

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權

日本 2000年6月14日 2000-178564 有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

## 技術領域

本發明係有關聚矽氧黏著劑組成物。更詳言之，係有關能於較之以往的黏著劑組成物於更低溫、短時間硬化之聚矽氧黏著劑組成物。

## 先行技術

用於黏膠帶、黏標貼之聚矽氧黏著劑，因耐熱性、耐寒性、耐候性、電絕緣性、耐藥物性優良，在壓克力系、橡膠系黏著劑之黏膠帶變質、劣化之嚴苛使用環境下，亦能良好使用。

如此的黏膠帶、黏標貼之製造，係將聚矽氧黏著劑塗布於塑膠膜基材，再經用以提升黏著特性之交聯反應硬化。聚矽氧黏著劑之組成一般係包括主鏈由  $R'_{2}SiO$  單元 (D 單元) 所成之直鏈聚有機基矽氧烷及由  $R'_{3}SiO_{0.5}$  單元 (M 單元) 及  $SiO_{2}$  單元 (Q 單元) 所成之三維構造之聚有機基矽氧烷所成。而硬化劑多用過氧化苯甲醯。(R' 係一價之有機基，下同)。

另一方面，也有使用鉑觸媒之加成反應硬化型之聚矽氧黏著劑，其組成物係由具乙烯基之主鏈由  $R'_{2}SiO$  單元所成之直鏈聚有機基矽氧烷，由  $R'_{3}SiO_{0.5}$  單元及  $SiO_{2}$  單元所成之三維構造的聚有機基矽氧烷、聚有機基羥基矽氧烷、反應控制劑等，再加上鉑化合物之硬化觸媒所成，須有如此之多的原料。又再，其硬化黏著劑層較之用過氧化苯甲醯硬化者欠缺柔軟性，黏著特性中之黏性低

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明（2）

，均係問題。

但是，使用過氧化苯甲醯時，因硬化溫度須在150℃以上之高溫及5至10分鐘以上之硬化時間，難以使用耐熱溫度低之基材，特別是聚對苯二甲酸乙二醇酯、聚丙烯等之塑膠膜，另有塗布速度慢之缺點。以往其對策係，部份使用可於不足150℃硬化之過氧化2,4-二氯苯甲醯，但其分解產物含戴奧辛。戴奧辛其毒害性（致癌性，致變性，急性毒性、於生體、生態系之累積性等）極高，亦被認係內分泌攪亂物質（環境賀爾蒙），產生此類分解產物之物質須避免使用。而使用如過氧化2,4-二氯苯甲醯之含氯原子的硬化劑時，因於黏著劑層殘留有鹵素成分，黏膠帶無法用在電絕緣之用途，用作遮蔽膠帶時會污染被著體，有致其劣化等之問題。基於這些現況，可於更低溫、短時間硬化，安全，所用硬化劑不含鹵素原子之聚矽氧黏著劑組成物之出現正受到期待。

### 發明所欲解決之課題

本發明之上述課題在提供可於低溫、短時間硬化，所用硬化劑不含鹵素原子，其分解物無毒無害之聚矽氧黏著劑組成物。

### 用以解決課題之手段

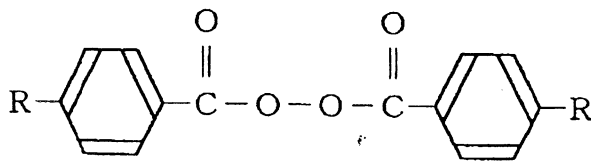
本發明係解決上述課題之，由下述（A）、（B）所成之聚矽氧黏著劑組成物。

## 五、發明說明 ( 3 )

( A ) ( a ) 一般式  $R^1_2 R^2 Si O - (R^1_2 Si O)_n - Si R^1_2 R^2$  之二有機基矽氧烷與 ( b ) 含  $R^1_3 Si O_{0.5}$  單元及  $Si O_2$  單元， $R^1_3 Si O_{0.5}$  單元 /  $Si O_2$  單元之莫耳比為 0.6 至 1.3 之聚有機基矽氧烷之混合物或其縮合反應產物之聚矽氧烷黏著劑 100 重量份，

