に断らない限

50

り、全組成物、又はその文脈に依存して、その分子全体の質量（重量）に関連して記述された、パーセント質量分率である。

【 0 0 2 7 】

成分 A

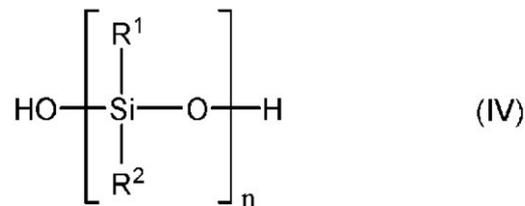
2成分系シリコン組成物の第一の成分 A には、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P、及び成分 A を基準にして、0.05重量% ~ 5.0重量%の間のエマルション水、及びさらには、好ましくは少なくとも1種の充填剤が含まれる。

【 0 0 2 8 】

ポリジオルガノシロキサン P

2成分系シリコン組成物の成分 A には、ヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P が含まれ、それは、特には式 (IV) のポリジオルガノシロキサン P' である。 10

【化 2】



【 0 0 2 9 】

この場合の、基 R<sup>1</sup> 及び R<sup>2</sup> は、それぞれ独立して、1 ~ 12 個の炭素原子を有し、場合によっては1個又は複数のヘテロ原子、かつ場合によっては、1個又は複数の C - C 多重結合、かつ/又は場合によっては脂環族及び/又は芳香族成分を含む、直鎖状又は分岐状の、一価のヒドロカルビル基である。 20

【 0 0 3 0 】

具体的には、その基 R<sup>1</sup> 及び R<sup>2</sup> は、1 ~ 5 個、特には1 ~ 3 個の炭素原子を有するアルキル基、好ましくはメチル基である。

【 0 0 3 1 】

指数 n は、そのポリジオルガノシロキサン P の、ポリスチレンを標準とした重量平均分子量 M<sub>w</sub> が、500 ~ 250,000 g/mol となるように選択する。 30

【 0 0 3 2 】

より具体的には、そのヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P' が、

式 (I) のポリジオルガノシロキサン P<sub>1</sub> (ここで、n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P<sub>1</sub> の重量平均分子量 M<sub>w</sub> が、30,000 ~ 80,000 g/mol、特には35,000 ~ 60,000 g/mol となるように選択される) であるか、又は、

使用されるポリジオルガノシロキサン P' が、以下のものの混合物であるか、

(i') 少なくとも1種の式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P<sub>2</sub> (ここで、n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P<sub>2</sub> の重量平均分子量 M<sub>w</sub> が、80,000 超 ~ 250,000 g/mol、特には90,000 ~ 150,000 g/mol になるように選択される) ; 及び 40

(ii') 少なくとも1種の式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P<sub>3</sub> (ここで、n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P<sub>3</sub> の重量平均分子量 M<sub>w</sub> が、500 ~ 30,000 g/mol、特には500 ~ 25,000 g/mol、好ましくは1000 ~ 20,000 g/mol になるように選択される) ;

又は、

使用されるポリジオルガノシロキサン P' が、以下のものの混合物である :

(i'') 少なくとも1種の式 (I) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P<sub>1</sub> (ここで、n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P<sub>1</sub> の重量平均分子量 M<sub>w</sub> が、30,000 ~ 80,000 g/mol、特には35,000 ~ 60,000 g/mol、 50

000 g/molになるように選択される) ; 及び

( i i " ) 少なくとも1種の式 ( I ) のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 3 ( ここで、 n は、ポリスチレンを標準としたポリジオルガノシロキサン P 3 の重量平均分子量  $M_w$  が、500 ~ 30,000 g/mol、特に500 ~ 25,000 g/mol、好ましくは1000 ~ 20,000 g/molになるように選択される)。

【0033】

ヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン、特に式 ( I ) で表されるものは、公知であり、市場で入手可能である。このタイプのポリジオルガノシロキサンは、公知の方法でも調製される。たとえば、それらの調製方法は、米国特許第4,962,152号明細書に記載されている(この特許の開示を、参照することにより本明細書に取り入れたものとする)。

10

【0034】

上述のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P は、好ましくは23 で、1 ~ 500,000 mPa·sの間、特に10 ~ 250,000 mPa·sの間の粘度を有している。

【0035】

さらに好ましくは、そのポリジオルガノシロキサン P 1 が、23 で、5000 ~ 100,000 mPa·sの間、特に7500 ~ 50,000 mPa·sの間の粘度を有している。

【0036】

そのポリジオルガノシロキサン P ' が、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 2 と少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 3 との混合物である場合には、そのポリジオルガノシロキサン P 2 が、好ましくは、23 で、100,000 ~ 500,000 mPa·sの間、特に150,000 ~ 250,000 mPa·sの間の粘度を有し、そしてそのポリジオルガノシロキサン P 3 が、好ましくは、23 で、1 ~ 5000 mPa·sの間、特に10 ~ 2500 mPa·sの間、好ましくは20 ~ 1000 mPa·sの間の粘度を有している。

20

【0037】

上で記載した粘度は、DIN 53018に従って測定したものである。

【0038】

複数の異なったポリジオルガノシロキサン P 2 及び / 又は P 3 を、混合物の形態で使用するのが有利となり得る。

30

【0039】

そのポリジオルガノシロキサン P ' が、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 1 と少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P 3 との混合物である場合には、そのポリジオルガノシロキサン P 1 が、好ましくは、23 で、100,000 ~ 500,000 mPa·sの間、特に7,500 ~ 50,000 mPa·sの間の粘度を有し、そしてそのポリジオルガノシロキサン P 3 が、好ましくは、23 で、1 ~ 5000 mPa·sの間、特に10 ~ 2500 mPa·sの間、好ましくは20 ~ 1000 mPa·sの間の粘度を有している。

40

【0040】

上で記載した粘度は、DIN 53018に従って測定したものである。

【0041】

複数の異なったポリジオルガノシロキサン P 1 及び / 又は P 3 を、混合物の形態で使用するのが有利となり得る。

【0042】

その使用されるポリジオルガノシロキサン P ' が、少なくとも1種のポリジオルガノシロキサン P 2 と少なくとも1種のポリジオルガノシロキサン P 3 との混合物である場合には、ポリジオルガノシロキサン P 2 の重量比が、一般的には、ポリジオルガノシロキサン P 3 の重量比よりも大きい。しかしながら、それぞれの比率は、それぞれのポリジオルガ

50

ノシロキサンの分子量に依存するという事は、考慮に入れておくべきである。

【0043】

その使用されるポリオルガノシロキサン P' が、少なくとも1種のポリオルガノシロキサン P1 と少なくとも1種のポリオルガノシロキサン P3 との混合物である場合には、ポリオルガノシロキサン P1 の重量比が、一般的には、ポリオルガノシロキサン P3 の重量比よりも大きい。しかしながら、それぞれの比率は、それぞれのポリオルガノシロキサンの分子量に依存するという事は、考慮に入れておくべきである。

【0044】

成分 A は、ヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P 又はヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P' を、成分 A を基準にして、30重量% ~ 70重量%の間、好ましくは30重量% ~ 50重量%の間の量で含んでいるのが好ましい。

10

【0045】

そのポリオルガノシロキサン P' が、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P2 と少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P3 との混合物である場合には、成分 A が、成分 A を基準にして、20重量% ~ 60重量%の間、好ましくは30重量% ~ 50重量%の間の量のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P2、及び、成分 A を基準にして、1重量% ~ 15重量%の間、好ましくは2重量% ~ 10重量%の間の量のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P3 を含んでいるのが好ましい。

【0046】

そのポリオルガノシロキサン P' が、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P1 と少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P3 との混合物である場合には、成分 A が、成分 A を基準にして、20重量% ~ 60重量%の間、好ましくは30重量% ~ 50重量%の間の量のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P1、及び、成分 A を基準にして、0.5重量% ~ 15重量%の間、好ましくは0.75重量% ~ 10重量%の間の量のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサン P3 を含んでいるのが好ましい。

20

【0047】

記述されているポリオルガノシロキサン P は、各種の実施態様において、側鎖の上に Si-OH 基を担持する分枝（いわゆる、T ユニット）をある程度の割合でさらに含んでもよい。しかしながら、そのポリオルガノシロキサンが、主として直鎖状であって、Si-OH-反応性側鎖なしで形成されているのが好ましい。しかしながら、記述されているポリオルガノシロキサン P2 の場合、特に硬化された組成物の機械的性質に関しては、そのポリオルガノシロキサン P2 のポリオルガノシロキサンユニットの一部分が、ポリオルガノシロキサン P2 のシロキサンユニットの、好ましくは0 ~ 10%、特に0.01% ~ 5%、最も好ましくは0.02% ~ 1%のT ユニットから成っているのが有利であることもあり得る。残りのシロキサンユニットは、すべての場合において、D ユニット、すなわち、Si-OH 基を含まない、厳密に直鎖状のシロキサンユニットである。

30

【0048】

水

その2成分系シリコーン組成物の成分 A にはさらに、成分 A を基準にして、0.05重量% ~ 5.0重量%の間のエマルジョン水が含まれる。成分 A 中の水は、その混合された2成分組成物の迅速且つ均一な硬化をもたらす、本発明における迅速且つ均一な硬化を可能とするには、不可欠である。水は、成分 A を基準にして、好ましくは0.1重量% ~ 2.5重量%の間、特に0.1重量% ~ 1.5重量%の間の量で存在させる。

40

【0049】

その水は、この場合、遊離の形態又は（たとえば、充填剤上への）吸着水として存在させるのではなく、（たとえばシリコーン油中の）エマルジョンとして混合される。このことにより、その混合組成物の、低濃度勾配でのより均一な混ぜ込み、及び適用後での、よ

50

り均一な硬化が可能となる。たとえば40重量%～60重量%の水を含む水/油エマルションが有利であることが見いだされた。

【0050】

その2成分系シリコーン組成物の成分Aにはさらに、追加の添加剤たとえば、充填剤、可塑剤、顔料、及び配合添加物たとえば、分散添加剤又はチクソトロップ剤が含まれていてもよい。そのような添加剤は、シリコーン配合物の当業者には公知である。それらの添加剤は、成分A及び/又は混合された2成分系シリコーン組成物の、加工性及び混和性を改良することができる。しかしながら、それらは、本発明の効果にとって必須という訳ではない。

