

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5710245号
(P5710245)

(45) 発行日 平成27年4月30日(2015.4.30)

(24) 登録日 平成27年3月13日(2015.3.13)

(51) Int. Cl.		F I	
C09K	3/10 (2006.01)	C09K	3/10 G
C09J	11/04 (2006.01)	C09K	3/10 Q
C09J	11/06 (2006.01)	C09J	11/04
C09J	183/06 (2006.01)	C09J	11/06
C09J	11/08 (2006.01)	C09J	183/06

請求項の数 24 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2010-500970 (P2010-500970)	(73) 特許権者	508229301
(86) (22) 出願日	平成20年3月26日(2008.3.26)		モメンティブ パフォーマンス マテリアルズ インコーポレイテッド
(65) 公表番号	特表2010-522801 (P2010-522801A)		アメリカ合衆国ニューヨーク州12188
(43) 公表日	平成22年7月8日(2010.7.8)		, ウォーターフォード, ハドソン・リバー・ロード・260
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/003948	(74) 代理人	100087642
(87) 国際公開番号	W02008/118459		弁理士 古谷 聡
(87) 国際公開日	平成20年10月2日(2008.10.2)	(74) 代理人	100121061
審査請求日	平成23年3月18日(2011.3.18)		弁理士 西山 清春
(31) 優先権主張番号	11/728,899	(72) 発明者	ラマクリシュナン, インドゥマシ
(32) 優先日	平成19年3月27日(2007.3.27)		インド共和国バンガロール560037,
(33) 優先権主張国	米国 (US)		クンダラハリ, アエクス・レイアウト, セブンス・メイン, シーブロック, 918
前置審査			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 急速深部硬化型シリコーンゴム成分を有する建築用ユニット

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

建築用の構成材であって：

- a) 少なくとも一つのシラノール末端ジオルガノポリシロキサン；
- b) シラノール末端ジオルガノポリシロキサンのための少なくとも一つの架橋剤；
- c) 架橋反応のための少なくとも一つの触媒；そして
- d) 急速深部硬化する 50 から 70 nm までの平均粒子径を持つ、全組成物の 1 から 60 重量パーセントまで範囲の量の酸化亜鉛；

を含有する、混合物を硬化することによって得られるシリコーンゴム組成物を用いて、共に結合するかもしくは互いにシールする関係に維持されている、少なくとも二つの部品を有し、

ここで前記架橋剤、すなわち成分 (b) が、一般式：



〔式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 、および R^{10} は独立して選択される、一価の C_1 から C_{60} の炭化水素ラジカルである〕を有するものであるか、または前記架橋剤がテトラ-n-プロピルシリケート、テトラエチルオルソシリケート、ビニルトリメトキシシランおよびメチルトリメトキシシランからなる群より選択される少なくとも一つである、

建築用の構成材。

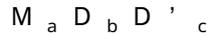
【請求項2】

- e) アルキル末端ジオルガノポリシロキサン、充填剤、UV安定剤、抗酸化剤、接着促進

剤、硬化加速剤、揺変剤、可塑剤、湿気除去剤、顔料、染料、界面活性剤、溶媒、および殺生物剤からなる群より選択される少なくとも一つの添加成分；をさらに含有する、請求項 1 に記載の建築用の構成材。

【請求項 3】

前記ジオルガノポリシロキサンポリマー、すなわち成分 (a) が、式：

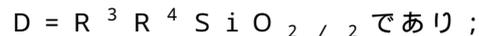


を有するシラノール末端ジオルガノポリシロキサンであり、

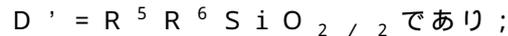
式中、 $a = 2$ であり、 b が 1 と等しいかもしくはそれよりも大きく、 c がゼロもしくは正の整数であり；



であり；
式中、 $x = 0, 1, 2$ であり、そして y が 0 もしくは 1 のいずれかであり、ただし、 $x + y$ が 2 と等しいかもしくはそれより小さいとき、 R^1 および R^2 が一価の C 1 から C 6 0 の炭化水素ラジカルであるという条件に従い；



であり；
式中、 R^3 および R^4 が一価の C 1 から C 6 0 の炭化水素ラジカルであり；



であり；
式中、 R^5 および R^6 が独立して選択される、一価の C 1 から C 6 0 の炭化水素ラジカルである、請求項 1 ~ 2 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 4】

前記触媒、すなわち成分 (c) が、スズ触媒である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 5】

前記スズ触媒が、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズジアセテート、ジブチルスズジメトキシド、オクタン酸スズ、イソブチルスズトリセロエート、ジブチルスズオキシド、可溶化ジブチルスズオキシド、ジブチルスズビス - ジイソオクチルフタレート、ビス - トリプロポキシシリルジオクチルスズ、ジブチルスズビス - アセチルアセトン、シリル化ジブチルスズジオキシド、カルボメトキシフェニルスズトリス - ウベラート、イソブチルスズトリセロエート、ジメチルスズジブチラート、ジメチルスズジ - ネオデカノエート、酒石酸トリエチルスズ、ジブチルスズジベンゾアート、オレイン酸スズ、ナフテン酸スズ、ブチルスズトリ - 2 - エチルヘキシルヘキソエート、およびスズブチレート、およびジオルガノスズビス - ジケトネートからなる群より選択される少なくとも一つである、請求項 4 に記載の建築用の構成材。

【請求項 6】

前記触媒、すなわち成分 (c) が、チタン化合物である、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 7】

