

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 5 区分

【発行日】平成20年5月15日(2008.5.15)

【公表番号】特表2008-503655(P2008-503655A)

【公表日】平成20年2月7日(2008.2.7)

【年通号数】公開・登録公報2008-005

【出願番号】特願2007-516742(P2007-516742)

【国際特許分類】

D 0 6 M 15/643 (2006.01)

B 3 2 B 27/00 (2006.01)

C 0 8 L 83/07 (2006.01)

C 0 8 L 83/05 (2006.01)

C 0 8 K 5/5425 (2006.01)

C 0 8 K 5/5435 (2006.01)

C 0 8 K 5/057 (2006.01)

C 0 8 K 5/00 (2006.01)

D 0 6 M 15/00 (2006.01)

D 0 6 M 13/144 (2006.01)

D 0 6 M 13/513 (2006.01)

【 F I 】

D 0 6 M 15/643

B 3 2 B 27/00 1 0 1

C 0 8 L 83/07

C 0 8 L 83/05

C 0 8 K 5/5425

C 0 8 K 5/5435

C 0 8 K 5/057

C 0 8 K 5/00

D 0 6 M 15/72

D 0 6 M 13/144

D 0 6 M 13/513

【手続補正書】

【提出日】平成20年3月31日(2008.3.31)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の各段階を含むバリア布帛の製法：

下記(1)～(6)から本質的に成るコーティング組成物を調製する段階：

(1) 一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの  $C_2 \sim C_6$  アルケニル基を有する、少なくとも一種のポリオルガノシロキサンオイル、

(2) 一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの水素原子を有する、少なくとも一種のポリハイドロゲンオルガノシロキサンオイル、

(3) 白金族に属する少なくとも一種の金属を含んで成る、触媒として有効な量の少なくとも一種の触媒、

(4) 下記(4.1)～(4.3)から本質的に成る接着促進剤：

(4.1) 3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン(MEMO)、

(4.2) 少なくとも一つのエポキシ基を含む、少なくとも一種の有機ケイ素化合物、及び

(4.3) 前記コーティング組成物の総量に基づいて、0.38～2.0重量%の、少なくとも一種の金属Mキレート及び/又は次の一般式の一種の金属アルコキシド： $M(OJ)_n$  (式中、nはMの原子価に等しく、そしてJは直鎖又は分岐鎖の $C_1 \sim C_8$ アルキルに等しく、MはTi、Zr、Ge、Li、Mn、Fe、Al及びMgから成る群から選択される。)、

(5)  $R_3SiO_{0.5}$  (M官能単位)、 $R_2SiO$  (D官能単位)、 $RSiO_{1.5}$  (T官能単位)、及び $SiO_2$  (Q官能単位)から成る群から選択される少なくとも二種の官能単位を有する、少なくとも一種のポリオルガノシロキサン樹脂、ここで、少なくとも一種の官能単位は、T又はQ官能単位であり、ここで、R基は同一又は異なり、そして直鎖又は分岐鎖の $C_1 \sim C_6$ アルキル、 $C_2 \sim C_4$ アルケニル、フェニル、又は3,3,3-トリフルオロプロピル基であり、前記樹脂は、0.1～20重量%のアルケニル基重量含有率を有する、並びに

(6) 少なくとも一種の架橋抑制剤；

10～45 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、織布の片面に第一のコーティングを適用する段階；

前記第一のコーティングを、少なくとも部分的に硬化させる段階；

20～105 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、前記少なくとも部分的に硬化させた第一のコーティング上に第二のコーティングを適用する段階、前記第二のコーティングの露出面を前記布帛の内面とみなし、そして前記布帛の未コーティング面を外面とみなす、そして

前記第一のコーティングの硬化速度が前記第二のコーティングの硬化温度よりも遅い条件で、前記第二のコーティングを硬化させる段階。

#### 【請求項2】

前記コーティングされたバリア布帛の内面に対して、第二の布帛を上重ねるさらなる段階を含む、請求項1に記載の方法。

#### 【請求項3】

前記コーティング組成物において：

一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの $C_2 \sim C_6$ アルケニル基を有する前記ポリオルガノシロキサンオイルが、10～70重量%存在し、

一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの水素原子を有する前記ポリハイドロゲンオルガノシロキサンオイルが、2～10重量%存在し、