【0051】

成分B

2成分系シリコーン組成物の第二の成分Bには、以下のものが含まれる：

- (i) 可塑剤Wとしての少なくとも1種の非縮合性ポリジオルガノシロキサン；
- (ii) 架橋剤としての少なくとも1種のオルガノシランV；
- (iii) ポリジオルガノシロキサンを架橋させるための少なくとも1種の触媒K；

ここで、

すべてのオルガノシランVが、好ましくは、同一の加水分解性アルコキシシラン基、好ましくはメトキシシラン基を有し；かつ

触媒Kが、2個のメルカプチド配位子を有する、下記式(V)のスズ錯体であり：

【化3】



式中、配位子 $L^1$ は、それぞれ独立して、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、特に $C_6 \sim C_{16}$ アルキルメルカプチドであり、ここで、配位子 $L^1$ は、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有していてもよく、かつ配位子 $L^2$ は、それぞれ独立して、アルキル配位子、特に $C_6 \sim C_{14}$ アルキル配位子である；

かつ成分Bには、成分Bを基準にして、5重量%未満のカーボンブラックを含むことを特徴としている。

【0052】

可塑剤W

成分B、及び好ましくはさらに成分Aには、少なくとも1種の非縮合性ポリジオルガノシロキサンが、可塑剤Wとして含まれる。このものは、典型的には、その末端基が、アルキル基又はビニル基を用いてキャップされたポリジオルガノシロキサンであって、そのため、そのポリジオルガノシロキサンは、いかなる縮合反応又は架橋反応にも与ることはできない。

【0053】

特に好適な可塑剤Wは、トリアルキルシリル末端ポリジアルキルシロキサン、特に、本明細書で先に既に説明したトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサンである。しかしながら、その中で、メチル基のいくぶんかが、他の有機基たとえば、フェニル、ビニル又はトリフルオロプロピルで置換されたようなトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサンを使用することもまた可能である。直鎖状のトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサンを使用するのが特に好ましくはあるものの、分岐状である化合物を使用することもまた可能ではある。そのような分岐状の化合物は、それらを調製する際に、その出発物質の中で、少量の三官能又は四官能のシランを使用すれば得られる。ポリシロキサン可塑剤に代えて、他の有機化合物たとえば、特定の炭化水素、ヒドロキシシリフリーのポリエーテ

10

20

30

40

50

ル、又はそれらの混合物を可塑剤Wとして使用することもまた可能である。このタイプの炭化水素は、芳香族又は脂肪族であってよい。選択の際に特に注意すべきは、前記炭化水素が、低い揮発度、及びシリコーン組成物の他の成分との十分な相容性を有していることの確認である。

【0054】

可塑剤Wとして好ましいのは、1～200，000 mPa・sの間の粘度を有するポリジメチルシロキサンである。特に好ましいのは、10～150，000 mPa・sの間の粘度である。

【0055】

成分Aの中で、可塑剤Wとして、1～10，000 mPa・sの間、好ましくは10～1000 mPa・sの間の粘度を有する、トリアルキルシリル末端ポリジメチルシロキサンを使用するのが、特に有利であり、且つ好ましい。そのことにより、成分Aに特に有利な粘度が設定可能となり、それにより混合が容易となる。

10

【0056】

それに加えて、成分Bの中で、可塑剤Wとして、10，000～200，000 mPa・sの間、好ましくは20，000～150，000 mPa・sの間の粘度を有するトリアルキルシリル末端ポリジメチルシロキサンを使用するのが、特に有利であり、且つ好ましい。そのことにより、成分Bの中で、特に良好な貯蔵安定性及び特に低い相分離傾向が達成可能となる。

【0057】

そのような可塑剤Wは、シリコーン配合物の当業者には極めて周知であり、それらは、たとえば、Wacker Chemie (Germany) から、Wacker (登録商標) AK商品名シリーズとして、販売されており、以下においてさらに詳しく説明する。それらの非反応性のポリオルガノシロキサンは、シリコーン油とも呼ばれている。それらは、各種の鎖長、従って粘度で得ることが可能であり、それらの主たる目的は、固体の構成成分たとえば、他の成分に混ぜ込んで均質化することが容易であり、そしてその組成物の機械的性質及び流動性を改良する充填剤を作成することにある。

20

【0058】

成分Bが30重量%～50重量%の間の可塑剤Wを含んでいるのが好ましい。

【0059】

成分Aが1重量%～15重量%の間の可塑剤Wを含んでいるのが好ましい。成分Aでは、より少ない可塑剤Wが必要か、又は全く無くてもよいが、その理由は、成分Aには既に、液状のヒドロキシル末端ポリオルガノシロキサンが含まれているからである。

30

【0060】

たとえば、粘度が異なるか又は末端基が異なる、各種のこのタイプの可塑剤Wを組み合わせるのが有利となりうる。

【0061】

成分Bが、ビニルシラン末端基又はメチルシラン末端基を有する、少なくとも1種の可塑剤Wを含んでいるのが好ましい。

【0062】

触媒K

2成分系シリコーン組成物の成分Bにはさらに、ポリオルガノシロキサンを架橋させるための少なくとも1種の触媒Kが含まれる。

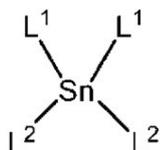
40

【0063】

触媒Kは、2個のメルカプチド配位子を有する、式(V)：

50

## 【化 4】



(V)

(式中、配位子  $L^1$  は、それぞれ独立して、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、特に  $C_6 \sim C_{16}$  アルキルメルカプチド、好ましくは  $C_8 \sim C_{14}$  アルキルメルカプチド、最も好ましくは  $C_{10} \sim C_{12}$  アルキルメルカプチドであるが、ここで、配位子  $L^1$  が、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有していてもよく、かつ配位子  $L^2$  は、それぞれ独立して、 $C_3 \sim C_{18}$  アルキル配位子、特に  $C_6 \sim C_{14}$  アルキル配位子、好ましくは  $C_6 \sim C_{12}$  アルキル配位子である) のスズ錯体である。

10

## 【0064】

したがって、触媒 K は、2 個の  $C_3 \sim C_{18}$  アルキル配位子  $L^2$ 、特に 2 個の  $C_6 \sim C_{14}$  アルキル配位子  $L^2$  を有する Sn (IV) 錯体である。

## 【0065】

極めて短いアルキル配位子、たとえばメチル配位子は、貧弱な成分 B の貯蔵安定性をもたらすことが見いだされたので、配位子  $L^2$  としては不適切である。

20

## 【0066】

配位子  $L^2$  は、好ましくは  $C_6 \sim C_{14}$  アルキル配位子、特にフェニル、ヘキシル、オクチル、又はドデシル配位子、最も好ましくはオクチル配位子である。それらは、特に貯蔵安定性が高く、本発明において、組成物の中で特に良好な活性を有する錯体を形成する。

## 【0067】

それに加えて、触媒 K は、2 個の、硫黄原子を介して配位されたメルカプチド配位子  $L^1$ 、特に  $C_6 \sim C_{16}$  アルキルメルカプチドを有し、ここで配位子  $L^1$  は、場合によっては、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有している。「メルカプチド」という用語は、「チオレ - ト」という用語と同義語として使用され、脱プロトン化された  $RS^-$  配位子 (ここで、R は、有機基である) と記述される。

30

## 【0068】

それら 2 個の配位子  $L^1$  が、2 個のチオレ - ト基を有する単一の二座配位子を構成することができないことが見いだされたが、その理由は、そのキレート化効果が、本発明による効果を低減させる可能性があるからである。したがって、配位子  $L^1$  は、2 個の個別の配位されたアルキルメルカプチド配位子でなければならない。これらの配位子が、スズに配位されることが可能な他のヘテロ原子、たとえば、アミノ基又はカルボキシレート基をまったく含まないのが好ましい。配位子  $L^1$  が、メチルジアルコキシシラン基は別として、ヘテロ原子を有する官能基を一切含まないのが好ましい。

## 【0069】

その一方で、メチルジアルコキシシラン基、特にメチルジメトキシシラン基は、有利となりうるが、その理由は、それらがポリマー骨格の中に組み込まれることが可能であり、それによって、硫黄配位子の移動度が制限されるからである。このことは、望ましくない移行効果及び / 又は各種の黄変が防止されるという利点も有している。しかしながら、そのメチルアルコキシシラン基が、存在している場合、架橋剤 V として、同一のアルコキシシラン基を有しているのが好ましい。

40

## 【0070】

さらには、トリアルコキシシラン基を有する配位子  $L^1$  が、不適切であることが見いだされたが、その理由は、それらが、触媒の効果及び組成物の貯蔵安定性を低下させるからである。

50

## 【0071】

配位子 $L^1$ は、好ましくは、硫黄原子を介して配位された、ドデシルチオレート配位子、オクタデシルチオレート配位子、又は3-メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン配位子である。

## 【0072】

特に好ましいのは、ドデシルチオレート配位子である。それらは、特に有効な、特に貯蔵安定性が高い触媒Kを与える。ドデシルチオ配位子は、より短いアルキル鎖を有する配位子に比較して、ほとんど臭気を感じることはないが、それでも室温では液状であり、そのために、より長いアルキル鎖を有する配位子に比較して、扱いやすいというさらなる利点を有している。

## 【0073】

特に好ましいのは、さらに、硫黄原子を介して配位された、3-メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン配位子である。

## 【0074】

それらは、特に効果が高い触媒Kを与え、硬化された組成物における黄変傾向が特に低い。

## 【0075】

触媒Kの特に好ましい実施態様においては、その式(V)の中において、配位子 $L^1$ の両方がドデシルメルカプチドであり、そして配位子 $L^2$ の両方がオクチルである。

## 【0076】

触媒Kのさらなる特に好ましい実施態様においては、その式(V)の中において、配位子 $L^1$ の両方が3-メルカプトプロピルメチルジメトキシシランであり、そして配位子 $L^2$ の両方がオクチルである。

