

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4204723号  
(P4204723)

(45) 発行日 平成21年1月7日 (2009.1.7)

(24) 登録日 平成20年10月24日 (2008.10.24)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 D 5/00 (2006.01)

C O 9 D 5/00 D

C O 9 D 183/04 (2006.01)

C O 9 D 183/04

C O 8 L 101/10 (2006.01)

C O 8 L 101/10

請求項の数 4 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願平11-356222  
 (22) 出願日 平成11年12月15日 (1999.12.15)  
 (65) 公開番号 特開2001-172566 (P2001-172566A)  
 (43) 公開日 平成13年6月26日 (2001.6.26)  
 審査請求日 平成17年7月29日 (2005.7.29)

(73) 特許権者 000006714  
 横浜ゴム株式会社  
 東京都港区新橋5丁目36番11号  
 (74) 代理人 100080159  
 弁理士 渡辺 望穂  
 (74) 代理人 100090217  
 弁理士 三和 晴子  
 (72) 発明者 木村 和資  
 神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株  
 式会社 平塚製造所内  
 (72) 発明者 石川 和憲  
 神奈川県平塚市追分2番1号 横浜ゴム株  
 式会社 平塚製造所内

審査官 菅原 洋平

最終頁に続く

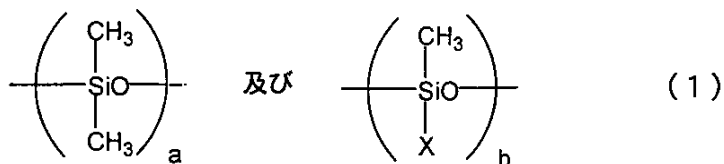
(54) 【発明の名称】 プライマー組成物

(57) 【特許請求の範囲】

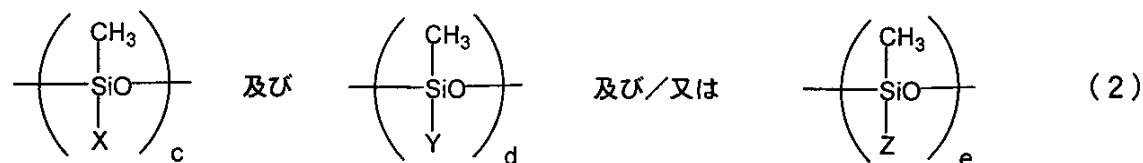
【請求項1】

下記式(1)で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物(A)および/  
 または下記式(2)で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物(B)と有  
 機溶剤とを含有することを特徴とするプライマー組成物。

【化1】



10



式中、Xは末端にシリル基を有してもよいポリイソブチレンであり、Yは末端にシリル

20

基を有してもよい炭素数 1 ~ 18 のアルキル基である。また、Z は加水分解性基である。  
a、b、c、d、e は整数であり、 $a / a + b = 0.01 \sim 0.9$ 、 $b / a + b = 0.01 \sim 0.7$ 、 $c / c + d + e = 0.01 \sim 0.7$ 、 $d / c + d + e = 0 \sim 0.9$ 、および  $e / c + d + e = 0 \sim 0.9$  である。

【請求項 2】

前記プライマー組成物が、さらに末端にシリル基を有するポリイソブチレン化合物を含有する請求項 1 に記載のプライマー組成物。

【請求項 3】

前記プライマー組成物が、さらにシランカップリング剤を含有する請求項 1 または 2 に記載のプライマー組成物。

【請求項 4】

前記プライマー組成物が、さらにシラノール縮合触媒を含有する請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のプライマー組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、種々の表面形態の異なる各種被着体にも幅広く適用することができる、耐候性、耐熱性、耐水性に優れたプライマー組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

基本的に飽和炭化水素を骨格とし、反応性の官能基を有するポリイソブチレン等の有機重合体は、その優れた耐候性、耐熱性、耐水性により、シーリング材、コーティング剤、密封剤等に好適に用いられる。

【0003】

しかし、その飽和炭化水素系重合体は非極性ゆえに接着性に問題があり、プライマーの使用が必須である。

プライマーとしては、特開平 11 - 209701 号公報、特開平 11 - 209702 号公報で提案されるバインダー成分として飽和炭化水素系重合体を用いる方法や、特開平 4 - 252283 号公報にはエポキシ樹脂を用いる方法、特公平 1 - 306484 号公報にはシリカ等の添加物を用いる方法が開示されている。

【0004】

また、特公平 6 - 6680 号公報には、シリコーン類に対する接着性の向上等を狙い、反応性シリコーン樹脂と特定のアミノ基含有アルコキシシランとを含有するプライマーが提案されている。また特開平 9 - 95656 号公報には、アクリル電着塗料やフッ素樹脂塗料による塗膜表面に対する接着性の向上を狙い、特定のケイ素化合物を含有するプライマーが提案されているが、種々の表面形態を有する各種の被着体のすべてに包括的に適用しうるプライマーはこれまでに例がない。

【0005】

一方で、樹脂組成物としてのシリコーンの有する耐熱性、耐酸化安定性、耐候性、接着性等の優れた諸性質を有効に活用するため、グリコール系、アクリル系、スチレン等のビニル系ポリマー成分をグラフト重合して種々の特性を付与する試みがなされている。

