

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4860971号
(P4860971)

(45) 発行日 平成24年1月25日(2012.1.25)

(24) 登録日 平成23年11月11日(2011.11.11)

(51) Int.Cl.

C08L 83/06 (2006.01)
C08K 5/54 (2006.01)

F 1

C08L 83/06
C08K 5/54

請求項の数 2 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2005-276114 (P2005-276114)
 (22) 出願日 平成17年9月22日 (2005.9.22)
 (65) 公開番号 特開2006-89746 (P2006-89746A)
 (43) 公開日 平成18年4月6日 (2006.4.6)
 審査請求日 平成17年9月22日 (2005.9.22)
 (31) 優先権主張番号 102004046179.1
 (32) 優先日 平成16年9月23日 (2004.9.23)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

前置審査

(73) 特許権者 390008969
 ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャフト
 Wacker Chemie AG
 ドイツ連邦共和国 ミュンヘン ハンス-ザイデループラッツ 4
 Hanns-Seidel-Platz 4, D-81737 Muenchen, Germany
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100112793
 弁理士 高橋 佳大

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】有機ケイ素化合物を基礎とする架橋可能なコンパウンド

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下の

(A) 少なくとも 2 個のヒドロキシリル基又は少なくとも 2 個の加水分解可能な基を有する、一般式

$$Y_3 - c R^1 - c SiO - [R^1 - SiO]_d - SiR^1 - c Y_3 - c \quad (III)$$

[式中、

c は 0、1 又は 2 であり、

R¹ は同一又は異なってよく、かつ置換又は非置換の一価の炭化水素基を意味し、前記基はヘテロ原子によって中断されていてよく、R¹ は同一又は異なってよく、かつヒドロキシリル基又は加水分解可能な基を意味し、かつ d は 200 ~ 1000 の整数である] の有機ケイ素化合物、

(B) 式

 $O - (R_2 SiO)_n SiR_3 \quad (II)$

[式中、

R¹ はメチル基を意味し、n についての平均値は、式 (II) の化合物が 25 で測定して 10 ~ 500 mm² / 秒の粘度を有するように選択される] の実質的に直鎖状のジオルガノシロキサン、及び

(C) 6 個までのケイ素原子を有する架橋剤、

(D) 触媒、

10

20

(E) 可塑剤、

(F) 充填剤、

(G) グリシドキシプロピル基、アミノプロピル基又はメタクリルオキシプロピル基を有するシラン及びオルガノポリシロキサン並びにテトラアルコキシシランからなる群から選択される定着剤及び

(H) 顔料、着色剤、香料、酸化防止剤、導電性カーボンブラック、難燃剤、光保護剤、SiC結合したメルカプトアルキル基を有するシラン、発泡剤、熱安定剤及びチキソトロピー剤及び有機溶剤からなる群から選択される添加剤

からなり [但し、架橋剤 (C) は、グリシドキシプロピル基、アミノプロピル基又はメタクリルオキシプロピル基を有するシラン及び SiC 結合したメルカプトアルキル基を有するシラン並びにテトラアルコキシシランからなる群から選択されるものではない] 、使用される式 (II) の単位から構成される有機ケイ素化合物 (B) が、 25 で 10 ~ 50 0 mm² / 秒の粘度を有し、かつ式 (II) の単位から構成される有機ケイ素化合物 (B) を、架橋可能なコンパウンド 100 質量部に対して、 0.1 ~ 1.5 質量部の量で含有し、触媒 (D) を、有機ケイ素化合物 (A) 100 質量部に対して、 0 ~ 3 質量部の量で含有し、可塑剤 (E) を、有機ケイ素化合物 (A) 100 質量部に対して、 0 ~ 300 質量部の量で含有し、充填剤 (F) を、有機ケイ素化合物 (A) 100 質量部に対して、 0 ~ 300 質量部の量で含有し、定着剤 (G) を、有機ケイ素化合物 (A) 100 質量部に対して、 0 ~ 50 質量部の量で含有し、かつ添加剤 (H) を、有機ケイ素化合物 (A) 100 質量部に対して、 0 ~ 100 質量部の量で含有する架橋可能なコンパウンド。 20

【請求項 2】

請求項 1 記載のコンパウンドの架橋によって製造される成形体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機ケイ素化合物を基礎とし、引張応力が調節可能で架橋可能なコンパウンド、その製造方法並びにその使用に関する。