## 【0077】

触媒Kは、たとえば、ジアルキルスズジアセテートを適切なメルカプタン配位子と、約(2:1)のモル比(配位子:スズ錯体)で、空気を排除して、23で24時間攪拌することにより、容易に調製することができる。そのプロセスにおいて、配位子交換によって生成する副生物、たとえば酢酸は、たとえば、減圧下で蒸留することによって、有利に除去することができる。

## 【0078】

言うまでもないことであるが、各種の触媒の混合物を使用することも可能であり、いくつかの場合においては、好ましくもある。

## 【0079】

ポリオルガノシロキサンを架橋させるための触媒Kの比率は、2成分系シリコーン組成物の成分Bを基準にして、好ましくは0.05重量%~10重量%、特に0.1重量%~5重量%、好ましくは0.25重量%~4重量%である。

## 【0080】

触媒Kの量が、ポットライフ及びポットライフの範囲に影響するが、それらは、混合した2成分組成物で確認することができる。触媒含量が高いほど、その傾向が確認可能なポットライフが、より短くなり、そしてその後での硬化が、より早くなるであろう。しかしながら、それらの影響はさらに、架橋剤の選択の影響も強く受ける。これについては、以下において、さらに詳しく説明する。

## 【0081】

2成分系シリコーン組成物の成分Bにはさらに、シリコーン組成物のための、少なくとも1種の架橋剤、好ましくは2種以上の異なった架橋剤が含まれる。この場合、架橋剤とは、加水分解性アルコキシシラン基を有する有機ケイ素化合物を指している。本発明では、3種の異なったタイプの架橋剤V1、V2、及びV3を区別しているが、それらについては、以下でより詳しく説明する。

## 【0082】

組成物の中のすべての架橋剤が、同一のアルコキシシラン基を担持しているのが、本発

10

20

30

40

50

明の効果のためには、有利であり、且つ好ましい。たとえば、すべての架橋剤が、メトキシシラン基を有していてもよいし、或いはすべての架橋剤がエトキシシラン基を有していてもよい。異なったアルコキシシラン基の混合物は、通常は、有利ではなく、本発明の効果を、妨げたり、さらには妨害したりする可能性がある。

【0083】

しかしながら、メトキシ基を有する架橋剤とエトキシ基を有する架橋剤との混合物を使用することもまったく可能であり、たとえば、最もゆっくりと加水分解する架橋剤Vが、メトキシシラン基やその他のものではなく、エトキシシラン基を有している場合には、より早い架橋剤Vは、メトキシシラン基を有している。同様にして、複数の架橋剤Vの混合物を使用する場合、その混合物の極めて少ない部分を構成する架橋剤が、残りの架橋剤とは異なって、アルコキシシラン基を有することができるが、その場合それらは、アルコキシシラン基に関しては、同一のタイプであるべきである。そのような混合物においても、本発明の効果は低下しない。

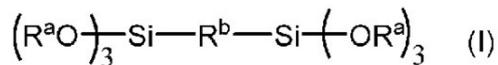
10

【0084】

架橋剤V1

本発明の組成物の成分Bには、成分Bを基準にして、0重量%～50重量%の間の、少なくとも1種の、式(I)の第一のオルガノシランV1が含まれる：

【化5】



20

(式中、

$R^a$  は、水素原子又は、一価の、1～6個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基であり、

$R^b$  は、二価の、2～20個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のアルキル基又はアルケニル基である)。

【0085】

$R^a$  が、水素原子又はメチル基若しくはエチル基であるのが好ましい。 $R^a$  が、水素原子又はメチル基であるのが最も好ましい。

30

【0086】

$R^a$  として、加水分解の後では水素原子に転換されるエチル基を含むシランV1は、特に有利であるが、その理由は、それらは、第一には、ポットライフを特に良好な制御性で調節することを可能としながらも、それにも関わらず、極めて迅速に硬化し、そしてそれに加えて、毒性のあるメタノールの放出を起こすことがないからである。

【0087】

$R^a$  として、加水分解の後では水素原子に転換されるメチル基を含むシランV1は、特に有利であるが、その理由は、それらは、ポットライフの終了後に、特に迅速に硬化しながらも、それにも関わらず、長いポットライフ及び長いミキサーオープンタイムを可能とするからである。

40

【0088】

$R^b$  が、2～12個の炭素原子を有する、好ましくは2～6個の炭素原子を有する直鎖状のアルキル基又はアルケニル基、最も好ましくはエチル基、プロピル基、エチレン基、又はプロペニル基であるのが好ましい。

【0089】

オルガノシランV1は、本発明の効果のために、絶対的に必要という訳ではないが、オルガノシランV2と組み合わせることで、配合物の中に存在させたときに、ポットライフの、より良好な調節機能を可能とするからである。オルガノシランV1を使用することによって、その組成物の最大限に可能なポットライフを長引かせることが可能となるが、これを使用しないと、ポットライフの終了後での硬化速度が、顕著に遅くなる。

50

## 【 0 0 9 0 】

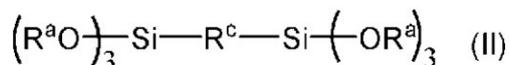
本発明の組成物の好ましい実施態様には、成分 B を基準にして、10 重量% ~ 30 重量% の間、好ましくは 12 重量% ~ 20 重量% の間のオルガノシラン V 1 が含まれる。

## 【 0 0 9 1 】

## 架橋剤 V 2

本発明の組成物の成分 B には、成分 B を基準にして、2 重量% ~ 60 重量% の間の、少なくとも 1 種の、式 ( I I ) の第二のオルガノシラン V 2 が含まれる：

## 【 化 6 】



10

( 式中、

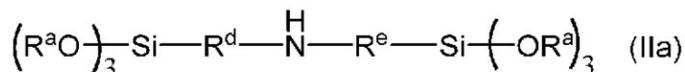
$R^a$  は、オルガノシラン V 1 で定義されたものであり、かつ

$R^c$  は、2 ~ 20 個の炭素原子を有し、そして少なくとも 1 種の第二級アミノ基並びに場合によっては、ヒドロキシル基及びエーテル酸素を含む、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基である)。

## 【 0 0 9 2 】

オルガノシラン V 2 が、式 ( I I a ) で記述される構造を有しているのが好ましい：

## 【 化 7 】



20

( 式中、

$R^d$  は、2 ~ 10 個の炭素原子を有し、そして場合によってはヒドロキシル基及びエーテル酸素を含む、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基であり、かつ

$R^e$  は、2 ~ 10 個の炭素原子を有し、場合によっては第二級アミノ基を含む、二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基である)。

## 【 0 0 9 3 】

本発明の組成物の好ましい実施態様には、成分 B を基準にして、5 重量% ~ 50 重量% の間、好ましくは 10 重量% ~ 45 重量% の間のオルガノシラン V 2 が含まれる。

## 【 0 0 9 4 】

一つの好ましい実施態様においては、そのオルガノシラン V 2 が、その中で、式 ( I I a ) 中の基  $R^d$  及び  $R^e$  が、両方とも、2 ~ 10 個の炭素原子を有する二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基である、オルガノシラン V 2 a である。

## 【 0 0 9 5 】

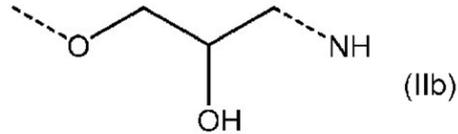
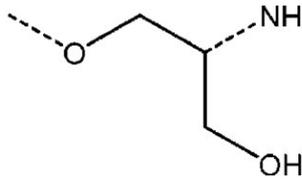
また別の特に好ましい実施態様においては、そのオルガノシラン V 2 が、その中で、式 ( I I a ) 中の基  $R^e$  が、場合によっては第二級アミノ基を含む 2 ~ 10 個の炭素原子を有する二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基又は、その炭素鎖の中に第二級アミノ基を有する  $C_5$  アルキル基であり、そして基  $R^d$  が、2 ~ 10 個の炭素原子を有する二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基を含み、さらには、式 ( I I b ) で示された二つの構造要素の内の一つを含む、オルガノシラン V 2 b である。この場合、式 ( I I b ) 中の NH 基は、式 ( I I a ) 中の NH 基であり、酸素原子のところの点線は、2 ~ 10 個の炭素原子を有する二価の直鎖状又は分岐状のアルキル基、特にプロピル基への結合を表している。

30

40

50

## 【化 8】



## 【0096】

オルガノシランV2aは、たとえばDynasyllan（登録商標）1122及びDynasyllan（登録商標）1124の商品名（Evonik）として市場で入手可能である。Dynasyllan（登録商標）1124は、ビス（トリメトキシシリルプロピル）アミンであり、そしてDynasyllan（登録商標）1122は、ビス（トリメトキシシリルプロピル）アミンである。

10

## 【0097】

オルガノシランV2bは、市場で入手可能であるオルガノシランから、たとえば、等モル量の3-アミノプロピルトリエトキシシランを3-グリシドキシプロピルトリエトキシシランと、水の非存在下で、エポキシ基が完全に反応するまで反応させることにより、容易に調製することができる。

## 【0098】

オルガノシランV2bの特に好ましい実施態様においては、式（IIa）の中の基R<sup>e</sup>が、その炭素鎖の中に第二級アミノ基を有する二価のC<sub>5</sub>アルキル基であり、そして基R<sup>d</sup>が、その炭素鎖の中にエーテル酸素を有し、さらにはヒドロキシル基も有する、直鎖状の二価のC<sub>6</sub>アルキル基である。このものが、アルコキシシラン基として、もっぱらメトキシシラン基を有しているのが好ましい。そのようなオルガノシランは、たとえば、等モル量のN-（2-アミノエチル）-3-アミノプロピルトリメトキシシラン（たとえば、Geniosil（登録商標）GF91、Wacker）を3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（たとえば、Geniosil（登録商標）GF80、Wacker）と、水の非存在下で、エポキシ基が完全に反応するまで反応させることにより、調製することができる。

20

30

## 【0099】

本発明による組成物の好ましい実施態様においては、オルガノシランV2が、先に述べたようなオルガノシランV2aを含み、オルガノシランV2aが、成分Bを基準にして、5重量%～20重量%の間の量で存在し、そしてそれに加えて、オルガノシランV2が、先に述べたようなオルガノシランV2bを含み、オルガノシランV2bが、成分Bを基準にして、5重量%～20重量%の間の量で存在し、そしてその組成物にはさらに、少なくとも1種のオルガノシランV3が、成分Bを基準にして、2.5重量%～20重量%の間の量で含まれ、そして触媒Kが、成分Bの中に、成分Bを基準にして、0.1重量%～1.5重量%の間の量で存在している。