前記チタン化合物が、ジ (イソプロポキシド) チタンビス (エチルアセトアセテート)、ジ (イソブトキシド) チタンビス (エチルアセトアセテート)、ジ (n - ブトキシド) チタンビス (エチルアセトアセテート)、1, 3 - プロパンジオキシチタンビス (エチルアセトアセテート)、チタン (トリエタノールアミネート) イソプロポキシド、ビス (トリエタノールアミノ) チタンジ (メチルジグリコレート)、チタンジイソプロポキシド (ビス - 2, 4 - ペンタンジオネート)、チタンエトキシドイソプロポキシドビス - (2, 4 - ペンタンジオネート)、チタンビス - (2, 4 - ペンタンジオネート) (2 - EHA)、テトラ n - ブチルチタネート、およびテトラ - イソプロピルチタネートからなる群より選択される少なくとも一つである、請求項 6 に記載の建築用の構成材。

【請求項 8】

前記チタン化合物がジ (イソプロポキシド) チタンビス (エチルアセトアセテート) である、請求項 7 に記載の建築用の構成材。

【請求項 9】

前記接着促進剤が、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、

1, 3, 5 - トリス(トリメトキシシリルプロピル)イソシアヌラート、 - アミノプロピルトリエトキシシラン、 - アミノプロピルトリメトキシシラン、アミノプロピルトリメトキシシラン、ビス - - トリメトキシシリルプロピルアミン、N - フェニル - - アミノプロピルトリメトキシシラン、トリアミノ官能性トリメトキシシラン、 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、メチルアミノプロピルトリメトキシシラン、 - グリシドキシプロピルエチルジメトキシシラン、 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 - グリシドキシエチルトリメトキシシラン、 - (3, 4 - エポキシシクロヘキシル)プロピルトリメトキシシラン、 - (3, 4 - エポキシシクロヘキシル)エチルメチルジメトキシシラン、イソシアナトプロピルトリエトキシシラン、イソシアナトプロピルメチルジメトキシシラン、 - シアノエチルトリメトキシシラン、 - アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、 - メタクリルオキシプロピルメチルジメトキシシラン、4 - アミノ - 3, 3 - ジメチルブチルトリメトキシシラン、および 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、ならびにそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の建築用の構成材。

10

【請求項 10】

前記好適な充填剤が、粘土、ナノ粘土、有機粘土、重質炭酸カルシウム、沈降炭酸カルシウム、コロイド状炭酸カルシウム、ステアリン酸塩もしくはステアリン酸の化合物で処理された炭酸カルシウム；ヒュームドシリカ、沈降シリカ、シリカゲル、疎水化シリカ、親水性シリカゲル、粉碎石英、重質石英、アルミナ、水酸化アルミニウム、水酸化チタン、粘土、カオリン、ベントナイトモンモリロナイト、珪藻土、酸化鉄、カーボンブラックおよびグラファイト、タルク、雲母、ならびにそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の建築用の構成材。

20

【請求項 11】

前記非イオン性界面活性剤が、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、エトキシ化カスターオイル、オレイン酸エトキシレート、アルキルフェノールエトキシレート、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとのコポリマーおよびシリコンとポリエーテルとのコポリマー、シリコンとエチレンオキシドおよびプロピレンオキシドのコポリマーとのコポリマー、ならびにそれらの混合物からなる群より選択され、0.1重量パーセントから10重量パーセントまでの範囲の量である、請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の建築用の構成材。

30

【請求項 12】

前記ゾルガノポリシロキサンポリマー、すなわち成分(a)が、全組成物の5重量パーセントから95重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 11 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 13】

前記ゾルガノポリシロキサンポリマー、すなわち成分(a)が、全組成物の20重量パーセントから85重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 11 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 14】

前記ゾルガノポリシロキサンポリマー、すなわち成分(a)が、全組成物の30重量パーセントから60重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 11 のいずれかに記載の建築用の構成材。

40

【請求項 15】

前記架橋剤、すなわち成分(b)の量が、全組成物の0.1重量パーセントから10重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 14 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 16】

前記架橋剤、すなわち成分(b)の量が、全組成物の0.3重量パーセントから5重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 14 のいずれかに記載の建築用の構成材。

50

【請求項 17】

前記架橋剤、すなわち成分 (b) の量が、全組成物の 0.5 重量パーセントから 1.5 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 14 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 18】

前記触媒、すなわち成分 (c) の量が、全組成物の 0.005 重量パーセントから 1 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 17 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 19】

前記触媒、すなわち成分 (c) の量が、全組成物の 0.003 重量パーセントから 0.5 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 17 のいずれかに記載の建築用の構成材。

10

【請求項 20】

前記触媒、すなわち成分 (c) の量が、全組成物の 0.005 重量パーセントから 0.2 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 17 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 21】

前記酸化亜鉛、すなわち成分 (d) の量が、全組成物の 2 から 30 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 20 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 22】

前記酸化亜鉛、すなわち成分 (d) の量が、全組成物の 5 から 20 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 20 のいずれかに記載の建築用の構成材。

20

【請求項 23】

前記充填剤の量が、全組成物の 0 から 90 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 22 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【請求項 24】

前記接着促進剤の量が、全組成物の 0.5 重量パーセントから 20 重量パーセントまでの量の範囲である、請求項 1 ~ 23 のいずれかに記載の建築用の構成材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、強度および深部硬化の急速な発現を有するシリコンゴム組成物を用いて共に結合する少なくとも二つの部品を有する建築用の構成材に関する。

【背景技術】

【0002】

超高層ビルおよび「高層」ビル部門の建築産業は、特に発展途上経済において、急速に発展している。この産業は、例えば、ガラス窓および金属などのさまざまな建築材料を同時に保持するための封止剤を用いる。そのように、この建築が高地で起こる、その性質によって、特定の封止剤の性質がこの市場にとって必要である。それらの性質は、使用の簡便さ、および深部効果を伴う強度の著しく早い発現を含む。従来の封止剤は、たとえば、一液型封止剤のように、使用の簡便さを提供する。しかしながら従来のシリコンポリマー系は、典型的には、強度および深部硬化をより遅く、すなわち湿潤環境への数日から数週間暴露の後に、発現する。