[ 在此，n 係 500 以上之數， $R^1$  為非取代或取代之碳原子數 1 至 10 之一價烴基， $R^2$  為烴基或  $R^1$ 。 ]

( B ) 下述一般式 [ 化 3 ] 之有機過氧化物硬化劑 0.5 至 5 重量份。



( R 係碳原子數 1 至 12 之烷基 )

## 發明之實施形態

本發明之聚矽氧黏著劑組成物中之 ( A ) 係以下 ( a ) 及 ( b ) 之混合物或其縮合反應產物。

( a ) 係一般式  $R^1_2 R^2 Si O - (R^1_2 Si O)_n - Si R^1_2 R^2$  之二有機基聚矽氧烷，n 在 500 以上， $R^1$  為非取代或取代之碳原子數 1 至 10 之一價烴基， $R^2$  為 OH 或  $R^1$ 。

$R^1$  之例有甲基、乙基、丙基、丁基等烷基；環己基等之環烷基；苯基、甲苯基等之芳基；或這些基之結合於碳

( 請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁 )

裝

訂

### 五、發明說明 ( 4 )

原子之氫原子全部或部分以羥基、氰基等取代之羥基丙基，氰基乙基等，特佳者為甲基、苯基等。又，所有  $R^1$  之 50% 以上為甲基者係特佳。

該二有機基聚矽氧烷係油狀，可係天然橡膠狀，若係油狀其 25℃ 之黏度以在 10,000 毫帕·秒以上或天然橡膠狀為佳。(a) 亦可二種以上併用。

本發明之聚矽氧黏著劑組成物中，(b) 係含  $R^1_3SiO_{0.5}$  單元 ( $R^1$  如上述) 及  $SiO_2$  單元， $R^1_3SiO_{0.5}$  單元 /  $SiO_2$  單元 (莫耳比) 之值為 0.6 至 1.3 之聚有機基矽氧烷。 $R^1_3SiO_{0.5}$  單元 /  $SiO_2$  單元之莫耳比不足 0.6 時黏著力、黏性低，若超過 1.3 則保持力低。又，(b) 以含  $SiOH$  基為佳，含量宜在 0.3 至 4.0 重量%。(b) 亦可二種以上併用。

本發明之聚矽氧黏著劑組成物中，(a) 與 (b) 可係單純混合使用，亦可作為縮合反應產物使用。

縮合反應宜用鹼性觸媒，將溶解於溶劑之 (a) 及 (b) 之混合物於室溫或一面回流而反應。上述溶劑可用，例如，甲苯、二甲苯等之芳族溶劑；己烷、辛烷等脂族溶劑；丁酮、甲基異丁基酮等之酮系溶劑；醋酸乙酯、醋酸異丁酯等酯系溶劑；二異丙醚、1,4-二噁烷等醚系溶劑，或這些之混合溶劑。此時 (a) 與 (b) 之配合比 (重量比) 可在 20 / 80 至 80 / 20。以在 30 / 70 至 70 / 30 為更佳。又，縮合反應時間在 1 小時至 20

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

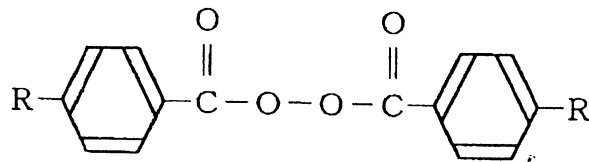
裝

訂

## 五、發明說明 ( 5 )

小時，鹼觸媒可用氫氧化鈉，氫氧化鉀，碳酸鈉，碳酸鉀，碳酸氫鈉等鹼金屬鹽；矽烷醇鈉，矽烷醇鉀等之鹼金屬矽烷醇化物；甲氧化鈉，甲氧化鉀等之鹼金屬烷氧化物；三乙胺，二乙胺，苯胺等胺類；氨氣，氨水等，觸媒量為相對於 ( a )，( b ) 成分總量在 10 至 10,000 ppm。