## 【0100】

この実施態様により、特に好適な、十分に長いポットライフ及びミキサーオープンタイム、ポットライフ終了後の特に迅速な硬化性、並びに特に成分Bの場合の特に良好な貯蔵安定性が可能となる。

40

## 【0101】

本発明の組成物の好ましい実施態様においては、オルガノシランV2aとオルガノシランV2bとの混合物が、オルガノシランV2として使用される。これらの実施態様においては、触媒Kの含量は、成分Bを基準にして、好ましくは0.1重量%～2重量%の間、特には0.2重量%～1重量%の間である。このことにより、極めて精確に調節可能で、ユーザーフレンドリーであるが、平均よりは短いポットライフ、及び極めて迅速な硬化が可能となり、そしてこれは、特に、短いサイクル時間での機械による、自動化適用には好

50

適であり、そしてさらには、成分 A 及び成分 B の混合比を変化させることによる、自由に選択することが可能なポットライフには特に好適である。このことは、ポットライフを変化させても、硬化された組成物における最終的な性能が常に同じであることが望まれる、フレキシブルな適用又は複雑な適用には特に有利である。

【0102】

この実施態様においては、オルガノシランの V 2 a と V 2 b は、(1 : 2) ~ (2 : 1) の間の重量比での配合で使用するのが好ましい。

【0103】

本発明の組成物のこの実施態様の好ましい実施態様には、成分 B を基準にして、5 重量% ~ 25 重量%の間、好ましくは 7.5 重量% ~ 22.5 重量%の間のオルガノシラン V 2 a、及び成分 B を基準にして、0 重量% ~ 25 重量%の間、好ましくは 5 重量% ~ 22.5 重量%の間のオルガノシラン V 2 b が含まれる。

【0104】

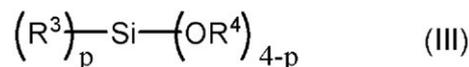
架橋剤 V 3

2 成分系シリコーン組成物の成分 B にはさらに、好ましくは、成分 B を基準にして 0 重量% ~ 25 重量%の間の、式 (I) 及び (II) ではカバーされない、加水分解性アルコキシシラン基 Si - OR<sup>a</sup> を有するさらなるオルガノシラン V 3 が含まれる。これらも、架橋剤として同様に役立つが、任意成分である。

【0105】

その追加のオルガノシラン V 3 は、特に、式 (III) のシランである。

【化 9】



【0106】

この場合の、基 R<sup>3</sup> は、それぞれ独立して、1 ~ 12 個の炭素原子を有し、場合によっては 1 個又は複数のヘテロ原子、そして場合によっては、1 個又は複数の C - C 多重結合、及び / 又は場合によっては脂環族及び / 又は芳香族成分を含む、直鎖状又は分岐状の、一価のヒドロカルビル基である。

【0107】

基 R<sup>4</sup> は、本明細書において先にさらに説明した基 R<sup>a</sup> である。

【0108】

その指数 p は、0 ~ 4 の値を有するが、ただし、p が 3 又は 4 の値を有する場合には、少なくとも (p - 2) 個の基 R<sup>3</sup> がそれぞれ、ポリオルガノシロキサン P のヒドロキシル基と反応性があり、特に縮合可能な少なくとも 1 個の基、すなわちたとえば、ヒドロキシル基を有している。特に、p が 0、1 又は 2 の値、好ましくは 0 の値を有している。

【0109】

ポリオルガノシロキサンのための架橋剤としての式 (III) のシランを選択するための、2 成分系シリコーン組成物に対する各種の要求は、シビアである可能性がある。そのシランの反応性が重要な役割を果たすことだけでなく、毒性的な理由もまた、架橋剤の選択においてはシビアであり得る。

【0110】

好適な式 (III) のシランの例としては、以下のもの挙げられる：メチルトリメトキシシラン、クロロメチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、フェニルトリプロポキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラ - n - プロポキシシラン、又はテトラ - n - ブトキシシラン。

## 【0111】

より好ましくは、式(III)のシランが、メチルトリメトキシシラン、ジメチルトリメトキシシラン、若しくはテトラメトキシシラン、又はそれらの混合物であり、極めて特に好ましくは、メチルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラ、又はそれらの混合物である。

## 【0112】

ビニルトリメトキシシラン又はビニルトリエトキシシランが架橋剤としては不適切であることが見いだされていたが、その理由は、ビニル基が、貯蔵安定性に対して、極めて強い悪影響を及ぼすからである。

## 【0113】

メチルトリメトキシシラン及びオクチルトリメトキシシランの混合物を架橋剤V3として使用することによって、本発明によるシリコーン組成物のポットライフ及びミキサーオープンタイムの調節が可能となり、オクチルトリメトキシシランの使用量が多いほど、ポットライフ及びミキサーオープンタイムが長くなる。

## 【0114】

それに加えて、成分Bの中に存在するシランは、さらに、部分的(全部のR<sup>4</sup>の幾分がHである)又は全面的(全部のR<sup>4</sup>がHである)に、既に加水分解された形で存在しているもよい。部分的又は全面的に加水分解されたシランが、特に高い反応性を有しているということは、それらを架橋剤として使用することが有利となりうるということを意味している。ここで、当業者は、部分的又は全面的に加水分解されたシランを使用すると、加水分解されたシランの縮合によって形成された、オリゴマー性のシロキサン、特にダイマー及びノ又はトリマーの形成がもたらされるということに気付いている。したがって、2成分系シリコーン組成物のために使用される架橋剤は、オリゴマー性のシロキサンであってもよい。

## 【0115】

適切なオリゴマー性のシロキサンの例としては、以下のものが挙げられる：ヘキサメトキシジシロキサン、ヘキサエトキシジシロキサン、ヘキサ-n-プロポキシジシロキサン、ヘキサ-n-ブトキシジシロキサン、オクタメトキシトリシロキサン、オクタエトキシトリシロキサン、オクタ-n-ブトキシトリシロキサン、デカメトキシテトラシロキサン、及びデカエトキシテトラシロキサン。

## 【0116】

2成分系シリコーン組成物のために使用される架橋剤、言うまでもなく、上述のシランの各種所望の混合物であってよい。

## 【0117】

オルガノシランV3の比率は、2成分系シリコーン組成物の成分Bを基準にして、好ましくは0.1重量%~25重量%、特に0.5重量%~20重量%、好ましくは1重量%~15重量%である。

## 【0118】

その2成分系シリコーン組成物には、場合によっては、成分A及びBの一方又は両方の中に、さらなる成分を含んでいてもよい。

## 【0119】

そのような追加の成分は、以下のものである：特に、成分Bの中での必須成分である、先に記載された可塑剤W、無機及びノ又は有機の充填剤、硬化促進剤、顔料、接着促進剤、加工助剤、レオロジー調節剤、安定剤、染料、禁止剤、熱安定剤、帯電防止剤、難燃剤、殺虫剤、ワックス、レベリング剤、チクソトロップ剤、及びさらなる標準的な原料、並びに当業者に公知の添加剤。

## 【0120】

そのような任意成分を使用する場合、相互に、又は他の成分と反応することによってその組成物の貯蔵安定性を損なう可能性がある成分は、確実に相互に分離して貯蔵することが重要である。

10

20

30

40

50

## 【0121】

それに加えて、その2成分系シリコーン組成物の中に、場合によっては存在させる、先に述べた各種の成分を選択する場合、そのような成分の存在が、2成分系シリコーン組成物のそれら二つの成分の、貯蔵安定性に悪影響を及ぼさないこと、別の言い方をすれば、貯蔵の間に、その組成物の性能、特に適用性能及び硬化性能が、ほとんど変化しないか、又はまったく変化しないことが有利である。このことは、述べてきた2成分系シリコーン組成物の化学的硬化をもたらす成分が、貯蔵の間に、顕著な程度に発生しないということの意味している。したがって、述べてきた成分が、貯蔵の間に、水、又は多くとも痕跡量の水が、含まれたり、放出されたりすることがないのが、特に有利である。したがって、ある種の成分は、組成物の中に混ぜ込む前に、化学的又は物理的に乾燥させておくことが、推奨される。 10

## 【0122】

その組成物がさらに、成分A及びBの一方又は両方、特に成分Aの中に少なくとも1種の充填剤を含んでいるのが好ましい。その充填剤は、未硬化の組成物のレオロジー的性質と、硬化された組成物の機械的性質及び表面特性との両方に影響する。その2成分系シリコーン組成物の中で、能動的又は受動的、いずれかの充填剤を使用することが可能である。能動的充填剤の場合においては、ポリマーとの化学的又は物理的相互作用が起きるし、受動的充填剤の場合においては、それらが、ほんのわずかしき起きないか、又はまったく起きない。 20

## 【0123】

好適な充填剤は、無機及び有機の充填剤であって、たとえば以下のものである：場合によっては、脂肪酸、特にステアリン酸を用いるか又は、好ましくは疎水性のシラン又はシロキサンを用いてコーティングされた、天然、摩砕又は沈降炭酸カルシウム、焼成カオリン、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、シリカ、特に熱分解プロセスからの微粉化シリカ、カーボンブラック、特に工業生産されたカーボンブラック（それらは、しかしながら、成分Bにおいては限られた量でしか使用できない）、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸ジルコニウム、石英粉、クリストバライト粉、珪藻土、マイカ、酸化鉄、酸化チタン、酸化ジルコニウム、セッコウ、アンナリン（annaline）、硫酸バリウム（BaSO<sub>4</sub>、バライト又は重晶石とも呼ばれる）、炭化ホウ素、窒化ホウ素、グラファイト、炭素繊維、場合によってはその表面を疎水化剤を用いて処理された、ガラス繊維又は空洞ガラスビーズ。好ましい充填剤は、以下のものである：炭酸カルシウム、焼成カオリン、カーボンブラック、微粉化シリカ、及び難燃性充填剤たとえば、水酸化物又は水和物、特にアルミニウムの水酸化物又は水和物、好ましくは水酸化アルミニウム。 30