【背景技術】

【0002】

有機ケイ素化合物を基礎とする架橋可能なコンパウンドは既に多数知られている。水の排除下に貯蔵可能で、水の進入時に室温で加硫してエラストマーとなる 1 成分シールコンパウンドも同様に知られている。これらの生成物は多量に、例えば建築工業で使用される。これらのシールコンパウンドの化学的な基礎となるものは、OH 基又は加水分解可能な基、例えばアセトキシ基のような反応性置換基を有するシリル末端基を有する直鎖状ポリマーである。更に、これらの混合物は、通常は充填剤、非反応性可塑剤及び場合により架橋剤、触媒及び添加剤を含有する。硬化後の試験体の 100% 伸び時の応力値であるシールコンパウンドの引張応力は多くの用途のためには低いことが望ましい。それによって、継ぎ目が伸びた時に継ぎ目の側面の引張応力ができる限り小さいこと、そして下地からのシールコンパウンドの引裂が回避されることが保証される。引張応力が低いシールコンパウンドのために特に必要とされる長い鎖長は非常に高いポリマー粘度をもたらすので、該シールコンパウンドは未架橋状態では取り扱いが困難である。こうして、容器からの圧出は困難にのみ可能であるか、又は加工の際に不所望に長い糸引き (Fadenzug) を有することがある。 30

【0003】

更に、非反応性の可塑剤と活性充填剤の量に関連して引張応力を変動させられることも長い間知られている。しかしながらこの場合には、例えば可塑剤が多すぎる場合又は活性充填剤が少なすぎる場合に該コンパウンドが低粘度になり、それによりペースト状のシールコンパウンドの適用挙動が害されるため任意に変動させることができないということで制限を受ける。更に、部分的に鎖端に非反応性の基を有する高粘性のポリマーを使用することが知られている。例えば U.S. - A 6, 235, 832 号に、ビニル末端ポリジメチル 40

10

20

30

40

50

シロキサンと Si - H 含有の架橋剤との反応によって得られるポリマーが記載されている。しかしながらその際、非反応性の高粘性の成分が硬化後のシールコンパウンドから浸出し、基体の汚損が引き起こされうるという危険性がある。U.S.-A.3,542,901号は、反応性末端基と非反応性末端基の無作為な分布を有し、その際、全体で非反応性鎖端は最大で 40% のみ存在してよい、脱アルコール型の RTV1 系において、有利には高粘性の直鎖状ポリシロキサンを使用することを記載している。しかしながら、これにより不所望に高い加硫物硬度を有する生成物がもたらされる。

【特許文献 1】U.S.-A.6,235,832号

【特許文献 2】U.S.-A.3,542,901号

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の課題は、水の排除下に貯蔵可能で、水が進入した場合に室温で架橋してエラストマーになるコンパウンドであって、簡単な様式及び方法で製造でき、そして容易に入手可能な出発物質から出発でき、良好に加工可能であり、非常に高い貯蔵安定性及び高い架橋速度に優れ、引張応力を調節可能なシールコンパウンドを製造できる架橋可能なコンパウンドを提供することであった。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明の対象は、有機ケイ素化合物を基礎とし、式

20



[式中、

R は同一又は異なってよく、かつ置換又は非置換の一価の炭化水素基を意味し、前記基はヘテロ原子によって中断されていてよく、

a は 0 又は 1 であり、かつ

b は 0、1、2 又は 3 であるが、但し、

該有機ケイ素化合物は a = 1 の式 (I) の単位を 1 つ有し、かつ 25 で 5 ~ 1000 mPa · s の粘度を有する] の単位からの有機ケイ素化合物を使用して製造できる架橋可能なコンパウンドである。

【0006】

30

有利には本発明により使用される式 (I) の単位からの有機ケイ素化合物は、実質的に直鎖状で、有利には末端ヒドロキシル基を有するジオルガノシロキサン、特に有利には式



[式中、

R は前記の意味を有し、n についての平均値は、式 (II) の化合物が 25 で測定して 5 ~ 1000 mPa · s の粘度を有するように選択される] のジオルガノポリシロキサンである。