本發明之聚矽氧黏著劑組成物中，( B ) 係硬化劑，為下述一般式 ( 化 4 ) 之有機過氧化物。



在此，R 係碳原子數 1 至 12 之烷基，可係甲基，乙基，丙基，異丁基等，以甲基為最佳。

本發明之有機過氧化物，須在過氧化苯甲醯之苯基的對位有烷基，烷基位於鄰位或間位之聚矽氧黏著劑組成物無法達到低溫、短時間硬化。

本發明的聚矽氧黏著劑組成物中，( B ) 之配合量係相對於 100 重量份之 ( A )，在 0.5 至 5 重量份之範圍。少於 0.5 重量份則硬化性差，超過 5 重量份則無硬化性之提升，有時會對黏著性造成不良影響。

( B ) 之形態無特殊限制。( B ) 可單獨使用，亦可將 ( B ) 成分以有機溶劑稀釋，以水分散，以聚矽氧油分散成糊狀等使用。

於本發明之聚矽氧黏著劑組成物，可添加上述各成分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明（6）

以外之任意成分。例如溶劑可用，甲苯、二甲苯等芳族溶劑，己烷、辛烷等脂族溶劑；丁酮、甲基異丁基酮等之酮系溶劑；醋酸乙酯、醋酸異丁酯等之酯系溶劑；二異丙醚、1,4-二噁烷等醚系溶劑、或這些之混合溶劑等。通常由於（A）之黏度高，為降低組成物之黏度易於塗布須用溶劑。

本發明之聚矽氧黏著劑組成物之製造方法，可於100重量份之（A），混合0.5至5重量份之（B），再配合選定量之上述任意成分。

如上述所得之聚矽氧黏著劑組成物，可塗布於種種基材，於選定之條件硬化，得黏紙或黏標貼。

以下例示可用之基材。即，聚酯、聚四氟乙烯、聚醯亞胺、聚苯硫醚等之塑膠膜、鋁箔、銅箔等之金屬箔、棉紙、合成紙等之紙、棉、麻、合纖等之布、玻纖布、此等之多數層合的複合基材等。又，為提升這些基材與黏著劑層之密合性，可對基材作底塗處理。

黏著劑之塗布量係黏著劑層之厚度為1至200微米。溫度、時間等之硬化條件為100至200℃，30秒至15分鐘之範圍，因基材種類，該範圍內之條件下亦多少會有捲曲發生。

### 實施例

以下舉實施例更詳細說明本發明，惟本發明不限於此。又，實施例中之份表重量份，黏著劑組成物之物性依以

## 五、發明說明 ( 7 )

下方法測定。基材全係使用聚對苯二甲酸乙二醇酯薄膜。

## (凝膠分率之測定法)

將聚矽氧黏著劑組成物溶液 ( 4 0 重量 % 甲苯溶液 ) 於 2 5 微米厚， 2 5 毫米寬之聚對苯二甲酸乙二醇酯薄膜，使硬化後厚度可為 4 0 微米而塗布後，於選定溫度・時間加熱硬化，製作黏膠帶。將該黏膠帶稱重後，浸泡於甲苯 3 小時以上，萃取甲苯可溶物。取出該黏膠帶，於 1 0 0 °C 3 0 分鐘乾燥後稱重。再將黏著劑層從黏膠帶去除，稱取聚對苯二甲酸乙二醇酯基材之重量。從甲苯浸泡前後的黏著劑層之重量求出凝膠分率。該數值愈大，交聯反應愈充分，表示硬化已充分進行。

## (保持力之測定法)

製作如同凝膠分率測定用之試片，將該黏膠帶貼合於不銹鋼板，黏著面積 2 5 × 2 5 毫米，黏膠帶下端掛重 1 公斤，於 1 5 0 °C 放置 2 小時後以顯微鏡讀取「滑移距離」。該數值愈小，交聯反應愈充分，表示硬化已充分進行。