## 【0124】

一つの好ましい実施態様においては、そのシリコーン組成物には、充填剤として、熱分解プロセスからの微粉化シリカ又は沈降及び/又は摩砕炭酸カルシウム、特に疎水性コーティングを有するものが含まれる。 40

## 【0125】

成分Aに、少なくとも1種の充填剤、特に沈降及び/又は摩砕炭酸カルシウム、好ましくは疎水性コーティングした炭酸カルシウムを含んでいるのが好ましい。 40

## 【0126】

成分Bに、熱分解プロセスからの微粉化シリカを含んでいるのが好ましい。成分Bには、成分Bを基準にして、5重量%未満のカーボンブラックを含んでいなければならない。成分Bがカーボンブラックを含まないのが好ましい。カーボンブラックは、触媒Kの、本発明における効果を妨げる。 50

## 【0127】

複数の充填剤の混合物を使用することは完全に可能であり、むしろ有利である。

## 【0128】

好適な充填剤の量は、その2成分系シリコーン組成物全体を基準にして、たとえば10 50

重量% ~ 70重量%、特に15重量% ~ 60重量%、好ましくは30重量% ~ 60重量%の範囲である。

【0129】

特に好適な接着促進剤は、好ましくは官能基によって置換されている、アルコキシシランである。その官能基は、たとえば、アミノプロピル基、グリシドキシプロピル基、又はメルカプトプロピル基である。好ましいのは、アミノ官能基である。これらの接着促進剤の内のあるものは、すでに、架橋剤V3の定義に入っており、そのため、この点で、考慮に入れなければならない。そのようなシランのアルコキシ基は、通常は、メトキシ基又はエトキシ基である。特に好ましいのは、アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリエトキシシラン、及び3-メルカプトプロピルトリエトキシシランである。複数の接着促進剤の混合物を使用することもまた可能である。接着促進剤として好適なものをさらに挙げれば、たとえば以下のものである：アミノ官能性アルキルシルセスキオキサン、たとえばアミノ官能性メチルシルセスキオキサン又はアミノ官能性プロピルシルセスキオキサン、アルコキシル化アルキレンアミン、特にエトキシル化及び/又はプロポキシル化アルキレンジアミン、並びにさらには、ポリアルキレングリコールをベースとする、特に置換された、オリゴマー、ポリマー、又はコポリマー。

10

【0130】

しかしながら、このことは、その組成物が、オルガノシランV2の量を基準にして、10mol%の、エポキシ基又はグリシドキシ基を有するオルガノシランを含むものの但し書きに従ったものである。好ましくは、その組成物が、オルガノシランV2の量を基準にして、5mol%未満、特に1mol%未満の、エポキシ基を有するオルガノシランを含んでいるのが好ましい。上述のこれらの範囲を超えた量で、エポキシ基を有するオルガノシランを存在させると、本発明の効果が著しく妨げられ、その組成物がもはや正常に硬化しなくなる可能性がある。

20

【0131】

それらのための接着促進剤としてシランを使用した場合、条件たとえば湿度に依存して、部分的又は全面的に加水分解された形態とすることが可能であるということは、当業者には明らかである。当業者はさらに、そのような部分的又は全面的に加水分解されたシランを存在させることによって、オリゴマー性のシロキサン、特にダイマー及び/又はトリマーの生成をもたらす、縮合反応をさせることが可能となるということにも気付いている。

30

【0132】

好ましくは架橋剤V3又はV2bの定義には入らない、接着促進剤の比率は、その2成分系シリコン組成物全体の、好ましくは0.1重量% ~ 15重量%、特に1重量% ~ 10重量%、好ましくは1重量% ~ 5重量%である。しかしながら、好ましい実施態様、特に接着促進剤効果を有する可能性があるオルガノシランV2及び/又は架橋剤V3を使用したときには、その組成物が、さらなる接着促進剤をまったく含まないのが好ましい。

【0133】

成分、たとえばこれまでに特に記述してきたものが、たった一つの単一の機能又はそれに帰着される効果しか有していない訳ではないということは当業者には極めて周知である。むしろ、単一の成分又は単一の化合物が、二つ以上の機能を有しているのが普通である。たとえば、いくつかの接着促進剤が、さらには架橋剤であったり、或いは充填剤が、同時にレオロジー調節剤であったりしたりする。たとえば、オルガノシランV2よるか、V2bによってある程度、同様にある種の架橋剤V3によって、良好な接着促進効果が示される。

40

【0134】

本発明のシリコン組成物の成分Aの特に好ましい実施態様には、以下のものが含まれる：

50

成分 A を基準にして、25 重量% ~ 60 重量%の間、好ましくは30 重量% ~ 50 重量%の間の、上で述べた、少なくとも1種のヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサン P ;

成分 A を基準にして、0.05 重量% ~ 5.0 重量%の間、好ましくは0.1 重量% ~ 2 重量%の間の、エマルジョン水 ; 及び

場合によっては、可塑剤 W、充填剤、配合添加物、顔料、及び上で述べたようなさらなる添加剤。

#### 【0135】

この実施態様の特に好ましい実施態様には、ポリマー P として、以下のものの混合物が含まれる :

成分 A を基準にして、25 重量% ~ 50 重量%の間、好ましくは30 重量% ~ 45 重量%の間の、上で述べたポリマー P 1 ; 及び

成分 A を基準にして、0 重量% ~ 10 重量%の間、好ましくは0.5 重量% ~ 5 重量%の間の、上で述べたポリマー P 3。

#### 【0136】

本発明のシリコン組成物の成分 B の特に好ましい実施態様には、以下のものが含まれる :

成分 B を基準にして、0.1 重量% ~ 4 重量%の間、好ましくは0.25 重量% ~ 3 重量%の間の、上で述べた触媒 K ; 及び

成分 B を基準にして、25 重量% ~ 80 重量%、好ましくは50 重量% ~ 70 重量%の、上で述べた可塑剤 W ; 及び

成分 B を基準にして、0 重量% ~ 25 重量%、好ましくは0 重量% ~ 15 重量%の、上で述べたオルガノシラン V 1 ; 及び

成分 B を基準にして、5 重量% ~ 25 重量%、好ましくは5 重量% ~ 20 重量%の、上で述べたオルガノシラン V 2 a ; 及び

成分 B を基準にして、0 重量% ~ 25 重量%、好ましくは1 重量% ~ 20 重量%の、上で述べたオルガノシラン V 2 b ; 及び

成分 B を基準にして、0.5 重量% ~ 25 重量%、好ましくは1 重量% ~ 20 重量%の、上で述べたオルガノシラン V 3 ; 及び

場合によっては、充填剤、配合添加物、顔料、及び上で述べたようなさらなる添加剤。

#### 【0137】

本発明の2成分系シリコン組成物は、典型的には、二つの分離された区画を有するパッケージの中に保存される。この場合、成分 A をそのパッケージの一つの区画の中に存在させ、そして成分 B を、他の区画の中に存在させる。好適なパッケージとしては、ダブルカートリッジ、たとえばツイン若しくはコアキシャルカートリッジ、又はアダプターを備えた多区画チューブ状パウチが挙げられる。二つの区画を有するパッケージに取り付けることが可能なスタティックミキサーを使用して、二つの成分の A 及び B を混合するのが好ましい。

#### 【0138】

そのような好適なパッケージは、たとえば、米国特許出願公開第2006/0155045A1号明細書、国際公開第2007/096355A1号パンフレット、及び米国特許出願公開第2003/0051610A1号明細書に記載されている。

#### 【0139】

工業的なスケールのプラントにおいては、それら二つの成分 A 及び B は、典型的には、相互に別々にバット又はホボックの中に貯蔵し、適用時には、たとえば、ギヤポンプの手段によって、吐出、混合させる。この場合、その組成物は、基材に対して、手作業、又はロボットの手段により自動的に適用させるのがよい。

#### 【0140】

より詳しくは、本発明の2成分系シリコン組成物は、成分 A 対成分 B の重量比が、(

10

20

30

40

50

1 : 1)、特には(3 : 1) ~ (15 : 1)、好ましくは(10 : 1) ~ (14 : 1)となるようにし、使用される。

#### 【0141】

記載されたような好ましい重量比で成分A及びBを使用することの利点は、この方法で2成分系シリコーン組成物を吐出及び適用するための既存のプラントは、広く普及していて、成分A及びBを、たとえば、(1 : 1)の重量比で適用するためにユーザーがプラントを改装工事することには、高レベルのコストと不便さが伴うであろうという点にある。

#### 【0142】

同一又は他の好ましい実施態様においては、その混合比が、成分A及びBの体積を介して制御又は設定される。これは、实际的であり、それら二つの成分が、個別にポンプ輸送され、スタティックミキサー又はダイナミックミキサーにフィードされるような、自動化された適用の場合には特に有利である。そのような場合においては、成分A対成分Bの体積による混合比が、好ましくは(1 : 1)、特には(1.5 : 1) ~ (15 : 1)、好ましくは(2 : 1) ~ (10 : 1)である。

10

#### 【0143】

自動化されたポンピング及び混合の場合においては、いくつかの実施態様においては、可能な限り均一な混合物を確保するためには、成分A及びBの体積比率が、過剰に異なっていないのが有利である。いくつかのそのような実施態様においては、成分A対成分Bの体積混合が、好ましくは(1.1 : 1) ~ (5 : 1)、特には(1.5 : 1) ~ (3 : 1)、最も好ましくは(1.8 : 1) ~ (2.5 : 1)である。

20

#### 【0144】

さらに好ましくは、成分Bには、架橋性のポリジオルガノシロキサンが一切含まれない。このことの利点は、成分Bの貯蔵安定性がより良好であることである。

#### 【0145】

特には、上述の2成分系シリコーン組成物の成分Bは、水分を排除して製造及び貯蔵される。互いに別々に保存すれば、その二つの成分は貯蔵安定性が高く、このことは、水分を排除して、上で述べたような適切なパッケージ又は配置の中では、数ヶ月から最高1年又はそれ以上の期間、使用性能又は硬化後の性能において、それらの使用に関わる程度の変化を起こすことなく、それらを保存できるということの意味している。典型的には、その貯蔵安定性は、粘度又は反応性の時間経過を測定することにより、求められる。

