

【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 2 部門第 4 区分

【発行日】令和 2 年 10 月 1 日 (2020.10.1)

【公開番号】特開 2018-154130 (P2018-154130A)

【公開日】平成 30 年 10 月 4 日 (2018.10.4)

【年通号数】公開・登録公報 2018-038

【出願番号】特願 2018-48632 (P2018-48632)

【国際特許分類】

B 3 2 B 25/08 (2006.01)

B 3 2 B 25/20 (2006.01)

G 0 1 N 30/18 (2006.01)

G 0 1 N 30/72 (2006.01)

C 0 8 K 3/36 (2006.01)

C 0 8 L 83/14 (2006.01)

【 F I 】

B 3 2 B 25/08

B 3 2 B 25/20

G 0 1 N 30/18 A

G 0 1 N 30/72 A

C 0 8 K 3/36

C 0 8 L 83/14

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 8 月 21 日 (2020.8.21)

【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】

ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセブタムを製造するための積層シートにおいて、厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが 1.2 ~ 5 mm であり、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として (A) ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層 (I) または、さらに (B) 有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層 (II) とが接着状態で積層しており、JIS K 6854 - 2 (接着剤 - 剥離接着強さ試験方法 - 第 2 部 : 180 度剥離) に基づく剥離接着強さが  $5 \text{ N} / 2.5 \text{ mm}$  以上であり、縦 120 mm、横 120 mm の正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状または C 字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が 3.5 mm 以下であることを特徴とする、積層シート。

【請求項 2】

厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として (A) ヒュームドシリカを含有し、硬化物の JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応に

よる加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物 (I) または、さらに (B) 有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応よる加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物 (II) とを、密接させ、加圧下で 145 以下で加熱して硬化させることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセプタムを形成するための積層シートであって、厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  であるポリイミドフィルムと、厚さが 1.2 ~ 5 mm であり、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として (A) ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層 (I) または、さらに (B) 有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層 (II) とが接着状態で積層しており、JIS K 6854 - 2 (接着剤 - 剥離接着強さ試験方法 - 第 2 部: 180 度剥離) に基づく剥離接着強さが 5 N / 25 mm 以上であり、縦 120 mm、横 120 mm の正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状または C 字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が 3.5 mm 以下である積層シートの製造方法。

【請求項 3】

厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴムであり、厚さが 1.2 ~ 5 mm であり、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として (A) ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるシリコーンゴムシートとの間に、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、(B) 有機官能性オルガノアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物を含有し、補強性充填剤として (A) ヒュームドシリカを含有するヒドロシリル化反応よる加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物薄層を介在させ、加圧下加熱して該液状ヒドロシリル化反応よる加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物薄層を硬化させることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセプタムを形成するための、前記ポリイミドフィルムと、前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴムシートとが接着状態で積層しており、縦 120 mm、横 120 mm の正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状または C 字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が 3.5 mm 以下である積層シートの製造方法。

【請求項 4】

(B) 成分が、(a) 1 分子中にケイ素原子結合アルコキシ基を 2 個または 3 個有するアルケニル官能性オルガノアルコキシシランと (b) 1 分子中にケイ素原子結合アルコキシ基を 2 個または 3 個有する (メタ) アクリル官能性オルガノアルコキシシランと (c) 1 分子中にケイ素原子結合アルコキシ基を 2 個または 3 個有するエポキシ官能性オルガノアルコキシシランとからなる群から選択される 1 種ないし 3 種の有機官能性オルガノアルコキシシラン、または、当該有機官能性オルガノアルコキシシランと (d) 有機チタン化合物触媒、または、当該有機官能性オルガノアルコキシシラン 2 種ないし 3 種の共部分加水分解縮合物である、請求項 3 に記載の積層シートの製造方法。

【請求項 5】

厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm より多く、補強性充填剤としてヒュームドシリカを含有し、(B) 有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有し、JIS K 6249 で規定する硬化物の伸びが 250 % 以上であり、JIS K 6249 で規定する 100 % 伸張時の引張応力が 0.1 ~ 0.49 MPa であるヒドロシリル化反応による加熱硬化型シリコーンゲル組成物とを密接させ、加圧下で 90 以上 240 以下で加熱して該シリコーンゲル組成物を 1 次硬化させ、次いで、熱気中に、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下になる

まで置いて2次硬化させることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセブタムを形成するための積層シートであって、厚さが10～200 $\mu$ mである芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが1.2～5mmであり、環状ジメチルシロキサン4量体～15量体の含有量が250質量ppm以下であり、補強性充填剤として(A)ヒュームドシリカを含有し、(B)有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有し、JIS K 6249で規定する硬化物の伸びが250%以上であり、JIS K 6249で規定する100%伸張時の引張応力が0.15～0.49MPaであるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゲル層とが接着状態で積層しており、縦120mm、横120mmの正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状またはC字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が35mm以下である積層シートの製造方法。

