

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6483153号
(P6483153)

(45) 発行日 平成31年3月13日(2019.3.13)

(24) 登録日 平成31年2月22日(2019.2.22)

(51) Int.Cl.		F I	
CO8L 101/10	(2006.01)	CO8L 101/10	
CO8L 83/04	(2006.01)	CO8L 83/04	
CO8K 5/31	(2006.01)	CO8K 5/31	
CO8K 5/29	(2006.01)	CO8K 5/29	
CO8K 5/57	(2006.01)	CO8K 5/57	

請求項の数 10 (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2016-562981 (P2016-562981)	(73) 特許権者	390008969
(86) (22) 出願日	平成27年4月10日 (2015.4.10)		ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャ フト
(65) 公表番号	特表2017-519057 (P2017-519057A)		Wacker Chemie AG
(43) 公表日	平成29年7月13日 (2017.7.13)		ドイツ連邦共和国 ミュンヘン ハンスー ザイデループラッツ 4
(86) 国際出願番号	PCT/EP2015/057853		Hanns-Seidel-Platz
(87) 国際公開番号	W02015/158624		4, D-81737 Muenchen
(87) 国際公開日	平成27年10月22日 (2015.10.22)		, Germany
審査請求日	平成28年12月14日 (2016.12.14)	(74) 代理人	100091982
(31) 優先権主張番号	102014207506.8		弁理士 永井 浩之
(32) 優先日	平成26年4月17日 (2014.4.17)	(74) 代理人	100091487
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		弁理士 中村 行孝
		(74) 代理人	100082991
			弁理士 佐藤 泰和

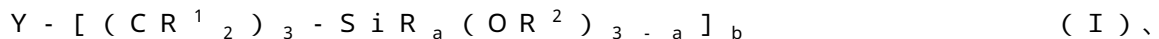
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オルガニルオキシシラン末端ポリマーを基にした架橋性物質

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 式



(式中、

Yは、窒素、酸素、硫黄または炭素を介して結合しているb個の重合体ラジカルであり、

Rは、同一でも異なっていてもよく、置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

R¹は、同一でも異なっていてもよく、水素原子であるか、または窒素、リン、酸素、硫黄、またはカルボニル基を介して炭素原子に結合している置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、R²は、同一でも異なっていてもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

bは、1～10の整数であり、且つ、

aは、同一でも異なっていてもよく、0、1または2である。)

の化合物を100重量部、

(B) 式



(式中、

R³ は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、置換されていてもよい一価の脂肪族炭化水素基であるか、または2つの前記式(I I)の単位を架橋する置換されていてもよい二価の脂肪族炭化水素基であり、

R⁴ は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

R⁵ は、同一でも異なってもよく、置換されていてもよい一価の芳香族炭化水素基であり、

c + d + e の合計が3以下であり、且つ、前記式(I I)の単位の少なくとも40%においてc + eの合計が0または1であることを条件として

c は、0、1、2または3であり、

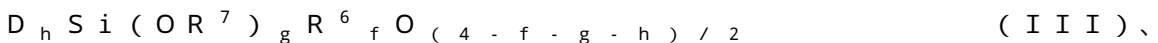
d は、0、1、2または3であり、且つ、

e は、0、1または2である。))

の単位を含んでなるシリコーン樹脂を少なくとも5重量部、

(C 1) 金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、および

(C 2) 式



(式中、

R⁶ は、同一でも異なってもよく、置換されていてもよい一価の無窒素有機基であり、

R⁷ は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい炭化水素基であり、

D は、同一でも異なってもよく、カルボニル基(C = O)に結合していない少なくとも1個の窒素原子を有する一価の基であり、

f + g + h の合計が4以下であり、且つ、分子当たり少なくとも1つの基Dが存在することを条件として

f は、0、1、2または3であり、

g は、0、1、2または3であり、且つ、

h は、0、1、2、3または4である。))

の単位を含んでなる共触媒

を含んでなり、且つ、

(E) 炭酸カルシウム、水酸化アルミニウムおよび/またはタルクを合計で10~500重量部、

も含んでなり、

化合物(C 2)中の基Dに対する化合物(C 1)のモル比が1 : 1 ~ 1 : 400であり、且つ、100重量部の成分(A)当たり総量で0.2~50重量部の成分(C 1)と成分(C 2)を含んでなる、架橋性組成物。

【請求項2】

重合体ラジカルYがポリウレタンラジカルまたはポリオキシアルキレンラジカルを含んでなることを特徴とする、請求項1に記載の架橋性組成物。

【請求項3】

いずれの場合にも前記式(I I)の単位の総数に基づいてeが1である少なくとも20%の前記式(I I)の単位を有するシリコーン樹脂(B 1)が成分(B)として使用されることを特徴とする、請求項1または2に記載の架橋性組成物。

【請求項4】

可塑剤(D)が100重量部の成分(A)当たり5~300重量部の量で存在することを特徴とする、請求項1~3のいずれか一項に記載の架橋性組成物。

【請求項5】

前記触媒(C 1)がスズ含有化合物であることを特徴とする、請求項1~4のいずれか一項に記載の架橋性組成物。

10

20

30

40

50

【請求項 6】

化合物(C2)中の基Dに対する前記化合物(C1)のモル比が1:2~1:200であることを特徴とする、請求項1~5のいずれか一項に記載の架橋性組成物。

【請求項 7】

化合物(C2)中の基Dに対する化合物(C1)のモル比が1:2~1:200であり、且つ、前記架橋性組成物が100重量部の成分(A)当たり総量で0.3~35重量部の成分(C1)と成分(C2)を含むことを条件として、前記架橋性組成物が

(A)前記式(Ⅰ)の化合物を100重量部、

(B)前記式(ⅠⅠ)の単位からなるシリコン樹脂を5~60重量部、

(C1)金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、

(C2)前記式(ⅠⅠⅠ)の単位からなる共触媒、

(D)可塑剤を5~300重量部、

(E)炭酸カルシウム、水酸化アルミニウムおよび/またはタルクを合計で10~500重量部、

含んでなり、所望により

(F)接着促進剤、

所望により

(G)水捕捉剤、

所望により

(H)添加物、および

所望により

(I)アジュバント

を含んでなる組成物であることを特徴とする、請求項1~6のいずれか一項に記載の架橋性組成物。

【請求項 8】

前記の個々の成分を任意の順序で混合することによる、請求項1~7のいずれか一項に記載の組成物の製造方法。

【請求項 9】

請求項1~7のいずれか一項に記載の組成物を架橋することにより製造される成形体。

【請求項 10】

請求項1~7のいずれか一項に記載の組成物が少なくとも1つの基材に塗布され、その後で架橋させられる複合材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はシラン架橋性プレポリマーの架橋性組成物、それらの製造方法、ならびに接着剤および密封剤としてのそれらの使用法、特に基材の結合のための使用法に関する。

【背景技術】

【0002】

反応性アルコキシシリル基を有するポリマー系は長い歴史を持つ。これらのアルコキシシラン末端ポリマーは、水または大気水分と接触すると室温であっても相互に縮合することができ、それにはアルコキシ基の除去が伴う。そのような材料の最も重要な用途の1つは接着剤の製造である。

【0003】

そこで、アルコキシシラン架橋性ポリマー系接着剤は完全硬化状態で多数の基材に対する良好な接着性ばかりでなく、非常に良好な機械的特性も示し、非常に弾性に富むことが可能であるばかりか引張強度を有することも可能である。シラン架橋系のその他の重要な利点は、他の多数の接着剤や密封剤の技術と比べて(例えば、イソシアネート架橋系と比べて)プレポリマーが毒物学的に問題無いことである。

【0004】

10

20

30

40

50

大気水分と接触すると硬化する一成分系（１Ｋ系）が多数の用途に好ましい。一成分系の場合には使用者が異なる接着剤成分を混合する必要が無いので何よりもそれらの系が非常に使いやすいことが一成分系の重要な利点である。時間／労働力の節約および起こりうる計量エラーの確実な回避の他、一成分系に関しては多成分系の場合のように２つの成分が完全に混合された後に通常かなり短い時間枠の中で接着剤／密封剤を処理する必要性も無い。

【０００５】

アルコキシシラン架橋性ポリマー系接着剤の１つの特定の変形体が独国特許出願公開第１０２０１１００６１３０（Ａ）号明細書に記載されており、独国特許出願公開第１０２０１１０８１２６４（Ａ）号明細書にも記載されており、シラン架橋性ポリマーと伴にフェニルシリコン樹脂を含む。それら対応する樹脂添加は多種多様な基材に対する接着を改善するだけでなく、特に独国特許出願公開第１０２０１１０８１２６４（Ａ）号明細書に記載される高樹脂含量に関して完全な硬化の後でかなり改善された硬度と引張せん断強度を示す接着剤も生み出す。

10

【０００６】

それにもかかわらず、実際に先行技術文献に記載されているそれらの系はアルコキシリル基が１つの CH_2 基によってヘテロ原子から分けられているいわゆる - アルコキシシラン基を有するポリマーを含む材料に限定される。この特定の種類のポリマーは特に高い反応性を特徴とし、その為、例えば有機スズ化合物、アミジン誘導体またはグアニジン誘導体などの高活性触媒の使用が不必要である。添加されたフェニルシリコン樹脂の $Si-O-Si$ 結合がアルコキシシラン官能性ポリマーの $Si-OCH_3$ 基と反応する交換反応が高活性触媒によって触媒され得る限りにおいてこのことは非常に有利である。この種の交換反応はアルコキシシラン官能性ポリマー間に $Si-O-Si$ 結合を形成し、粘度の劇的な上昇またはその材料の完全なゲル化を引き起こす可能性がある。対応する製剤は貯蔵時にもはや安定ではなくなる。

20

【０００７】

しかしながら、先行技術文献に記載されているこれらの系の欠点は、ほとんど全ての市販の種類のポリマーが必要な高反応性 - アルコキシシラン基を有しておらず、代わりにアルコキシシラン単位が $(CH_2)_3$ スペーサーによって隣接するヘテロ原子に接続されているいわゆる - アルコキシシラン基を有することである。このことは、特に商業的に入手可能である少数の - アルコキシシラン官能性ポリマーも、例えば、それらの製造の結果として比較的が高価であることまたは他に比較的弾性が低いことなどの体系的な欠点を有しているので、使用可能である原料に対する大きな制約を意味する。したがって、既存の技術で実現することができない多数の特性プロファイルが存在する。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００８】

【特許文献１】独国特許出願公開第１０２０１１００６１３０（Ａ）号明細書

【特許文献２】独国特許出願公開第１０２０１１０８１２６４（Ａ）号明細書

【特許文献３】独国特許出願公開第１０２０１１０８１２６４号明細書

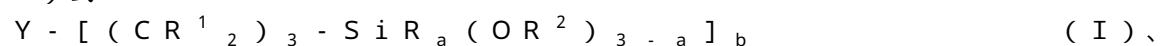
40

【発明の概要】

【０００９】

本発明は、

(A)式



(式中、

Yは、窒素、酸素、硫黄または炭素を介して結合しているx個の重合体ラジカルであり、

Rは、同一でも異なってもよく、置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

R¹は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または窒素、リン、酸素、

50

硫黄、またはカルボニル基を介して炭素原子に結合し得る置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

R^2 は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

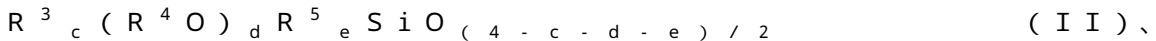
b は、1 ~ 10 の整数、好ましくは1、2または3、より好ましくは1または2であり、且つ、

a は、同一でも異なってもよく、0、1または2、好ましくは0または1である。

)

の化合物を100重量部、

(B)式



(式中、

R^3 は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、置換されていてもよい一価のSiC結合脂肪族炭化水素基であるか、または2つの前記式(II)の単位を架橋する置換されていてもよい二価の脂肪族炭化水素基であり、

R^4 は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい一価の炭化水素基であり、

R^5 は、同一でも異なってもよく、置換されていてもよい一価のSiC結合芳香族炭化水素基であり、

$c + d + e$ の合計が3以下であり、且つ、前記式(II)の単位の少なくとも40%において $c + e$ の合計が0または1であることを条件として

c は、0、1、2または3であり、

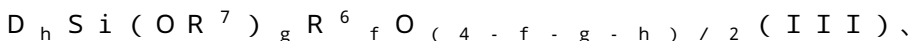
d は、0、1、2または3、好ましくは0、1または2、より好ましくは0または1であり、且つ、

e は、0、1または2、好ましくは0または1である。)

の単位を含むシリコン樹脂を少なくとも5重量部、

(C1)金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、および

(C2)式



(式中、

R^6 は、同一でも異なってもよく、置換されていてもよい一価のSiC結合無窒素有機基であり、

R^7 は、同一でも異なってもよく、水素原子であるか、または置換されていてもよい炭化水素基であり、

D は、同一でも異なってもよく、カルボニル基($C=O$)に結合していない少なくとも1個の窒素原子を有する一価のSiC結合基であり、

$f + g + h$ の合計が4以下であり、且つ、分子当たり少なくとも1つの基Dが存在することを条件として、

f は、0、1、2または3、好ましくは1であり、

g は、0、1、2または3、好ましくは1、2または3、より好ましくは1または3であり、且つ、

h は、0、1、2、3または4、好ましくは1である。)

の単位を含む共触媒

を含み、化合物(C2)中の基Dに対する化合物(C1)のモル比が1:1 ~ 1:400であり、且つ、100重量部の成分(A)当たり総量で0.2 ~ 50重量部の成分(C1)と成分(C2)を含む架橋性組成物を提供する。

【0010】

本発明は、触媒(C1)と共触媒(C2)から構成される本発明の触媒混合物の使用により、本発明のポリマー(A)とシリコン樹脂(B)に基づく組成物において、充分な

10

20

30

40

50

貯蔵安定性を享受するばかりか大気水分と接触すると急速に架橋および硬化するそれら組成物を得ることが可能であるという驚くべき知見に基づくものである。

【0011】

基Rの例はメチル基、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、tert-ブチル基、n-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-ペンチル基などのアルキル基；n-ヘキシル基などのヘキシル基；n-ヘプチル基などのヘプチル基；n-オクチル基、イソオクチル基、および2,2,4-トリメチルペンチル基などのオクチル基；n-ノニル基などのノニル基；n-デシル基などのデシル基；n-ドデシル基などのドデシル基；n-オクタデシル基などのオクタデシル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基およびメチルシクロヘキシル基などのシクロアルキル基；ビニル基、1-プロペニル基、および2-プロペニル基などのアルケニル基；フェニル基、ナフチル基、アントリル基、およびフェナントリル基などのアリール基；o-トリル基、m-トリル基、およびp-トリル基などのアルカリール基；キシリル基およびエチルフェニル基；ならびにベンジル基、-フェニルエチル基および-フェニルエチル基などのアラルキル基である。

10

【0012】

置換基Rの例は3,3,3-トリフルオロ-n-プロピル基、2,2,2,2',2',2'-ヘキサフルオロイソプロピル基、およびヘプタフルオロイソプロピル基などのハロアルキル基、ならびにo-クロロフェニル基、m-クロロフェニル基、およびp-クロロフェニル基などのハロアリール基である。

20

【0013】

基Rはハロゲン原子で置換されていてもよい1~6個の炭素原子を有する一価の炭化水素基を含むことが好ましく、1個または2個の炭素原子を有するアルキル基を含むことがより好ましく、より具体的にはメチル基を含む。

【0014】

基R¹の例は水素原子であり、Rについて示された基であり、窒素、リン、酸素、硫黄、炭素、またはカルボニル基を介して炭素原子に結合している置換されていてもよい炭化水素基でもある。

【0015】

基R¹は水素原子、および1~20個の炭素原子を有する炭化水素基であることが好ましく、より具体的には水素原子である。

30

【0016】

基R²の例は水素原子、または基Rについて示された例である。

【0017】

基R²は水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい1~10個の炭素原子を有するアルキル基を含むことが好ましく、1~4個の炭素原子を有するアルキル基を含むことがより好ましく、より具体的にはメチル基およびエチル基を含む。

【0018】

本発明の目的のため、重合体ラジカルYの元となるポリマーは、主鎖の全ての結合のうちの少なくとも50%、好ましくは少なくとも70%、より好ましくは少なくとも90%が炭素間結合、炭素窒素間結合、または炭素酸素間結合である全てのポリマーである。

40

【0019】

重合体ラジカルYの例はポリエステルラジカル、ポリエーテルラジカル、ポリウレタンラジカル、ポリアルキレンラジカル、およびポリアクリレートラジカルである。

【0020】

重合体ラジカルYは高分子鎖としてポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレン、ポリオキシブチレン、ポリオキシテトラメチレン、ポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレンコポリマー、およびポリオキシプロピレン-ポリオキシブチレンコポリマーなどのポリオキシアルキレン；ポリイソブチレンおよびイソブレンとのポリイソブチレンのコポリマーなどの炭化水素ポリマー；ポリクロロブレン；ポリイソブレン；ポリウレタン；ポリエ

50

ステル；ポリアミド；ポリアクリレート；ポリメタクリレート；ビニルポリマー、およびポリカーボネートを含む有機高分子のラジカルを含むことが好ましく、且つ、それらは -O-C(=O)-NH-、-NH-C(=O)O-、-NH-C(=O)-NH-、-NR'-C(=O)-NH-、NH-C(=O)-NR'-、-NH-C(=O)-、-C(=O)-NH-、-C(=O)-O-、-O-C(=O)-、-O-C(=O)-O-、-S-C(=O)-NH-、-NH-C(=O)-S-、-C(=O)-S-、-S-C(=O)-、-S-C(=O)-S-、-C(=O)-、-S-、-O-、-NR'-を介して単数または複数の基 - [(CR¹₂)₃-SiR_a(OR²)_{3-a}] (式中、R'は同一でも異なってもよく、Rについて示された定義を有するか、または基 - CH(COOR')-CH₂-COOR'であり、式中R'は同一でも異なってもよく、Rについて示された定義を有する。)に結合していることが好ましい。

10

【0021】

基R'は基 - CH(COOR')-CH₂-COOR'または置換されていてもよい1~20個までの炭素原子を有する炭化水素であることが好ましく、1~20個の炭素原子を有する直鎖状、分岐状、または環状のアルキル基、またはハロゲン原子で置換されていてもよい6~20個の炭素原子を有するアール基であることがより好ましい。

【0022】

基R'の例はシクロヘキシル、シクロペンチル、n-プロピルおよびイソプロピル、n-ブチル、イソブチル、およびt-ブチル、ペンチル基、ヘキシル基、またはヘプチル基の様々な立体異性体、ならびにフェニル基である。

20

【0023】

基R''は1~10個の炭素原子を有するアルキル基であることが好ましく、メチル基、エチル基、またはプロピル基であることがより好ましい。

【0024】

この成分(A)は記載されたように、例えば、鎖内および/または末端などのそのポリマー内のあらゆる所望の位置に結合している複数の基 - [(CR¹₂)₃-SiR_a(OR²)_{3-a}] を有し得る。

【0025】

重合体ラジカルYはポリウレタンラジカルまたはポリオキシアルキレンラジカルを含むことが好ましく、末端に結合した複数の基 - [(CR¹₂)_b-SiR_a(OR²)_{3-a}] との0~3か所の分岐点をいずれの場合にも有する鎖状ポリウレタンラジカルまたは鎖状ポリオキシアルキレンラジカルを含むことがより好ましく、本発明の意味での分岐点は主鎖から伸び、且つ、1個より多くの炭素原子を有する全ての分岐を指し、且つ、それらのラジカルおよび指数は上記の定義を有する。

30

【0026】

より具体的には、式(I)の中の重合体ラジカルYは末端に結合した複数の基 - [(CR¹₂)_b-SiR_a(OR²)_{3-a}] を有する分岐点を含まない鎖状ポリウレタンラジカルまたは鎖状ポリオキシアルキレンラジカルを含み、それらのラジカルおよび指数は上記の定義を有する。

【0027】

前記ポリウレタンラジカルYは -NH-C(=O)O-、-NH-C(=O)-NH-、-NR'-C(=O)-NH-または -NH-C(=O)-NR'-を介して、より具体的には -O-C(=O)-NH-または -NH-C(=O)-NR'-を介して単数または複数の基 - [(CR¹₂)₃-SiR_a(OR²)_{3-a}] に結合している鎖末端を有するラジカルであることが好ましく、それらのラジカルおよび指数の全てが上記の定義のうちの1つを有する。これらのポリウレタンラジカルは直鎖状ポリオキシアルキレンまたは分岐状ポリオキシアルキレンから調製可能であることが好ましく、より具体的にはポリプロピレングリコールとジイソシアネートまたはポリイソシアネートから調製可能である。これらのラジカルYは好ましくは400~30,000g/mol、より好ましくは4,000~20,000g/molの平均モル質量M_n(数平均)を有する。そのよう

40

50

な成分(A)を製造するための適切な方法、および成分(A)自体の例も欧州特許第1093482(B1)号明細書(段落[0014]~[0023]、段落[0039]~[0055]および実施例1と比較例1)または欧州特許第1641854(B1)号明細書(段落[0014]~[0035]、実施例4および6、ならびに比較例1および2)を含む参照文献に記載されており、それらの参照文献は本特許出願の開示内容の一部として見なされる。

【0028】

本発明の目的のため、この数平均モル質量 M_n は100 μ Lの注入体積を用いる米国のWaters社のStyragel HR3-HR4-HR5-HR5カラムセットを用いた60、1.2mL/分の流速、THF中でのポリスチレン標準物質に対するサイズ排除クロマトグラフィー(SEC)とRI(屈折率検出器)による検出によって決定される。

10

【0029】

前記ポリオキシアルキレンラジカルYは好ましくは-O-C(=O)-NH-または-O-を介して単数または複数の基-[$(CR^1_2)_3-SiR_a(OR^2)_3-a$]に結合していることが好ましい鎖端を有する直鎖状ポリオキシアルキレンラジカルまたは分岐状ポリオキシアルキレンラジカルであり、より好ましくはそのようなポリオキシプロピレンラジカルであり、それらのラジカルおよび指数は上記の定義のうちの1つを有する。ここで好ましくは全ての鎖端の少なくとも85%、より好ましくは少なくとも90%、より具体的には少なくとも95%が-O-C(=O)-NH-によって基-[$(CR^1_2)_3-SiR_a(OR^2)_3-a$]に結合している。前記ポリオキシアルキレンラジカルYは好ましくは4,000~30,000g/molの、より好ましくは8,000~20,000g/molの平均モル質量 M_n を有する。そのような成分(A)を製造するための適切な方法、および成分(A)自体の例も欧州特許第1535940(B1)号明細書(段落[0005]~[0025]ならびに実施例1と3および比較例1~4)または欧州特許第1896523(B1)号明細書(段落[0008]~[0047])を含む参照文献に記載されており、それらの参照文献は本特許出願の開示内容の一部として見なされる。

20

【0030】

本発明により使用される前記化合物(A)の末端基は一般式
 -NH-C(=O)-NR'- $(CR^1_2)_3-SiR_a(OR^2)_3-a$ (IV)、
 -O-C(=O)-NH- $(CR^1_2)_3-SiR_a(OR^2)_3-a$ (V)、または
 -O- $(CR^1_2)_3-SiR_a(OR^2)_3-a$ (VI)
 の基であって、それらの基および指数は上記で示されている定義のうちの1つを有する基であることが好ましい。

30

【0031】

好ましいことに化合物(A)がポリウレタンである場合、それらはR'が上記の定義を有する次の末端基

-NH-C(=O)-NR'- $(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ 、
 -NH-C(=O)-NR'- $(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ 、
 -O-C(=O)-NH- $(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ 、または
 -O-C(=O)-NH- $(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$
 のうちの1つ以上を有することが好ましい。

40

【0032】

同様に好ましいは、前記化合物(A)がポリプロピレングリコールである場合、それらは次の末端基

-O- $(CH_2)_3-Si(CH_3)(OCH_3)_2$ 、
 -O- $(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ 、
 -O-C(=O)-NH- $(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ 、
 -O-C(=O)-NH- $(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3$ 、または

50

$-O-C(=O)-NH-(CH_2)_3-Si(CH_3)(OCH_3)_2$
 のうちの1つ以上を有することが好ましい。

【0033】

化合物(A)の平均分子量 M_n は好ましくは少なくとも400g/molであり、より好ましくは少なくとも4,000g/molであり、より具体的には少なくとも10,000g/molであり、且つ、好ましくは30,000g/mol以下であり、より好ましくは20,000g/mol以下であり、より具体的には19,000g/mol以下である。

【0034】

化合物(A)の粘度は20 で測定されたいずれの場合においても好ましくは少なくとも0.2Pasであり、より好ましくは少なくとも1Pasであり、非常に好ましくは少なくとも5Pasであり、且つ、好ましくは700Pas以下であり、より好ましくは100Pas以下である。

10

【0035】

本発明の目的に適した前記粘度は23 へ条件つけた後にISO2555に準拠して2.5rpmでスピンドル5を使用してA. Paar社のDV3 P回転粘度計(Brookfield systems社)によって決定される。

【0036】

本発明に従って使用される前記化合物(A)は市販の製品であるか、または化学の分野で一般的である方法によって製造され得る。

20

【0037】

前記ポリマー(A)は、例えば、ヒドロシリル化、マイケル付加、ディールス・アルダー付加、またはイソシアネート官能性化合物とイソシアネート反応基を有する化合物との間の反応のような付加反応などの公知の方法によって製造され得る。

【0038】

本発明により使用される前記成分(A)は前記式(I)の1種類だけの化合物を含んでもよく、そうでなければ前記式(I)の様々な種類の化合物の混合物を含んでもよい。この場合にその成分(A)は、前記重合体ラジカルYに結合している全てのシリル基のうちの90%超、好ましくは95%超、より好ましくは98%超が同一である前記式(I)の化合物を専ら含んでもよい。あるいは、その場合に異なるシリル基が重合体ラジカルYに結合している前記式(I)の化合物を少なくとも部分的に含む成分(A)を使用してよい。最後に、前記式(I)の異なる化合物の混合物を成分(A)として使用することも可能であり、その場合に重合体ラジカルYに結合する全部で少なくとも2つの異なる種類のシリル基が存在するが、1つの重合体ラジカルYに結合している全てのシリル基は同一である。

30

【0039】

本発明の組成物は、化合物(A)を好ましくは多くとも60重量%、より好ましくは多くとも40重量%、且つ、好ましくは少なくとも10重量%、より好ましくは少なくとも15重量%の濃度で含む。

【0040】

100重量部の成分(A)に基づいて、本発明の組成物は好ましくは少なくとも10重量部、より好ましくは少なくとも15重量部の成分(B)を含む。100重量部の成分(A)に基づいて、本発明の組成物は好ましくは200重量部以下、より好ましくは60重量部以下、より具体的には50重量部以下の成分(B)を含む。

40

【0041】

成分(B)は少なくとも90重量%の程度まで前記式(II)の単位からなることが好ましい。成分(B)または(B1)は専ら前記式(II)の単位からなることがより好ましい。

【0042】

基 R^3 の例はRについて上で示された脂肪族例である。あるいは、基 R^3 は相互に前記

50

式 (I I) の 2 つ の シリル基を接続する例えば 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキレン基などの二価の脂肪族基、例えばメチレン基、エチレン基、プロピレン基、またはブチレン基などを含んでいてもよい。二価脂肪族基の特に一般的な例はエチレン基である。

【 0043 】

しかしながら、基 R^3 はハロゲン原子で置換されていてもよい好ましくは 1 ~ 18 個の炭素原子を有する一価の Si C 結合脂肪族炭化水素基、より好ましくは 1 ~ 6 個の炭素原子を有する脂肪族炭化水素基、より具体的にはメチル基を含む。

【 0044 】

基 R^4 の例は水素原子、または基 R について示された例である。

【 0045 】

基 R^4 は水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基を含むことが好ましく、1 ~ 4 個の炭素原子を有するアルキル基を含むことがより好ましく、より具体的にはメチル基およびエチル基を含む。

【 0046 】

基 R^5 の例は R について上で示された芳香族基である。

【 0047 】

基 R^5 はハロゲン原子で置換されていてもよい Si C 結合した 1 ~ 18 個の炭素原子を有する芳香族炭化水素基、例えばエチルフェニル基、トリル基、キシリル基、クロロフェニル基、ナフチル基、またはスチリル基を含むことが好ましく、フェニル基を含むことがより好ましい。

【 0048 】

成分 (B) として使用するには全ての基 R^3 の少なくとも 90 % がメチル基であるシリコーン樹脂が好ましい。

【 0049 】

成分 (B) として使用するには全ての基 R^4 の少なくとも 90 % がメチル基、エチル基、プロピル基、またはイソプロピル基であるシリコーン樹脂が好ましい。

【 0050 】

成分 (B) として使用するには全ての基 R^5 の少なくとも 90 % がフェニル基であるシリコーン樹脂が好ましい。

【 0051 】

本発明によると、いずれの場合にも前記式 (I I) の単位の総数に基づいて c が 0 である少なくとも 20 % の前記式 (I I) の単位を有するシリコーン樹脂 (B) を使用することが好ましく、c が 0 である少なくとも 40 % の前記式 (I I) の単位を有するシリコーン樹脂 (B) を使用することがより好ましい。

【 0052 】

いずれの場合にも前記式 (I I) の単位の総数に基づいて d が 0 または 1 である少なくとも 70 % の前記式 (I I) の単位を有するシリコーン樹脂 (B) を使用することが好ましく、d が 0 または 1 である少なくとも 80 % の前記式 (I I) の単位を有するシリコーン樹脂 (B) を使用することがより好ましい。

【 0053 】

いずれの場合にも前記式 (I I) の単位の総数に基づいて e が 1 である少なくとも 20 %、より好ましくは少なくとも 40 %、より具体的には少なくとも 50 % の前記式 (I I) の単位を有するシリコーン樹脂 (B 1) を成分 (B) として使用することが好ましい。

【 0054 】

本発明の 1 つの特定の実施形態は e が 1 である前記式 (I I) の単位を専ら有するシリコーン樹脂 (B 1) を使用する。

【 0055 】

本発明の 1 つの特に好ましい実施態様では、いずれの場合にも前記式 (I I) の単位の総数に基づいて e が 1 であり、且つ、c が 0 である少なくとも 20 %、より好ましくは少なくとも 40 %、より具体的には少なくとも 50 % の前記式 (I I) の単位を有するシリ

10

20

30

40

50

コーン樹脂が成分 (B 1) として使用される。

【 0 0 5 6 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B) の例は、 Me がメチル基であり、 Ph がフェニル基であり、且つ、 R⁴ が水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基であり、好ましくは 1 ~ 4 個の炭素原子を有する非置換型アルキル基である式 SiO_{4/2}、Si(OR⁴)O_{3/2}、Si(OR⁴)₂O_{2/2}、および Si(OR⁴)₃O_{1/2} の (Q) 単位、式 PhSiO_{3/2}、PhSi(OR⁴)O_{2/2}、および PhSi(OR⁴)₂O_{1/2} の (T) 単位、式 Me₂SiO_{2/2} および Me₂Si(OR⁴)O_{1/2} の (D) 単位、および式 Me₃SiO_{1/2} の (M) 単位から選択される単位より実質的になる、好ましくは専らなるオルガノポリシロキサン樹脂であって、1モルの (T) 単位当たり好ましくは 0 ~ 2 mol の (Q) 単位、0 ~ 2 mol の (D) 単位、および 0 ~ 2 mol の (M) 単位を含む前記樹脂である。

10

【 0 0 5 7 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B) の好ましい例は、 Me がメチル基であり、 Ph がフェニル基であり、且つ、 R⁴ が水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基であり、好ましくは 1 ~ 4 個の炭素原子を有する非置換型アルキル基である式 PhSiO_{3/2}、PhSi(OR⁴)O_{2/2}、および PhSi(OR⁴)₂O_{1/2} の T 単位から選択される単位、ならびに、式 MeSiO_{3/2}、MeSi(OR⁴)O_{2/2}、および MeSi(OR⁴)₂O_{1/2} の T 単位からも選択される単位より実質的になる、好ましくは専らなるオルガノポリシロキサン樹脂である。

20

【 0 0 5 8 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B) のさらに好ましい例は、 Me がメチル基であり、 Ph がフェニル基であり、且つ、 R⁴ が水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基であり、好ましくは 1 ~ 4 個の炭素原子を有する非置換型アルキル基である式 PhSiO_{3/2}、PhSi(OR⁴)O_{2/2}、および PhSi(OR⁴)₂O_{1/2} の T 単位から選択される単位、式 MeSiO_{3/2}、MeSi(OR⁴)O_{2/2}、および MeSi(OR⁴)₂O_{1/2} の T 単位から選択される単位、ならびに、式 Me₂SiO_{2/2} および Me₂Si(OR⁴)O_{1/2} の D 単位からも選択される単位より実質的になる、好ましくは専らなるオルガノポリシロキサン樹脂であって、0.5 ~ 4.0 のメチルシリコーン単位に対するフェニルシリコーン単位のモル比を有する前記樹脂である。それらのシリコーン樹脂中の D 単位の量は 10 重量% 以下であることが好ましい。

30

【 0 0 5 9 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B 1) の特に好ましい例は、 Ph がフェニル基であり、且つ、 R⁴ が水素原子、またはハロゲン原子で置換されていてもよい 1 ~ 10 個の炭素原子を有するアルキル基であり、好ましくは 1 ~ 4 個の炭素原子を有する非置換型アルキル基である式 PhSiO_{3/2}、PhSi(OR⁴)O_{2/2}、および / または PhSi(OR⁴)₂O_{1/2} の T 単位からいずれの場合にも単位の総数に基づいて 80% 程度までが、好ましくは 90% 程度までが、より具体的には、ほぼ全てがオルガノポリシロキサン樹脂である。

40

【 0 0 6 0 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B) は好ましくは少なくとも 400 g / mol の、より好ましくは少なくとも 600 g / mol の平均モル質量 (数平均) M_n を有する。前記平均モル質量 M_n は好ましくは 400,000 g / mol 以下、より好ましくは 10,000 g / mol 以下、より具体的には 3,000 g / mol 以下である。

【 0 0 6 1 】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂 (B) は 23 および 1,000 hPa において固体または液体のどちらかであり得、シリコーン樹脂 (B) は液体であることが好

50

ましい。シリコーン樹脂(B)は好ましくは10~100,000mPasの粘度、より好ましくは50~50,000mPasの粘度、より具体的には100~20,000mPasの粘度を有する。

【0062】

前記シリコーン樹脂(B)は好ましくは5以下の多分散度(M_w/M_n)、より好ましくは3以下の多分散度を有する。

【0063】

質量平均モル質量 M_w は数平均モル質量 M_n のように100 μ Lの注入体積を用いる米国のWaters社のStyragel HR3-HR4-HR5-HR5カラムセットを用いた60、1.2mL/分の流速、THF中でのポリスチレン標準物質に対するサイズ排除クロマトグラフィー(SEC)とRI(屈折率検出器)による検出によって決定される。

10

【0064】

前記シリコーン樹脂(B)は純品形態または適切な溶媒(BL)中の混合物形態のどちらかの形態で使用され得る。

【0065】

ここで使用可能である溶媒(BL)は、室温で成分(A)と成分(B)に対して反応性ではない1,013mbarにおいて250未満の沸点を有する全ての化合物である。

【0066】

溶媒(BL)の例はエーテル(例えばジエチルエーテル、メチル-tert-ブチルエーテル、グリコールのエーテル誘導体、THF)、エステル(例えば酢酸エチル、酢酸ブチル、グリコールエステル)、脂肪族炭化水素(例えばペンタン、シクロペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン、ヘプタン、オクタン、または他の長鎖分岐状アルカンおよび非分岐状アルカン)、ケトン(例えばアセトン、メチルエチルケトン)、芳香族(例えばトルエン、キシレン、エチルベンゼン、クロロベンゼン)であり、そうでなければアルコール(例えばメタノール、エタノール、グリコール、プロパノール、イソプロパノール、グリセロール、ブタノール、イソブタノール、tert-ブタノール)である。

20

【0067】

例えばWacker Chemie AG社(ミュンヘン、ドイツ)のSILRES(登録商標)SY 231樹脂、SILRES(登録商標)IC 231樹脂、SILRES(登録商標)IC 368樹脂、またはSILRES(登録商標)IC 678樹脂のような多数の市販の樹脂(B1)は23および1,013hPaでは液体であるが、それでもそれらの調製に由来して少量の溶媒(BL)、特にトルエンを含む。上で特定された樹脂は、例えば、前記樹脂の総重量に基づいて約0.1重量%のトルエンを含む。

30

【0068】

本発明の1つの好ましい実施態様では0.1重量%未満、好ましくは0.05重量%未満、より好ましくは0.02重量%未満、より具体的には0.01重量%未満の芳香族溶媒(BL)を含む成分(B1)が成分(B)として使用される。

【0069】

本発明の1つの特に好ましい実施態様は、 R^4 が上記の定義を有するアルコール R^4OH を別として0.1重量%未満、好ましくは0.05重量%未満、より好ましくは0.02重量%未満、より具体的には0.01重量%未満の溶媒(BL)を含む成分(B1)を成分(B)として使用する。

40

【0070】

本発明の1つのとりわけ好ましい実施態様は、 R^4 が上記の定義のものであるアルコール R^4OH を別として溶媒(BL)を全く含まない樹脂(B1)を成分(B)として使用し、アルコール R^4OH は調製の結果として好ましくは最大で10重量%の量、より好ましくは最大で5重量%の量で存在し得る。

【0071】

本発明により使用される前記シリコーン樹脂(B)および/または(B1)は市販の製

50

品であるか、またはケイ素化学分野で一般的である方法によって製造され得る。

【0072】

好ましいもの、またはより好ましいものとして記載される前記化合物(A)は定められた割合で樹脂(B1)と併用されることが好ましい。

【0073】

本発明の組成物に使用される触媒(C1)は今日までに開示されているあらゆる所望の金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類であり得る。

【0074】

本発明により使用される金属含有硬化触媒(C1)は有機チタン化合物および有機スズ化合物であることが好ましい。

10

【0075】

前記金属含有硬化触媒(C1)の例はチタン酸テトラブチル、チタン酸テトラプロピル、チタン酸テトライソプロピル、およびチタニウムテトラアセチルアセトネートなどのチタンエステル；ジラウリン酸ジブチルスズ、ニマレイン酸ジブチルスズ、二酢酸ジブチルスズ、ジオクタン酸ジブチルスズ、ジブチルスズアセチルアセトネート、ジブチルスズ酸化物、ジブチルスズエチルヘキサノラート、ジブチルスズジステアレート、ジオクチルスズジラウレート、マレイン酸ジオクチルスズ、二酢酸ジオクチルスズ、ジオクタン酸ジオクチルスズ、ジオクチルスズアセチルアセトネート、ジオクチルスズ酸化物、ジオクチルスズエチルヘキサノラート、またはジオクチルスズジステアレート、スズ(II)塩、特にスズ(II)カルボキシレートなどの有機スズ化合物である。

20

【0076】

使用される本発明の触媒(C1)は1,5-ジアザビシクロ[4.3.0]ノン-5-エン(DBN)および1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデ-7-セン(DBU)などのアミジン類であり得、または1,3-ジフェニルグアニジン、1,1,2-トリメチルグアニジン、1,2,3-トリメチルグアニジン、1,1,3,3-テトラメチルグアニジン、1,1,2,3,3-ペンタメチルグアニジン、2-エチル-1,1,3,3-テトラメチルグアニジン、および1,5,7-トリアザビシクロ-[4.4.0]デ-5-センなどのグアニジン類であり得、様々な7-アルキル-1,5,7-トリアザビシクロ[4.4.0]デ-5-セン誘導体でもあり得る。

30

【0077】

本発明により使用される触媒(C1)は好ましくはチタン含有化合物、スズ含有化合物、アミジン類、およびグアニジン類であり、より好ましくはスズ含有化合物、アミジン類、およびグアニジン類であり、より具体的にはスズ含有化合物である。

【0078】

本発明により使用される触媒(C1)は市販の製品である。

【0079】

本発明の組成物に使用される共触媒(C2)はシラン、すなわち $f + g + h = 4$ である前記式(III)の化合物、またはシロキサン、すなわち $f + g + h = 3$ である前記式(III)の単位を含む化合物のどちらかであってよく、シランが好ましい。

40

【0080】

基 R^6 の例はRについて示された例である。

【0081】

基 R^6 はハロゲン原子で置換されていてもよい1~18個の炭素原子を有する炭化水素基を含むことが好ましく、1~5個の炭素原子を有する炭化水素基を含むことがより好ましく、より具体的にはメチル基を含む。

【0082】

置換されていてもよい炭化水素基 R^7 の例は基Rについて示された例である。

【0083】

前記基 R^7 は好ましくは水素原子、およびハロゲン原子で置換されていてもよい1~1

50

カルボン酸エステル(D)の例は、例えば、フタル酸ジオクチル、フタル酸ジイソオクチル、およびフタル酸ジウンデシルなどのフタル酸エステル；ジイソノニル1,2-シクロヘキサンジカルボキシレートおよびジオクチル1,2-シクロヘキサンジカルボキシレートなどのペルヒドロ化フタル酸エステル；アジピン酸ジオクチルなどのアジピン酸エステル；安息香酸エステル；トリメリット酸のエステル、グリコールエステル；2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールモノイソブチレートおよび2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールジイソブチレートなどの飽和アルカンジオールのエステルである。

【0093】

ポリエーテル(D)の例は好ましくは200~20,000g/molのモル質量を有するポリエチレングリコール、ポリTHF、およびポリプロピレングリコールである。

10

【0094】

少なくとも200g/molの、より好ましくは500g/molを超える、より具体的には900g/molを超えるモル質量、高分子可塑性剤の場合は平均モル質量 M_n を有する可塑性剤(D)が使用するのに好ましい。それらの可塑性剤は好ましくは多くとも20,000g/mol、より好ましくは多くとも10,000g/mol、より具体的には8,000g/mol以下のモル質量または平均モル質量 M_n を有する。

【0095】

成分(D)として使用するにはペルヒドロ化フタル酸エステル、トリメリット酸のエステル、ポリエステル、またはポリエーテルなどのフタル酸エステルを含まない可塑性剤が好ましい。

20

【0096】

可塑性剤(D)は特に好ましくはポリエーテルであり、より具体的にはポリエチレングリコール、ポリTHF、およびポリプロピレングリコールであり、非常に好ましくはポリプロピレングリコールである。これらの好ましいポリエーテル(D)は好ましくは400g/mol~20,000g/molの、より好ましくは800g/mol~12,000g/molの、より具体的には1,000g/mol~8,000g/molのモル質量を有する。

【0097】

本発明の組成物が可塑性剤(D)を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の成分(A)当たり好ましくは5~300重量部、より好ましくは10~150重量部、より具体的には26~100重量部である。本発明の組成物は可塑性剤(D)を含むことが好ましい。

30

【0098】

本発明の組成物の中に使用されてもよい充填剤(E)は今日までに知られているあらゆる所望の充填剤であり得る。

【0099】

充填剤(E)の例は、好ましくは最大で50m²/gのBET表面積を有する石英、珪藻土、ケイ酸カルシウム、ケイ酸ジルコニウム、タルク、カオリン、ゼオライト；酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化鉄または酸化亜鉛、および/またはそれらの混合酸化物などの金属酸化物粉末；硫酸バリウム、炭酸カルシウム、石膏、窒化シリコン、炭化シリコン、窒化ホウ素、ガラス粉末、およびポリアクリロニトリル粉末などの重合体粉末のような充填剤である非補強性充填剤；50m²/gを超えるBET表面積を有する加熱調製シリカ、沈降シリカ、沈降炭酸石灰、ファーネスブラックおよびアセチレンブラックなどのカーボンブラック、および高BET表面積を有するシリコン酸化アルミニウム混合物のような充填剤である補強充填剤；三水酸化アルミニウム；セラミックマイクロビーズ、弾性重合体ビーズ、ガラスビーズなどの中空ビーズ状の充填剤、または繊維状の充填剤である。提示された充填剤は、例えばオルガノシランおよび/またはオルガノシロキサンを用いる処理、またはステアリン酸を用いる処理によって、また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化されていてもよい。

40

50

【0100】

使用されてもよい前記充填剤（E）は炭酸カルシウム、タルク、三水酸化アルミニウム、およびシリカであることが好ましい。好ましい種類の炭酸カルシウムはすりつぶされ、または沈殿させられており、且つ、ステアリン酸などの脂肪酸またはそれらの塩で表面処理されてもよい。その好ましいシリカはヒュームドシリカであることが好ましい。

【0101】

使用されてもよい充填剤（E）は好ましくは1重量%以下、より好ましくは0.5重量%以下の水分含量を有する。

【0102】

本発明の組成物が充填剤（E）を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の成分（A）当たり好ましくは10～2,000重量部、より好ましくは40～1,000重量部、より具体的には80～500重量部である。本発明の組成物は充填剤（E）を含むことが好ましい。

10

【0103】

本発明の1つの特に好ましい実施態様では本発明の組成物は充填剤（E）として
a) シリカ、より具体的にはヒュームドシリカ、および
b) 炭酸カルシウム、三水酸化アルミニウムおよび/またはタルク
の組合せを含む。

【0104】

本発明の組成物が異なる充填剤（E）のこの特に好ましい組合せを含む場合、それらの組成物はいずれの場合にも100重量部の成分（A）当たり好ましくは1～50重量部までの、より好ましくは5～20重量部のシリカ、より具体的にはヒュームドシリカを含み、且つ、好ましくは10～500重量部、より好ましくは50～300重量部の炭酸カルシウム、三水酸化アルミニウム、タルクまたはこれらの材料の混合物を含む。

20

【0105】

本発明の別の特に好ましい実施態様では本発明の組成物は充填剤（E）として専ら炭酸炭素、三水酸化アルミニウムおよび/またはタルクをいずれの場合にも100重量部の成分（A）当たり好ましくは合計で10～500重量部、より好ましくは50～300重量部の量で含む。

【0106】

本発明の組成物の中に使用されてもよい接着促進剤（F）は、シラン縮合によって硬化する系について今日までに記載されているあらゆる所望の接着促進剤であり得る。

30

【0107】

接着促進剤（F）の例はグリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン、グリシジルオキシプロピル-メチルジメトキシシラン、グリシジルオキシプロピルトリエトキシシランまたはグリシジルオキシプロピルメチルジエトキシシラン、2-(3-トリエトキシシリルプロピル)マレイン酸無水物、N-(3-トリメトキシシリルプロピル)尿素、N-(3-トリエトキシシリルプロピル)尿素、N-(トリメトキシシリルメチル)-尿素、N-(メチルジメトキシシリルメチル)尿素、N-(3-トリエトキシシリルメチル)尿素、N-(3-メチルジエトキシシリルメチル)尿素、O-メチル-カルバマト-メチル-メチルジメトキシシラン、O-メチル-カルバマト-メチル-トリメトキシシラン、O-エチルカルバマト-メチル-メチルジエトキシシラン、O-エチルカルバマトメチルトリエトキシシラン、3-メタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、メタクリロイルオキシメチル-トリメトキシシラン、メタクリロイルオキシメチル-メチルジメトキシシラン、メタクリロイルオキシメチルトリエトキシシラン、メタクリロイルオキシメチルメチルジエトキシシラン、3-アクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、アクリロイルオキシメチルトリメトキシシラン、アクリロイルオキシメチルメチルジメトキシシラン、およびアクリロイルオキシメチルメチルジエトキシシランなどのエポキシシランであり、それらの部分縮合物でもある。

40

【0108】

50

本発明の組成物が接着促進剤（F）を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の架橋性組成物当たり好ましくは0.5～30重量部、より好ましくは1～10重量部である。

【0109】

本発明の組成物の中に使用されてもよい水捕捉剤（G）はシラン縮合によって硬化する系について記載されているあらゆる所望の水捕捉剤であり得る。

【0110】

水捕捉剤（G）の例はビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルメチルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、O-メチルカルバマトメチルメチルジメトキシシラン、O-メチルカルバマトメチルトリメトキシシラン、O-エチルカルバマトメチルメチルジエトキシシラン、O-エチルカルバマトメチルトリエトキシシラン、および/またはそれらの部分縮合物などのシランであり、1,1,1-トリメトキシエタン、1,1,1-トリエトキシエタン、トリメトキシメタン、およびトリエトキシメタンなどのオルトエステルでもあり、ビニルトリメトキシシランが好ましい。

10

【0111】

本発明の組成物が水捕捉剤（G）を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の架橋性組成物当たり好ましくは0.5～30重量部、より好ましくは1～10重量部である。本発明の組成物は水捕捉剤（G）を含むことが好ましい。

【0112】

本発明の組成物の中に使用されてもよい添加物（H）は、シラン架橋系に典型的である今日までに知られているあらゆる所望の添加物であり得る。

20

【0113】

本発明により使用されてもよい前記添加物（H）は、成分（A）～（G）と異なる化合物であり、好ましくは抗酸化剤であり、HALS化合物などのUV安定剤であり、例えば抗真菌剤であり、BYK社（ヴェーゼル、ドイツ）の市販の消泡剤であり、例えばBYK社（ヴェーゼル、ドイツ）の市販の湿潤剤であり、例えば顔料である。

【0114】

本発明の組成物が添加物（H）を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の成分（A）当たり好ましくは0.01～30重量部、より好ましくは0.1～10重量部である。本発明の組成物は添加物（H）を含むことが好ましい。

30

【0115】

本発明により使用されてもよいアジュバント（I）は成分（H）と異なり、反応性可塑剤、レオロジー添加剤、難燃剤、および有機溶媒であることが好ましい。

【0116】

好ましい反応性可塑剤（I）は6～40個の炭素原子を有するアルキル鎖を含み、且つ、前記化合物（A）に対して反応性である基を有するシランである。例はイソオクチルトリメトキシシラン、イソオクチルトリエトキシシラン、N-オクチルトリメトキシシラン、N-オクチルトリエトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、デシルトリエトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラン、ドデシルトリエトキシシラン、テトラデシルトリメトキシシラン、テトラデシルトリエトキシシラン、ヘキサデシルトリメトキシシラン、およびヘキサデシルトリエトキシシランである。

40

【0117】

レオロジー添加剤（I）は好ましくは1,013hPaの圧力下および室温において固体である化合物であり、好ましくはポリアミドワックス、水素化ひまし油、またはステアレートである。

【0118】

難燃剤（I）として接着剤系および密封剤系に典型的な種類のあらゆる典型的な難燃剤、より具体的にはハロゲン化合物およびハロゲン化誘導体を使用することが可能である。

【0119】

50

有機溶媒（I）の例は溶媒（BL）として上で既に提示された化合物、好ましくはアルコールである。

【0120】

本発明の組成物にどんな有機溶媒（I）も添加しないことが好ましい。

【0121】

本発明の組成物が1種類以上の成分（I）を含む場合、含まれる量は、いずれの場合にも100重量部の成分（A）当たり好ましくは0.5～200重量部、より好ましくは1～100重量部、より具体的には2～70重量部である。

【0122】

本発明の組成物は、

（A）前記式（I）の化合物を100重量部、
 （B）前記式（II）の単位からなり、好ましくは樹脂（B1）を含むシリコン樹脂を5～60重量部、
 化合物（C2）中の基Dに対する化合物（C1）のモル比が1：1～1：200であり、
 且つ、前記架橋性組成物が100重量部の成分（A）当たり総量で0.2～50重量部の成分（C1）と成分（C2）を含むことを条件として

（C1）金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、
 （C2）前記式（III）の単位からなる共触媒、
 を含み、所望により

（D）可塑剤、
 所望により

（E）充填剤、
 所望により

（F）接着促進剤、
 所望により

（G）水捕捉剤、
 所望により

（H）添加物、および
 所望により

（I）アジュバント

を含む組成物であることが好ましい。

【0123】

本発明の組成物は、

（A）前記式（I）の化合物を100重量部、
 （B）前記式（II）の単位からなり、好ましくは樹脂（B1）を含むシリコン樹脂を5～60重量部、
 化合物（C2）中の基Dに対する化合物（C1）のモル比が1：2～1：200であり、
 且つ、前記架橋性組成物が100重量部の成分（A）当たり総量で0.3～35重量部の成分（C1）と成分（C2）を含むことを条件として

（C1）金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、
 （C2）前記式（III）の単位からなる共触媒、
 （D）可塑剤を5～300重量部、
 含み、所望により

（E）充填剤、
 所望により

（F）接着促進剤、
 所望により

（G）水捕捉剤、
 所望により

（H）添加物、および

10

20

30

40

50

所望により

(I) アジュバント

を含む組成物であることが特に好ましい。

【 0 1 2 4 】

本発明の組成物は、

(A) 前記式 (I) の化合物を 1 0 0 重量部、

(B) 前記式 (I I) の単位からなり、好ましくは樹脂 (B 1) を含むシリコーン樹脂を 5 ~ 6 0 重量部、

化合物 (C 2) 中の基 D に対する化合物 (C 1) のモル比が 1 : 2 ~ 1 : 2 0 0 であり、
且つ、前記架橋性組成物が 1 0 0 重量部の成分 (A) 当たり総量で 0 . 3 ~ 3 5 重量部の
成分 (C 1) と成分 (C 2) を含むことを条件として

(C 1) 金属含有硬化触媒、グアニジン類、およびアミジン類から選択される触媒、

(C 2) 前記式 (I I I) の単位からなる共触媒、

(D) 可塑剤を 5 ~ 3 0 0 重量部、

(E) 充填剤を 4 ~ 1 , 0 0 0 重量部、

含み、所望により

(F) 接着促進剤、

所望により

(G) 水捕捉剤、

所望により

(H) 添加物、および

所望により

(I) アジュバント

を含む組成物であることが非常に好ましい。

【 0 1 2 5 】

本発明の組成物は、

(A) Y がポリプロピレンオキシドラジカルである前記式 (I) の化合物を 1 0 0 重量部、

(B) 前記式 (I I) の単位からなるシリコーン樹脂 (B 1) を 1 0 ~ 5 0 重量部、

化合物 (C 2) 中の基 D に対する化合物 (C 1) のモル比が 1 : 2 ~ 1 : 2 0 0 であり、
且つ、前記架橋性組成物が 1 0 0 重量部の成分 (A) 当たり総量で 0 . 3 ~ 3 5 重量部の
成分 (C 1) と成分 (C 2) を含むことを条件として

(C 1) スズ含有化合物から選択される触媒、

(C 2) 前記式 (I I I) の単位からなる共触媒、

(D) 可塑剤を 3 0 ~ 1 5 0 重量部、

(E) 充填剤を 6 0 ~ 5 0 0 重量部、

含み、所望により

(F) 接着促進剤、

(G) 水捕捉剤を 0 . 5 ~ 3 0 重量部、

(H) 抗酸化剤および UV 安定剤から選択される添加物を 0 . 1 ~ 1 0 重量部、および
所望により

(I) アジュバント

を含む組成物であることが非常に好ましい。

【 0 1 2 6 】

本発明の組成物は提示された成分 (A) ~ (I) の他に他の成分を含まないことが好ましい。

【 0 1 2 7 】

本発明により使用される前記成分はいずれの場合にも 1 種類のそのような成分であり得るか、そうでなければ少なくとも 2 種類の各成分の混合物であり得る。

【 0 1 2 8 】

10

20

30

40

50

本発明の組成物はいずれの場合にも25 で好ましくは500~3,000,000 mPasの、より好ましくは15,000~1,500,000 mPasまでの粘度を有するドロットしたのからペースト状の粘稠性を有する組成物であることが好ましい。

【0129】

本発明の組成物は、例えば湿気硬化組成物の製造にとって普通の種類の方法および混合法によるものなどの公知のあらゆる方法で製造され得る。様々な成分を相互に混合する順序を所望により変えてよい。

【0130】

本発明の更なる目的は、個々の前記成分をあらゆる順序で混合することにより本発明の組成物を製造する方法である。

10

【0131】

この混合は室温および周囲大気の下において、言い換えると約900~1,100 hPaで行われてよい。あるいは、この混合は所望により例えば30~130 の範囲内の温度のようにより高い温度で行われてもよい。例えば揮発性化合物および/または空気を取り除くために30~500 hPaの絶対圧などの陰圧下で混合を一時的または連続的に行うことがさらに可能である。

【0132】

本発明のこの混合は湿気が存在しない状態で行われることが好ましい。

【0133】

本発明の方法は連続的または不連続的に行われてよい。

20

【0134】

本発明の組成物は一成分架橋性組成物であることが好ましい。あるいは、本発明の組成物は水などのOH含有化合物が第2成分で添加される二成分架橋系の一部であってよい。

【0135】

本発明の組成物は水が存在しない状態で貯蔵可能であり、本発明の組成物は水が侵入すると架橋性になる。

【0136】

空気の通常の水分含量は本発明の組成物の架橋に充分である。本発明の組成物は室温で架橋されることが好ましい。所望により室温よりも高い温度または低い温度で、例えば-5 ~ 15 または30 ~ 50 のような温度で、および/または空気の通常の水分含量を超える水濃度によって架橋が行われてもよい。架橋は好ましくは100~1,100 hPaの圧力下で、より具体的には周囲大気の下、言い換えると約900~1,100 hPaで行われる。

30

【0137】

本発明の更なる目的は本発明の組成物を架橋することによって製造される成形体である。

【0138】

本発明の成形体は好ましくは少なくとも1 MPaの引張強度、より好ましくは少なくとも1.5 MPaの引張強度、より具体的には少なくとも2 MPaの引張強度を有し、いずれの場合にもDIN EN 53504に従って測定される。

40

【0139】

本発明の成形体は、例えば、シール材、圧縮成形体、押し出し形材、被覆材、含浸系、注型物、レンズ、プリズム、多角形体、ラミネート層、または接着剤層などのあらゆる所望の成形体であり得る。

【0140】

本発明の更なる目的は、本発明の組成物が少なくとも1つの基材に塗布され、その後で架橋させられる複合材料の製造方法である。

【0141】

その例は、成形品、複合材料、および複合成型品の、被覆、注型、および製造である。複合成形品はここで本発明の組成物の架橋産物と少なくとも1つの基材からそれら2つの

50

部分の間にはしっかりとした耐久性のある接着状態が存在するように構成されている複合材料を含む単一の成形品を指すものとされる。

【0142】

複合材料を製造するための本発明の方法では本発明の組成物は、例えば接着剤、ラミネート、またはカプセル封入系の場合のように少なくとも2つの同一の基材または異なる基材の間で加硫処理されてもよい。

【0143】

本発明により密封または接着結合され得る基材の例はPVCを含むプラスチック、コンクリート、木材、鉱物基材、金属、ガラス、セラミックス、および被覆面である。

【0144】

本発明の組成物は、水が存在しない状態で貯蔵可能であり、且つ、水が侵入すると室温で架橋してエラストマーになる組成物を使用することが可能である全ての最終利用法に使用され得る。

【0145】

したがって本発明の組成物は、例えば、建築物、陸上車両、船舶および航空機等における例えば10～40mmの内のり幅の縦目地をはじめとする目地および同様の空隙のシーリング材として、屋根、壁、または床の密封などの拡張部の密封のためのシーリング材として、または例えば窓の構築もしくはガラスキャビネットの製造における接着剤またはパテとして、およびまた、例えば保護被覆の製造またはスリップ防止被覆の製造または成形弾性物品の製造における接着剤またはパテとして、およびまた、電気装置または電子装置の絶縁のための接着剤またはパテとして非常に適切である。

【0146】

本発明の組成物の利点はそれらが製造しやすいことである。

【0147】

本発明の架橋性組成物は、それらが非常に高い貯蔵安定性と速い架橋速度で注目に値するという利点を有する。さらに、本発明の架橋性組成物は優れた接着プロファイルという利点を有する。

【0148】

本発明の架橋性組成物のその他の利点は加工しやすいことである。

【0149】

別段の指示が無い限り、下の実施例における操作の全ては周囲大気の下で、言い換えると約1,013hPaで、且つ、室温で、言い換えると約23℃で、またはさらに過熱したり冷却したりすることなく反応物が室温で混合されるときに生じる温度で実施される。本組成物の架橋は約50%の相対大気湿度で実施される。また、全ての部およびパーセンテージは別段の指示がない限り重量によるものである。

【実施例】

【0150】

実施例1

滴下漏斗、リービッヒ冷却器、KPG攪拌機、および温度計が付いた2Lの四首フラスコに室温で1,000gのフェニルトリメトキシシランを入れ、攪拌しながら20gの20%強度の塩酸水溶液をこの最初の分量に添加する。これに続いて穏やかな還流が始まるまで65～68℃の温度に加熱する。その後、還流させながら74gの水と40gのメタノールの混合物を30分間の期間にわたって一定の速度で添加する。その添加の終了後に還流させながら攪拌をさらに10分間にわたって継続し、続いて室温まで冷却する。

【0151】

その反応混合物を約16時間にわたって室温で放置し、その後で攪拌しながら60gの炭酸水素ナトリウムを添加し、30分間にわたって攪拌した後でそれにより生じた固形物を濾過により単離する。最後に低沸点溶媒（基本的にメタノール）を蒸留により除去する。この操作において取り除かれる蒸留物のうちの約80～90%の量が最初に1,013mbar、120℃の温度で除去され、その後で圧力を10mbarまで下げ、残りの低

10

20

30

40

50

沸点残留物を後続の15～20分間にわたって留去する。

【0152】

1,200g/molの平均分子量 M_n 、23で30mPasの粘度、および総樹脂質量に基づいて18重量%のメトキシ基含量を有するフェニルシリコーン樹脂が得られる。

【0153】

実施例2

実施例1の手順を繰り返す。しかしながら、成分とそれらの量を次のように変更する。1,000gのフェニルトリメトキシシランの代わりに700gのフェニルトリメトキシシランと300gのメチルトリメトキシシランの混合物を最初の分量として入れる。そして、これは同じままであるが塩を添加し、65～68の温度へ加熱した後に還流させながら30分間の期間にわたって一定の速度で添加される混合物は74gの水と40gのメタノールの混合物ではなく、92.5gの水と62gのメタノールの混合物である。他の工程パラメーター、成分およびそれらの量の全ては変わっていない。

10

【0154】

1,100g/molの平均分子量 M_n 、23で30mPasの粘度、および全樹脂質量に基づいて19%のメトキシ基含量を有するフェニルメチルシリコーン樹脂が得られる。

【0155】

実施例3

発明的接着剤製剤の製造

18,000g/molの平均分子量(M_n)および式-O-C(=O)-NH-(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃の2末端基を有する85.6gのシラン末端ポリプロピレングリコール(ドイツ、ミュンヘンのWacker Chemie AG社からGENIOSIL(登録商標)STP-E35の名称で商業的に入手可能)と59.2gの2,000g/molの平均分子量 M_n を有するポリプロピレングリコールを8.0gのピニルトリメトキシシラン、54.4gの実施例1により調製された樹脂、および2.0gの安定化剤混合物(BASF AG社(ドイツ)からTINUVIN(登録商標)B75の名称で商業的に入手可能であり、且つ、20%のIrganox(登録商標)1135(CAS番号125643-61-0)、40%のTinuvin(登録商標)571(CAS番号23328-53-2)および40%のTinuvin(登録商標)765(CAS番号41556-26-7)から構成される混合物)と約25で2本交差アームミキサーが装備されたPC-Laborssystem社の実験室用プレネタリーミキサーの中で2分間にわたって200rpmで混合および均一化する。その後、脂肪酸被覆を有し、且つ、約0.07μmの平均粒径(D50%)を有する186.0gの沈降炭酸石灰(オーストリア、グンメルンのShiraishi Omya GmbH社からHakukenkai(登録商標)CCR S10の名称で商業的に入手可能)を1分間にわたって600rpmで攪拌しながら混入する。その炭酸石灰の混入の後に4gのアミノプロピルトリメトキシシランと0.8gのジオクチルスズジラウレート(登録商標)を1分間にわたって200rpmで混入する。最後に泡が無くなるまで攪拌しながら約100mbarの圧力下において600rpmで2分間、および200rpmで1分間にわたって均一化を行う。

20

30

40

【0156】

得られた組成物を310mLのPEカートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の24時間にわたって20で貯蔵する。

【0157】

実施例4

発明的接着剤製剤の製造

実施例3に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、GENIOSIL(登録商標)STP-E35と実施例1により調製されたフェニルシリコーン樹脂の実施例3において示された量を変更する。よって、ここでは103.6gのGENIOSIL(登録商

50

標) S T P - E 3 5 と 3 6 . 4 g の実施例 1 により調製された樹脂を使用する。全ての他の出発物質の使用量は変わっていない。

【 0 1 5 8 】

得られた組成物を 3 1 0 m L の P E カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 2 4 時間にわたって 2 0 °C で貯蔵する。

【 0 1 5 9 】

実施例 5

発明的接着剤製剤の製造

実施例 3 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、G E N I O S I L (登録商標) S T P - E 3 5 と実施例 1 により調製されたフェニルシリコン樹脂の実施例 3 において示された量を変更する。よって、ここでは 1 2 2 . 0 g の G E N I O S I L (登録商標) S T P - E 3 5 と 1 8 . 0 g の実施例 1 により調製された無溶媒樹脂を使用する。全ての他の出発物質の使用量は変わっていない。

10

【 0 1 6 0 】

得られた組成物を 3 1 0 m L の P E カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 2 4 時間にわたって 2 0 °C で貯蔵する。

【 0 1 6 1 】

比較例 1

非発明的接着剤製剤の製造

実施例 3 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、実施例 1 により調製されたフェニルシリコン樹脂を添加しない。その代り、8 5 . 6 g ではなく 1 4 0 g の G E N I O S I L (登録商標) S T P - E 3 5 を使用する。

20

【 0 1 6 2 】

得られた組成物を 3 1 0 m L の P E カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 2 4 時間にわたって 2 0 °C で貯蔵する。

【 0 1 6 3 】

比較例 2

非発明的接着剤製剤の製造

実施例 3 に記載されている手順を繰り返す。しかしながらジオクチルスズジラウレート_nを添加しない。その代り、使用される 2 , 0 0 0 の平均モル質量 M_n を有するポリプロピレングリコールの量を 5 9 . 2 g から 6 0 g にわずかに増加させる。全ての他の出発物質の使用量は変わっていない。

30

【 0 1 6 4 】

実施例 6

実施例 3 ~ 5 において得られた組成物、および比較例 1 および 2 (C 1 および C 2) において得られた組成物も架橋させ、それらの組成物の被膜形成特性およびそれらの機械的特性について試験する。結果を表 1 に示す。

【 0 1 6 5 】

被膜形成時間 (S F T)

被膜形成時間の決定のために前記実施例で得られた架橋性組成物を 2 m m 厚の層として P E フィルムに塗布し、標準的条件下 (2 3 °C および 5 0 % の相対湿度) で貯蔵する。硬化時に被膜形成を 5 分ごとに検査する。試料の表面に乾燥した実験用へら₁を注意深く置き、それを上方へ引き上げることでこれを行う。試料が指にくっつく場合では被膜はまだ形成されていない。指にくっつく試料がもはや無ければ被膜が形成されており、その時間を記録する。

40

【 0 1 6 6 】

機械的特性

圧延テフロンプレートに前記組成物をそれぞれ 2 m m の厚みで被覆し、2 3 °C および 5 0 % 相対湿度で 2 週間にわたって硬化した。

【 0 1 6 7 】

50

ショアA硬度をDIN 53505により決定する。
引張強度をDIN 53504-S1により決定する。
破断点伸度をDIN 53504-S1により決定する。

【0168】

【表1】

組成物例	3	4	5	C1	C2
成分(A)に対する成分(B)の比率	0.63	0.35	0.15	0.00	0.63
(C1)と(C2)の触媒混合物	有り	有り	有り	有り	無し
被膜形成時間[分]	126	94	36	8	1000超
ショアA硬度	63	54	50	50	n. d.
引張強度[N/mm ²]	4.5	5.6	4.1	3.2	n. d.
破断点伸度[%]	612	748	680	418	n. d.

n. d. : 決定不可能

【0169】

例3、4、5、およびC1の比較はフェニルシリコーン樹脂(成分(B))含む本発明の系が成分(B)を含まない非発明的組成物よりもずっと良好な引張強度を示すばかりか、驚くべきことにかなり良好な破断点伸度も示すことを示している。

【0170】

同時に同じ例の比較は驚くべきことにフェニルシリコーン樹脂(成分(B))の添加によって被膜形成時間が顕著に延長されることを示している。成分(C1)と成分(C2)の併用が無い場合、実用的に適切な硬化時間を達成することができない(比較例2を参照されたい)。

【0171】

実施例7

発明的接着剤製剤の製造

18,000g/molの平均分子量(M_n)および式-O-C(=O)-NH-(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃の2末端基を有する160.0gのシラン末端ポリプロピレングリコール(ドイツ、ミュンヘンのWacker Chemie AG社からGENIOSIL(登録商標)STP-E35の名称で商業的に入手可能)を42.0gの実施例1により調製された無溶媒樹脂および2.0gの安定化剤混合物(ドイツのBASF AG社(ドイツ)からTINUVIN(登録商標)B75の名称で商業的に入手可能)と約25で2本交差アームミキサーが装備されたPC-Laborsystem社の実験室用プレタリーミキサーの中で2分間にわたって200rpmで均一化する。その後、3~5m²/gのBET表面積および1.7~2.1μmのd50を有する189.6gの三水酸化アルミニウム(Albemarle社からMartinal(登録商標)OL104の名称で商業的に入手可能)を1分間にわたって600rpmで攪拌しながら混入する。その充填剤の混入の後に6gのアミノプロピルトリメトキシシランと0.4gのジオクチルスズジラウレート(登録商標)を1分間にわたって200rpmで混入する。最後に泡が無くなるまで攪拌しながら約100mbarの圧力下において600rpmで2分間、および200rpmで1分間にわたって均一化を行う。

【0172】

得られた組成物を310mLのPEカートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の24時間にわたって20で貯蔵する。

【0173】

10

20

30

40

50

実施例 8

発明的接着剤製剤の製造

実施例 7 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、0.4 g のジオクチルスズジラウレートの代わりに 0.4 g の 1, 8 - ジアザピシクロ [5 . 4 . 0] ウンデ - 7 - セン (DBU、ドイツの BASF AG 社から Lupragen (登録商標) N700 の名称で商業的に入手可能) を使用する。

【 0 1 7 4 】

得られた組成物を 310 mL の PE カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 24 時間にわたって 20 で貯蔵する。

【 0 1 7 5 】

実施例 9

発明的接着剤製剤の製造

実施例 7 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、0.4 g のジオクチルスズジラウレートの代わりに 0.4 g のジイソプロポキシチタン - エチレンアセトアセテート (米国、スタフォードの Dorf Ketal Chemicals 有限会社から 「 Tyzor (登録商標) IBAY 」 の名称で商業的に入手可能) を使用する。

【 0 1 7 6 】

得られた組成物を 310 mL の PE カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 24 時間にわたって 20 で貯蔵する。

【 0 1 7 7 】

比較例 3

非発明的接着剤製剤の製造

実施例 7 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら 0.4 g のジオクチルスズジラウレートの添加を置き換えることなく省略する。

【 0 1 7 8 】

得られた組成物を 310 mL の PE カートリッジに分注し、それに気密シールを施し、そして試験前の 24 時間にわたって 20 で貯蔵する。

【 0 1 7 9 】

実施例 10

実施例 7 ~ 9 において得られた組成物、および比較例 3 (C3) において得られた組成物も架橋させ、それらの組成物の被膜形成特性およびそれらの機械的特性について試験する。結果を表 2 に示す。

【 0 1 8 0 】

被膜形成時間 (SFT)

実施例 6 において記載されるように被膜形成時間を決定する。

【 0 1 8 1 】

機械的特性

DIN EN 204 に記載されるように引張せん断強度を決定する。ここで引張せん断強度の決定において、接着される予定の両方の木材ブロックに各組成物を塗布し、続いて 100 μm のドクターブレードを用いてドロダウソする。その後、5 kg の圧力を加えてそれら 2 つの木材ブロックを 1 cm x 2 cm の面積にわたって接着する。24 時間の圧力印加後に標準的条件下でそれらのブロックを貯蔵する。D1 値の決定のためにはその貯蔵時間は 7 日である。その後、それら 2 つの接着されたブロックの引張せん断強度を直接的に測定する。D4 測定の場合では標準的条件下での貯蔵時間は 21 日であり、その後 6 時間にわたる沸騰水中での追加の貯蔵がある。その後でその水からそれらのブロックを取り出し、乾燥し、そして 1 時間にわたって室温で貯蔵する。この後に引張せん断強度の決定が続く。

【 0 1 8 2 】

10

20

30

40

【表 2】

組成物例	7	8	9	C3
SFT [分]	97	60	336	1165
D1測定値 [MPa]	5.7	5.1	5.4	3.8
D4測定値 [MPa]	2.3	2.1	2.0	1.6

10

【0183】

実施例 11

発明的接着剤製剤の製造

実施例 5 に記載されている手順を繰り返す。しかしながら、18 g の実施例 1 により調製されたフェニルシリコーン樹脂の代わりに 18 g の実施例 2 により調製されたフェニルメチルシリコーン樹脂を使用する。全ての他の操作パラメーター、成分およびそれらの量は変わっていない。

【0184】

得られた組成物を 310 mL の PE カートリッジに分注し、気密シールを施し、そして試験前の 24 時間にわたって 20 で貯蔵する。

20

【0185】

実施例 6 に記載されている手順に従う被膜形成時間と機械的特性の決定時に見られた値は次の通りである。

被膜形成時間： 21 分

ショア A 硬度： 49

引張強度： 3.6 N / mm²

破断点伸度： 486 %

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I			
C 0 8 K	3/26	(2006.01)	C 0 8 K	3/26	
C 0 8 K	3/34	(2006.01)	C 0 8 K	3/34	
C 0 8 J	3/24	(2006.01)	C 0 8 J	3/24	C E Z A
C 0 9 D	201/10	(2006.01)	C 0 8 J	3/24	C F F
C 0 9 D	183/04	(2006.01)	C 0 9 D	201/10	
			C 0 9 D	183/04	

(74)代理人 100105153

弁理士 朝倉 悟

(74)代理人 100120617

弁理士 浅野 真理

(72)発明者 フォルカー、スタンイェク

ドイツ連邦共和国アムプフィング、ネルケンベーク、5

(72)発明者 ラルス、ザンダー

ドイツ連邦共和国アルトエッティング、ヨーゼフ - ライトル - シュトラーセ、12

審査官 松浦 裕介

(56)参考文献 国際公開第2013/117471(WO, A1)
 特表2015-515503(JP, A)
 特表2014-521819(JP, A)
 国際公開第2009/011329(WO, A1)
 米国特許出願公開第2010/0216925(US, A1)
 特表2015-531802(JP, A)
 米国特許出願公開第2015/0203729(US, A1)
 国際公開第2014/026906(WO, A1)
 特開昭59-025837(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

IPC	C 0 8 L	1 / 0 0	-	1 0 1 / 1 6
	C 0 8 K	3 / 0 0	-	1 3 / 0 8