30

#### 【0146】

その2成分系シリコーン組成物の適用においては、たとえば、攪拌法、混練法、ロール法などによって、しかし特にはスタティックミキサーの手段によって、成分A及びBを互いに混合する。この場合、ヒドロキシル末端ポリジオルガノシロキサンPのヒドロキシル基が、架橋剤の加水分解性の基、又はそれらの各種のすでに加水分解された基と接触状態となり、それにより、縮合反応を介してその組成物が硬化する。適用状態では、そのシリコーン組成物の水との接触、特には架橋剤Vを含む成分Aの中に存在する水との接触が、同様に架橋を促進させることができるが、その理由は、水が架橋剤の加水分解性の基と反応することによって、シラノール基が生成し、それが、ポリジオルガノシロキサンPのヒドロキシル基と比較して、より高い反応性を有しているからである。2成分系シリコーン組成物の硬化は、特には、室温で起きる。

40

#### 【0147】

その縮合反応の反応生成物として、2成分系シリコーン組成物が架橋すると、具体的には、式 $\text{HO} - \text{R}^a$  (ここで $\text{R}^a$ は、既に上で述べたものである)の化合物も生成する。これらの縮合反応の副生物が、その組成物にも、その組成物が適用される基材にも悪影響を与えない化合物であるのが好ましい。式 $\text{HO} - \text{R}^a$ の反応生成物が、その架橋物やすでに架橋されている組成物から、容易に揮発する化合物であるのが、最も好ましい。

#### 【0148】

本発明はさらに、上述の2成分系シリコーン組成物から、成分Aを成分Bと混合することにより得ることが可能な、硬化されたシリコーン組成物にも関する。

50

## 【0149】

本発明はさらに、上で述べたような2成分系シリコン組成物の、接着剤として、シーラントとして、コーティングとして、又はキャストコンパウンドとしての使用にも関する。本発明の組成物を接着剤として使用するのが好ましい。

## 【0150】

本発明の2成分系シリコン組成物は、特に、二つの基材S1及びS2を接着させる方法において使用されるが、それには、以下の工程が含まれる：

(a) 上で述べた2成分系シリコン組成物を、基材S1及び/又は基材S2に適用すること；

(b) その組成物のオープンタイムの間に、適用した組成物を介して、基材S1と基材S2とを接触させること；

(c) 成分AとBとを反応させることによって、その組成物を硬化させること；

(ここで、基材S1と基材S2は、同じであっても、異なってもよい)。

## 【0151】

本発明の組成物を、シーリング法又はコーティング法において使用することもまた好ましく、それには、以下の工程が含まれる：

(a') 上で述べた2成分系シリコン組成物を、基材S1、及び/又は二つの基材のS1とS2との間に適用すること；

(b') 成分AとBとを反応させることによって、その組成物を硬化させること；

(ここで、基材S1と基材S2は、同じであっても、異なってもよい)。

## 【0152】

言うまでもないことであるが、その2成分組成物を適用する直前又は途中で、それら二つの成分A及びBを共に混合しなければならないということは当業者には自明である。

## 【0153】

本発明の2成分系シリコン組成物が、構造的に粘稠な性質を有するペースト状のコンシステンシーを有しているのが好ましい。そのような組成物を、好ましくは、有利には、実質的に円状又は三角状の断面を有するビーズの形態で、適切な器具を用いて基材に適用する。

## 【0154】

良好な適用性を有する本発明の組成物は、高い耐クリープ性とショートスレッド性を有している。このことは、適用した後で、それが適用された形状に留まっている、すなわち流れず、そしてその適用器具を外した後では、あるとしても、極めて短いスレッドしか形成せず、それによって、その基材が汚れないということを意味している。

## 【0155】

適切な基材S1及び/又はS2は、特に、以下のものからなる群より選択される基材である：コンクリート、モルタル、れんが、タイル、セラミック、セッコウ、天然の石たとえば、花こう岩又は大理石、ガラス、ガラスセラミック、金属又は金属合金たとえば、アルミニウム、鋼、非鉄金属、亜鉛メッキした金属、木材、プラスチックたとえば、PVC、ポリエチレン、ポリアミド、ポリ(メタ)アクリル酸メチル、ポリエステル、エポキシ樹脂、ペイント、及びワニス。

## 【0156】

その2成分系シリコン組成物は、特に工業製品、特に以下のものに用途を見いだしている：車両、及び日用用途のための消費者物品、さらには、建設分野、特に、地下及び地上での土木工事。

## 【0157】

その2成分系シリコン組成物を、窓の構造物及びファサードの構造物、特にファサードの構造物において使用するのが好ましい。

## 【0158】

それに加えて、本発明は、少なくとも部分的に硬化された、上で述べたようなシリコン組成物を含む物品にも関するが、前記物品は、特に、建築構造物、工業商品又は輸送

10

20

30

40

50

モード (mode of transport)、特にビルディング又はその一部である。

【0159】

そのような物品を説明のために列記すると、以下のものが挙げられる：家屋、ガラスファサード、窓、浴槽、浴室、キッチン、屋根、橋梁、トンネル、道路、自動車、トラック、鉄道車両、バス、船舶、鏡、窓ガラス、タンク、白物家電、家電製品、食器洗浄機、洗濯機、オープン、ヘッドランプ、フォグランプ、又はソーラーパネル。

【0160】

本発明はさらに、上で述べたような2成分系シリコーン組成物を硬化させた後での機械的性質が変化しないようにポットライフを調節するための方法にも関するが、それが特徴としているのは、成分A対成分Bの重量基準の混合比が、成分A対成分Bが、(1:1)~(25:1)、特に(5:1)~(20:1)、好ましくは(7:1)~(16:1)の範囲にあるように、任意に選択されることである。

10

【0161】

この方法を使用することにより、その二つの成分A及びBの混合比を介するだけで、本発明の2成分系シリコーン組成物のポットライフを広い範囲の内で調節することが可能となる。そのようにして決められたポットライフの終了後では、その組成物が、並外れて迅速且つ極めて均質に硬化する。選択された混合比とは無関係に、その硬化された組成物の最終性能、特に機械的性質は、ほとんど同一である。このことは、極めて有利であって、その組成物の成分A及びBを変更する必要もなく、混合比を単に調節するだけ、たとえば、ポンプの送出出力を変更するだけで、ユーザーが、フレキシブル且つ極めて精密に調節することが可能なポットライフを、決めたり、変更したりすることが可能となる。

20

【0162】

したがって、プロセス条件が変化した場合でも、シリコーン原料を変更する必要なく、サイクル時間の最適化を維持することができる。

【0163】

本発明の組成物は、ポットライフの終了後には、並外れて迅速に硬化する。本発明のシリコーン組成物の好ましい実施態様においては、ポットライフの、タックフリー時間(適用されたシリコーン組成物の表面が、硬化が十分に進行した結果として、タックフリーとなるまでの時間)に対する比率が、2.5未満、特に1.1~2.3の間、好ましくは1.2~2.1の間である。このことにより、極めて効率的なプロセス制御が可能となるが、その理由は、その組成物が、適用した後に、極めて迅速に硬化し、その組成物を適用した基材を、直後にさらなる加工をしたり、移送させたりすることが可能であるからである。

30

【0164】

それとは対照的に、従来技術の2成分系シリコーン組成物は、典型的には、極めて長いポットライフ及びそれと同時に極めて長い硬化時間の両方を有しているか、そうでなければ、極めて急速な硬化及びそのための極端に短い、ユーザーフレンドリーではないポットライフを有している。本発明によれば、必要に応じて、ポットライフを長くも短くもすることが可能であるが、すべての場合において、適用した後は、極めて迅速な硬化が可能である。

40

【実施例】

【0165】

作業実施例を以下に示すが、それらは、記述された本発明をさらに説明するためのものである。言うまでもないことであるが、本発明は、それら記述された作業実施例に限定されることはない。

【0166】

シリコーン組成物の調製

次の組成物を作成した：

【0167】

50

成分 A 及び B として、表 2 ~ 5 に列記した成分を、ディソルバー中、室温、不活性雰囲気下で、所定の重量 % で互いに混合し、肉眼で見て均一なペーストが得られるまで攪拌した。

【 0 1 6 8 】

そのようにして調製した成分 A 及び B は、別々の容器の中に、気密状態で封入した。適用に際しては、成分 A 及び B を、高速ミキサー ( Hauschild & Co. KG, Germany ) を使用して、必要とされる重量比で混合した。

【 0 1 6 9 】

試験方法の説明

組成物のポットライフ (さらにはオープンタイム) を測定するために、成分 A 及び B を、最初に、密閉したカートリッジ中で、23 で 24 時間かけてコンディショニングさせた後で、タンピングミキサーの手段により、表 6 ~ 9 に規定された重量比 ( A : B = 1 3 : 1、又は A : B = 3 : 1 ) で共に混合した。次いで、木製のスパーテルを、その物質の中に挿入した。そのスパーテルを使用して、1 分間隔で、その混合した物質が、依然としてペースト状態の性質にあるか否かを調べた。その物質が、部分的にでも、弾性挙動を示すようになったら直ぐに、ポットライフに達したものと考える。人為的に老化させた組成物を用いた測定もまた、実施した。上述の試験プログラムを実施するより前に、最初にそれらを、密閉容器中で、7 日間、70 で加熱したが、それぞれの成分 A 及び成分 B は、密閉状態で、それぞれ別々に加熱した。

【 0 1 7 0 】

破断時伸び及び引張強度の測定方法、並びにその目的のために必要となる試験片の作成方法は、ISO 527 に記載されている。

【 0 1 7 1 】

測定は、23、50% 相対湿度で、タイプ I B 試験片 ( ISO 527 - 2 ) について、200 mm / 分の歪み速度で実施した。

【 0 1 7 2 】

架橋剤 V 2 b の調製

N - ( 2 - アミノエチル ) - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン ( Geniosil (登録商標) GF 91, Wacker ) を、等モル量の 3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン ( Geniosil (登録商標) GF 80, Wacker ) と、ガラス容器中、窒素雰囲気下で混合した。その容器を密閉し、23 で 7 日間、放置した。そのようにして得られた、検出可能なエポキシ基を含まない混合物を、手を加えることなく、オルガノシラン V 2 b として使用した。