40

【0003】

さらに、強度および深部硬化の急速な発現は、特定の封止および/もしくは接着用途 (例えば、「高層」建築、自動車、断熱ガラスの用途) においてしばしば望まれる。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

当分野において、強度および深部硬化の急速な、すなわち数時間から数日での発現を有

50

するシリコーン封止剤の必要性が依然としてある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本願発明は：

a) 少なくとも一つのシラノール末端ジオルガノポリシロキサン；
 b) シラノール末端ジオルガノポリシロキサンのための少なくとも一つの架橋剤；
 c) 架橋反応のための少なくとも一つの触媒；
 d) 急速深部硬化する量の酸化亜鉛；そして、任意選択で
 e) アルキル末端ジオルガノポリシロキサン、充填剤、UV安定剤、抗酸化剤、接着促進剤、硬化加速剤、揺変剤、可塑剤、湿気除去剤、顔料、染料、界面活性剤、溶媒、および殺生物剤からなる群より選択される少なくとも一つの添加成分；
 を含有する、混合物を硬化することによって得られるシリコーンゴム組成物を用いて、共に結合するかもしくは互いにシールする関係に維持されている、少なくとも二つの部品を有する建築用の構成材を提供する。

10

【図面の簡単な説明】

【0006】

【図1】図1は、本発明による急速深部硬化ガラス敷きパテ組成物を用いてシールする関係に保たれている断熱ガラスユニット(IGU)の側断面図である。

【図2】図2は、図1のIGUを含むさまざまな設置された窓システムを描写する「高層」ビルの外観の斜視断面図である。

20

【図3】図3は、比較例1および2ならびに実施例1および2の「不粘着時間」のグラフ表示である。

【図4】図4は、実施例1および比較例1の「深部硬化」速度のグラフ表示である。

【図5】図5は、実施例2および比較例2の「深部硬化」速度のグラフ表示である。

【発明を実施するための形態】

【0007】

ここで用いられるとき、「建築構成材」という表現は、たとえば、窓、特に断熱ガラスユニット(「IGU」)、ガラスをパネル貼りしたドア、一つもしくはそれ以上の窓を含むドア、作製済みの窓、一つもしくはそれ以上の窓を持つスライドドア、一つもしくはそれ以上の窓を持つ折れ戸、カーテンウォール、店用ガラス、構造用ガラス、天窗、照明設備などの、ビル建築に用いられる作製済みのもしくは製造済みのユニットを意味し、ここではボンド剤、ガラス敷きパテ、コーキング剤もしくは接着剤の、組成物が、建築構成材を含有する構造構成材へとガラスを接着するのに用いられる。

30

【0008】

ここで用いられるとき「ガラス(ガラス取り付け)(glazing)」という用語は、通常の意味を持ち、透明、半透明、不透明な様々なガラスを含むが、それらに限定されない、ガラス、またはポリアクリレート、特にポリメチルメタクリレートおよびポリカーボネートならびにその同類のもののようなガラス代替物を含む。

【0009】

ここで用いられるとき、表現「ガラス敷きパテ(bedding glaze)」、ならびに用語「接着剤」「ボンド剤」「封止剤」もしくは「コーキング剤」の組成物は、本発明のシリコーンゴム形成組成物を包含するかもしくは含有する。

40

【0010】

ここで用いられるとき、構成材は、例えば、ビル、窓枠、窓枠組立品、などの建築に用いられる材料であり、それは、たとえば、木、石、レンガ、鉄鋼、アルミニウム、真ちゅう、鉄、銅、コンクリート、プラスチック、プラスチックで覆われた木、もしくは金属などのような当業者に既知の物質で製造される。

【0011】

用語「適合する(compatible)」はここで用いられる時、任意選択での成分

50

が、それを含有する部分の、ならびにそれがそのような部分に含有されたときのその部分の、貯蔵安定性に対して、物質面で負の効果もしくは逆効果を及ぼさず、そして、任意選択の成分の意図された機能が、物質面で負の効果もしくは逆効果を及ぼされないことを意味する。

【0012】

ここで理解されるように、封止剤組成物の硬化は、「不粘着時間」すなわち表面硬化、ならびに「深部硬化」すなわち封止剤の厚みに沿った硬化として表現できる。不粘着時間は、封止剤をテフロン鑄型に所望の厚さ（例えば6.35mm）で塗り、異なったインターバルの時間において10gのステンレス鋼（SS）の重りを封止剤上に置くことによって試験される。不粘着時間は、重り表面にまったく物質が付着しない時間である。別の方法として、「深部硬化」すなわち封止剤の厚みに沿った硬化は、完全な硬化を検出するために、一定期間毎に厚みに沿って切り取られた塗られた物質に基づいて試験される。物質が厚みにそって完全に硬化するのに要する時間は、深部硬化と呼ばれ、「厚断面硬化」としても知られる。視覚的な観察以外に、発明者は、封止剤の未硬化の物質を溶媒によって抽出することによって深部硬化を測定するための方法を発明し、ここで以下により詳しく述べる。

10

【0013】

図1を参照すると、断熱ガラスユニット10は、第一のガス封止剤部材4、連続的スペーサー部材5、および第二の封止剤7とを有するガス封止剤組立部品によって間隔をあけた関係に維持されるガラス板1および2を含む。板1と2との間のスペース6は、断熱ガスもしくはアルゴンのようなガスで満たされる。ここで以下に記載されるように作製される急速深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8はガラス板1と窓枠組立部品9との間に配置される。窓ガラス1および2は、ガラス、例えば、透明なフロートガラス、アニールガラス、強化ガラス、ソーラーガラス、ティンテッドガラス、例えば、低エネルギーガラスなど、アクリル樹脂およびポリカーボネート樹脂などのような、種々の材料から作製できる。