【請求項6】

厚さが10～200 $\mu$ mである芳香族ポリイミドフィルムと、環状ジメチルシロキサン4量体～15量体の含有量が250質量ppmより多く、補強性充填剤としてヒュームドシリカを含有し、硬化物のJIS K 6249で規定する伸びが380%以上であり、100%伸張時の引張応力が0.20～1.35MPaであるヒドロシリル化反応による加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物(I)または、さらに(B)有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応による加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物(II)とを密接させ、加圧下で90以上145以下で加熱して該シリコーンゴム組成物を1次硬化させ、次いで、熱気中に、環状ジメチルシロキサン4量体～15量体の含有量が250質量ppm以下になるまで置いて2次硬化させることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセブタムを形成するための積層シートであって、厚さが10～200 $\mu$ mである芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが1.2～5mmであり、環状ジメチルシロキサン4量体～15量体の含有量が250質量ppm以下であり、補強性充填剤として(A)ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249で規定する伸びが380%以上であり、100%伸張時の引張応力が0.20～1.35MPaであるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層(I)または、さらに(B)有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層(II)とが接着状態で積層しており、縦120mm、横120mmの正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状またはC字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が35mm以下である積層シートの製造方法。

【請求項7】

厚さが10～200 $\mu$ mである芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが1.2～5mmであり、環状ジメチルシロキサン4量体～15量体の含有量が250質量ppm以下であり、補強性充填剤として(A)ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249で規定する伸びが380%以上であり、100%伸張時の引張応力が0.20～1.35MPaであるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層(I)または、さらに(B)有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層(II)とが接着状態で積層しており、JIS K 6854-2(接着剤-剥離接着強さ試験方法-第2部:180度剥離)に基づく剥離接着強さが5N/25mm以上であり、縦120mm、横120mmの正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状またはC字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が35mm以下である積層シートからなることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用セブタム。

【請求項8】

芳香族ポリイミドフィルムとヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層との積層体からな

るセブタムであり、該ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層は、補強性充填剤として（Ａ）ヒュームドシリカを含有し、架橋剤として少なくとも３個のヒドロシリル基を有するメチルハイドロジェンポリシロキサンと分子鎖両末端ヒドロジメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン（重合度３以下）を含有するヒドロシリル化反応硬化性シリコーンゴム組成物の硬化物であることを特徴とする、セブタム。

【請求項 9】

前記ヒドロシリル化反応硬化性シリコーンゴム組成物は、さらに（Ｂ）有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有することを特徴とする、請求項 8 に記載のセブタム。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

[6]

厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm より多く、補強性充填剤としてヒュームドシリカを含有し、硬化物の JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応による加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物（Ⅰ）または、さらに（Ｂ）有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応による加熱硬化型液状シリコーンゴム組成物（ⅠⅠ）とを密接させ、加圧下で 90 以上 145 以下で加熱して該シリコーンゴム組成物を 1 次硬化させ、次いで、熱気中に、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下になるまで置いて 2 次硬化させることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用のセブタムを形成するための積層シートであって、厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが 1.2 ~ 5 mm であり、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として（Ａ）ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層（Ⅰ）または、さらに（Ｂ）有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層（ⅠⅠ）とが接着して積層しており、縦 120 mm、横 120 mm の正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状または C 字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が 3.5 mm 以下である積層シートの製造方法。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0030】

[7]

厚さが 10 ~ 200  $\mu\text{m}$  である芳香族ポリイミドフィルムと、厚さが 1.2 ~ 5 mm であり、環状ジメチルシロキサン 4 量体 ~ 15 量体の含有量が 250 質量 ppm 以下であり、補強性充填剤として（Ａ）ヒュームドシリカを含有し、JIS K 6249 で規定する伸びが 380 % 以上であり、100 % 伸張時の引張応力が 0.20 ~ 1.35 MPa であるヒドロシリル化反応硬化シリコーンゴム層（Ⅰ）または、さらに（Ｂ）有機官能性オルガノアルコキシシランもしくはその部分加水分解縮合物を含有する前記ヒドロシリル化反応硬

化シリコーンゴム層（ⅠⅠ）とが接着状態で積層しており、ＪＩＳ Ｋ 6 8 5 4 - 2（接着剤 - 剥離接着強さ試験方法 - 第 2 部：1 8 0 度剥離）に基づく剥離接着強さが  $5 \text{ N} / 25 \text{ mm}$  以上であり、縦 1 2 0 mm、横 1 2 0 mm の正方形の積層シート試験片の四隅は、半円弧の一端の形状または C 字の一端の形状に湾曲することがなく、四隅の平均反り値が 3 5 mm 以下である積層シートからなることを特徴とする、ヘッドスペースガスクロマトグラフ分析法用またはヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析法用バイアルの開口部封止用セプタム。