【 0 1 7 3 】

触媒 K 1 ~ K 8 の入手先又は調製

K 1 : Fomrez (登録商標) UL - 32 ( Galata Chemicals )

K 2 : TIB KAT (登録商標) 318 ( TIB Chemicals )

K 3 : Fomrez (登録商標) UL - 22 ( Galata Chemicals )

K 4 : Fomrez (登録商標) UL - 21 ( Galata Chemicals )

K 5 : 0 . 0 1 2 mol のジオクチルスズジアセテート ( TIB KAT (登録商標) 229, TIB Chemicals ) を、0 . 0 2 5 mol の 3 - メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン ( Gelest ) と、密閉したガラス容器中、窒素雰囲気下、23 で 24 時間、攪拌した。

K 6 : 0 . 0 1 2 mol のジオクチルスズジアセテート ( TIB KAT (登録商標) 229, TIB Chemicals ) を、0 . 0 2 5 mol の 3 - メルカプトプロピルトリメトキシシラン ( Gelest ) と、密閉したガラス容器中、窒素雰囲気下、23 で 24 時間、攪拌した。

K 7 : 0 . 0 1 2 mol のジオクチルスズジアセテート ( TIB KAT (登録商標) 229, TIB Chemicals ) を、0 . 0 2 5 mol のオクタデシルメルカプタン ( Aldrich ) と、密閉したガラス容器中、窒素雰囲気下、23 で 24 時間、攪

拌した。

K8 : 0.012 mol のブチルスズトリアセテート (TIB KAT (登録商標) 220、TIB Chemicals) を、0.037 mol のドデシルメルカプタン (Aldrich) と、密閉したガラス容器中、窒素雰囲気下、23 で 24 時間、攪拌した。

【0174】

【表1】

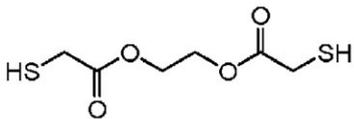
触媒	L <sup>1</sup>	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>	L <sup>2</sup>
K1	1-ドデカンチオレート	1-ドデカンチオレート	オクチル	オクチル
K2	ネオデカノエート	ネオデカノエート	オクチル	オクチル
K3	1-ドデカンチオレート	1-ドデカンチオレート	メチル	メチル
K4 <sup>a</sup>			オクチル	オクチル
K5	3-メルカプトプロピル- メチルジメトキシシラン	3-メルカプトプロピル- メチルジメトキシシラン	オクチル	オクチル
K6	3-メルカプトプロピル- トリメトキシシラン	3-メルカプトプロピル- トリメトキシシラン	オクチル	オクチル
K7	1-オクタデカンチオレート	1-オクタデカンチオレート	オクチル	オクチル
K8 <sup>b</sup>	1-ドデカンチオレート	1-ドデカンチオレート	1-ドデカンチ オレート	ブチル

表1:採用した触媒K1~K8。列に、式(V)の配位子L<sup>1</sup>及びL<sup>2</sup>記載。すべての触媒が、テトラ配位されたスズ触媒である。

<sup>a</sup>配位子L<sup>1</sup>及びL<sup>2</sup>は、二座ジメルカプタンの形態で存在している。

<sup>b</sup>配位子L<sup>2</sup>の内の一つは、二つの配位子L<sup>1</sup>と同じである。

【0175】

10

20

30

40

50

【表 2】

組成	1	2 Ref	3 Ref	4 Ref	5	6 Ref	7	8 Ref
A	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (23°C) 20 000 mPa·s) (ポリマー P1)	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7
	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (25°C) 34.5 mPa·s) (ポリマー P3)	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92
	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 100) <sup>b</sup>	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0
	ポリプロピレングリコール分散 添加剤	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38
	シリコン油の水中 エマルジョン (60% H <sub>2</sub> O)	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46
	Hakuenka <sup>®</sup> CCR-S (疎水化沈降チヨーク)	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4
	Calciplast <sup>®</sup> 4M (疎水化摩砕チヨーク)	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14
B	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 20 000) <sup>c</sup>	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5
	Dynasytan <sup>®</sup> 1124 (架橋剤 V2a)	5.26	5.26	5.26	5.26	5.26	5.26	5.26
	架橋剤 V2b (調製法参照)	19.53	19.53	19.53	19.53	19.53	19.53	19.53
	Wacker <sup>®</sup> Silane M1 トリメトキシ(メチル- トリメトキシシラン) (架橋剤 V3)	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63	2.63
	Aerosil <sup>®</sup> R972 (疎水性ヒュームドシリカ)	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25
触媒 K <sup>d</sup>	K1	K2	K3	K4	K5	K6	K7	K8

表 2:2 成分系シリコン組成物 1~8。すべての数値は、それぞれ成分 A 又は B を基準にした、重量%である；

<sup>a</sup> OH-末端化 PDMS: OH 末端ポリジメチルシロキサン；

<sup>b</sup> Wacker Polymer AK 100: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度:100 mPa·s；

<sup>c</sup> Wacker シリコン油 AK 20 000: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度:20 000 mPa·s；

<sup>d</sup> それぞれにおいて、成分 B を基準にして 0.82 重量%の触媒 K を使用した。

【 0 1 7 6 】

10

20

30

40

50

【表 3】

組成		9	10	11	12	13	14	15	16
A	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (23°C) 20 000 mPa·s) (ポリマー P1)	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7
	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (25°C) 34.5 mPa·s) (ポリマー P3)	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92
	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 100) <sup>b</sup>	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0
	ポリプロピレングリコール分散 添加剤	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38
	シリコーン油の水中 エマルジョン (60% H <sub>2</sub> O)	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46
	Hakuenka <sup>®</sup> CCR-S (疎水化沈降チョーク)	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4
	Calciplast <sup>®</sup> 4M (疎水化摩擦砕チョーク)	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14
B	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 20 000) <sup>c</sup>	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5
	Dynasylan <sup>®</sup> 1124 (架橋剤 V2a)	16.9	12.4	7.9	5.3	5.26	5.26	5.26	5.26
	架橋剤 V2b (調製法参照)	7.9	12.4	16.9	19.5	16.9	14.3	6.37	0
	Wacker <sup>®</sup> Silane M1 トリメトキシ(メチル- トリメトキシシラン) (架橋剤 V3)	2.63	2.63	2.63	2.63	5.27	7.87	15.8	22.17
	Aerosil <sup>®</sup> R972 (疎水性ヒュームドシリカ)	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25	4.25
	触媒 K1 <sup>d</sup>	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82

表 3:2 成分系シリコーン組成物 9~16。すべての数値は、それぞれ成分 A 又は B を基準にした、重量%である;

<sup>a</sup> OH-末端化 PDMS: OH 末端ポリジメチルシロキサン;<sup>b</sup> Wacker Polymer AK 100: トリアルキルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 100 000 mPa·s;<sup>c</sup> Wacker シリコーン油 AK 20 000: トリアルキルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 20 000 mPa·s;<sup>d</sup> ビス(ドデシルチオ)ジオクチルスタンナン。

【 0 1 7 7 】

10

20

30

40

50

【表 4】

組成		17	18	19	20	21	22	23	24
A	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (23°C) 20 000 mPa·s) (ポリマー P1)	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7
	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (25°C) 34.5 mPa·s) (ポリマー P3)	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92	0.92
	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 100) <sup>b</sup>	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0	11.28
	ポリプロピレングリコール分散 添加剤	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38	1.38
	シリコン油の水中 エマルジョン (60% H <sub>2</sub> O)	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.46	0.18
	Hakuenka <sup>®</sup> CCR-S (疎水化 沈降チヨーク)	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4	40.4
	Calciplast <sup>®</sup> 4M (疎水化摩擦チヨーク)	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14
B	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 20 000) <sup>c</sup>	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5	67.5
	Dynasylan <sup>®</sup> 1124 (架橋剤 V2a)	5.3	5.26	5.26	5.26	5.15	5.27	5.26	5.26
	架橋剤 V2b (調製法参照)	19.5	16.9	16.9	16.9	16.3	17.3	16.9	16.9
	メチルトリメトキシシラン (架橋剤 V3)	0	4.9	1.74	0.87	5.16	5.27	0	5.26
	オクチルトリメトキシシラン (架橋剤 V3)	2.62	0.36	3.52	4.39	0	0	0	0
	フェニルトリメトキシシラン (架橋剤 V3)	0	0	0	0	0	0	5.26	0
	Aerosil <sup>®</sup> R972 (疎水性ヒュームドシリカ)	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26	4.26
	触媒 K1 <sup>d</sup>	0.82	0.82	0.82	0.82	1.63	0.40	0.82	0.82

表 4:2 成分系シリコン組成物 17~24。すべての数値は、それぞれ成分 A 又は B を基準にした、重量%である。

<sup>a</sup> OH-末端化 PDMS: OH 末端ポリジメチルシロキサン;<sup>b</sup> Wacker Polymer AK 100: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 100 mPa·s;<sup>c</sup> Wacker シリコン油 AK 20 000: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 20 000 mPa·s;<sup>d</sup> ビス(ドデシルチオ)ジオクチルスタナン。

【 0 1 7 8 】

10

20

30

40

50

【表 5】

組成		25	26
A	OH-末端化 PDMS <sup>a</sup> (粘度 (23°C) 20 000 mPa·s) (ポリマー P1)	34.2	34.2
	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 100) <sup>b</sup>	8.5	8.5
	ポリプロピレングリコール分散添加剤	1.1	1.1
	シリコーン油の水中エマルジョン (60% H <sub>2</sub> O)	0.40	0.40
	Hakuenka <sup>®</sup> CCR-S (疎水化沈降チョーク)	19.7	19.7
	Calciplast <sup>®</sup> 4M (疎水化摩砕チョーク)	35.5	35.5
B	可塑剤 W (Wacker <sup>®</sup> AK 20 000) <sup>c</sup>	64.19	64.01
	メチルトリメトキシシラン (架橋剤 V3)	11.7	11.64
	架橋剤 V2b (調製法参照)	15.12	15.08
	Dynasylan <sup>®</sup> 1189 (N-(n-ブチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン) (架橋剤 V3)	0	3.33
	Silauest <sup>®</sup> A-Link 15 (N-エチル-3-トリメトキシシリル-2-メチルプロパンアミン) (架橋剤 V3)	3.33	0
	Aerosil <sup>®</sup> R972 (疎水性ヒュームドシリカ)	5.3	5.3
	触媒 K1 <sup>d</sup>	0.82	0.82