前記接着促進剤が、1.1～1.2重量%存在し、

前記樹脂が、10～70重量%存在し、そして

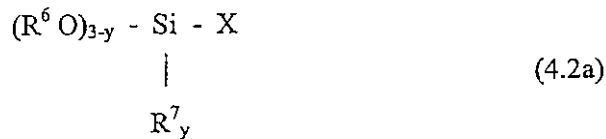
前記架橋抑制剤が、0.01～0.1重量%存在し、上記全ての重量%は、前記組成物の総重量に基づく、請求項1に記載の方法。

#### 【請求項4】

前記接着促進剤の前記有機ケイ素化合物が、下記：

次の一般式：

## 【化 1】



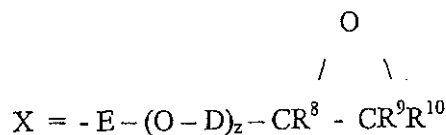
[ 式中、

$\text{R}^6$  は、直鎖又は分岐鎖の  $\text{C}_1 \sim \text{C}_4$  アルキル基であり、

$\text{R}^7$  は、直鎖又は分岐鎖のアルキル基であり、

$y$  は、0、1、2又は3に等しく、そして

## 【化 2】



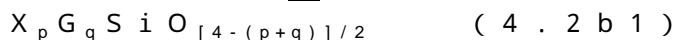
( 式中、

$\text{E}$  及び  $\text{D}$  は、同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の  $\text{C}_1 \sim \text{C}_4$  アルキルであり、

$z$  は、0又は1に等しく、

$\text{R}^8$ 、 $\text{R}^9$  及び  $\text{R}^{10}$  は、同一又は異なる基であり、そして水素、又は直鎖若しくは分岐鎖の  $\text{C}_1 \sim \text{C}_4$  アルキルであり、

あるいは、 $\text{R}^8$  及び  $\text{R}^9$  又は  $\text{R}^{10}$  は、上記エポキシを含む二つの炭素原子と一緒にあって、5員～7員のアルキル環を構成することができる。)である。)を含むか、又は次の式の少なくとも一種のシロキシ官能単位：



( 式中、

$\text{X}$  は、上記式 (4.2a) で定義される基であり、

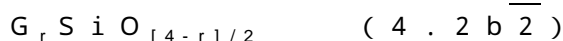
$\text{G}$  は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

$p$  は、1又は2であり、そして

$q$  は、0、1又は2であり、

ここで、 $p+q$  は1、2又は3である。)及び

次の式の随意選択的な、少なくとも一種のシロキシ官能単位：



( 式中、 $\text{G}$  は上記と同一の意味を有し、そして  $r$  は0～3の値を有する。)、

を含むエポキシ官能ポリジオルガノシロキサン、

のどちらかを含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記接着促進剤の有機ケイ素化合物が、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (GLYMO) である、請求項4に記載の方法。

## 【請求項 6】

前記接着促進剤の金属アルコキシドが、アルコキシチタンである、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 7】

前記接着促進剤のアルコキシチタンが、ブチルチタネートである、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記接着促進剤が、下記：

3 - トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン (MEMO)、

3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (GLYMO)、及び

ブチルチタネート、

から本質的に成る、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記接着促進剤の総重量に基づく重量％で表される前記接着促進剤の成分の重量割合が、次の通りである、請求項 8 に記載の方法：

MEMO は、15 ~ 70 重量％の範囲で存在し、

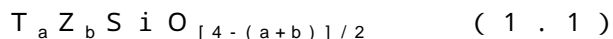
前記有機ケイ素化合物は、70 ~ 15 重量％の範囲で存在し、そして

前記金属キレート又はアルコキシドは、5 ~ 30 重量％の範囲で存在する。

【請求項 10】

一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの  $C_2 \sim C_6$  アルケニル基を有する前記ポリオルガノシロキサンオイルが、下記を含んで成る、請求項 1 に記載の方法：

(i) 次の式のシロキシル官能単位：



(式中、

T は、アルケニル基、好ましくはビニル又はアリルであり、

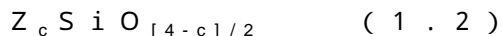
Z は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

a は、1 又は 2 であり、

b は、0, 1、又は 2 であり、そして

a + b は、1 ~ 3 である。)、及び

(ii) 随意選択的な、次の式の他のシロキシ官能単位：



(式中、

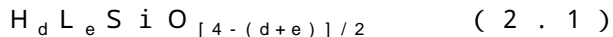
Z は、上記と同一の意味を有し、そして

c は、0 ~ 3 の値を有する。)