【0006】

例えば、特開平 10 - 36460 号公報には、シリコーンに、エチレン性不飽和結合を有する単体をグラフト重合した発明が開示されており、特開平 9 - 279031 号公報には、ケイ素原子結合水素原子含有シリコーンにオキシアルキレン基含有有機化合物をグラフト重合する方法が開示される。また、特開平 7 - 18036 号公報には、ヨウ素含有シリコーン重合体に、ラジカル重合可能な単体をグラフト重合するシリコーングラフト重合体が開示される。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

本発明の目的は、種々の異なる表面形態をもつ各種の被着体すべてに対して良好な接着性を有し、かつ均一な塗膜を形成しうるプライマーであり、さらに、耐候性、耐熱性、耐水性に優れた非極性の飽和炭化水素系有機重合体を主剤とする硬化組成物に対しても良好な接着性を有するプライマー組成物を提供することにある。

【 0 0 0 8 】

本発明者等は、上記のような優れた特性を有するシリコンにグラフト重合により種々の特性を付与できるグラフト共重合体をプライマーとして応用し、適用性の高いプライマー組成物を得るために鋭意研究を行った結果、シリコンにポリイソブチレンを付加したシリコングラフト共重合体が、プライマーの主剤として優れた性質を有することを見出し、本発明を完成した。

10

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】

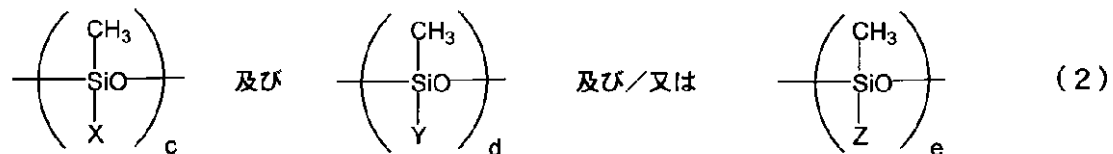
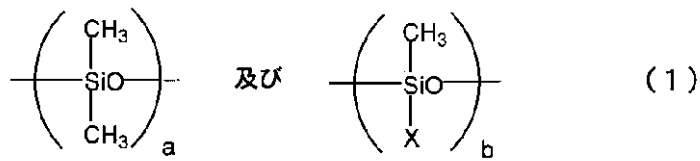
すなわち、本発明は、加水分解性シリル基、ポリイソブチレン構造およびシロキサン結合を有する、重合度 20 以上のポリマーと有機溶剤とを含有することを特徴とするプライマー組成物を提供する。

また、下記式 ( 1 ) で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物 ( A ) および / または下記式 ( 2 ) で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物 ( B ) と有機溶剤とを含有することを特徴とするプライマー組成物を提供する。

【 0 0 1 0 】

【化 2】

20



30

【 0 0 1 1 】

式中、X は、末端にシリル基を有してもよいポリイソブチレンであり、Y は、末端にシリル基を有してもよい炭素数 1 ~ 18 のアルキル基である。また、Z は、加水分解性基である。

a、b、c、d、e は整数であり、

$a / a + b = 0.01 \sim 0.9$ 、 $b / a + b = 0.01 \sim 0.7$ 、

$c / c + d + e = 0.01 \sim 0.7$ 、 $d / c + d + e = 0.01 \sim 0.9$ 、および  $e / c + d + e = 0.01 \sim 0.9$  であり、d と e はそれぞれ独立に 0 であってもよい。

40

【 0 0 1 2 】

また、本発明は前記プライマー組成物が、さらに末端にシリル基を有するポリイソブチレン化合物を含有するプライマー組成物を提供する。

また、本発明は前記プライマー組成物が、さらにシラノール縮合触媒および / またはシランカップリング剤を含有するプライマー組成物を提供する。

【 0 0 1 3 】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明の詳細について説明する。

本発明のプライマー組成物は、加水分解性シリル基、ポリイソブチレン構造およびシロキ

50

サン結合を有する、重合度 20 以上のポリマーと有機溶剤とを含有する。ポリマーは 1 種でも 2 種以上であってもよい。

上記加水分解性シリル基またはポリイソブチレン構造は、ポリシロキサン化合物の側鎖に有しているのでもよいし、該ポリシロキサン化合物がこれらをいずれも有していない場合は、これらのうちいずれか、または両者を含有する化合物を添加してプライマー組成物中で両者を混在させるのでもよい。

【0014】

加水分解性シリル基またはポリイソブチレン構造をポリシロキサン化合物の側鎖に有する場合は、これらの両者を同時に有するポリシロキサン化合物を用いることができる。この場合、該ポリシロキサン化合物の重合度は 20 以上である。また、どちらか一方を側鎖に有するポリシロキサン化合物のそれぞれを組成物中に含有させるのでもよい。この場合は、それぞれのポリシロキサン化合物の重合度は合計で 20 以上となる。

また、どちらか一方を側鎖に有し、重合度が 20 以上であるポリシロキサン化合物と、加水分解性シリル基または / およびポリイソブチレン構造を有する化合物とを含有させることにより、組成物中で両者が混在するのでもよい。