表 5:2 成分系シリコーン組成物 25 及び 26。すべての数値は、それぞれ成分 A 又は B を基準にした、重量%である;

<sup>a</sup> OH-末端化 PDMS: OH 末端ポリジメチルシロキサン;<sup>b</sup> Wacker Polymer AK 100: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 100 mPa·s;<sup>c</sup> Wacker シリコーン油 AK 20 000: トリアルキシルシラン末端ポリジメチルシロキサン、DIN 53018 による粘度: 20 000 mPa·s;<sup>d</sup> ビス(ドデシルチオ)ジオクチルスタナン

10

20

【 0 1 7 9 】

【表 6】

組成	1	2 Ref.	3 Ref.	4 Ref.	5	6 Ref.	25	26
ポットライフ 13:1 (w/w) [min]	26	3	6	>180	31	17	25	30
ポットライフ 3:1 (w/w) [min]	11	<1	7	n/a	16	13	22	21
ポットライフ (a)* 13:1 (w/w) [min]	28	n/m	5	n/m	40	30	n/m	n/m
ポットライフ (a)* 3:1 (w/w) [min]	11.3	n/m	2.5	n/m	19	5.8	n/m	n/m

表 6:組成物 1~6 及び 25~26 についての試験データ。

(a)\*: これらのサンプルの成分 A 及び B は、前もって、オープン中、70°C で 7 日間、エージングさせた。

n/m: データ測定せず。

n/a: 硬化せず。

30

40

【 0 1 8 0 】

50

【表 7】

組成	7	8 Ref.	9	10	11	12
ポットライフ 13:1 (w/w) [min]	22	> 270	7	11	35	36
ポットライフ 3:1 (w/w) [min]	7.6	> 270	4.25	7	17.5	11
ポットライフ (a)* 13:1 (w/w) [min]	19	n/m	7	12	n/m	n/m
ポットライフ (a)* 3:1 (w/w) [min]	4.3	n/m	4.25	7.3	n/m	n/m
引張強度 5 h [MPa]	n/m	n/m	1.66	1.59	1.12	1.2
引張強度 24 h [MPa]	n/m	n/m	1.65	1.68	1.47	1.43
引張強度 7 d [MPa]	n/m	n/m	1.59	1.7	1.67	1.29
引張強度 (a)* 7 d [MPa]	n/m	n/m	1.52	1.58	n/m	n/m

表 7: 組成物 7~12 についての試験データ。

(a)\*: これらのサンプルの成分 A 及び B は、前もって、オープン中、70℃で 7 日間、エージングさせた。

n/m: データ測定せず。

【 0 1 8 1 】

10

20

30

40

50

【表 8】

組成	13	14	15	16	17	18
ポットライフ 13:1 (w/w) [min]	31	30	20	15.5	50	30
ポットライフ 3:1 (w/w) [min]	10	9.9	6	4	13.5	10
ポットライフ (a)* 13:1 (w/w) [min]	38	n/m	n/m	n/m	n/m	34
ポットライフ (a)* 3:1 (w/w) [min]	12	n/m	n/m	n/m	n/m	12
引張強度 5 h [MPa]	1.61	1.76	1.38	1.45	0.6	n/m
引張強度 24 h [MPa]	1.69	1.66	1.55	1.51	1.53	n/m
引張強度 7 d [MPa]	1.69	1.77	1.72	1.48	1.69	1.81
引張強度 (a)* 7 d [MPa]	1.7	1.64	n/m	n/m	1.64	1.78

表 8:組成物 13~18 についての試験データ。

(a)\*: これらのサンプルの成分 A 及び B は、前もって、オープン中、70℃で 7 日間、エージングさせた。

n/m: データ測定せず。

【 0 1 8 2 】

10

20

30

40

50

【表 9】

組成	19	20	21	22	23	24
ポットライフ 13:1 (w/w) [min]	52	50	16	40	12.5	31
ポットライフ 3:1 (w/w) [min]	9.5	10	10.3	9	6	9.75
ポットライフ (a)* 13:1 (w/w) [min]	51	51	21	n/m	15	n/m
ポットライフ (a)* 3:1 (w/w) [min]	10	10.5	8.75	n/m	6.3	n/m
引張強度 5 h [MPa]	0.76	0.5	1.73	0.85	1.64	1.64
引張強度 24 h [MPa]	1.54	1.69	1.84	1.56	1.58	1.65
引張強度 7 d [MPa]	1.68	1.87	1.73	1.65	1.51	1.68
引張強度 (a)* 7 d [MPa]	1.57	1.68	1.79	n/m	1.5	n/m

表 9: 組成物 19~24 についての試験データ。

(a)\*: これらのサンプルの成分 A 及び B は、前もって、オープン中、70℃で 7 日間、エージングさせた。

n/m: データ測定せず。

10

20

30

40

50

## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. <b>PCT/EP2021/083406</b>
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> <i>C08L 83/04</i> (2006.01)i  According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>  Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08L; C08G  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5346940 A (BRASSARD DAVID M [US] ET AL.) 13 September 1994 (1994-09-13) column 2, line 26 - line 65 examples 1-10	1-15
A	EP 1995281 A1 (JSR CORP [JP]) 26 November 2008 (2008-11-26) page 9, line 47 - line 50 page 10, line 51 - page 12, line 26	1-15
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* 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 another 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 "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		
Date of the actual completion of the international search <b>21 February 2022</b>		Date of mailing of the international search report <b>02 March 2022</b>
Name and mailing address of the ISA/EP <b>European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands</b> Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer  <b>Stinchcombe, John</b>  Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

10

20

30

40

50

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.  
**PCT/EP2021/083406**

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
US	5346940	A	13 September 1994	NONE	
EP	1995281	A1	26 November 2008	EP 1995281 A1	26 November 2008
				KR 20080111480 A	23 December 2008
				US 2009093579 A1	09 April 2009
				WO 2007108281 A1	27 September 2007

10

20

30

40

50

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2021/083406

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> <b>INV. C08L83/04</b> <b>ADD.</b>		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
<b>B. RESEARCHIERTE GEBIETE</b> Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) <b>C08L C08G</b>		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) <b>EPO-Internal, WPI Data</b>		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	<b>US 5 346 940 A (BRASSARD DAVID M [US] ET AL) 13. September 1994 (1994-09-13)</b> <b>Spalte 2, Zeile 26 - Zeile 65</b> <b>Beispiele 1-10</b> -----	1-15
A	<b>EP 1 995 281 A1 (JSR CORP [JP])</b> <b>26. November 2008 (2008-11-26)</b> <b>Seite 9, Zeile 47 - Zeile 50</b> <b>Seite 10, Zeile 51 - Seite 12, Zeile 26</b> -----	1-15
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist		"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung;; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung;; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts
21. Februar 2022		02/03/2022
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter  <b>Stinchcombe, John</b>

10

20

30

40

1

50

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

**PCT/EP2021/083406**

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
<b>US 5346940</b>	<b>A</b>	<b>13-09-1994</b>	<b>KEINE</b>
-----			
<b>EP 1995281</b>	<b>A1</b>	<b>26-11-2008</b>	<b>EP 1995281 A1</b>
		<b>20080111480 A</b>	<b>26-11-2008</b>
		<b>2009093579 A1</b>	<b>23-12-2008</b>
		<b>2007108281 A1</b>	<b>09-04-2009</b>
			<b>27-09-2007</b>
-----			

10

20

30

40

50

## フロントページの続き

## (51)国際特許分類

F I

テーマコード (参考)

C 0 9 J	11/04	(2006.01)	C 0 9 J	11/04
C 0 9 J	183/04	(2006.01)	C 0 9 J	183/04
C 0 9 D	183/04	(2006.01)	C 0 9 D	183/04
C 0 9 D	183/06	(2006.01)	C 0 9 D	183/06
C 0 9 D	7/63	(2018.01)	C 0 9 D	7/63
C 0 9 K	3/10	(2006.01)	C 0 9 K	3/10

G

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

(74)代理人 100116975

弁理士 磯山 朝美

(72)発明者 リカルド ズーター

スイス国, 5 4 0 0 バーデン, マルティンズベルクシュトラッセ 3 6

F ターム (参考)

4H017 AA04 AB15 AC16 AD02  
 4J002 CP03X CP06W DA016 DA026 DA036 DE096 DE116 DE136 DE146 DE236  
 DG046 DJ006 DJ016 DJ036 DJ056 DK006 EX037 EX047 EX067 EX077 EZ068  
 EZ078 EZ088 FD016 FD02X FD147 FD208 GC00 GH00 GJ01 GJ02 GL00  
 GN00 GQ00 HA06 HA07  
 4J038 DL032 DL051 HA026 JC30 JC39 KA04 KA08 KA10 KA12 NA23  
 PB05 PC03 PC04  
 4J040 EK032 EK051 HA026 HD30 HD42 JA13 KA14 KA17 KA25 KA28  
 KA29 KA31 KA32 KA35 KA36 KA42 LA05 MA05 MA06 NA12

## 【要約の続き】

、硫黄を介して配位したアルキルメルカプチド、特にC<sub>6</sub>~C<sub>16</sub>アルキルメルカプチドであり、ここで、配位子(L<sup>1</sup>)が、メチルジアルコキシシラン基、好ましくはメチルジメトキシシラン基を有していてもよく、かつ配位子(L<sup>2</sup>)が、互いに独立して、アルキル配位子、特にC<sub>6</sub>~C<sub>14</sub>アルキル配位子であり；かつ成分(B)が、成分(B)を基準にして、5重量%未満のカーボンブラックを含むことを特徴とする。本発明における組成物は、非常に長いポットライフ及びミキサーオープンタイムを有し、かつ同時に極めて迅速な硬化と優れた貯蔵安定性を有する。