【0007】

式 (II) に示されていないか、もしくはジオルガノポリシロキサンの表示から引き出すことができないが、製造上、10 モル%まで、有利には 1 モル%までのジオルガノシロキサン単位は別のシロキサン単位、例えば R₃SiO_{1/2} 単位、R₂SiO_{3/2} 単位及び SiO_{4/2} 単位 [式中、R はそれについて前記の意味を有する] によって交換されていてよいが、これは好ましくはない。

【0008】

40

本発明の範囲では、オルガノポリシロキサンという表現は、ポリマーのシロキサン、オリゴマーのシロキサンも、ダイマーのシロキサンも共に含むことが望ましい。

【0009】

好ましくは、基 R は、1 ~ 18 個の炭素原子を有し、場合によりハロゲン原子、アミノ基、エーテル基、エステル基、エポキシ基、メルカプト基、シアノ基又は (ポリ) グリコール基 (これらはオキシエチレン単位及び / 又はオキシプロピレン単位から構成されてい

50

る)で置換されている一価の炭化水素基、特に好ましくは1~12個の炭素原子を有する炭化水素基、特にメチル基である。

【0010】

基Rの例は、アルキル基、例えばメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、1-n-ブチル基、2-n-ブチル基、イソブチル基、t-ブチル基、n-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、t-ペンチル基、ヘキシル基、例えばn-ヘキシル基、ヘプチル基、例えばn-ヘプチル基、オクチル基、例えばn-オクチル基及びイソオクチル基、例えば2,2,4-トリメチルペンチル基、ノニル基、例えばn-ノニル基、デシル基、例えばn-デシル基、ドデシル基、例えばn-ドデシル基、オクタデシル基、例えばn-オクタデシル基、シクロアルキル基、例えばシクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基及びメチルシクロヘキシル基、アルケニル基、例えばビニル基、1-プロペニル基及び2-プロペニル基、アリール基、例えばフェニル基、ナフチル基、アントリル基及びフェナントリル基、アルカリール基、例えばo-トリル基、m-トリル基、p-トリル基、キシリル基及びエチルフェニル基及びアラルキル基、例えばベンジル基、-フェニルエチル基及び-フェニルエチル基である。

【0011】

置換された基Rのための例は、3-アミノプロピル基、3-(2-アミノエチル)アミノプロピル基、3-シクロヘキシルアミノプロピル基、N-シクロヘキシルアミノメチル基、3-グリシドキシプロピル基及び3-メタクリルオキシプロピル基である。

【0012】

式(I)の単位からの有機ケイ素化合物のための例は、(Me₃SiO)₃Si-OH、HO(SiMe₂O)₆SiMe₃、HO(SiViMeO)₉SiMe₃及びHO(SiMe₂O)₄SiViMe₂であり、その際、Meはメチル基であり、かつViはビニル基である。

【0013】

特に、本発明により使用される式(I)の単位からの有機ケイ素化合物は、25で5~1000mPa·sの粘度を有する-ヒドロキシ、-トリアルキルシリルポリジアルキルシロキサン、殊に有利には25で5~1000mPa·sの粘度を有する-ヒドロキシ、-トリメチルシリルポリジメチルシロキサンである。

【0014】

本発明により使用される式(I)の単位からの有機ケイ素化合物は、25で有利には10~500mm²/秒、特に有利には20~200mm²/秒の粘度を有する。

【0015】

本発明により使用される式(I)の単位からの有機ケイ素化合物は、化学において一般的な方法に従って、例えばトリメチルシラノールとヘキサメチルシクロトリシロキサンとをフッ化カリウムの存在下に反応させることによって製造できる。

【0016】

本発明によるコンパウンドは、式(I)の単位からの有機ケイ素化合物を、それぞれ架橋可能なコンパウンド100質量部に対して、有利には0.1~1.5質量部、特に有利には0.1~1.0質量部、特に0.5~5質量部の量で含有する。

【0017】

本発明によるコンパウンドは、エラストマーへと架橋可能で、有機ケイ素化合物を基礎とする任意の今までに知られた型、例えば室温で加硫可能な1成分又は2成分のオルガノポリシロキサンコンパウンド(いわゆるRTVコンパウンド)である。架橋可能なコンパウンドは、この場合に充填剤不含であってよいが、また活性充填剤又は不活性充填剤を含有してもよい。