【請求項 11】

一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの水素原子を有する前記ポリハイドロゲンオルガノシロキサンオイルが、下記を含んで成る、請求項 1 に記載の方法：

(i) 次の式のシロキシル官能単位：



(式中、

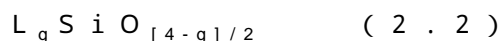
L は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

d は、1 又は 2 であり、

e は、0, 1 又は 2 であり、そして

d + e は、1 ~ 3 の値を有する。)、及び

(ii) 随意選択的な、次の平均式の他のシロキシ官能単位：



(式中、

L は、上記と同一の意味を有し、そして

g は、0 ~ 3 の値を有する。)

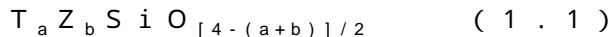
【請求項 12】

次の各段階を含むバリア布帛の製法：

下記 (1) ~ (6) から本質的に成るコーティング組成物を調製する段階、

( 1 ) 下記 ( i ) 及び ( i i ) を含んでなる、一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの  $C_2 \sim C_6$  アルケニル基を有する少なくとも一種の前記ポリオルガノシロキサンオイル：

( i ) 次の式のシロキシル官能単位：



( 式中、

T は、アルケニル基、好ましくはビニル又はアリルであり、

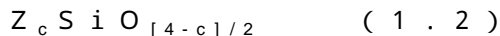
Z は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

a は、1 又は 2 であり、

b は、0, 1 又は 2 であり、そして

a + b は、1 ~ 3 である。 )、及び

( i i ) 随意選択的な、次の式の他のシロキシ官能単位：



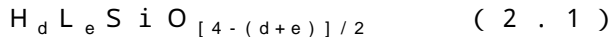
( 式中、

Z は、上記と同一の意味を有し、そして

c は、0 ~ 3 の値を有する。 )、

( 2 ) 下記 ( i ) 及び ( i i ) を含んでなる、一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの水素原子を有する、少なくとも一種のポリヒドロゲンオルガノシロキサンオイル：

( i ) 次の式のシロキシル官能単位：



( 式中、

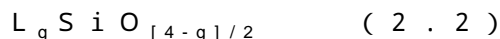
L は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

d は、1 又は 2 であり、

e は、0, 1 又は 2 であり、そして

d + e は、1 ~ 3 の値を有する。 ) ; 及び、

( i i ) 随意選択的な、次の平均式の他のシロキシ官能単位：



( 式中、

L は、上記と同一の意味を有し、そして

g は、0 ~ 3 の値を有する。 )、

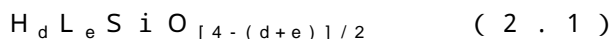
( 3 ) 白金族に属する少なくとも一種の金属を含んで成る、触媒として有効な量の少なくとも一種の触媒、

( 4 ) 下記から本質的に成る接着促進剤：

3 - トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン ( MEMO )

下記を含んで成る少なくとも一種の有機ケイ素化合物：

( i ) 次の式のシロキシル官能単位：



( 式中、

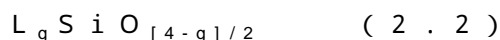
L は、前記触媒の活性に好ましくないいかなる作用も有しない一価の炭化水素基であり、

d は、1 又は 2 であり、

e は、0, 1 又は 2 であり、そして

d + e は、1 ~ 3 の値を有する。 ) ; 及び

( i i ) 随意選択的な、次の平均式の他のシロキシ官能単位：



( 式中、

L は、上記と同一の意味を有し、そして

$g$  は、0 ~ 3 の値を有する。)、及び

前記コーティング組成物の総量に基づいて、0.38 ~ 2.0 重量%のアルコキシチタン、

(5)  $R_3SiO_{0.5}$  (M官能単位)、 $R_2SiO$  (D官能単位)、 $RSiO_{1.5}$  (T官能単位)、及び $SiO_2$  (Q官能単位) から成る群から選択される少なくとも二種の官能単位を有する、少なくとも一種のポリオルガノシロキサン樹脂、ここで、少なくとも一種の官能単位は、T又はQ官能単位であり、ここで、R基は同一又は異なり、そして直鎖又は分岐鎖の $C_1 \sim C_6$ アルキル、 $C_2 \sim C_4$ アルケニル、フェニル、又は3,3,3-トリフルオロプロピル基であり、前記樹脂は、0.1 ~ 20 重量%のアルケニル基重量含有率を有する、並びに

(6) 下記から成る群から選択される少なくとも一種の架橋抑制剤；

随意選択的に環状であることができ、少なくとも一つのアルケニル基で置換されているポリオルガノシロキサン、

ピリジン、

有機ホスフィン及びフォスファイト、

不飽和アミド、

アルキルマレエート、及び

アルキルアルコール、

10 ~ 45 g / m<sup>2</sup> の前記コーティング組成物を用いて、織布の片面に第一のコーティングを適用する段階；

前記第一のコーティングを、少なくとも部分的に硬化させる段階；

20 ~ 105 g / m<sup>2</sup> の前記コーティング組成物を用いて、前記少なくとも部分的に硬化させた第一のコーティング上に第二のコーティングを適用する段階、前記第二のコーティングの露出面を前記布帛の内面とみなし、そして前記布帛の未コーティング面を外面とみなす、そして

前記第一のコーティングの硬化速度が前記第二のコーティングの硬化温度よりも遅い条件下、前記第二のコーティングを硬化させる段階。

#### 【請求項13】

次の各段階を含むバリア布帛の製法：

下記(1) ~ (6) から本質的に成るコーティング組成物を調製する段階、

(1) 60,000 cps の粘度及び90,000 の平均分子量を有する、40 重量%のMDVIQ樹脂と、60 重量%のビニル末端ポリジメチルシロキサンオイルとの混合物、

(2) 25 cps の粘度と、2,500 の平均分子量と、0.7 重量%の水素原子とを有し、鎖の末端及び規則的な間隔の鎖上にあるケイ素原子に結合した水素原子を含むポリハイドロゲンオルガノシロキサンオイル架橋剤、

(3) 触媒として有効な量の塩化白金酸、

(4) 下記から本質的に成る接着促進剤；

3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン(MEMO)；

3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(GLYMO)；及び

前記コーティング組成物の総重量に基づいて、0.38 ~ 2.0 重量%のブチルチタネート；

(5) 100,000 cps の粘度及び約110,000 g / モルの平均分子量を有するビニル末端ポリジメチルシロキサンオイル、及び

(6) 1-エチニル-1-シクロヘキサノール；

10 ~ 45 g / m<sup>2</sup> の前記コーティング組成物を用いて、織布の片面に第一のコーティングを適用する段階；

前記第一のコーティングを、少なくとも部分的に硬化させる段階；

20 ~ 105 g / m<sup>2</sup> の前記コーティング組成物を用いて、前記少なくとも部分的に硬化させた第一のコーティング上に第二のコーティングを適用する段階、前記第二のコーテ

ィングの露出面を前記布帛の内面とみなし、そして前記布帛の未コーティング面を外面とみなす、そして

前記第一のコーティングの硬化速度が前記第二のコーティングの硬化温度よりも遅い条件下で、前記第二のコーティングを硬化させる段階。

【請求項 14】

前記コーティングされたバリア布帛の前記内面に対して、第二の布帛を上重ねるさらなる段階を含む、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

次の各段階を含む方法により製造されたバリア布帛：

下記(1)～(6)から本質的に成るコーティング組成物を調製する段階：

(1) 一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの  $C_2 \sim C_6$  アルケニル基を有する、少なくとも一種のポリオルガノシロキサンオイル、

(2) 一分子当たり、ケイ素と結合した少なくとも二つの水素原子を有する、少なくとも一種のポリハイドロゲンオルガノシロキサンオイル、

(3) 白金族に属する少なくとも一種の金属を含んで成る、触媒として有効な量の少なくとも一種の触媒、

(4) 下記(4.1)～(4.3)から本質的に成る接着促進剤：

(4.1) 3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン(MEMO)、

(4.2) 少なくとも一つのエポキシ基を含む、少なくとも一種の有機ケイ素化合物、及び

(4.3) 前記コーティング組成物の総量に基づいて、0.38～2.0重量%の、少なくとも一種の金属Mキレート及び/又は次の一般式の一つの金属アルコキシド： $M(OJ)_n$  (式中、 $n$ はMの原子価に等しく、そしてJは直鎖又は分岐鎖の  $C_1 \sim C_8$  アルキルに等しく、MはTi、Zr、Ge、Li、Mn、Fe、Al、そしてMgから成る群から選択される。)、