20

【0014】

前述の断熱ガラスユニットにおける急速深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8（すなわち、本発明のシリコンゴム生成組成物）の利用は、改善された接着建築および深部硬化を伴う強度の急速な発現とを含む、これらのユニットの製造における生産性の向上を提供する。他の利点は、密着性、接着強度および伸びを含む典型的なガラス敷きパテ封止剤に要求される性能属性を提供することに加えて、長い保存寿命ならびに封止剤の改善された供給速度を含む。結果として、この組成物がせん断接着強度と剥離接着強度とのあいだの良好なバランスを含む高い接着強度を示し、それゆえ、例えば高層ビルにおけるガラス設置のようなさまざまなガラスユニットの製造におけるガラス敷きパテ封止剤としての利用に特に有望であるため、深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、封止剤および/または接着剤として使用できる。

30

【0015】

断熱ガラスユニット10の第一のガス封止剤部材4は、当業者に既知のポリマー物質、例えばポリイソブチレン、ブチルゴム、ポリスルフィド、EPDMゴム、ニトリルゴムなどのようなゴム系物質からなることが出来る。他の有用な物質は、ポリイソブチレン/ポリイソブレンコポリマー、ポリイソブチレンポリマー、臭素化されたオレフィンポリマー、ポリイソブチレンとパラ-メチルスチレンとのコポリマー、ポリイソブチレンと臭素化されたパラ-メチルスチレンとのコポリマー、イソブチレンとイソブレンとのブチルゴムコポリマー、エチレン-プロピレンポリマー、ポリスルフィドポリマー、ポリウレタンポリマー、スチレンブタジエンポリマーなどを含む。

40

【0016】

上に示されるように、第一のガス封止剤部材4は、非常に良優れた密封性を有するポリイソブチレンのような物質から作製できる。乾燥剤を、窓ガラス1と2とのあいだの断熱ガスが占めた空間から水分を除去するために連続的スペーサー5に含ませてよい。有用な乾燥剤は、断熱ガラスユニットの内部を満たす断熱ガス/ガス混合物を吸収しないもので

50

ある。

【0017】

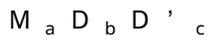
本発明の急速硬化型ガラス敷きパテ組成物8は安定した室温硫化型シリコーン封止剤組成物であり、ここで以下により完全に記載されるように、急速で下塗り不要の接着の強度と深部硬化とを提供する。

【0018】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、室温硫化型(RTV)シリコーンゴム生成組成物からなる。深部硬化型ガラス敷きパテ組成物のそれぞれの成分の概要は以下のように与えられる。

【0019】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8の、シラノール末端ジオルガノポリシロキサンポリマー(SDPS)、すなわち成分(a)は、一般式：

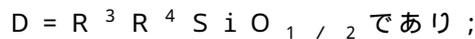


のものの中から有利に選択され、

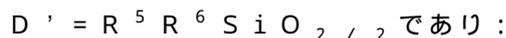
式中、下付き文字a=2であり、そしてbは1と等しいかもしくはそれより大きく、ならびに下付き文字cはゼロもしくは正であり；



であり；
式中、下付き文字x=0、1、もしくは2であり、そして下付き文字yは0もしくは1であり、ただし、x+yが2と等しいかもしくはそれより小さいとき、R¹およびR²は独立して選択される60個までの炭素原子の一価の炭化水素ラジカルであるという条件に従い；



であり；
式中、R³およびR⁴は独立して選択される60個までの炭素原子の一価の炭化水素ラジカルであり；



であり；
式中、R⁵およびR⁶は独立して選択される60個までの炭素原子の一価の炭化水素ラジカルである。

【0020】

本発明の一実施態様において、それぞれのポリマー端のケイ素原子がシラノール末端であるジオルガノポリシロキサン(a)の混合の割合は、全組成物の約5重量パーセントから約95重量パーセントまで、他の実施態様において、全組成物の約20重量パーセントから約85重量パーセントまで、さらの他の実施態様において、全組成物の約30重量パーセントから約60重量パーセントまでの範囲である。

【0021】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8において用いるための好適な架橋剤、すなわち成分(b)は一般式：



のアルキルシリケートを含み、

式中、R⁷、R⁸、R⁹、およびR¹⁰は独立して選択される、一価のC₁からC₆₀の炭化水素ラジカルである。

【0022】

他の好適な硬化剤は、テトラ-N-プロピルシリケート(NPS)、テトラエチルオルソシリケートおよびメチルトリメトキシシラン(MTMS)、ビニルトリメトキシシラン(VTMS)、ならびに類似のアルキル置換アルコキシシラン組成物などを含むがそれらには限定されない。

【0023】

本発明の一実施態様において、アルキルシリケート(架橋剤)の混合の割合は、約0.1重量パーセントから約10重量パーセントまでの範囲である。本発明の他の実施態様において、アルキルシリケート(架橋剤)の混合の割合は、約0.3重量パーセントから約5重量パーセントまでの範囲である。本発明のさらの他の実施態様において、アルキ

10

20

30

40

50

ルシリケート（架橋剤）の混合の割合は、全組成物の約 0.5 重量パーセントから約 1.5 重量パーセントまでの範囲である。

【0024】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物 8 において用いるための好適な触媒、すなわち成分 (c) は、シリコーン封止剤組成物において架橋を促進するのに有用であると知られている任意のものであり得る。触媒は、金属および非金属触媒を含んでいてよい。本発明において有用な金属縮合触媒の金属部分の例は、スズ、チタン、ジルコニウム、鉛、鉄、コバルト、アンチモン、マンガン、ビスマス、および亜鉛化合物を含む。

【0025】

本発明の一実施態様によると、シリコーン封止剤組成物において架橋を促進するのに有用なスズ化合物は、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズジアセテート、ジブチルスズジメトキシド、オクタン酸スズ、イソブチルスズトリセロエート (tricerolate)、ジブチルスズオキシド、可溶化ジブチルスズオキシド、ジブチルスズビス-ジイソオクチルフタレート、ビス-トリプロポキシシリルジオクチルスズ、ジブチルスズビス-アセチルアセトン、シリル化ジブチルスズジオキシド、カルボメトキシフェニルスズトリス-ウベレート、イソブチルスズトリセロエート、ジメチルスズジブチラート、ジメチルスズジ-ネオデカノエート、酒石酸トリエチルスズ、ジブチルスズジベンゾアート、オレイン酸スズ、ナフテン酸スズ、ブチルスズトリ-2-エチルヘキシルヘキソエート、およびスズブチレートなどのようなスズ化合物を含む。