【0018】

通常、かかるコンパウンド中で使用される成分の種類及び量は既に公知である。

【0019】

本発明により使用される式(I)の単位からの有機ケイ素化合物は、この場合に任意に

10

20

30

40

50

本発明による架橋可能なコンパウンドの別の成分と混合してよい。このように、これらの成分は後続の工程として、さもなくば完成したシリコーンゴム配合物中に混入するか、又はシリコーンゴム混合物の製造の間に導入してよい。しかしながら式(Ⅰ)の単位からの有機ケイ素化合物は、1種もしくは複数種の使用される成分中に事前に混合してもよい。

【0020】

本発明によるコンパウンドの製造のための混合工程は、有利には簡単な機械的な配合である。基礎媒体の粘稠性及び粘性に応じて、該混合工程は、混練機、溶解機、Z-ミキサ又は簡単な攪拌機中で行ってよい。混合工程は、有利には低減された周囲圧で実施される。しかしながら常圧又は高圧下での混合も可能である。同様に簡易化のために、混合工程を周囲温度で実施することが好ましい。しかしながら、高められた温度で又は冷却下に混合することも可能である。

【0021】

有利には、本発明によるコンパウンドは、縮合反応によって架橋可能なコンパウンドである。

【0022】

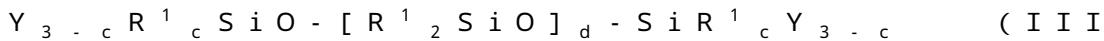
有利には本発明による縮合によって架橋可能なコンパウンドは、以下の(A)少なくとも2個のヒドロキシル基又は少なくとも2個の加水分解可能な基を有する有機ケイ素化合物、

(B)式(Ⅰ)の単位からの有機ケイ素化合物、及び
(C)架橋剤

の使用下に製造可能なコンパウンドである。

【0023】

本発明により使用される有機ケイ素化合物(A)は、有利には一般式



)

[式中、

cは0、1又は2であり、

R¹は同一又は異なってよく、かつRについて示した意味を有し、

Yは同一又は異なってよく、かつヒドロキシル基又は加水分解可能な基を意味し、かつ

dは200~10000の整数、有利には300~3000の整数、特に有利には400~2000の整数である]の有機ケイ素化合物である。

【0024】

基R¹のための例は、基Rについて前記の例である。

【0025】

有利には、基R¹は1~18個の炭素原子を有し、場合によりハロゲン原子、アミノ基、エーテル基、エステル基、エポキシ基、メルカプト基、シアノ基又は(ポリ)グリコール基(これらはオキシエチレン単位及び/又はオキシプロピレン単位から構成されている)で置換されている一価の炭化水素基、特に有利には1~12個の炭素原子を有する炭化水素基、特にメチル基である。

【0026】

基Yのための例は、ヒドロキシル基並びに今までに知られた全ての加水分解可能な基、例えばアセトキシ基、オキシマト基及びオルガニルオキシ基、例えばアルコキシ基、例えばエトキシ基、アルコキシエトキシ基及びメトキシ基である。

【0027】

有利には、基Yはアセトキシ基及びヒドロキシル基、特に有利にはヒドロキシル基である。

【0028】

式(III)中の数dについての平均値は、有利には、式(III)のオルガノポリシリカサンが、それぞれ25の温度で測定して、1000~2500000mPa·s、特に有利には4000~800000mPa·sの粘度を有するように選択される。

10

20

30

40

50

【0029】

式(II)に示されていないが、10モル%までのジオルガノシロキサン単位は別のシロキサン単位、例えば $R^1_3SiO_{1/2}$ 単位、 $R^1SiO_{3/2}$ 単位及び $SiO_{4/2}$ 単位[式中、 R^1 は前記にそれについて示した意味を有する]によって交換されていてよい。

【0030】

本発明によるコンパウンド中に使用されるオルガノポリシロキサン(A)のための例は、

$(MeCOO)_2MeSiO[SiMe_2O]_{200-2000}SiMe(OOCMe)$

$(OH)Me_2SiO[SiMe_2O]_{200-2000}SiMe_2(OH)$ 、

$(MeCOO)_2EtSiO[SiMe_2O]_{200-2000}SiEt(OOCMe)$

及び

$(MeCOO)_2ViSiO[SiMe_2O]_{200-2000}SiVi(OOCMe)$

であり、その際、 Me はメチル基を意味し、 Et はエチル基を意味し、かつ Vi はビニル基を意味する。

【0031】

本発明によるコンパウンドで使用される有機ケイ素化合物(A)は商慣習上の製品であるか、もしくはケイ素化学において公知の方法に従って、例えば $, -$ -ジヒドロキシボリオルガノシロキサンと相応のオルガニルオキシシランとを反応させることによって製造できる。

