

【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プタムを製造するための積層シートにおいて、厚さが10～200μm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(I I)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/mm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3.5mm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10～200μm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0.20～1.35MPa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(Ⅱ)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(Ⅲ)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10~200μmである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(Ⅱ)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(Ⅲ)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の製造方法。

【請求項3】

厚さが10~200μm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1.2~5mm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に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に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10~200μm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0.1~0.49MPa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プタムを形成するための積層シートであって、厚さが10～200μm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10～200μm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プタムを形成するための積層シートであって、厚さが10～200μm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10～200μm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プタム。

【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

るセプタムであり、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エ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、セプタム。

【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に記載のセプタム。

【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10～200μm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プタムを形成するための積層シートであって、厚さが10～200μm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。

【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10～200μm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 $5 \text{ N} / 2 \text{ mm}$ 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プタム。