## (黏著力)

製作如同凝膠分率測定用之試片，將該黏膠帶貼合於不銹鋼板，以重 2 公斤經橡膠層被覆之輓子壓合一來回。於室溫放置約 2 0 小時後用拉伸試驗機以 3 0 0 毫米 / 分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

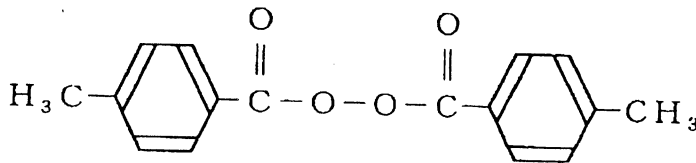
訂

## 五、發明說明(8)

鐘之速度，於  $180^\circ$  之角度將膠帶從不銹鋼板剝離，測定所需之力（單位為牛頓 / 25 毫米）。

（實施例 1）

式  $(\text{CH}_3)_2(\text{OH})\text{SiO} - [(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_{5000} - \text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OH})$  所示之二甲基聚矽氧烷 30 份，由  $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0.5}$  單元、 $\text{SiO}_2$  單元所成之聚矽氧烷  $[(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0.5} \text{單元} / \text{SiO}_2 \text{單元} = 0.7]$  30 份於甲苯中縮合反應，使對該縮合反應產物之矽氧烷成分 60 份甲苯為 40 份，混合、溶解後之過氧化物硬化型聚矽氧黏著劑 100 份，作為硬化劑之下式 I（過氧化對甲基苯甲醯）及聚矽氧油所成之糊劑（含硬化劑 50%）2.4 份，甲苯 50 份，混合調製成聚矽氧黏著劑組成物溶液。將之塗布於基材聚對苯二甲酸乙二醇酯薄膜，以表 1 所示之溫度、時間硬化、測定凝膠分率、保持力、黏著力。



（比較例 1）

實施例 1 之式 I 所示的硬化劑以過氧化苯甲醯取代以外，全部如同實施例 1，測定凝膠分率，保持力，黏著力。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

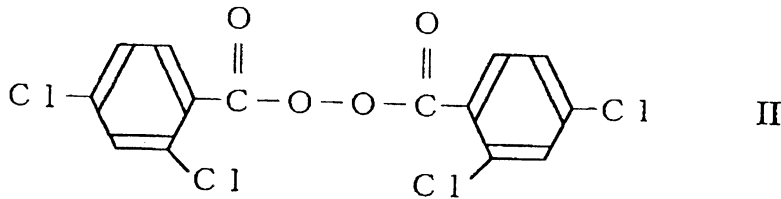
裝

訂

## 五、發明說明 ( 9 )

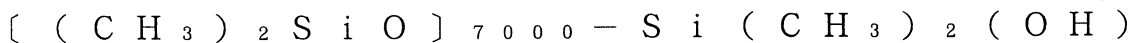
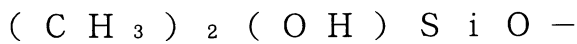
( 比較例 2 )

實施例 1 之式 I 所示的硬化劑以次式 I I ( 過氧化 2, 4 - 二氯苯甲醯 ) 取代以外，全部如同實施例 1，測定凝膠分率，保持力。



( 實施例 2 )

次式所示之聚甲基矽氧烷 2.4 份，



由  $(CH_3)_3SiO_{0.5}$  單元、 $SiO_2$  單元所成之聚矽氧烷  $[(CH_3)_3SiO_{0.5} \text{ 單元} / SiO_2 \text{ 單元} =$

$0.8]$  3.6 份於甲苯 4.0 份混合、溶解之過氧化物硬化型聚矽氧黏著劑 1.0 份，作為硬化劑之式 I 所示硬化劑及聚矽氧油所成之糊劑 ( 含硬化劑 50% ) 2.4 份，甲苯 5.0 份，混合調製聚矽氧黏著劑組成物溶液。塗布於如同實施例 1 之基材，以表 1 所示之溫度、時間硬化，如同實施例 1 測定凝膠分率，保持力。

( 比較例 3 )

實施例 2 之式 I 所示的硬化劑以過氧化苯甲醯 ( B P O ) 取代外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

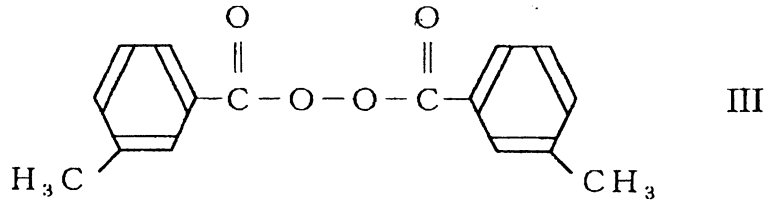
裝

訂

## 五、發明說明 ( 10 )

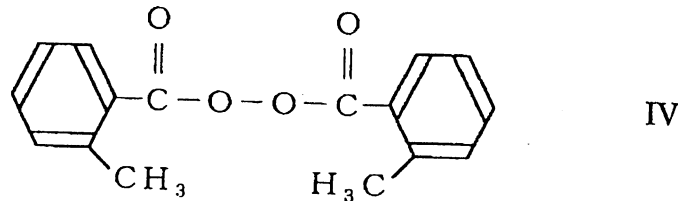
( 比較例 4 )

實施例 2 之式 I 所示的硬化劑以次式 I I I 所示之硬化劑取代以外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。



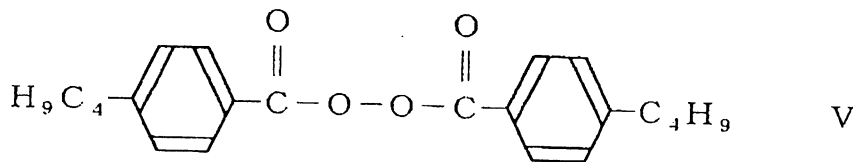
( 比較例 5 )

實施例 2 之式 I 所示的硬化劑以次式 I V 所示之硬化劑取代以外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。



( 實施例 3 )

實施例 2 之式 I 所示的硬化劑以次式 V ( 過氧化對丁基苯甲醯 ) 取代以外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。



( 比較例 6 )

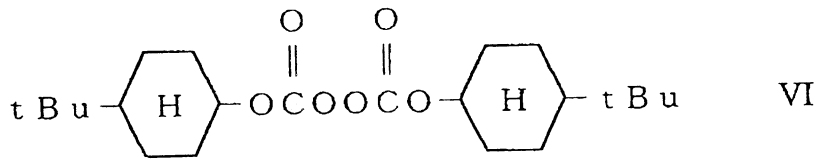
實施例 2 之硬化劑以次式 V I 所示之硬化劑 2 . 1 份為之外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

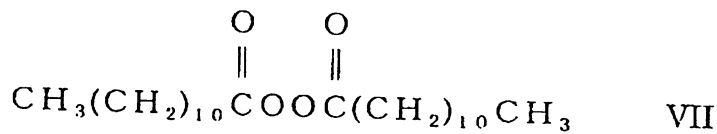
訂

## 五、發明說明 ( 11)



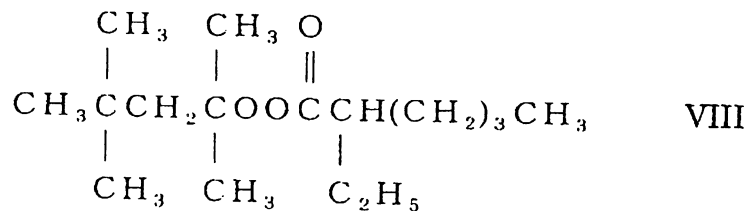
(比較例 7)

實施例 2 之硬化劑以次式 V I I 所示之硬化劑 1 . 9 份為之外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。



(比較例 8)

實施例 2 之硬化劑以次式 V I I I 所示之硬化劑 1 . 4 份為之外完全如同實施例 2 測定凝膠分率，保持力。



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂

## 五、發明說明 ( 12)

表 1

	硬化劑	硬化條件	凝膠分率(%)	保持力 (毫米)	黏著力 (牛頓/25毫米)
實施例1	I	120°C 5分鐘	35	0.07	950
		140°C 5分鐘	47	0.04	950
		160°C 5分鐘	51	0.01	890
比較例1	BPO	120°C 5分鐘	7	1.23	950
		140°C 5分鐘	34	0.16	960
		160°C 5分鐘	43	0.01	980
比較例2	II	120°C 5分鐘	36	0.06	—
		140°C 5分鐘	49	0.03	—
		160°C 5分鐘	51	0.01	—
實施例2	I	120°C 5分鐘	33	0.69	—
		140°C 5分鐘	37	0.09	—
		160°C 5分鐘	42	0.03	—
比較例3	BPO	120°C 5分鐘	0	落下	—
		140°C 5分鐘	27	1.01	—
		160°C 5分鐘	39	0.08	—
		*160°C 10分鐘	40	0.06	—
比較例4	III	120°C 5分鐘	0	2.38	—
		140°C 5分鐘	28	0.53	—
		160°C 5分鐘	37	0.11	—
比較例5	IV	120°C 5分鐘	0	落下	—
		140°C 5分鐘	26	1.01	—
		160°C 5分鐘	32	0.47	—
實施例3	V	120°C 5分鐘	34	0.67	—
		140°C 5分鐘	38	0.10	—
		160°C 5分鐘	41	0.03	—
比較例6	VI	120°C 5分鐘	5	0.97	—
		140°C 5分鐘	39	0.87	—
		160°C 5分鐘	20	落下	—
比較例7	VII	120°C 5分鐘	0	落下	—
		140°C 5分鐘	0	落下	—
		160°C 5分鐘	0	落下	—
比較例8	VIII	120°C 5分鐘	0	落下	—
		140°C 5分鐘	0	落下	—
		160°C 5分鐘	0	落下	—

\*硬化條件為 160°C 10 分鐘時，觀察到聚對苯二甲酸乙二醇酯基材之捲曲變形。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

## 五、發明說明 ( 13)

### ( 實施例總結 )

如表 1 所示，本發明之聚矽氧黏著劑組成物，因使用化 1 所示之過氧化對烷基苯甲醯，較之使用其它過氧化苯甲醯之比較例，交聯反應在更低溫、短時間進行，硬化速度提升，凝膠分率、保持力、黏著力優良。

### 發明效果

以本發明可提供較之以往的過氧化物硬化型聚矽氧黏著劑組成物，對人體、生態系之安全性更高，能於較低溫、短時間硬化之聚矽氧黏著劑組成物。可於低溫硬化，向來有困難的耐熱性差之基材的使用成為可能，得以使用廉價基材。又，硬化時間短縮，因而塗布速度提升，大有助於黏膠帶生產力之提升，藉此，黏膠帶之製造成本得以大幅降低。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

申請日期	90 年 6 月 11 日
案 號	90114071
類 別	C09J4/00; C08F283/00

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書  
新 型

一、發明 名稱	中 文	聚矽氧黏著劑組成物
	英 文	Silicone adhesive composition
二、發明 創作人	姓 名	(1) 青木俊司
	國 籍	(1) 日本國群馬縣碓氷郡松井田町二軒在家 六八六一四
三、申請人	住、居所	
	姓 名 (名稱)	(1) 信越化學工業股份有限公司 信越化学工業株式会社
	國 籍	(1) 日本 (1) 日本國東京都千代田區大手町二丁目六番一號
	代 表 人 姓 名	(1) 金川千尋

裝  
訂  
線

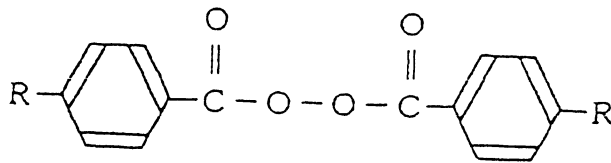
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

94年6月30日(原)...

四、中文發明摘要(發明之名稱: 聚矽氧黏著劑組成物)

可於低溫、短時間硬化，所用硬化劑不含鹵素原子，其分解物無毒無害之聚矽氧黏著劑組成物。

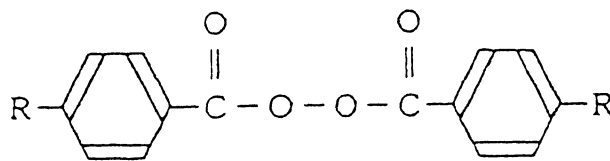
由(A)(a)一般式  $R^1_2R^2SiO-(R^1_2SiO)_n-SiR^1_2R^2$  之二有機基聚矽氧烷與(B)含  $R^1_3SiO_{0.5}$  單元及  $SiO_2$  單元， $R^1_3SiO_{0.5}$  單元 /  $SiO_2$  單元之莫耳比為 0.6 至 1.3 之聚有機基矽氧烷之混合物或其縮合反應產物之聚矽氧烷黏著劑 100 重量份，(B) 下述一般式〔化1〕之有機過氧化物硬化劑 0.5 至 5 重量份所成之聚矽氧黏著劑組成物。



英文發明摘要(發明之名稱: SILICONE ADHESIVE COMPOSITION)

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a silicone adhesive composition which can be curd in a short time at a low temperature and uses a curing agent containing no halogen atom and the decomposition product of which is nontoxic and harmless.

SOLUTION: This composition comprises (A) 100 pts.wt. silicone adhesive which is a mixture or a condensate of (a) a diorganopolysiloxane represented by the formula:  $R_1_2SiO-(R_1_2R_2SiO)_n-SiR_1_2R_2$  and (b) a polyorganosiloxane containing  $R_1_3SiO_{0.5}$  units and  $SiO_2$  units in a molar ratio of  $R_1_3SiO_{0.5}$  unit /  $SiO_2$  unit of 0.6-1.3 and (B) 0.5-5 pts.wt. organic peroxide curing agent represented by the formula.



## 六、申請專利範圍

第 90114071 號專利申請案

中文申請專利範圍修正本

民國 94 年 6 月 30 日修正

1. 一種由下述 (A)、(B) 所成之聚矽氧黏著劑組成物：

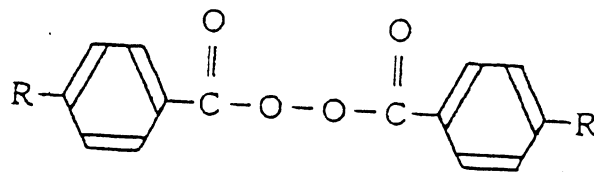
(A) (a) 一般式  $R^1_2 R^2 Si O -$

$(R^1_2 Si O)_n - Si R^1_2 R^2$  所示之二有機基聚矽氧烷及 (b) 含  $R^1_3 Si O_{0.5}$  單元及  $Si O_2$  單元，

$R^1_3 Si O_{0.5}$  單元 /  $Si O_2$  單元之莫耳比為 0.6 至 1.3 之聚有機基矽氧烷之混合物或這些的縮合反應產物之聚矽氧黏著劑 100 重量份，

[ 其中 n 係 500 以上之數， $R^1$  為非取代或取代之碳原子數 1 至 10 之一價烴基， $R^2$  為烴基或  $R^1$ ； ]

(B) 下述一般式 [ 化 1 ] 所示之有機過氧化物硬化劑 0.5 至 5 重量份；



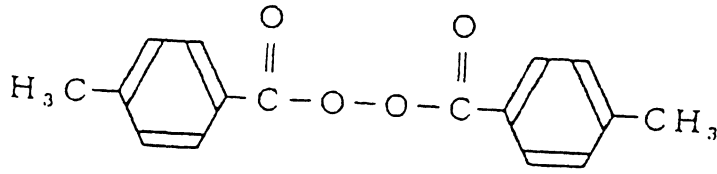
(R 為碳原子數 1 至 12 之烷基)。

2. 如申請專利範圍第 1 項之聚矽氧黏著劑組成物，其中有機過氧化物硬化劑係下述式 (化 2) 所示者

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