【0032】

本発明によるコンパウンド中で場合により使用される架橋剤(C)に関しては、今までにも縮合によって架橋可能なコンパウンドで使用されてきた全ての架橋剤、例えばアセトキシ基、オキシマト基及びオルガニルオキシ基から選択される少なくとも3つの加水分解可能な基を有する架橋剤を使用してよい。

【0033】

架橋剤(C)のための例は、オルガニルオキシシラン、オキシモシラン及びアセトキシシラン並びにそれらの部分加水分解物、例えばメチルトリニアセトキシシラン、エチルトリニアセトキシシラン、プロピルトリニアセトキシシラン、ビニルトリニアセトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラ-イソプロポキシシラン、テトラ-n-プロポキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン及びビニルトリエトキシシラン並びにそれらの部分加水分解物である。

【0034】

部分加水分解物は、この場合に部分単独加水分解物(Teilhomohydrolysate)、すなわち1種の有機ケイ素化合物の部分加水分解物でも、また部分共加水分解物(Teilcohydrolysate)、すなわち少なくとも2種の異なる種類の有機ケイ素化合物の部分加水分解物でもよい。

【0035】

本発明によるコンパウンドで場合により使用される架橋剤(C)は、有機ケイ素化合物の部分加水分解物であり、従って6個までのケイ素原子を有するものが好ましい。

【0036】

有利には、架橋剤(C)としては、メチルトリニアセトキシシラン、エチルトリニアセトキシシラン、プロピルトリニアセトキシシラン及びビニルトリニアセトキシシラン及び/又はそれらの部分加水分解物が使用される。

【0037】

本発明によるコンパウンドにおいて架橋剤が使用される場合に、それぞれ成分(A)100質量部に対して、有利には0.05~10質量部、好ましくは0.2~5質量部の量である。

【0038】

本発明によるコンパウンドで場合により使用される架橋剤（C）は商慣習上の製品であるか、もしくはケイ素化学において公知の方法に従って製造できる。

【0039】

前記の成分（A）、（B）及び場合により（C）の他に、本発明によるコンパウンドはここで、今までにも縮合反応において架橋可能なコンパウンド中に使用されていてた全ての他の物質、例えば触媒（D）、可塑剤（E）、充填剤（F）、定着剤（G）及び添加剤（H）を含有してよい。

【0040】

場合により使用される触媒（D）のための例は、今までに既に知られたチタン化合物及び有機スズ化合物、例えばジ-n-ブチルスズジラウレート及びジ-n-ブチルスズジアセテート、ジ-n-ブチルスズオキシド、ジオクチルスズジアセテート、ジオクチルスズジラウレート、ジオクチルスズオキシド並びにこれらの化合物とアルコキシラン、例えばテトラエトキシシランとの反応生成物であり、その際、テトラエチルシリケート加水分解物においてはジ-n-ブチルスズジアセテートとジブチルスズオキシドが好ましく、そしてテトラエチルシリケート加水分解物においてはジ-n-ブチルスズオキシドが特に好ましい。

【0041】

本発明によるコンパウンドが触媒（D）を含有する場合には、それぞれ成分（A）100質量部に対して、有利には0.01～3質量部、好ましくは0.05～2質量部の量である。

【0042】

場合により使用される可塑剤（E）のための例は、トリメチルシロキシ基によって末端封鎖された室温で液状の、25で50～1000mPa·sの範囲の粘度を有するジメチルポリシロキサン並びに高沸点炭化水素、例えばナフテン単位及びパラフィン単位からなるパラフィン油又は鉛油である。

【0043】

本発明によるコンパウンドは可塑剤（E）を、それぞれオルガノポリシロキサン（A）100質量部に対して、有利には0～300質量部、特に有利には10～200質量部、特に20～100質量部の量で含有する。