【0026】

本発明の一実施態様において、触媒は金属触媒である。本発明の他の実施態様において、金属触媒は、スズ化合物からなる群より選択され、本発明のさらに他の実施態様において、金属触媒は可溶化ジブチルスズオキシドである。

【0027】

本発明の他の実施態様によると、シリコーン封止剤組成物において架橋を促進するのに有用なチタン化合物は：ジ(イソプロポキシド)チタンビス(エチルアセトアセテート) [Dupont; Tyzor DC]; ジ(イソブトキシド)チタンビス(エチルアセトアセテート) [Johnson Matthey; Vertec KE6]; ジ(n-ブトキシド)チタンビス(エチルアセトアセテート) [Johnson Matthey]; 1,3-プロパンジオキシチタンビス(エチルアセトアセテート); チタン(トリエタノールアミネート)イソプロポキシド [Dupont; Tyzor TE]; ビス(トリエタノールアミノ)チタンジ(メチルジグリコレート) [Sanmar; Isocat ETAM]; チタンジイソプロポキシド(ビス-2,4-ペンタンジオネート) [Dupont; Tyzor AA]; チタンエトキシドイソプロポキシドビス-(2,4-ペンタンジオネート) [Sanmar; Isocat AA65]; チタンビス-(2,4-ペンタンジオネート)(2-EHA) [Johnson Matthey; Vertec XL100]; ならびに例えばテトラ n-ブチルチタネートおよびテトラ-イソプロピルチタネートのようなテトラアルキルチタネートなどを含む。

【0028】

本発明の具体的な一実施態様によると、架橋反応のための触媒はジ(イソプロポキシド)チタンビス(エチルアセトアセテート)である。

【0029】

本発明の一実施態様において、触媒の混合の割合は、全組成物の約 0.001 重量パーセントから約 1 重量パーセントまでの範囲である。本発明の他の実施態様において、触媒の混合の割合は、全組成物の約 0.003 重量パーセントから約 0.5 重量パーセントまでの範囲である。本発明のさらに他の実施態様において、触媒の混合の割合は、全組成物の約 0.005 重量パーセントから約 0.2 重量パーセントまでの範囲である。

【0030】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物 8 は、室温硬化型シリコーン封止剤組成物を提供し、その硬化が急速深部硬化を提供する。この急速深部硬化は、室温硬化型シリコー

10

20

30

40

50

ン封止剤組成物における微粒子の酸化亜鉛(d)の存在によって提供され、これは室温硬化型シリコン封止剤組成物の全組成物の100重量部当たり少なくとも約1重量部の量で存在するときである。本発明の具体的な一実施態様において、酸化亜鉛は、全組成物の100重量部当たり約2から約30重量部の、そしてさらに具体的な実施態様において、全組成物の100重量部当たり約5から約20重量部の量で存在する。

【0031】

本発明の微粒子の酸化亜鉛(d)は、約1マイクロメートル(ミクロン)より小さい、約50から約70nmまでの平均粒子径と、約5から約30m²/gまでの表面積とを有する。酸化亜鉛(d)は、約80から約99.9パーセントまでの純度と、約7.0から約9.0までの範囲のpHとを有する。本発明の酸化亜鉛は、White Seal (IP100) (MLA group of Industries, Kanpur, Indiaから入手可能); Zincosil AH-90 (MLA group of Industries, Kanpur, Indiaから入手可能); ACS (Aldrich Chemical Co.から入手可能); 酸化亜鉛ナノパウダー (Aldrich Chemical Co.から入手可能)として市販される。

10

【0032】

本発明の実施態様によると、深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、すべての成分が一つのパッケージに含有され、硬化が大気への暴露によって起こる「一液」組成物として得られる。

【0033】

本発明の他の実施態様によると、深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、当分野に公知の組成物である「二液」組成物を用いて得られる。二液系において、第一の液はここに記載されるようなポリジオルガノシロキサンと酸化亜鉛とを含有し、そして第二の液はここで上述されるもののような架橋剤を含有する。第二の液はまた、室温硬化型シリコン組成物のための充填剤および硬化触媒も含有できる。微粒子酸化亜鉛は、第一の液と第二の液のいずれかに添加され得る。これら二液組成物の「液」は、組成物の使用前において、長すぎる期間にすべての成分が混合されるときに起こり得る、早期硬化を防ぐために、個別のパッケージにて保管される。

20

【0034】

本発明の一実施態様によると、本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、接着促進剤として、アルコキシシランもしくはアルコキシシランの混合物をさらに含有する。一実施態様において、接着促進剤は、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および1,3,5-トリス(トリメトキシシリルプロピル)イソシアヌラートの組み合わせ混合物であってよい。本発明において有用な他の接着促進剤は、n-2-アミノエチル-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、-アミノプロピルトリエトキシシラン、-アミノプロピルトリメトキシシラン、アミノプロピルトリメトキシシラン、ビス--トリメトキシシリルプロピルアミン、N-フェニル--アミノプロピルトリメトキシシラン、トリアミノ官能性トリメトキシシラン、-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、メチルアミノプロピルトリメトキシシラン、-グリシドキシプロピルエチルジメトキシシラン、-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、-グリシドキシエチルトリメトキシシラン、-(3,4-エポキシシクロヘキシル)プロピルトリメトキシシラン、-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルメチルジメトキシシラン、イソシアナトプロピルトリエトキシシラン、イソシアナトプロピルメチルジメトキシシラン、-シアノエチルトリメトキシシラン、-アクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、-メタクリルオキシプロピルメチルジメトキシシラン、4-アミノ-3,3-ジメチルブチルトリメトキシシラン、および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などを含むがそれらに限定されない。