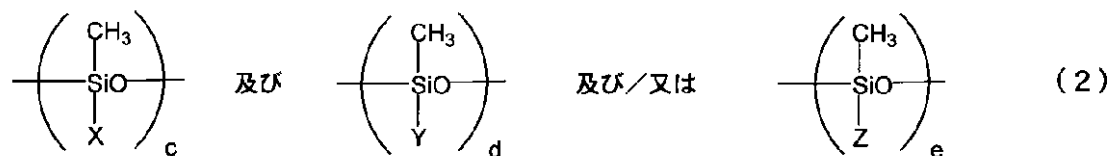
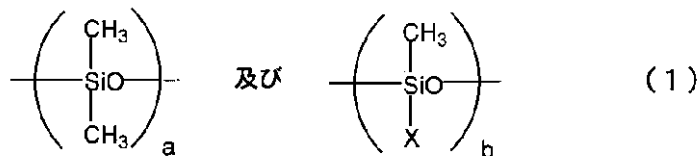
【0015】

1. ポリシロキサン化合物

ポリシロキサン化合物は、好ましくは、下記式 (1) で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物 (A) か、下記式 (2) で表されるシロキサン構造を有するポリシロキサン化合物 (B) か、またはその両方を含有する。

【0016】

【化 3】



【0017】

ポリシロキサン化合物 (A)

ポリシロキサン化合物 (A) は、上記式 (1) で表される構造を有するが、式 (1) 中、X は、ポリイソブチレンであり、末端にシリル基を有してもよい。

シリル基としては、下記式 (3) に示される基であることが好ましい。

【0018】

【化 4】



【0019】

式 (3) 中、R は同一でも異なってもよく、加水分解性基またはアルキル基を表すが

10

20

30

40

50

、これらのうち少なくとも1つは加水分解性基である。

加水分解性基としては、具体的には、水素原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が好適に例示される。

中でも、加水分解性が温和で取扱いが容易な点でアルコキシ基が好ましく、特に、メトキシ基、エトキシ基が好ましい。

また、アルキル基としては炭素数1～18のものが好ましく、特にメチル基、エチル基が好ましい。

#### 【0020】

従って、Xとしては、末端にトリメトキシシラン、トリエトキシシラン、メチルジメトキシシランを有してもよい、数平均分子量300～30,000の1価のポリイソブチレンが好適である。

#### 【0021】

分子中の各シロキサン構造の配列は特に限定されず、シロキサン構造の重合度は20以上である。また、これらは以下に示す組成比で含まれる。すなわち、

式中のaおよびbは整数であり、好ましくは、aは1～200、bは1～200、より好ましくは、aは1～50、bは1～50であり、 $a/a+b=0.01\sim0.9$ 、 $b/a+b=0.01\sim0.7$ の範囲内にある。この範囲内であれば、プライマーとして用いる本発明の組成物の相溶性が良好で、ポリイソブチレンの有する粘着性、耐老化性、耐オゾン性、気体不透過性、耐熱性等の種々の優れた特性を十分に付与することができる。

#### 【0022】

##### ポリシロキサン化合物(B)

ポリシロキサン化合物(B)は、上記式(2)で表される構造を有するが、式(2)中のXは、上述の式(1)中におけるXと同義である。

Yは、末端にシリル基を有してもよい炭素数1～18のアルキル基である。

シリル基としては、上記式(3)で示される化合物であることが好ましい。Yが上記式(3)で示されるような加水分解性基含有シリル基を有すると、ポリシロキサン化合物(B)を含有する本発明のプライマー組成物の、被着体に対する接着性が向上するからである。

Yとしては、具体的には、1価のトリメトキシエチルシランまたは1価のトリエトキシエチルシランが好適に例示される。

#### 【0023】

Zは加水分解性基である。ポリシロキサン化合物(B)を含有する本発明のプライマー組成物は、Zを側鎖に有することにより被着体に対する接着性が向上する。

加水分解性基としては、特に限定されないが、具体的には、水素原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が好適に例示される。特に、アルコキシ基が加水分解性が温和で、取扱いが容易な点から好ましい。

アルコキシ基としては、炭素数1～3のものが好ましく、メトキシ基、エトキシ基、n-プロピルオキシ基、イソプロピルオキシ基が挙げられる。

#### 【0024】

また、1価のエチレングリコールモノメチルエーテル、1価のジエチレングリコールモノメチルエーテル等の水酸基を有するエーテル化合物を例示することもでき、特に、1価のエチレングリコールモノメチルエーテルが好適である。

#### 【0025】

ポリシロキサン化合物(B)においても、分子中の各シロキサン構造の配列は特に限定されず、シロキサン構造の重合度は20以上である。また、これらは以下の組成比で含まれる。すなわち、

式中のc、d、eは整数であり、好ましくは、cは1～200、dは0～200、eは0～200、より好ましくはcは1～50、dは0～100、eは0～100であり、これ

10

20

30

40

50

らは、 $c / c + d + e = 0.01 \sim 0.7$ 、 $d / c + d + e = 0.01 \sim 0.9$ 、 $e / c + d + e = 0.01 \sim 0.9$ の範囲内にあり、 $d$ と $e$ はそれぞれ独立に0であってもよい。この範囲内であれば、プライマーとして前述のような優れた硬化物が得られ、さらに耐温水性も向上する。

【0026】

上記ポリシロキサン化合物は、1種単独でも2種以上を併用してもよいが、数平均分子量としては、500～100,000程度であるのが好ましく、特に、1,000～30,000程度の液状ないし流動性を有するものが好ましい。

【0027】

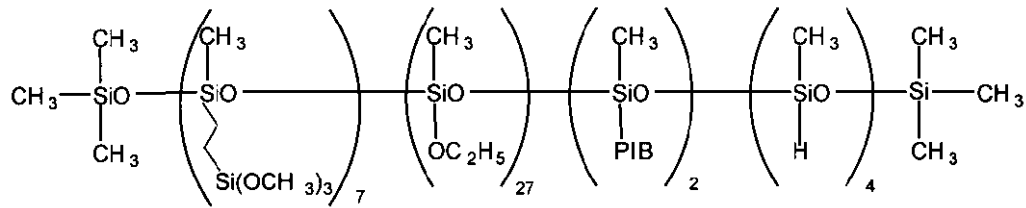
ポリシロキサン化合物としては下記構造の化合物が好適に例示される。

10

【0028】

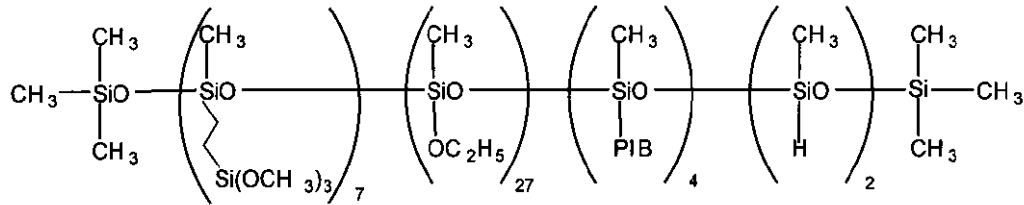
【化5】

## ポリシロキサン化合物 1 :



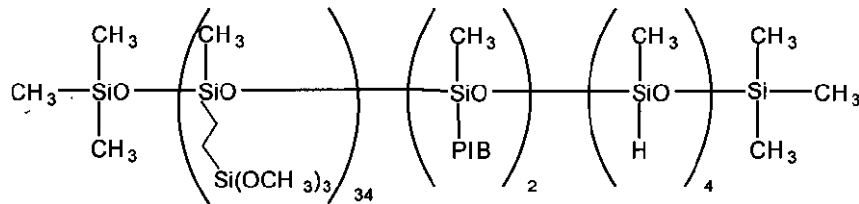
## ポリシロキサン化合物 2 :

10



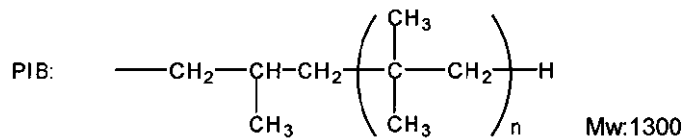
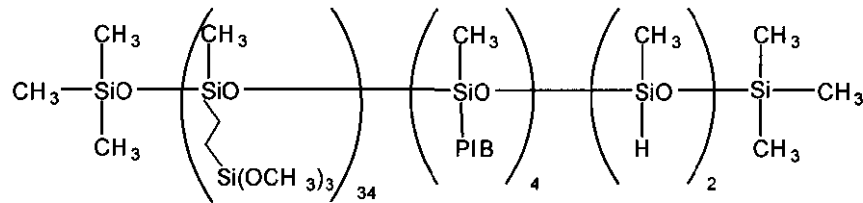
## ポリシロキサン化合物 3 :

20



## ポリシロキサン化合物 4 :

30



## 【 0 0 2 9 】

40

本発明の組成物は、ポリシロキサン化合物 (A) および (B) を併用してもよく、この際には、(A) : (B) の比率は、0.1 : 10 ~ 10 : 0.1 であるのが好ましく、両者が均一に分散し、溶剤中で分離しない状態であることが好ましい。

## 【 0 0 3 0 】

ポリシロキサン化合物 (A) および (B) は、例えば、Si-H基を有するポリシロキサンに、塩化白金酸等の遷移金属触媒下において、対応するアルコールまたは分子内に少なくとも1つのアルケニル基を有するポリイソブチレンやアルキル基を反応させて合成することができる。

## 【 0 0 3 1 】

本発明のプライマー組成物は、耐熱性、耐酸化安定性、耐候性、接着性に優れかつ化学的

50

に不活性であるといった他の材料にはない優位性を有するポリシロキサンに、さらにポリイソブチレンをグラフト重合するポリシロキサン化合物を含有することにより、飽和炭化水素系重合体を含んだ硬化組成物に対する相溶性が向上するだけでなく、ポリイソブチレンの有する粘着性、耐老化性、耐オゾン性、気体不透過性、耐熱性等の種々の優れた特性を付与することができ、プライマーとして好適に用いることができる。特に、このような粘着性の高いプライマーは、例えば、モルタル等の多孔質な表面形態を有する被着体に対しても有効に機能することができ、適用性が高い。

また、官能基として、加水分解性基含有シリル基および加水分解性基を有するポリシロキサン化合物を用いる場合には、被着体に対する接着性がさらに向上しプライマーとしてより好適なものとなる。

10

#### 【0032】

##### 2. 有機溶剤

本発明のプライマー組成物は、上記ポリシロキサン化合物を均一に分散させるため有機溶剤を含有する。有機溶剤としては、上記ポリシロキサン化合物が易溶する有機溶剤であって、ポリシロキサン化合物に対して不活性なものであれば特に限定されない。

#### 【0033】

具体的には、ベンゼン、キシレン、トルエン等の芳香族炭化水素、n-ヘキサン等の脂肪族炭化水素、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン等のハロゲン化炭化水素類、フェノール、p-クレゾール等のフェノール類等が挙げられる。これらは1種単独でも2種以上を併用してもよいが、適度な揮発性を有するn-ヘキサン、キシレン、トルエン、またはn-ヘキサンとその他の溶剤との混合溶液を用いることが好ましい。

20

#### 【0034】

上述の各成分の配合量は、上記ポリマーまたはポリシロキサン化合物を合計で10重量部に対し、有機溶剤を30～500重量部の範囲内の量が適当である。この範囲内であれば組成物が相溶し、十分に均一に分散することができる。また濃度的にも適当なものとなる。

#### 【0035】

##### 3. 末端にシリル基を有するポリイソブチレン化合物

本発明のプライマー組成物は、必要に応じて、末端にシリル基を有するポリイソブチレン化合物を含んでもよい。

上記ポリイソブチレン化合物を適量含有することにより、ポリシロキサン化合物の側鎖である1価のポリイソブチレン基(X)の含有量が不足する場合に、ポリシロキサンの有する粘着性または硬化組成物に対する相溶性付与の効果を補うことができ、配合の選択肢が増えるのでプライマーの調整が容易となる。

30

#### 【0036】

上記ポリイソブチレン化合物は末端にシリル基を有しており、該シリル基は上記式(3)で示される化合物であることが好ましい。

40

上記ポリイソブチレン化合物の数平均分子量は、300～30,000のポリイソブチレンであることが、溶解性、粘着性の点で好ましい。

具体的には、鐘淵化学工業(株)製EPION(E100S、E103S、E303S、E505S)(商品名)が挙げられる。

#### 【0037】

上記ポリイソブチレン化合物の配合量としては、上記ポリマーまたはポリシロキサン化合物を合計で10重量部に対し、ポリイソブチレンが0.1～20重量部の範囲内となるように配合するのが適当である。0.1重量部以下であれば十分な粘着力が得られず、20重量部を超えると均一な塗膜が形成されない。

#### 【0038】

50



#### 4. シランカップリング剤

本発明のプライマー組成物は、上述の各成分のほかに、必要に応じてさらにシランカップリング剤を含有することにより種々の被着体との接着性が向上する。本発明で用いるシランカップリング剤としては、例えば、  
- (2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、  
- (2-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシラン、アミノシラン、  
- メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、  
- グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、  
- メルカプトプロピルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、  
メチルトリエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、  
- クロロプロピルトリメトキシシラン、ヘキサメチルジシラザン、  
- アニリノプロピルトリメトキシシラン、  
ビニルトリメトキシシラン、  
- クロロプロピルメチルジメトキシシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン等が挙げられる。

特に、アミノシラン、エポキシシランまたは両者の反応物は、湿潤面への接着性を向上させる効果に優れ、更に汎用であることから好適に用いられる。これらは1種単独で、あるいは2種以上を併用してもよい。

##### 【0039】

シランカップリング剤の配合量としては、上記ポリマーまたはポリシロキサン化合物を合計で10重量部に対して0.1~20重量部の範囲内が適当である。この範囲内であれば、湿潤面への接着性に関しシーリング材の破壊率も高い。

##### 【0040】

#### 5. シラノール縮合触媒

本発明のプライマー組成物は、さらにシラノール縮合触媒を含有することができる。本発明においてシラノール縮合触媒は、特に上記シランカップリング剤の触媒として機能させることを目的として添加されるが、ポリシロキサン化合物が側鎖に加水分解性基を有するシリル基を含有する場合には、その触媒としても機能することができ、架橋反応が促進される。

##### 【0041】

シラノール縮合触媒としては、本発明の目的を損なわない範囲であれば従来公知のものを用いることができる。例えば、オクチル酸錫、ステアリン酸錫、ナフテン酸鉄、オクチル酸錫等の有機カルボン酸の金属塩、ジ-n-ブチル錫-ジ-ラウレート、ジ-n-ブチル錫-ジ-ラウレート等の4価の有機錫、ラウリルアミン、エタノールアミン等のアミン、アルキルチタン酸塩等が挙げられ、これらは1種単独または2種以上を併用してもよい。特に、貯蔵安定性、硬化性の点で有機錫、有機チタネートが好ましい。

##### 【0042】

シラノール縮合触媒の配合量は、加水分解性シリル基を有するポリシロキサン化合物およびシランカップリング剤を合計で10重量部に対して、シラノール縮合触媒を0.01~10重量部の範囲内で配合するのが適当である。

##### 【0043】

本発明のプライマー組成物は、本発明の目的を損なわない範囲で、上述の成分のほかに、防錆剤、可塑剤、充填剤、増粘剤、酸化防止剤、無機顔料、有機顔料、紫外線吸収剤、吸水剤、揺変剤等の成分を配合してもよい。

##### 【0044】

防錆剤としては、各種防錆顔料、ジンクホスフェート、タンニン酸誘導体、リン酸エステル、塩基性スルホン酸塩等が挙げられる。

可塑剤としては、フタル酸エステル、アジピン酸エステル、セバシン酸エステル、リン酸トリクレジル等が挙げられる。

充填剤としては、炭酸カルシウム、カーボンブラック、ガラス粉末、クレー、粉末シリカゲル、極微粉状ケイ酸、モレキュラーシーブス等が挙げられる。

##### 【0045】

本発明のプライマー組成物の製造方法としては特に限定されないが、例えば、反応容器に、ポリシロキサン化合物、有機溶剤、必要に応じて、末端にシリル基を有するポリイソブ

10

20

30

40

50

チレン化合物、シランカップリング剤、シラノール縮合触媒及びその他の添加剤を適宜添加して、ボールミル等の混合装置を用いて十分に混練し、均一に分散させて組成物とする。

#### 【0046】

このようにして得られたプライマー組成物は、ポリイソブチレンの特性である粘着性が高く、各種の異なる表面形態をもつ被着体に対する密着性に優れる。

また、得られた硬化物は、ポリイソブチレンおよびシリコンの有する優れた諸性質を併せもち、耐熱性、耐酸化安定性、耐候性、耐老化性、耐温水性、耐湿性、電気特性に優れる。

#### 【0047】

このような特性を有する本発明のプライマー組成物は、種々の表面形態を有する被着体とシーリング材とを接着するプライマーとして好適である。

シーリング材としては、飽和炭化水素系重合体を主剤とするもののほか、例えば、シリコン等の無機重合体を用いるものや、変性シリコン系、ポリサルファイド系、ポリウレタン系、アクリルウレタン系等にも好適に用いることができる。

#### 【0048】

##### 【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれらに限定されない。（実施例1～15）

ポリシロキサン化合物、溶剤としてn-ヘキサンとキシレンとの混合溶液、末端にシリル基を有するポリイソブチレン化合物（表中、ポリイソブチレン化合物と記す）、シラノール縮合触媒、シランカップリング剤を表1に示す組成で配合し、均一に混練してプライマー組成物を得た。

#### 【0049】

（比較例1、2）

ポリシロキサン化合物を含まないこと以外は、実施例と同様にしてプライマー組成物を得た。

#### 【0050】

##### < 接着性試験 >

実施例、比較例で得られたプライマー組成物を、アルミニウム板、ガラス板、アクリル電着銅板、フッ素焼付銅板、2液型シリコン系シーラント、およびモルタル板に塗布し、硬化後に表2に記載の組成で配合したシーリング材を6mmの厚さで塗布し、以下の条件で接着性を評価した。

#### 【0051】

1 初期接着性 20、55%RHの条件下で10日間放置後手により剥離した。

2 耐温水接着性 20、55%RHの条件下で10日間放置後、40℃の水中に7日間浸漬し、その後手により剥離した。

試験方法は、建築用シーリング材ハンドブック（日本シーリング材工業会編）記載の簡易接着テスト法に準拠して行った。

判定の基準は、以下のとおりである。

○：シーリング材破断

△：薄層剥離

×：界面剥離

～：混在

を意味する。

結果を表1に示す。

#### 【0052】

##### 【表1】

10

20

30

40

表 1

|   | 比較例 1   | 比較例 2   | 実施例 1   | 実施例 2   | 実施例 3   |
|---|---|---|---|---|---|
| <主剤><br>ポリシロキサン化合物 1<br>ポリシロキサン化合物 2<br>ポリシロキサン化合物 3<br>ポリシロキサン化合物 4<br>溶剤 1<br>溶剤 2<br>ポリイソブチレン化合物<br>シランカップリング剤<br>シラノール縮合触媒 1<br>シラノール縮合触媒 2 | 90<br>10<br><br>5<br>3                            | 90<br>10<br>5<br>5<br>3                         | 5<br><br>90<br>10<br><br>3                              | 5<br><br>90<br>10<br><br>5<br>3                   | 5<br><br>90<br>10<br><br>3                          |
| <接着性評価><br>アルミニウム板<br>ガラス板<br>アクリル電着銅板<br>フッ素焼付銅板<br>シリコーンシーラント<br>モルタル板  | 初/耐温水<br>△ ×<br>△ ×~△<br>× ×<br>× ×<br>× ×<br>× × | 初/耐温水<br>○ ○<br>○ ○<br>△ △<br>△ △<br>△ △<br>× × | 初/耐温水<br>○ △<br>○ ○<br>△~○ △<br>○ △<br>△~○ △<br>×~△ ×~△ | 初/耐温水<br>○ ○<br>○ ○<br>○ ○<br>○ ○<br>○ ○<br>△ ×~△ | 初/耐温水<br>○ ○<br>○ ○<br>△ △<br>○ ○<br>○ ○<br>×~△ ×~△ |

【 0 0 5 3 】

【 表 2 】

10

20

30

40

表 1 (つづき)

|   | 実施例 4   | 実施例 5   | 実施例 6   | 実施例 7  | 実施例 8   |
|---|---|---|---|--|---|
| <主剤><br>ポリシロキサン化合物 1<br>ポリシロキサン化合物 2<br>ポリシロキサン化合物 3<br>ポリシロキサン化合物 4<br>溶剤 1<br>溶剤 2<br>ポリイソブチレン化合物<br>シランカップリング剤<br>シラノール縮合触媒 1<br>シラノール縮合触媒 2 | 5<br><br><br><br>90<br>10<br><br>5<br>3   | 5<br><br><br>90<br>10<br><br>5<br>3   | 5<br><br><br>90<br>10<br><br>3  | 5<br><br><br>90<br>10<br><br>5<br>3  | 5<br><br><br>90<br>10<br><br>3  |
| <接着性評価><br>アルミニウム板<br>ガラス板<br>アクリル電着銅板<br>フッ素塗付銅板<br>シリコーンシーラント<br>モルタル板  | 初/耐温水<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ △ △ △ △ △ | 初/耐温水<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ × △ △ △ △ | 初/耐温水<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ △ △ △ △ △ | 初/耐温水<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ △ △ △ △ △ | 初/耐温水<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>○ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ ○ ○ ○ ○ ○<br>△ △ △ △ △ △ |

【 0 0 5 4 】

【 表 3 】

10

20

30

40

表 1 (つづき)

|   | 実施例 9                                    | 実施例 10                                   | 実施例 11                                   | 実施例 12                                    | 実施例 13                                  |
|---|--|--|--|---|---|
| <主剤><br>ポリシロキサン化合物 1<br>ポリシロキサン化合物 2<br>ポリシロキサン化合物 3<br>ポリシロキサン化合物 4<br>溶剤 1<br>溶剤 2<br>ポリイソブチレン化合物<br>シランカップリング剤<br>シラノール縮合触媒 1<br>シラノール縮合触媒 2 | 5<br>90<br>10<br><br>5<br>3              | 5<br>90<br>10<br><br>5<br>3              | 2.5<br>2.5<br>90<br>10<br><br>5<br>3     | 2.5<br>2.5<br>90<br>10<br><br>5<br>5<br>3 | 2.5<br>90<br>10<br>5<br>5<br>3          |
| <接着性評価><br>アルミニウム板<br>ガラス板<br>アクリル電着銅板<br>フッ素焼付銅板<br>シリコーンシーラント<br>モルタル板  | 初/耐温水<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○<br>Δ~○Δ~○ | 初/耐温水<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○<br>Δ~○Δ~○ | 初/耐温水<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○<br>Δ~○Δ~○ | 初/耐温水<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○<br>Δ~○Δ~○  | 初/耐温水<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○<br>○ Δ~○ |

【 0 0 5 5 】

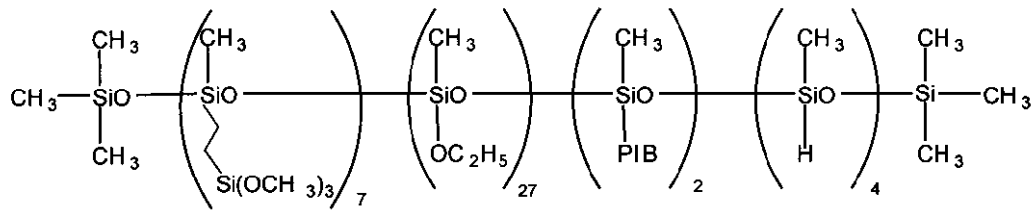
&lt; 表 1 中の各成分 &gt;

ポリシロキサン化合物 1 ~ 4 は下記構造の化合物である。

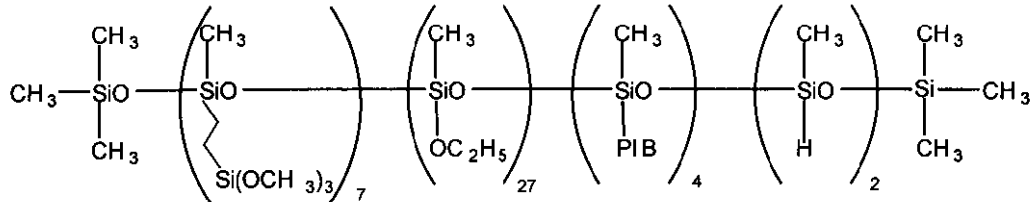
【 0 0 5 6 】

【 化 6 】

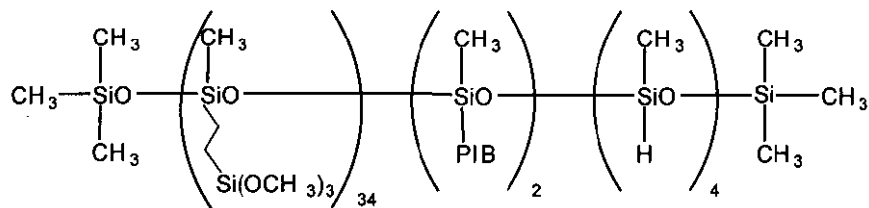
## ポリシロキサン化合物 1 :



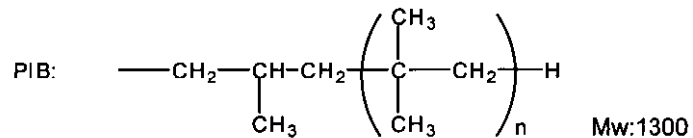
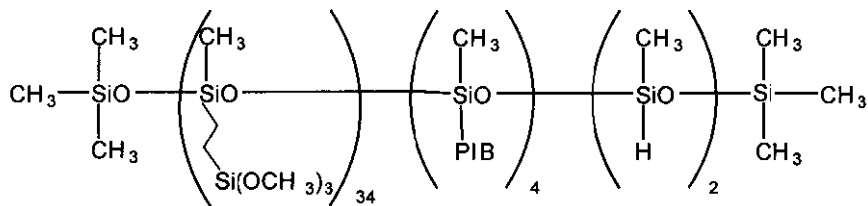
## ポリシロキサン化合物 2 :



## ポリシロキサン化合物 3 :



## ポリシロキサン化合物 4 :



## 【 0 0 5 7 】

溶剤 1 : n - ヘキサン ( 関東化学 ( 株 ) 製 )

溶剤 2 : キシレン ( 関東化学 ( 株 ) 製 )

ポリイソブチレン化合物 : 末端シラン変成 P I B オリゴマー 1 0 0 重量部に対しプロセスオイル 5 0 重量部を含んだ組成物、

E P I O N E 1 0 0 S ( 鐘淵化学工業 ( 株 ) 製 )

シラノール縮合触媒 1 : 有機チタネート、T P T - 1 0 0 ( 日本曹達 ( 株 ) 製 )

シラノール縮合触媒 2 : スズ化合物、S C A T # 2 7 ( 三共有機合成 ( 株 ) 製 )

シランカップリング剤 : アミノシラン、A 1 1 1 0 ( 日本ユニカー ( 株 ) 製 )

シリコーンシーラント：２液型シリコーン系シーラント、  
シリコーン 70（横浜ゴム（株）製）

【 0 0 5 8 】

【表 4】

表 2

|              |       |
|--------------|-------|
| <主剤>         |       |
| ポリイソブチレン化合物  | 1 5 0 |
| プロセスオイル      | 5 0   |
| 脂肪酸処理炭酸カルシウム | 1 2 0 |
| 重質炭酸カルシウム    | 6 0   |
| エポキシ樹脂       | 5     |
| 揺変剤          | 2     |
| 酸化防止剤 1      | 1     |
| 酸化防止剤 2      | 1     |
| 酸化防止剤 3      | 1     |
| 水            | 2     |
| <硬化剤>        |       |
| ラウリルアミン      | 0 . 5 |
| スズ触媒         | 3     |

10

20

【 0 0 5 9 】

<表 2 中の各成分>

ポリイソブチレン化合物：末端シラン変成 P I B オリゴマー 1 0 0 重量部に対しプロセス  
オイル 5 0 重量部を含んだ組成物、

30

E P I O N 5 0 5 S（鐘淵化学工業（株）製）

プロセスオイル：P A O 5 0 0 4（出光石油化学（株）製）

脂肪酸処理炭酸カルシウム：シーレッツ 2 0 0（丸尾カルシウム（株）製）

重質炭酸カルシウム：スーパー S（丸尾カルシウム（株）製）

エポキシ樹脂：ビスフェノール A 型エポキシ樹脂、

エピコート 8 2 8（油化シェルエポキシ（株）製）

揺変剤：水添ひまし油系揺変剤、

デイスパロン<sup>®</sup> 3 0 5（楠本化成（株）製）

酸化防止剤 1：チヌピン 3 2 7（チバガイギー（株）製）

酸化防止剤 2：サノール L S 7 7 0（チバガイギー（株）製）

40

酸化防止剤 3：イルガノックス 1 0 1 0（チバガイギー（株）製）

ラウリルアミン：ファーミン 2 0 D（花王（株）製）

スズ触媒：２価のスズ化合物、ネオスタン U - 2 8（日東化成（株）製）

【 0 0 6 0 】

表 1 から明らかなように、ポリシロキサン化合物を含有することにより、種々の被着体に対する接着性が向上する。また、シラノール縮合触媒、シランカップリング剤を含有することにより、２液型シリコーン系シーラント、およびモルタル等の被着体に対しても良好な接着性を示すようになる。

【 0 0 6 1 】

【発明の効果】

50

以上のように、本発明のプライマー組成物は、加水分解性シリル基、ポリイソブチレン構造およびシロキサン結合を有することにより、特にバインダー成分の粘着性に優れ、異なる表面形態をもつ各種の被着体に対する密着性が向上する。本発明のプライマー組成物は、さらに、必要に応じてポリイソブチレン、シランカップリング剤、シラノール縮合触媒を含有することにより被着体に対する密着性や硬化組成物との接着性をさらに向上させる。

シーリング材がポリイソブチレン系の飽和炭化水素系重合体のプライマーとして用いれば、得られた硬化物は、耐熱性、耐酸化安定性、耐候性、耐老化性、耐温水性、耐湿性、電気特性に優れている。



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 2 0 9 7 0 2 ( J P , A )  
特開平 1 1 - 1 0 6 5 1 2 ( J P , A )  
特開平 1 0 - 2 3 7 1 7 6 ( J P , A )  
特開平 1 1 - 3 4 3 4 2 9 ( J P , A )  
特開 2 0 0 0 - 0 9 5 9 5 2 ( J P , A )  
特開 2 0 0 1 - 1 7 2 5 6 7 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C09D 1/00-201/10

C08L 101/10