【0044】

場合により使用される充填剤（F）のための例は非補強充填剤、従って50m²/gまでのBET表面積を有する充填剤、例えば石英、珪藻土、ケイ酸カルシウム、ケイ酸ジルコニウム、ゼオライト、金属酸化物粉末、例えば酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化鉄又は酸化亜鉛もしくはこれらの混合酸化物、硫酸バリウム、炭酸カルシウム、石膏、窒化ケイ素、炭化ケイ素、窒化ホウ素、ガラス粉末及びプラスチック粉末、例えばポリアクリルニトリル粉末、補強充填剤、従って50m²/gより大きいBET表面積を有する充填剤、例えば熱分解法で製造されるケイ酸、沈降ケイ酸、沈降炭酸カルシウム、カーボンブラック、例えばファーネスブラック及びアセチレンブラック及びより大きなBET表面積を有するケイ素-アルミニウム-混合酸化物、纖維状充填剤、例えばアスペスト並びにプラスチック纖維である。前述の充填剤は、例えばオルガノシランもしくはオルガノシロキサン又はステアリン酸での処理によって又はヒドロキシル基のアルコキシ基へのエーテル化によって疎水性化されていてよい。充填剤（F）が使用される場合には、有利には親水性の熱分解法ケイ酸及び沈降炭酸カルシウム又は粉碎炭酸カルシウムである。

【0045】

本発明によるコンパウンドは充填剤（F）を、それぞれオルガノポリシロキサン（A）100質量部に対して、有利には0～300質量部、特に有利には1～200質量部、特に5～200質量部の量で含有する。

【0046】

本発明によるコンパウンド中で使用される定着剤（G）のための例は、官能基、例えば

10

10

20

30

40

50

グリシドキシプロピル基、アミノプロピル基又はメタクリルオキシプロピル基を有するシラン及びオルガノポリシロキサン並びにテトラアルコキシシランである。しかしながら、既に前述の官能基を有する別の成分、例えばシロキサン(A)又は架橋剤(C)を有する場合には、定着剤の添加を省いてよい。

【 0 0 4 7 】

本発明によるコンパウンドは定着剤(G)を、それぞれオルガノポリシロキサン(A) 100質量部に対して、有利には0~50質量部、特に有利には1~20質量部、特に1~10質量部の量で含有する。

【 0 0 4 8 】

添加剤(H)のための例は、顔料、着色剤、香料、酸化防止剤、電気的特性に影響を及ぼす剤、例えば導電性カーボンブラック、難燃剤、光保護剤及び皮膜形成時間の延長のための剤、例えばSiC結合したメルカプトアルキル基を有するシラン、発泡剤、例えばアゾジカルボンアミド、熱安定剤及びチキソトロピー剤、例えばリン酸エステル及び有機溶剤である。 10

【 0 0 4 9 】

本発明によるコンパウンドは添加剤(H)を、それぞれオルガノポリシロキサン(A) 100質量部に対して、有利には0~100質量部、特に有利には0~30質量部、特に0~10質量部の量で含有する。

【 0 0 5 0 】

特に有利には、本発明によるコンパウンドは、
(A)式(III)の有機ケイ素化合物、
(B)式(I)の単位からの有機ケイ素化合物、場合により
(C)架橋剤、場合により
(D)触媒、場合により
(E)可塑剤、場合により
(F)充填剤、場合により
(G)定着剤、及び場合により
(H)添加剤

を使用して製造できるコンパウンドである。

【 0 0 5 1 】

特に、本発明によるコンパウンドの製造のために、成分(A)、(B)、(C)、(D)、(E)、(F)、(G)及び(H)を外れた成分は使用されない。 30

【 0 0 5 2 】

本発明によるコンパウンドの調製のために、全ての成分を任意の順序で相互に、例えば成分(A)と(B)を場合により成分(C)、(D)、(E)及び(F)と混合してよい。しかしながら、例えば成分(B)と(C)とを事前に混合してよく、次いでこれらの前混合物をその他の成分と更に混合してもよい。この場合に、Si-OH基が存在する場合には、いわゆる末端封鎖反応がもたらされうる。この混合は、室温及び周囲雰囲気、従つて約900~1100hPaの圧力で実施してよい。しかしながら所望であれば、より高い温度又はより低い温度で、例えば35~135の範囲の温度又は0~20、もしくはより高い又はより低い圧力でこの混合を実施してもよい。この場合には、使用される成分1種又は複数種をその場で製造してもよい。 40