(5)  $R_3SiO_{0.5}$  (M官能単位)、 $R_2SiO$  (D官能単位)、 $RSiO_{1.5}$  (T官能単位)、及び  $SiO_2$  (Q官能単位) から成る群から選択される少なくとも二種の官能単位を有する、少なくとも一種のポリオルガノシロキサン樹脂、ここで、少なくとも一種の官能単位は、T又はQ官能単位であり、ここで、R基は同一又は異なり、そして直鎖又は分岐鎖の  $C_1 \sim C_6$  アルキル、 $C_2 \sim C_4$  アルケニル、フェニル、又は3,3,3-トリフルオロプロピル基であり、前記樹脂は、0.1～20重量%のアルケニル基重量含有率を有する、並びに

(6) 少なくとも一種の架橋抑制剤；

30～45 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、織布の片面に第一のコーティングを適用する段階；

前記第一のコーティングを、少なくとも部分的に硬化させる段階；

90～105 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、前記少なくとも部分的に硬化させた第一のコーティング上に第二のコーティングを適用する段階、前記第二のコーティングの露出面を前記布帛の内面とみなし、そして前記布帛の未コーティング面を外面とみなす、そして

前記第一のコーティングの硬化速度が前記第二のコーティングの硬化温度よりも遅い条件下で、前記第二のコーティングを硬化させる段階。

【請求項 16】

前記コーティングされたバリア布帛の前記内面の上に重なる第二の布帛を有する、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

請求項 4 に記載の方法により製造されたバリア布帛。

【請求項 18】

請求項 6 に記載の方法により製造されたバリア布帛。

【請求項 19】

請求項 8 に記載の方法により製造されたバリア布帛。

【請求項 20】

請求項 12 に記載の方法により製造されたバリア布帛。

【請求項 21】

第二の布帛が、前記コーティングされたバリア布帛の前記内面の上に重なる、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

次の各段階を含む方法により製造されたバリア布帛：

下記(1)～(6)から本質的に成るコーティング組成物を調製する段階：

(1) 60,000 cps の粘度及び 90,000 の平均分子量を有する、40 重量 % の MDVIQ 樹脂と、60 重量 % のビニル末端ポリジメチルシロキサンオイルとの混合物、

(2) 25 cps の粘度と、2,500 の平均分子量と、0.7 重量 % の水素原子とを有し、鎖の末端及び規則的な間隔の鎖上にあるケイ素原子に結合した水素原子を含むポリヒドロゲンオルガノシロキサンオイル架橋剤、

(3) 触媒として有効な量の塩化白金酸、

(4) 下記から本質的に成る接着促進剤、

3-トリメトキシシリルプロピルメタクリレートシラン(MEMO)；

3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン(GLYMO)；及び

前記コーティング組成物の総重量に基づいて、0.38～2.0 重量 % のブチルチタネート；

(5) 100,000 cps の粘度と、約 110,000 g/mol の平均分子量とを有するビニル末端ポリジメチルシロキサンオイル、並びに

(6) 1-エチニル-1-シクロヘキサノール；

10～45 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、織布の片面に第一のコーティングを適用する段階；

前記第一のコーティングを、少なくとも部分的に硬化させる段階；

20～105 g/m<sup>2</sup>の前記コーティング組成物を用いて、前記少なくとも部分的に硬化させた第一のコーティング上に第二のコーティングを適用する段階、前記第二のコーティングの露出面を前記布帛の内面とみなし、そして前記布帛の未コーティング面を外面とみなす、そして

前記第一のコーティングの硬化速度が前記第二のコーティングの硬化速度よりも遅い条件下、前記第二のコーティングを硬化させる段階。

【請求項 23】

前記布帛が、前記コーティングされたバリア布帛の内面の上に重なっている第二の布帛を有する、請求項 22 に記載の方法により製造されたバリア布帛。