30

40

【0035】

アルコキシシラン(接着促進剤)の混合の割合は、約0.1重量パーセントから約2

50

0重量パーセントまでの範囲である。本発明の一実施態様において、接着促進剤は、全組成物の約0.3重量パーセントから約10重量パーセントまでの範囲である。本発明の他の実施態様において、接着促進剤は全組成物の約0.5重量パーセントから約2重量パーセントまでの範囲である。

【0036】

一実施態様において、本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、硬化したエラストマーのモジュラスを減ずるために可塑剤を含む。可塑剤は、オルガノ基がメチル、ビニル、もしくはフェニルまたはそれらの基の組み合わせである、末端トリオルガノシロキシ単位を有するポリジメチルシロキサンであってよい。例えば、可塑剤もしくはモジュラス還元剤として用いられるポリジメチルシロキサンは通常、100から100,000 m p a · s の25 で測定される粘度を持ち、ポリマー物質の100重量部当たり80重量部までの量で使用され得る。

10

【0037】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8はまた、充填剤をも含有してよい。本発明の好適な充填剤は、ステアリン酸塩もしくはステアリン酸のような化合物で処理された重質、沈降、およびコロイド状炭酸カルシウム、ヒュームドシリカ、沈降シリカ、シリカゲル、ならびに疎水化シリカおよびシリカのゲルのような強化シリカ、粉碎および重質石英、アルミナ、水酸化アルミニウム、水酸化チタン、珪藻土、酸化鉄、カーボンブラックおよびグラファイト、またはカオリン、ベントナイトもしくはモンモリロナイト、タルク、雲母のような粘土などを含むがそれらに限定されない。

20

【0038】

本発明の一実施態様において、充填剤は炭酸カルシウム充填剤、シリカ充填剤、もしくはそれらの混合物である。本発明の他の具体的な実施態様において、酸化亜鉛(d)は充填剤へと直接的に添加される。添加される充填剤のタイプおよび量は、硬化シリコーン組成物のための所望の物理特性に依存する。本発明の他の実施態様において、充填剤の量は、全組成物の0重量パーセントから約90重量パーセントまでである。本発明のさらに他の実施態様において、充填剤の量は、全組成物の約5重量パーセントから約60重量パーセントまでである。本発明のなおも他の実施態様において、充填剤の量は、全組成物の約10重量パーセントから約40重量パーセントである。充填剤は単一の種または二つもしくはそれ以上の種の混合物であり得る。

30

【0039】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、エトキシ化カスターオイル、オレイン酸エトキシレート、アルキルフェノールエトキシレート、エチレンオキシド(EO)とプロピレンオキシド(PO)とのコポリマーおよびシリコーンとポリエーテルとのコポリマー(シリコーンポリエーテルコポリマー)、シリコンとエチレンオキシドおよびプロピレンオキシドのコポリマーとのコポリマー、ならびにそれらの混合物からなる界面活性剤の群より選択される非イオン性界面活性剤化合物を、全組成物の0重量パーセントより少しだけ多いものから約10重量パーセントまでの、より好ましくは約0.1重量パーセントから約5重量パーセントまでの、そしてもっとも好ましくは約0.5重量パーセントから約0.75重量パーセントまでの範囲の量で任意選択で含有する。

40

【0040】

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は、室温硫化型(RTV)シリコーン組成物において汎用的に用いられる着色剤および顔料のような他の成分を、それらが所望の特性を妨害しない限り、用いて作製されても良い。

【実施例】**【0041】**

本発明の深部硬化型ガラス敷きパテ組成物8は以下の非限定的な実施例によって説明される。

【0042】

50

比較例 1 および 2 の封止剤配合物の作製。

【表 1】

表 1

材料	グラム (g) 表記での量
シラノール (30000 cst)	34
OMYACARB FT-CaCO ₃	50
ZnO	0
二重処理ヒュームドシリカ	6
ジメチルポリシロキサン可塑剤	10

10

【0043】

比較例 1 および 2 は酸化亜鉛を含まずに作製され、表 1 に示されるさまざまな成分からなる。比較例 1 および 2 は同様に、以下の手順を用いて Ross ミキサーにおいて作製された：34 g のシラノールポリマーが Ross ミキサー内に配置され、10 g の可塑剤が Ross ケトル内に配置された。100 まで加熱された。攪拌しながら 20 g の OmyaCaCO₃ がゆっくりと添加された。2 g の二重処理ヒュームドシリカが添加された。混合は 15 分間続いた。分散が確認された。さらに 15 g の OmyaCaCO₃ が 2 g の二重処理ヒュームドシリカとともにゆっくりと添加され、30 分間混合された。分散が再び確認された。また別の 15 g の OmyaCaCO₃ がゆっくりと添加され、さらに 2 g の二重処理ヒュームドシリカとともに混合され、混合が 2 時間続いた。混合物は気密性のコンテナへと移された。

20

【0044】

硬化手順：混合物はその後、それぞれ表 2 および表 3 に示される量と成分の触媒、架橋剤、および接着促進剤と混合され、Hauchild スピードミキサーに配置され、9 ~ 14 日間熟成のため保持された。比較例 1 および 2 の混合物はその後、除去され、6.35 ミリメートル (1/4'') の深さのテフロンの鑄型に注がれた。

【0045】

比較例 1 は、表 2 に示されるように、架橋剤メチルトリメトキシシラン (MTMS) および接着促進剤トリス (トリメトキシシリルプロピル) イソシアヌレート (Iso-T) で作製された。

30

【表 2】

表 2

比較例 1	シラノール+CaCO ₃ +可塑剤+ヒュームドシリカ	48.5 g
触媒	チタンイソプロポキシドエチルアセチルアセトネート	0.5 g
架橋剤	MTMS	0.9 g
接着促進剤	Iso-T	0.2 g

【0046】

比較例 2 は、表 3 に示されるように、架橋剤ビニルトリメトキシシラン (VTMS) および接着促進剤 Iso-T が用いられたことを除いて、比較例 1 の通りに作製された。

40

【表 3】

表 3

比較例 2	シラノール+CaCO ₃ +可塑剤+ヒュームドシリカ	48.5 g
触媒	チタンイソプロポキシドエチルアセチルアセトネート	0.5 g
架橋剤	VTMS	0.9 g
接着促進剤	Iso-T	0.2 g

【0047】

実施例 1 の封止剤配合物の作製。

【表 4】

表 4

材料	グラム (g) 表記での量
シラノール (30000 cst)	33
OMYACARB FT-CaCO ₃	45
ZnO	5
二重処理ヒュームドシリカ	6
ジメチルポリシロキサン可塑剤	10

【0048】

10

実施例 1 の封止剤配合物は、表 4 に示された酸化亜鉛と様々な成分で作製された。実施例 1 は R o s s ミキサー内で以下の手順によって作製された：34 g のシラノールポリマーは R o s s ミキサー内に配置され、10 g の可塑剤は R o s s ケットル内に配置された。100 に加熱された。15 g の O m y a C a C O₃、2 g の二重処理ヒュームドシリカ、および 5 g の酸化亜鉛が混合しつつゆっくりと添加された。混合は 15 分間続いた。分散が確認された。さらに 15 g の O m y a C a C O₃ と 2 g の二重処理ヒュームドシリカがゆっくりと混合物へと添加された。混合が 30 分間続いた。分散が確認された。別の 15 g の O m y a C a C O₃ と 2 g の二重処理ヒュームドシリカがゆっくりと混合物へと添加された。混合は 2 時間続いた。混合物は気密性のコンテナへと移された。

【0049】

20

硬化手順：混合物はその後、表 5 に示される量と成分の触媒、架橋剤、および接着促進剤と、H a u c h i l d スピードミキサーにおいて混合され、9 ~ 14 日間熟成のため保持された。混合物はその後、取り出され、6.35 ミリメートル (1/4'') の深さのテフロンの鑄型に注がれた。

【0050】

実施例 1 は架橋剤 M T M S と接着促進剤 I s o - T で作製された。

【表 5】

表 5

実施例 1	シラノール + C a C O ₃ + 可塑剤 + ヒュームドシリカ	48.5 g
触媒	チタンイソプロポキシドエチルアセチルアセトネート	0.5 g
架橋剤	MTMS	0.9 g
接着促進剤	I s o - T	0.2 g

30

【0051】

実施例 2 の封止剤配合物の成分は表 6 に示される。

【表 6】

表 6

材料	グラム (g) 表記での量
シラノール (30000 cst)	34
OMYACARB FT-CaCO ₃	40
ZnO	10
二重処理ヒュームドシリカ	6
ジメチルポリシロキサン可塑剤	10

40

【0052】

実施例 2 の封止剤配合物は表 6 に示される酸化亜鉛とさまざまな成分で作製された。実施例 2 は以下の手順を用いて R o s s ミキサー内で作製された：34 g のシラノールが R o s s ミキサー内に配置され、そして 10 g の可塑剤が R o s s ケットル内に配置された。100 に加熱された。15 g の O m y a C a C O₃、2 g の二重処理ヒュームドシリカ、および 10 g の酸化亜鉛が混合しつつゆっくりと添加された。混合は 15 分間続いた

50

。分散が確認された。さらに10gのOmyaCaCO₃と2gの二重処理ヒュームドシリカがゆっくりと混合物へと添加された。混合が30分間続いた。分散が確認された。別の15gのOmyaCaCO₃と2gの二重処理ヒュームドシリカがゆっくりと混合物へと添加された。混合は2時間続いた。混合物は気密性のコンテナへと移された。

【0053】

硬化手順：混合物はその後、表7に示される量と成分の触媒、架橋剤、および接着促進剤と、Hauchildスピードミキサーにおいて混合され、9～14日間熟成のため保持された。混合物はその後、取り出され、6.35ミリメートル(1/4'')の深さのテフロンの鑄型に注がれた。

【0054】

実施例2は、架橋剤VTMSと接着促進剤Iso-Tならびに表7の様々な成分で作製された。

【表7】

表7

実施例2	シラノール+CaCO ₃ +可塑剤+ヒュームドシリカ	48.5g
触媒	チタンイソプロポキシドエチルアセチルアセトネート	0.5g
架橋剤	VTMS	0.9g
接着促進剤	Iso-T	0.2g

【0055】

不粘着時間および深部硬化の測定：実施例1～2および比較例1～2を6.35ミリメートル(1/4'')の深さのテフロンの鑄型へと投入した後、表面がアルミニウムのスペーサーで作られた。物質が最初に投入された時間で開始して、表面は10gの重りで確認され、それが不粘着であると見出されるまで15分のインターバル(最小)で物質が不粘着であることを測定した。実施例1～2および比較例1～2の不粘着時間のデータは図3に示される。

【0056】

深部硬化は以下のような溶媒膨潤実験によって測定された：実施例1～2および比較例1～2による樹脂の評価される部分は、型の厚さに沿った切り出しによって得られ(約5グラムの実施例1～2および比較例1～2のそれぞれからのサンプルが得られた)、100mlのトルエンで3日間膨潤された。実施例1～2および比較例1～2からのサンプルはトルエンから取り出され、3日間、周囲環境下で乾燥された。それぞれのサンプルは乾燥の後、再び重さが測られた。重さの差が、実施例1～2および比較例1～2からのトルエンに溶解した未硬化のサンプルの量を提供する。この測定は、封止剤の例をテフロンの鑄型へと投入した後、6, 24、および48時間の後で得られた。未硬化の例のパーセンテージは時間に対してプロットされた。

【0057】

比較例1および実施例1の深部硬化データは図4に示され、そして、比較例2および実施例2の深部硬化データは図5に示される。

【0058】

本発明のプロセスが特定の実施態様を参照して記載されてきた一方で、当業者は本発明の範囲から離れること無しにさまざまな変更がなされ、その要素が等価物によって置換されても良いことを理解するであろう。特定の状況もしくは物質を本発明の技術へとその本質的な範囲から離れることなく適応させるためにさらに多くの改善が成され得る。それゆえ、本発明は、ベストモードとして開示される特定の実施態様に限定するのではなく、本発明は添付する請求項の範囲に入るすべての実施態様を含むことを意図する。

10

20

30

40

【 図 1 】

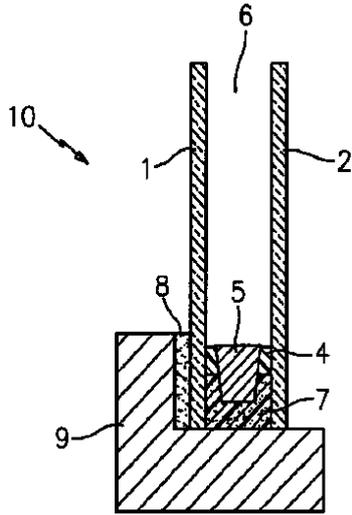


FIG. 1

【 図 2 】

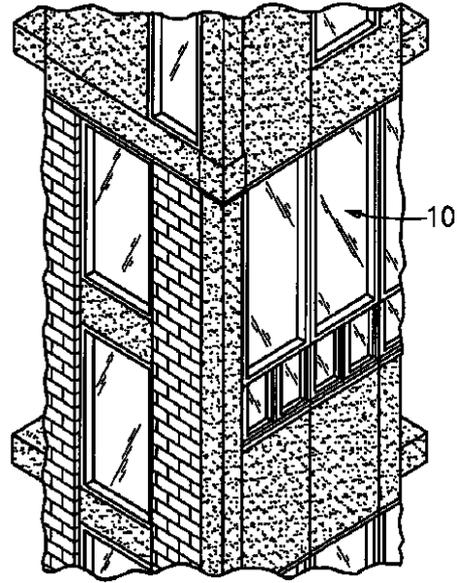
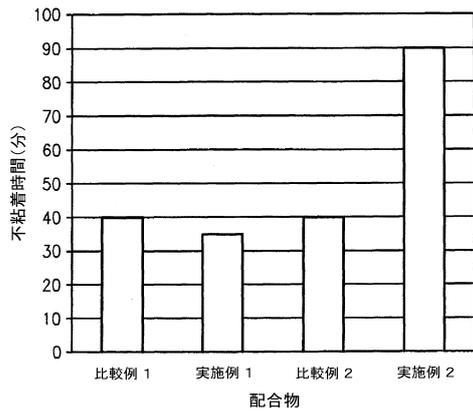
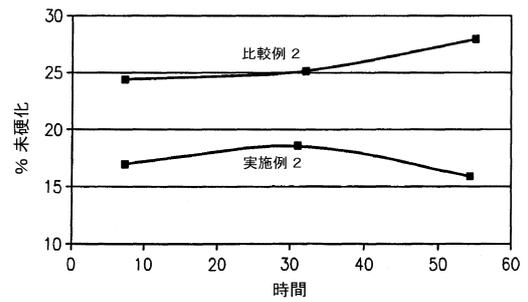


FIG. 2

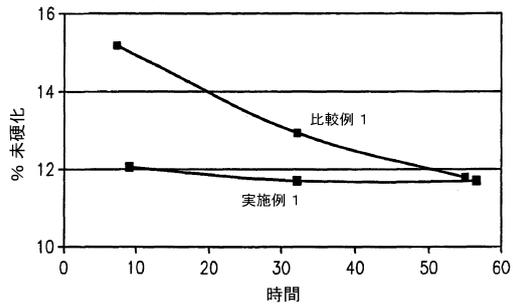
【 図 3 】



【 図 5 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 0 9 J 183/12	(2006.01)	C 0 9 J 11/08
C 0 9 J 171/02	(2006.01)	C 0 9 J 183/12
C 0 9 J 183/04	(2006.01)	C 0 9 J 171/02
E 0 6 B 3/56	(2006.01)	C 0 9 J 183/04
E 0 6 B 3/66	(2006.01)	E 0 6 B 3/56
		E 0 6 B 3/66

(72)発明者 ネサクマー, エドワード, ジョセフ
 インド共和国バンガロール5 6 0 0 1 7, パラヤ, ムルゲシュ, ナル・ウインド・トンネル・ロー
 ド, フィフス・クロス, アル・サイノ, 1 8

審査官 増永 淳司

(56)参考文献 特開平02-215862(JP, A)
 特開平06-200162(JP, A)
 特開2002-309219(JP, A)
 特開昭63-051495(JP, A)
 特開2002-338811(JP, A)
 特開2001-107023(JP, A)
 特開2003-226862(JP, A)
 特開2002-226708(JP, A)
 特開平05-194857(JP, A)
 特開2004-323633(JP, A)
 特開昭57-076055(JP, A)
 特開2003-327829(JP, A)
 特開2003-221506(JP, A)
 特開2002-348476(JP, A)
 特開平03-050287(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 K 3 / 1 0
 C 0 9 J 1 1 / 0 4
 C 0 9 J 1 1 / 0 6
 C 0 9 J 1 1 / 0 8
 C 0 9 J 1 7 1 / 0 2
 C 0 9 J 1 8 3 / 0 4
 C 0 9 J 1 8 3 / 0 6
 C 0 9 J 1 8 3 / 1 2
 E 0 6 B 3 / 5 6
 E 0 6 B 3 / 6 6