【 0 0 5 3 】

本発明によるコンパウンドの個々の成分は、それぞれ、かかる成分1種であっても、少なくとも2種の異なる種類の前記成分からの混合物であってよい。

【 0 0 5 4 】

本発明によるコンパウンドは、室温及び周囲雰囲気の圧力で流動性又は安定してペースト状であることが好ましい。

【 0 0 5 5 】

本発明によるコンパウンドの架橋のために、通常の空気の含水量で十分である。本発明 50

によるコンパウンドの架橋は、有利には室温で行われる。架橋は、所望であれば、室温より高められた又は低められた温度、例えば -5 ~ 15 又は 30 ~ 50 及び / 又は通常の空気の含水量を超過する水濃度を用いて実施してもよい。

【0056】

有利には架橋は、圧力 100 ~ 1100 hPa の圧力、特に周囲雰囲気の圧力で実施される。

【0057】

本発明の更なる対象は、本発明によるコンパウンドの架橋によって製造される成形体である。

【0058】

本発明によるコンパウンドは、水の排除下に貯蔵可能で、水が進入した場合に室温で架橋してエラストマーになるコンパウンドを使用できる全ての使用目的のために使用できる。

【0059】

従って、本発明によるコンパウンドは、例えば垂直に走る継ぎ目及び、例えば建築物、陸上車両、水上車両及び航空機の 10 ~ 40 mm の細い幅の同様の空隙を含む継ぎ目のためのシールコンパウンドとして、又は、例えば窓構造における接着剤又は密封用コンパウンドとして、並びに保護被膜、例えば淡水又は海水の恒常的な作用に曝される表面のための保護被膜、又は滑り防止被膜又はゴム弾性成形体の製造のために、並びに電気機器又は電子機器の絶縁のために優れている。

【0060】

本発明によるコンパウンドは、簡単な様式及び方法で製造でき、そして容易に入手可能な出発物質から出発できるという利点を有する。

【0061】

本発明によるコンパウンドは、良好に加工可能であるという利点を有する。

【0062】

更に、本発明による架橋可能なコンパウンドは、非常に高い貯蔵安定性及び高い架橋速度に優れるといった利点を有する。

【0063】

特に、本発明による架橋可能なコンパウンドは、引張応力を調節可能なシールコンパウンドを製造できるという利点を有し、その際、その引張応力は式 (I) の単位からの有機ケイ素化合物の添加を介して容易にかつ広い範囲で調節可能である。

【0064】

以下に記載される実施例では、全ての粘度表示は 25 の温度に対するものである。特に記載がない限り、以下の実施例は周囲雰囲気の圧力、従ってほぼ 1000 hPa で、かつ室温で、従って約 23 で、もしくは室温で反応物を一緒に添加して付加的な加熱又は冷却をせずに生ずる温度で、並びに約 50 % の相対空気湿度で実施される。更に、全ての部及び百分率の表示は、特に記載がない限り質量に対するものである。

【0065】

実施例で使用される - ヒドロキシ、 - トリメチルシリルポリジメチルシロキサンは、U.S.-A5, 223, 595 号に相応して、トリメチルシラノールとヘキサメチルシリトリシロキサン及び触媒としてのフッ化カリウムとを反応させることによって製造した。

【実施例】

【0066】

実施例 1

粘度 80000 mPa · s を有する、 -ジヒドロキシポリジメチルシロキサン 1400 g、粘度 100 mPa · s を有するトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 707 g、100 mPa · s の - ヒドロキシ、 - トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 17 g を遊星型ミキサ中でエチルトリニアセトキシシラン 76 g 及びメチ

10

20

30

40

50

ルトリアセトキシシラン 3.3 g と 5 分間混合した。引き続き比表面積 150 m² / g を有する熱分解法ケイ酸（商標名 HDK (R) V 15 として Wacker - Chemie GmbH 社 (D - ミュンヘン在) で購入できる）18.2 g を導入した。真空中で 20 分間均質化した後に、ジブチルスズジアセテート 0.24 g を真空下に混入した。製造された生成物を湿気密な市販の PE 製カートリッジに詰め替えた。

【0067】

24 時間の貯蔵時間後に、6.1 バールの圧力及び 2 mm のノズル開口部で圧出速度を測定した。

【0068】

ショア A 硬度の測定のために、ISO 868 に従って、詰め替えたコンパウンドを 24 時間の貯蔵時間後に架橋させて 6 mm の板にした。 10

【0069】

破断点伸び及び引張応力（100% 伸び時の応力）の測定のために、詰め替えたコンパウンドを同様に 24 時間の貯蔵時間後に ISO 8339 に従って架橋させて H - 試験体にした（硬化：21 及び 50% の空気湿度で 4 週間）。

【0070】

結果を第 1 表に示す。

【0071】

実施例 2

実施例 1 に記載した方法を繰り返すが、- ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 1.7 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 7.06 g の代わりに、ここでは - ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 2.8 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 6.96 g を使用した。 20

【0072】

結果を第 1 表に示す。

【0073】

実施例 3

実施例 1 に記載した方法を繰り返すが、- ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 1.7 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 7.06 g の代わりに、ここでは - ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 3.9 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 6.85 g を使用した。 30

【0074】

結果を第 1 表に示す。

【0075】

実施例 4

実施例 1 に記載した方法を繰り返すが、- ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 1.7 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 7.06 g の代わりに、ここでは - ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 5.1 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 6.73 g を使用した。 40

【0076】

結果を第 1 表に示す。

【0077】

実施例 5

実施例 1 に記載した方法を繰り返すが、- ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 1.7 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 7.06 g の代わりに、ここでは - ヒドロキシ、- トリメチルシリル - ポリジメチルシロキサン 6.2 g 及びトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン 6.62 g を 50

使用した。

【0078】

結果を第1表に示す。

【0079】

実施例6

粘度100mPa・sを有する-ヒドロキシ、-トリメチルシリル-ポリジメチルシロキサン17gを研究室用溶解機中でエチルトリアセトキシシラン26g及びメチルトリアセトキシシラン13gと5分間混合し、その際、Si-OH基と架橋剤分子との可逆的な末端封鎖反応によって酢酸が遊離する(前混合物)。

【0080】

粘度80000mPa・sを有する、-ジヒドロキシポリジメチルシロキサン1400g、粘度100mPa・sを有するトリメチルシリル末端封鎖されたポリジメチルシロキサン(PDMS)707g、エチルトリアセトキシシラン50g及びメチルトリアセトキシシラン20gを遊星型ミキサ中で5分間混合した。引き続き、事前に製造された前混合物を導入し、次いで比表面積150m²/gを有する熱分解法ケイ酸(商標名HDK^(R)V15としてWacker-Chemie GmbH社(D-ミュンヘン在)で購入できる)182gを混入した。真空中で20分間均質化した後に、ジブチルスズジアセテート0.24gを真空下に混入した。製造された生成物を湿気密な市販のPE製カートリッジに詰め替え、更に実施例1に記載の措置をとった。

【0081】

結果を第1表に示す。

【0082】

第1表

【0083】

【表1】

実施例	1	2	3	4	5	6
圧出速度 (g/分)	322	342	355	355	355	312
硬度 (ショアA)	17	15	15	13	12	17
破断点伸び (%)	432	445	517	523	545	426
引張応力 (N/mm)	0,35	0,33	0,29	0,28	0,27	0,35

10

20

30

40

フロントページの続き

(74)代理人 100128679
弁理士 星 公弘
(74)代理人 100135633
弁理士 二宮 浩康
(74)代理人 100156812
弁理士 篠 良一
(74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス=ラインハルト
(74)復代理人 100157451
弁理士 河辺 幸代
(74)復代理人 100143959
弁理士 住吉 秀一
(74)復代理人 100167852
弁理士 宮城 康史
(72)発明者 ペーター シェーレイ
ドイツ連邦共和国 ディーラ - ツェーレン エルプシュトラーセ 19
(72)発明者 ヘルベルト ゼルラードル
ドイツ連邦共和国 エマーティング フォルストシュトラーセ 27

審査官 吉備永 秀彦

(56)参考文献 特開平09-151326 (JP, A)
特開2004-182942 (JP, A)
特開平05-209074 (JP, A)
特開平07-233327 (JP, A)
特開2005-162974 (JP, A)
特開平08-269334 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 77/00 - 77/62
C08L 1/00 - 101/16
C08K 3/00 - 13/08
JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII)