

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2021-522361

(P2021-522361A)

(43) 公表日 令和3年8月30日 (2021. 8. 30)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09J 7/38 (2018.01)	C09J 7/38	4F100
C09J 7/25 (2018.01)	C09J 7/25	4J004
C09J 7/29 (2018.01)	C09J 7/29	4J038
C09J 7/50 (2018.01)	C09J 7/50	4J040
C09J 183/04 (2006.01)	C09J 183/04	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 76 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2020-557904 (P2020-557904)	(71) 出願人	505005049
(86) (22) 出願日	平成31年4月11日 (2019. 4. 11)		スリーエム イノベイティブ プロパティ
(85) 翻訳文提出日	令和2年10月19日 (2020. 10. 19)		ズ カンパニー
(86) 国際出願番号	PCT/IB2019/052991		アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
(87) 国際公開番号	W02019/202443		-3427, セント ポール, ポスト オ
(87) 国際公開日	令和1年10月24日 (2019. 10. 24)		フィス ボックス 33427, スリーエ
(31) 優先権主張番号	62/660, 727		ム センター
(32) 優先日	平成30年4月20日 (2018. 4. 20)	(74) 代理人	100110803
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		弁理士 赤澤 太朗
		(74) 代理人	100135909
			弁理士 野村 和歌子
		(74) 代理人	100133042
			弁理士 佃 誠玄
		(74) 代理人	100171701
			弁理士 浅村 敬一
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 エラストマーバックキング層を有するテープ

(57) 【要約】

2つの主面を有するエラストマーバックキング層であって、耐高温性エラストマー（例えば、高稠度のシリコンゴムエラストマー）を含むバックキング層と、感圧接着剤層であって、シリコン感圧接着剤を含む、感圧接着剤層と、を含む、テープ。

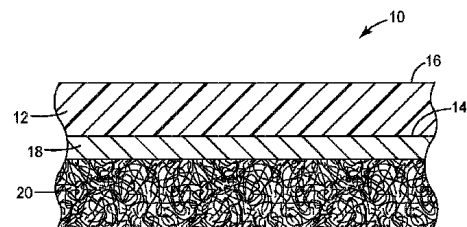


FIG. 1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

テープであって、

2つの主面を有するエラストマーバックキング層であって、高稠度のシリコーンゴムエラストマーを含む、バックキング層と、

前記バックキング層の第1の主面上に配置された可撓性中間層であって、硬化エポキシ系材料を含む、可撓性中間層と、

前記可撓性中間層上に配置された感圧接着剤層であって、シリコーン感圧接着剤を含む、感圧接着剤層と、を含み、

前記テープが、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する、テープ。

10

【請求項 2】

マスキングテープである、請求項1に記載のテープ。

【請求項 3】

前記エラストマーバックキング層が、非繊維強化バックキング層である、請求項1又は2に記載のテープ。

【請求項 4】

前記可撓性中間層が、バリア及び／又はプライマー機能を提供する、請求項1～3のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項 5】

20

前記可撓性中間層が、1つ以上の層を含む、請求項1～4のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項 6】

前記可撓性中間層が、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物から調製された硬化エポキシ系材料を含む、請求項1～5のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項 7】

前記硬化エポキシ系材料が、

1分子当たり少なくとも2つのエポキシド基を有するエポキシ樹脂を含むエポキシ樹脂成分と、

少なくとも2つの一級チオール基を有するポリチオール化合物を含むチオール成分と、

30

シラン官能化接着促進剤と、

前記エポキシ樹脂成分を硬化させるための窒素含有触媒と、

任意の硬化抑制剤と、

を含む硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物から調製されたものである、請求項6に記載のテープ。

【請求項 8】

前記感圧接着剤層上に配置された剥離ライナーを更に含む、請求項1～7のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項 9】

前記バックキング層の第2の主面上に直接配置されたトップ層を更に含み、前記トップ層が、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第2の感圧接着剤層を含む、請求項1～8のいずれか一項に記載のテープ。

40

【請求項 10】

前記バックキング層の前記第2の主面上に配置された第2の可撓性中間層であって、硬化エポキシ系材料を含む、第2の可撓性中間層と、

前記第2の可撓性中間層上に配置されたトップ層であって、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第2の感圧接着剤層を含む、トップ層と、を更に含む、請求項1～9のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項 11】

前記バックキング層の第2の主面上に配置されたプライマー層と、

50

前記プライマー層上に配置されたトップ層であって、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第2の感圧接着剤層を含む、トップ層と、を更に含む、請求項1～9のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項12】

前記プライマー層が、シリコーンを含む、請求項11に記載のテープ。

【請求項13】

前記トップ層が、無機酸化物マトリックスと、任意の有機バインダを含む、請求項9～12のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項14】

前記無機酸化物マトリックスが、シリカネットワークを含む、請求項13に記載のテープ。 10

【請求項15】

前記シリカネットワークが、シリカナノ粒子及びカップリング剤から形成されている、請求項14に記載のテープ。

【請求項16】

前記無機酸化物マトリックスが、加水分解性オルガノシランの存在下における加水分解性オルガノシリケートの加水分解及び縮合の生成物を含む、請求項13に記載のテープ。

【請求項17】

テープであって、

2つの主面を有するエラストマーバックリング層であって、耐高温性及び耐炎性エラストマーを含む、バックリング層と、 20

前記エラストマーバックリング層の第1の主面上に配置された感圧接着剤層であって、シリコーン感圧接着剤を含む、感圧接着剤層と、

前記エラストマーバックリング層の第2の主面上に配置された、無機酸化物ネットワークを含むトップ層と、を含む、テープ。

【請求項18】

テープであって、

2つの主面を有するエラストマーバックリング層であって、高稠度のシリコーンゴムエラストマーを含む、バックリング層と、

前記エラストマーバックリング層の第1の主面上に配置された第1の感圧接着剤層であって、シリコーン感圧接着剤を含む、第1の感圧接着剤層と、 30

前記エラストマーバックリング層の第2の主面上に配置された第2の感圧接着剤層であって、シリコーン感圧接着剤を含む、第2の感圧接着剤層と、を含み、

前記テープが、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する、テープ。

【請求項19】

前記テープが、火炎及び高温破壊に対する耐性を持つ、請求項1～18のいずれか一項に記載のテープ。

【請求項20】

前記テープが、HVOF溶射コーティングプロセス中に使用されるときに発生する火炎、高温破壊、高速粒子及びガス、並びに高いガス圧に対する耐性を持つ、請求項19に記載のテープ。 40

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

全ての溶射金属化プロセスのうち、HVOF (High Velocity Oxygen Fuel (高速フラーム溶射)) は、粒子の熱及び衝撃力の両方に起因して最も過酷なものの1つであると広く考えられている。一部の供給源は、3000℃を超える火炎温度及びマッハ3を超える粒子速度を報告する。これらの極端な条件は、好適なマスクン 50

グ溶液を提供することを困難にする。多くの場合ステンレス鋼から作製されるハードマスクは、一部のHVOFスプレーコーティング用途で機能することができるが、コスト、製造のための長いリードタイム、柔軟性の欠如、実装要件、清潔なエッジ線を作り出すための限定された能力などのため、汎用溶液ではない。一部のハードマスクは、長時間持続し、工場が日常的に同じ部品をスプレーする場合に再使用することができるが、多くの部品がより特有であり、及び／又は部品が複雑な幾何学的形状を有するため、これらの用途では、金属ハードマスクは現実的な解決策ではない。これらの問題のため、業界は、単独で又はハードマスクと共に使用することができる、信頼性のあるマスキングテープの解決策を必要としている。

【0002】

コーティングされている部品の多くは製造するには高価であり、一部のコーティングは\$100,000を超え、そのため、顧客は、部品を損傷する可能性、又は部品の使用に影響を及ぼし得る領域に金属を適用する可能性について非常に懸念している。

【0003】

市販のマスキングテープは、部品をコーティングする前に完了する基材グリットブラスト工程中に破損する場合がある。その結果、一部の企業は、グリットブラスト工程のための1つのテープを使用し、かつ溶射プロセスのための別のテープを使用して、それらの部品をマスクする。これらの市販のテープも、HVOFスプレープロセス中に同じように破損し得る。既存のHVOFマスキングテープ溶液における信頼性が制限されているため、多くのアプリケーションがマスキングプロセスに苦勞している。このプロセスは生産性を低下させ、コストを増加させ、品質問題も引き起こす可能性がある。

【0004】

今日市販されている溶射テープに使用される典型的なバックキンは、金属箔又はガラス／布地スクリーン／布を含有する。金属箔の使用は、適合性を制限し、切断を困難にする可能性がある。部品の形状の複雑さに起因して、一部の溶射用途には適合性が重要である。ガラス又は布地スクリーン／布は、切断時にほつれ、コーティングの繊維汚染を引き起こす場合がある。

【0005】

スプレーされる多種多様な部品により、多くのマスキングテープの顧客は、持ち合わせで多種多様なテープ幅を維持しなければならない。ほつれない、容易に切断され、適合可能なテープは、特定の用途の要求に応えるために、顧客が、マスキングテープの幅又はサイズを容易にカスタマイズすることを可能にする。

【発明の概要】

【0006】

本開示は、適合可能であり、かつ切断が容易なテープを提供し、それによって、特定の用途の要求に応えるために（例えば、幅又はサイズに関して）容易にカスタマイズされる製品を提供する。このようなテープは、エラストマーバックキнг層を含む。いくつかの実施形態では、このようなテープは、例えば、高温プロセス、特にHVOFなどの溶射プロセスで使用する構成要素（例えば、バックキнг、プライマー、及び感圧接着剤）の特有な組み合わせを含む。

【0007】

ある特定の実施形態では、2つの主面を有するエラストマーバックキング層と、バックキング層の第1の主面上に配置された可撓性中間層と、可撓性中間層上（バックキング層の反対側）に配置された感圧接着剤層と、を含むテープが提供され、このテープは、引張特性－方法B試験（実施例セクションでの）に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する。可撓性中間層は、硬化エポキシ系材料を含む。バックキング層は、高稠度のシリコーンゴムエラストマーを含む。感圧接着剤層は、シリコーン感圧接着剤を含む。いくつかの実施形態では、テープは、感圧接着剤層上に配置された剥離ライナー（例えば、フルオロポリマーコーティングされた剥離ライナー）を更に含む。

【0008】

ある特定の実施形態では、2つの主面を有するエラストマーバッキング層と、エラストマーバッキング層の第1の主面上に配置された感圧接着剤層と、エラストマーバッキング層の第2の主面上に配置された、無機酸化物ネットワークを備えるトップ層と、を含むテープが提供される。バッキング層は、耐高温性及び耐炎性エラストマー（例えば、高稠度のシリコーンゴムエラストマー）を含む。感圧接着剤層は、シリコーンを含む。

【0009】

ある特定の実施形態では、テープは、2つの主面を有するエラストマーバッキング層と、エラストマーバッキング層の第1の主面上に配置された第1の感圧接着剤層と、エラストマーバッキング層の第2の主面上に配置された第2の感圧接着剤層と、を含み、このテープは、引張特性—方法B試験（実施例セクションでの）に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する。バッキング層は、高稠度のシリコーンゴムエラストマーを含む。感圧接着剤層は、同一又は異なる感圧接着剤を含む。いくつかの実施形態では、剥離ライナーは、テープの所望の基材への適用時に除去される感圧接着剤層のそれぞれに配置される。

10

【0010】

本開示は、著しい強靱性を有するテープを提供する。ある特定の実施形態では、テープは、火炎及び高温破壊（すなわち、高温プロセス中に生じ得る高温）に対して耐性である。ある特定の実施形態では、本開示のテープはまた、グリットブラストからの摩耗、並びにHVOF溶射コーティングプロセス中に使用される場合に生じる高速粒子及びガス並びに高ガス圧からの摩耗に対して耐性である。

20

【0011】

定義

本特許出願において使用される場合：

用語「最上部」は、水平に配置された上向きの基材に対するテープの要素の位置を指す。

【0012】

「上に配置される」という用語は、別の層又は基材上に堆積された（例えば、コーティングされた）直接的又は間接的（例えば、介在結合層を介して）であり得る材料を指す。

【0013】

用語「脂肪族」は、C1～C40、好適にはC1～C30の、直鎖若しくは分枝鎖アルケニル、アルキル、又はアルキニルを指し、これは、O、N、又はSなどの1つ以上のヘテロ原子により中断若しくは置換されていてもよく、又はそうでなくともよい。

30

【0014】

用語「脂環式」は、環化脂肪族C3～C30、好適にはC3～C20基を指し、O、N、又はSなどの1つ以上のヘテロ原子によって中断されるものを指す。例としては、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘプチルなどが挙げられる。

【0015】

用語「アルキル」は、アルカンの基である一価の基を指し、直鎖、分枝鎖、環式、及び二環式のアルキル基並びにこれらの組み合わせである基を含み、これには非置換及び置換両方のアルキル基が含まれる。別段の指示がない限り、アルキル基は、典型的には、1～30個の炭素原子を有する。いくつかの実施形態において、アルキル基は、1～20個の炭素原子、1～10個の炭素原子、1～6個の炭素原子、1～4個の炭素原子、又は1～3個の炭素原子を有する。「アルキル基」の例としては、メチル、エチル、n-プロピル、n-ブチル、n-ペンチル、イソブチル、t-ブチル、イソプロピル、n-オクチル、n-ヘプチル、エチルヘキシル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘプチル、アダマンチル、ノルボルニルなどが挙げられるが、これらに限定されない。

40

【0016】

用語「アルケニル基」は、1つ以上の炭素—炭素二重結合を有する、不飽和の、直鎖又は分枝鎖炭化水素基、例えばビニル基を意味する。

【0017】

50

用語「アルキニル基」は、1つ以上の炭素－炭素三重結合を有する不飽和の、直鎖又は分枝鎖炭化水素基を意味する。

【0018】

用語「アルコキシ」は、アルキル基に直接結合するオキシ基を有する一価の基を指す。

【0019】

用語「アルキレン」は、アルカンの基である二価の基を指し、直鎖、分枝鎖、環式、二環式、又はこれらの組み合わせである基を含む。別段の指示がない限り、アルキレン基は、典型的には、1～30個の炭素原子を有する。一部の実施形態において、アルキレン基は、1～20個の炭素原子、1～10個の炭素原子、1～6個の炭素原子、又は1～4個の炭素原子を有する。「アルキレン」基の例としては、メチレン、エチレン、プロピレン、1,4-ブチレン、1,4-シクロヘキシレン、及び1,4-シクロヘキシルジメチレンが挙げられる。

10

【0020】

用語「芳香族」は、カルボキシル芳香族基並びにヘテロ原子、O、N、又はSのうちの1つ以上を含有する複素環芳香族基の両方を含む、C3～C40、好適にはC3～C30の芳香環、及びそれらの芳香族基のうちの1つ以上と一緒に縮合した縮合環系を指す。

【0021】

用語「アリール」は、芳香族の、かつ任意に炭素環である、一価の基を指す。アリールは、少なくとも1つの芳香環を有する。任意の更なる環は、不飽和、部分飽和、飽和、又は芳香族であってもよい。任意に、芳香環は、芳香環に縮合された1つ以上の更なる炭素環を有し得る。別段の指示がない限り、アリール基は、典型的には、6～30個の炭素原子を有する。いくつかの実施形態において、アリール基は6～20個、6～18個、6～16個、6～12個、又は6～10個の炭素原子を有する。アリール基の例としては、フェニル、ナフチル、ビフェニル、フェナントリル、及びアントラシルが挙げられる。

20

【0022】

用語「アリーレン」は、芳香族であって、任意に炭素環である、二価の基を指す。アリーレンは、少なくとも1つの芳香環を有する。任意に、芳香環は、芳香環に縮合された1つ以上の更なる炭素環を有し得る。任意の更なる環は、不飽和、部分飽和、又は飽和であってもよい。特に明記しない限り、アリーレン基は、多くの場合、6～20個の炭素原子、6～18個の炭素原子、6～16個の炭素原子、6～12個の炭素原子、又は6～10個の炭素原子を有する。

30

【0023】

用語「アラルキル」は、アリール基で置換されたアルキル基である一価の基（例えば、ベンジル基など）を指す。用語「アルカリル」は、アルキル基で置換されたアリール基である一価の基（例えば、トリル基など）を指す。別段の指示がない限り、どちらの基においても、アルキル部分は多くの場合1～10個の炭素原子、1～6個の炭素原子、又は1～4個の炭素原子を有し、アリール部分は多くの場合6～20個の炭素原子、6～18個の炭素原子、6～16個の炭素原子、6～12個の炭素原子、又は6～10個の炭素原子を有する。

【0024】

用語「含む (comprises)」及びその変化形は、これらの用語が本明細書及び特許請求の範囲に現れる場合、限定的な意味を有するものではない。このような用語は、記載されたある1つの工程若しくは要素、又は複数の工程若しくは要素の群が含まれることを示唆するが、いかなる他の工程若しくは要素、又は複数の工程若しくは要素の群も排除されないことを示唆するものと理解される。「からなる」とは、この語句「からなる」に続くいかなるものも含み、これらに限定することを意味する。したがって、語句「からなる」は、列挙された要素が必要又は必須であり、他の要素が存在し得ないことを示す。「から本質的になる (consisting essentially of)」とは、この語句の前に列挙されるあらゆる要素を含み、これらの列挙された要素に関して本開示で特定した作用若しくは機能に干渉又は寄与しない他の要素に限定されることを意味する。したがって、語句「から本質的に

40

50

なる」は、列挙された要素が必要又は必須であるが、他の要素は任意であり、列挙された要素の作用若しくは機能に実質的に影響を及ぼすか否かに応じて存在してもよい、又は、しなくてもよいことを意味する。

【0025】

用語「好ましい」及び「好ましくは」は、一定の状況下で一定の利益を提供できる、本開示の実施形態を指す。しかしながら、同一の状況下又は他の状況下において、他の実施形態もまた好ましいことがある。更には、1つ以上の好ましい実施形態の記載は、他の実施形態が有用ではないことを示唆するものではなく、本開示の範囲から他の実施形態を排除することを意図するものではない。

【0026】

本出願では、「a」、「an」、及び「the」などの用語は、単数の実体のみを指すことを意図するものではなく、一般分類を含み、その一般分類の具体例は、例示のために使用し得る。用語「a」、「an」、及び「the」は、用語「少なくとも1つ」と互換的に用いられる。列挙に後続する「～のうちの少なくとも1つ」及び「～のうちの少なくとも1つを含む」という語句は、列挙内の項目のうちのいずれか1つ、及び、列挙内の2つ以上の項目のいずれかの組み合わせを指す。

【0027】

列挙に後続する「～のうちの少なくとも1つ」及び「～のうちの少なくとも1つを含む」という語句は、列挙内の項目のうちのいずれか1つ、及び、列挙内の2つ以上の項目のいずれかの組み合わせを指す。

【0028】

本明細書で使用されるとき、用語「又は」は、内容がそうでない旨を特に明示しない限り、概して「及び／又は」を含む通常の意味で使用される。

【0029】

用語「及び／又は」は、列挙された要素の1つ又は全て、若しくは列挙された要素の任意の2つ以上の組み合わせを意味する（例えば、苦痛を予防すること及び／又は治療することは、更なる苦痛を予防すること、治療すること、又は治療すること及び予防することの両方を意味する）。

【0030】

本明細書において、様々な数値範囲の集合（例えば、特定の部分における炭素原子数の、特定の成分の量の、等）が記載されており、各集合内で、範囲の任意の下限値を範囲の任意の上限値と組にすることができる。そのような数値範囲はまた、その範囲内に包含される全ての数も含むことが意図される（例えば、1～5は1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5、等を含む）。

【0031】

また、本明細書では、全ての数は「約」という用語で修飾されるものと想定され、好ましくは「厳密に」という用語で修飾されると想定される。本明細書で使用されるとき、測定した量との関連において、用語「約」は、測定を行い、測定の目的及び使用される測定機器の精度に見合う水準の注意を払う当業者によって予測されるような測定量の変動を指す。本明細書において、「最大」数字（例えば、最大50）は、その数（例えば、50）を含む。

【0032】

本明細書を通しての「一実施形態（one embodiment）」、「実施形態（an embodiment）」、「特定の実施形態」、又は「いくつかの実施形態」などへの言及は、実施形態に関して記載された特定の特徵、構成、組成、又は特性が、本開示の少なくとも1つの実施形態に含まれていることを意味する。したがって、本明細書を通して様々な箇所でのこのような語句の出現は、必ずしも本開示の同一の実施形態を指しているわけではない。更に、特定の特徵、構成、組成、又は特性は、1つ以上の実施形態において任意の適切な方法で組み合わせてもよい。

【0033】

10

20

30

40

50

本開示の上記の概要は、開示されるそれぞれの実施形態、又は本開示の全ての実装形態を説明することを意図していない。以下の説明は、例示的な実施形態をより具体的に例示する。本出願を通し、数箇所において、例の列挙を通して指針が提供されており、これらの例は、様々な組み合わせで用いることができる。それぞれの事例において、記載された列挙項目は、代表的な群としての役割のみを果たすものであり、排他的な列挙として解釈されるべきではない。したがって、本開示の範囲は、本明細書に記載の特定の例示的な構造に限定されるべきではなく、少なくとも特許請求の範囲の文言によって説明される構造、及びこれらの構造の同等物にまで拡大する。本明細書において選択肢として積極的に記載されている要素はいずれも、所望に応じた任意の組み合わせで、請求項に明示的に含めてもよい、又は請求項から除外してもよい。様々な理論及び可能な機構が本明細書で説明可能であるが、いかなる場合であっても、このような説明は、特許請求可能な主題を限定するものではない。

10

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

【図2】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

【図3】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

20

【図4】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

【図5】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

【図6】本開示のテープの断面図の概略図である（層の相対的な厚さは縮尺通りに示されていない）。

【発明を実施するための形態】

【0035】

本開示は、適合可能であり、かつ切断が容易なテープを提供し、それによって、特定の用途の要求に応えるために（例えば、幅又はサイズに関して）容易にカスタマイズされる製品を提供する。このようなテープは、エラストマーバックキング層を含む。いくつかの実施形態では、このようなテープは、例えば、高温プロセス、特にHVOFなどの溶射プロセスで 사용할 ことができる構成要素（例えば、バックキング、可撓性中間層、及び感圧接着剤）の特有な組み合わせを含む。

30

【0036】

本開示のテープは、マスキング用途に使用することができ（マスキングテープと称される）、特に溶射プロセスに使用することができ（溶射マスキングテープと称される）。テープは、高耐衝撃性を有するか又は有さない高温マスキング用途、及び火炎曝露用途、例えば溶接スプラッターマスキング、粉末コーティングマスキング（一部はグリットブラスト工程を必要とする）による、規則的なグリットブラスト用途などで使用することができる。本開示のテープはまた、堅牢性を改善するために、電子部品間にクッションを提供するために使用することもできる。ある特定の実施形態では、本開示のテープはまた、自然に断熱材である。

40

【0037】

ある特定の実施形態では、本開示のテープは、少なくとも100%、少なくとも200%、少なくとも300%、少なくとも400%、少なくとも500%、又は少なくとも600%の引張伸びを有する（引張特性—方法B試験に従う）。ある特定の実施形態では、テープは、それほど可撓性ではなく、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも5%、少なくとも10%、少なくとも20%、少なくとも30%、少なくとも40%、少なくとも50%、少なくとも60%、少なくとも70%、少なくとも80%、又は少なくとも9

50

0 %の引張伸びを有し得る。

【0038】

少なくとも100 %の引張伸びは、繊維スクリムを含むもの（例えば、ガラス布などの不織布又は織布繊維層）などの繊維強化材を含むテープにおいては、典型的には不可能である。したがって、ある特定の実施形態では、テープは、好ましくは非繊維強化バックキング層であるエラストマーバックキング層を含む。ある特定の実施形態では、本開示のテープは、繊維強化材を含まない（バックキング層又は他の層内に）。ある特定の実施形態では、本開示のテープは、金属箔、金属化ポリマーフィルム、又はセラミック（例えば、セラミックシート材料）を含まず、このような層が、本開示のテープの所望の引張伸びに悪影響を及ぼし得るためである。

10

【0039】

バックキングは、好ましくは典型的なHVOFスプレー条件（例えば、液体燃料又はガス燃料HVOFコーティングシステムからの）に耐えることができる、例えば、最大10mil（約250マイクロメートル）のスプレー厚さ、並びにHVOFスプレーコーティングの前に表面を粗面化するために使用されるグリットブラストプロセスに耐えることができる、高い適合性の、高い耐摩耗性の、強靱な、切断／トリミングが容易なエラストマーバックキング層（例えば、シリコンエラストマー含有バックキング）である。「典型的なHVOFスプレー条件に耐える」とは、バックキング層の縁部がほつれず、及び／又はバックキング層の厚さが、テープがもはやマスキング又は保護機能を提供しない程度まで侵食されないことを意味する。すなわち、バックキング層の浸食はHVOFプロセスで生じ得るが、テープがスプレーされる物品の所望の部分をもはやマスク又は保護しなくなるほどは侵食されない。

20

【0040】

感圧接着剤（PSA）は、好ましくは典型的なHVOFスプレー条件に耐える能力を含む優れた性能を提供する高温PSAである。「典型的なHVOFスプレー条件に耐える」とは、テープがもはやマスキング又は保護機能を提供しないように、接着剤が破損しないことを意味する。典型的には、HVOFのスプレーは、コーティングされる基材の平面に対して約90度（75～93度で変化する）の角度で実施されるが、より厳密な角度が可能であり得る（例えば、テープの縁部に直接接近する）。

【0041】

したがって、ある特定の実施形態では、テープの構成要素は、テープが「典型的なHVOFスプレー条件に耐える」ように選択される。HVOFスプレー条件の1つのセットは、実施例セクションにおけるHVOFスプレー試験によって定義される。このような条件に耐えるために、本開示のテープは物品に接着するべきであり、バックキング層の縁部は、著しく損傷しているべきではなく（例えば、ほつれ）、及び／又はバックキング層の厚さは、テープがマスキング及び保護機能をもはや提供しない程度まで侵食されるべきではない（しかしながら、若干の縁部浸食は起こり得る）。ある特定の実施形態では、テープの構成要素は、テープが、実施例セクションに記載されるHVOFスプレー試験のグリットブラスト部分（及びHVOFスプレー試験全体）への曝露中に、テープがそのマスキング及び保護機能を維持するように選択される。

30

40

【0042】

ある特定の実施形態では、図1に示されるように、2つの主面14及び16を有するエラストマーバックキング層12と、バックキング層の第1の主面14上に配置された可撓性中間層18と、可撓性中間層18上に配置された感圧接着剤層20と、を含むテープ10が提供され、このテープは、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも100 %の引張伸びを有する。いくつかの実施形態では、テープは、感圧接着剤層20上に配置された剥離ライナー（例えば、フルオロポリマーコーティングされた剥離ライナー）（図示せず）を更に含む。

【0043】

ある特定の実施形態では、図2に示されるように、2つの主面34及び36を有するエ

50

ラストマーバッキング層 3 2 と、バッキング層の第 1 の主面 3 4 上に配置された可撓性中間層 3 8 と、可撓性中間層 3 8 上に配置された（第 1 の）感圧接着剤層 4 0 と、感圧接着剤層 4 0 の上に配置された剥離ライナー（図示せず）と、バッキング層 3 2 の第 2 の主面 3 6 上に直接配置されたトップ層 4 4 と、を含むテープ 3 0 が提供される。このようなトップ層 4 4 は、無機酸化物マトリックス又は第 2 の感圧接着剤を含んでもよい。トップ層 4 4 が感圧接着剤（「トップ層感圧接着剤」）を含む場合、2 つの感圧接着剤は同一でも異なってもよい。

【0044】

ある特定の実施形態では、図 3 に示されるように、2 つの主面 5 4 及び 5 6 を有するエラストマーバッキング層 5 2 と、バッキング層の第 1 の主面 5 4 上に配置された第 1 の可撓性中間層 5 8 と、可撓性中間層 5 8 上に配置された（第 1 の）感圧接着剤層 6 0 と、感圧接着剤層 6 0 の上に配置された剥離ライナー（図示せず）と、バッキング層 5 2 の第 2 の主面 5 6 の上に直接配置された第 2 の可撓性中間層 6 4 と、第 2 の可撓性中間層 6 4 の上に配置されたトップ層 6 6 と、を含むテープ 5 0 が提供される。2 つの可撓性中間層 5 8 及び 6 4 は、同一又は異なる材料を含んでもよい。トップ層 6 6 は、無機酸化物マトリックス又は第 2 の感圧接着剤を含んでもよい。トップ層 6 6 が感圧接着剤（「トップ層感圧接着剤」）を含む場合、2 つの感圧接着剤は同一でも異なってもよい。

【0045】

ある特定の実施形態では、図 4 に示されるように、2 つの主面 7 4 及び 7 6 を有するエラストマーバッキング層 7 2 と、バッキング層の第 1 の主面 7 4 上に配置された可撓性中間層 7 8 と、可撓性中間層 7 8 上に配置された（第 1 の）感圧接着剤層 8 0 と、感圧接着剤層 8 0 の上に配置された剥離ライナー（図示せず）と、バッキング層 7 2 の第 2 の主面 7 6 の上に直接配置されたプライマー層 8 4 と、プライマー層 8 4 の上に配置されたトップ層 8 6 と、を含むテープ 7 0 が提供される。トップ層 8 6 は、無機酸化物マトリックス又は第 2 の感圧接着剤を含んでもよい。トップ層 8 6 が感圧接着剤を含む場合、2 つの感圧接着剤は同一でも異なってもよい。

【0046】

ある特定の実施形態では、図 5 に示されるように、2 つの主面 1 1 4 及び 1 1 6 を有するエラストマーバッキング層 1 1 2 と、エラストマーバッキング層 1 1 2 の第 1 の主面 1 1 4 上に配置された感圧接着剤層 1 1 8 と、エラストマーバッキング層 1 1 2 の第 2 の主面 1 1 6 上に配置された、無機酸化物ネットワークを備えるトップ層 1 2 0 と、を含むテープ 1 1 0 が提供される。感圧接着剤層 1 1 8 は、シリコンを含む。

【0047】

ある特定の実施形態では、図 6 に示されるように、2 つの主面 1 3 4 及び 1 3 6 を有するエラストマーバッキング層 1 3 2 と、エラストマーバッキング層 1 3 2 の第 1 の主面 1 3 4 上に配置された第 1 の感圧接着剤層 1 3 8 と、エラストマーバッキング層 1 3 2 の第 2 の主面 1 3 6 上に配置された第 2 の感圧接着剤層 1 4 0 と、を含むテープ 1 3 0 が提供され、このテープ 1 3 0 は、引張特性—方法 B 試験に従って、少なくとも 1 0 0 % の引張伸びを有する。感圧接着剤層 1 3 8 及び 1 4 0 は、同一又は異なるシリコン感圧接着剤を含む。いくつかの実施形態では、剥離ライナー（図示せず）は、感圧接着剤層 1 3 8 及び 1 4 0 のそれぞれの上に配置されてもよい。

【0048】

本開示のテープは、顕著な強靱性を有する。ある特定の実施形態では、テープは、火災及び高温破壊（すなわち、高温プロセス（例えば、最高で約 5 0 0 ° F）中に生じ得る高温）に対して耐性である。ある特定の実施形態では、本開示のテープは、グリットブラストからの摩耗、並びに H V O F 溶射コーティングプロセス中に使用される場合に生じる高速粒子及びガス並びに高ガス圧からの摩耗に対して、これらが耐性を持つので、特に有利である。

【0049】

典型的には、高速フレイム溶液（H V O F）の溶射プロセスでは、ガス状又は液体燃料

10

20

30

40

50

と酸素との混合物が燃焼室に供給され、ここで着火され、連続的に燃焼される。得られた熱ガスは、例えば、1 MPaに近い圧力で、収束発散ノズルを通じて放散する。燃料は、ガス（例えば、水素、メタン、プロパン、プロピレン、アセチレン、天然ガス）又は液体（例えば、灯油など）であり得る。バレルの出口における噴射速度（ $> 1000 \text{ m/s}$ ）は、音速を超え、時には音速の7倍程度の速度である。粉末供給原料をガス流に注入し、粉末を加速させる（例えば、最大 800 m/s （マッハ2.7））。熱ガス及び粉末の流れは、コーティングされる表面に向けられる。粉末は、流れ中に部分的に溶融し、基材上に堆積する。一般的な粉末としては、炭化タングステン、炭化クロム、及びアルミナが挙げられる。このようなコーティングは、典型的には耐食性を提供する。

【0050】

10

ある特定の実施形態では、本開示のテープは、火炎に対する耐性を持ち、高温での破壊（例えば、最高 500°F （ 260°C ）の温度）を有するため、特に有利である。

【0051】

ある特定の実施形態では、本開示のテープは、高温（例えば、最高 500°F （ 260°C ）の温度）での破壊、高い粒子速度（例えば、 800 m/s （ m/s ） $\sim 1000 \text{ m/s}$ 、又は更には 1100 m/s ほど高い粒子速度）、及びHVOF溶射コーティングプロセス中に使用されるとき、バレルの出口で最大 2130 m/s の高いガス速度を有するため、特に有利である。

【0052】

20

ある特定の実施形態では、本開示のテープは、良好なエージング性能を示す。これは、経時的に様々な接着特性が概ね安定したままであることを意味するが、経時的な特性の一部の低下が典型的に予想されることを意味する。これらの特性を評価するために、エージングプロセスを加速及び模倣しようとする試みにおいて、様々な加熱及び／又は湿度条件を使用することができる。好ましくは、測定された接着特性のいずれかの低下は、 150°F （ 66°C ）で1週間、 90°F （ 32°C ）及び90%の相対湿度（RH）で2週間、又は 120°F （ 49°C ）で4週間エージングした後に、30%未満である（すなわち、少なくとも70%の接着特性を保持する）。好ましくは、可撓性中間層のエージング性能の低下は、 150°F （ 66°C ）で1週間後に14%以下の接着値の低下（すなわち、接着の86%超を保持する）によって示される。好ましくは、トップ層のエージング性能は、 90°F （ 32°C ）及び90%の相対湿度（RH）で2週間、又は 120°F （ 49°C ）で4週間のいずれかでエージングした後の、23%以下の接着値の低下（すなわち、接着の77%を超える保持）によって示される。

30

【0053】

バックキング層

本開示のテープのバックキング層は、エラストマー材料を含む。この文脈では、エラストマー材料は、ゴム状の特性を有するポリマー、すなわち、荷重がそれから除去されるときに元の形状を回復する材料である。所望であれば、好適なエラストマーの様々な組み合わせ（例えば、ブレンド）をバックキング層に使用することができる。

【0054】

40

ある特定の実施形態では、本開示のテープのバックキング層は可撓性である。この文脈では、これは、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じない材料である。ある特定の実施形態では、バックキング層は、引張特性—方法C試験に従って、少なくとも100%、少なくとも200%、少なくとも300%、少なくとも400%、少なくとも500%、又は少なくとも600%の引張伸びを有する。ある特定の実施形態では、バックキング層は、それほど可撓性ではなく、引張特性—方法C試験に従って、少なくとも5%、少なくとも10%、少なくとも20%、少なくとも30%、少なくとも40%、少なくとも50%、少なくとも60%、少なくとも70%、少なくとも80%、又は少なくとも90%の引張伸びを有し得る。

【0055】

ある特定の実施形態では、バックキングの材料は、耐高温性エラストマー（すなわち、高

50

温プロセス（例えば、最高約 500 °F）の間に生じ得る温度に抵抗するエラストマー）である。ある特定の実施形態では、バックキングの材料は耐炎性エラストマーでもある。

【0056】

バックキング層に好適なポリマー材料としては、エラストマーである熱硬化性ポリマー及び高融解温度熱可塑性ポリマー（例えば、曝露温度よりも高いビカット軟化点温度を有するもの）が挙げられる。

【0057】

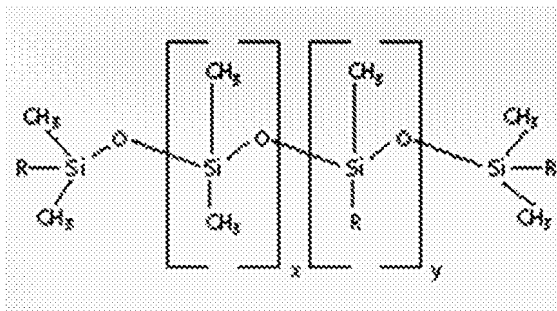
典型的なエラストマー材料としては、フルオロエラストマー（FKM）、フルオロシリコン（FVMQ）、ペルフルオロエラストマー（FFKM）、シリコン、又はポリジメチルシロキサンなどのエラストマーが挙げられる。

10

【0058】

ある特定の実施形態では、本開示のテープのバックキング層は、高稠度のシリコンエラストマー（すなわち、シリコンゴム又はシリコンゴムエラストマー）を含む。高稠度のシリコンゴムエラストマーは、シリコンゴム業界で使用される一般的な用語である。シリコンエラストマーに使用される好適なポリマーは、以下の一般構造（式 I）：

【化 1】



20

〔式中、各 R は独立して、 $-\text{OH}$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $-\text{CH}_3$ 、又は別のアルキル若しくはアリアル基を表し、重合度（DP）は、下付き文字 x 及び y の和である〕を有するものである。高稠度のシリコンゴムエラストマーについては、DP は典型的には 5000 ~ 10,000 の範囲である。したがって、高稠度のシリコンエラストマーの製造に使用される、一般にガムと呼ばれるポリマーの分子量は、350,000 ~ 750,000 以上の範囲である。液状シリコンゴムエラストマーでは、使用されるポリマーの DP は、典型的には 10 ~ 1000 の範囲であり、750 ~ 75,000 の範囲の分子量をもたらす。これらのエラストマーの配合に使用されるポリマー系は、単一のポリマー種又は異なる官能基若しくは分子量を含有するポリマーのブレンドのいずれかであることができる。ポリマーは、得られるエラストマー製品に特定の性能特性を付与するように選択される。より多くの情報については、<http://www.mddionline.com/article/comparing-liquid-and-high-consistency-silicone-rubber-elastomers-which-right-you> において「Comparing Liquid and High Consistency Rubber Elastomers: Which Is Right For You?」と題された記事を参照されたい。

30

40

【0059】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層（例えば、シリコンエラストマー、及び充填剤などの任意の添加剤）は、少なくとも 40、少なくとも 45、少なくとも 50、又は少なくとも 55 のショア A 硬度を有する。ある特定の実施形態では、シリコンエラストマーバックキング層は、最大 80、又は最大 75 のショア A 硬度を有する。

【0060】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層（例えば、シリコンエラストマー、及び充填剤などの任意の添加剤）は、応力-ひずみ曲線下面積であり、25 MPa 超、又は 30 MPa 超のメガパスカル（MPa）の破断時単位体積当たりのエネルギーとし

50

て報告される強靱性を有する。一般に、強靱性がより高くなるほど良くなるので、最大値は存在しないが、典型的には、エラストマーバックキング層は最大60MPaの強靱性（すなわち、破断時のエネルギー／体積）を有する。

【0061】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層（例えば、シリコーンエラストマー及び充填剤などの任意の添加剤）は、10000Hz及び20℃で0.04超、0.099超、0.110超、0.120超、又は0.130超のタンデルタ（ $\tan(\delta)$ ）を有する。

【0062】

典型的には、エラストマーバックキング層、特にシリコーンエラストマーバックキング層は、付加硬化材料、縮合硬化材料、又は過氧化物硬化材料を含む。ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、付加硬化材料である。

10

【0063】

ある特定の実施形態では、シリコーンエラストマーバックキング層は、白金触媒付加硬化反応の生成物である。特定の実施形態では、シリコーンエラストマーバックキング層は、ビニル官能性ポリジメチルシロキサン及びメチルヒドロジェンポリシロキサンを含む反応混合物の白金触媒付加硬化反応の生成物である。

【0064】

いくつかの他の実施形態では、シリコーンエラストマーバックキング層は、硬化剤として過氧化物剤を使用して作製することができる（これは、過氧化物硬化材料である）。

20

【0065】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、非網状（すなわち、非発泡）バックキング層である（すなわち、実質的に気泡又は空隙を含まない）。ある特定の以前の製品は、網状シリコーンゴムバックキングを含んでいた。バックキングに大きな空気孔を加えると、シリコーンの強度が低下する可能性があるが、ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、気泡又は空隙（例えば、独立気泡）を含んでもよい。

【0066】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、非繊維強化バックキング層である。織布若しくは不織布又はスクリムを含むものなどの繊維強化バックキングは、テープに適合性を低くさせることによってテープの性能に悪影響を及ぼし得る。また、繊維の存在は、バックキング層が拘束されているため、バックキング層のエネルギーを吸収する能力を制限し得る。

30

【0067】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、1つ以上の充填剤及び／又はその中に混合された他の添加剤を更に含む。ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、その中に混合された非繊維性充填剤を更に含むが、ナノスケール充填剤は許容可能であり得る。ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、その中に混合された無機充填剤を更に含む。ある特定の実施形態では、無機充填剤としては、シリカ、セラミック粉末、金属粒子、ガラス粒子、金属酸化物、又はそれらの組み合わせが挙げられる。ある特定の実施形態では、無機充填剤はシリカを含む。ある特定の実施形態では、充填剤は、ポリテトラフルオロエチレンなどのマイクロ粉末であり、耐摩耗性を改善する。

40

【0068】

ある特定の実施形態では、エラストマーバックキング層は、顔料（例えば、カーボンブラック）、熱安定剤、促進剤、活性化剤、発泡剤、接着促進剤、硬化剤、触媒、光開始剤、乾燥剤、エラストマー変性剤、増量剤、難燃剤、可塑剤、プロセス助剤（ブロッキング防止剤、スリップ添加剤、防曇剤、帯電防止剤）、酸化防止剤、安定剤、硬化遅延材、粘着付与剤、又はこれらの組み合わせを更に含む。

【0069】

このような添加剤の量及び種類は、組成物の意図される最終用途に応じて、当業者によ

50

って選択され得る。

【0070】

ある特定の実施形態では、バックング層は、少なくとも5mil（およそ125マイクロメートル）の厚さを有する。ある特定の実施形態では、バックング層は、少なくとも25mil（635マイクロメートル）の厚さを有する。ある特定の実施形態では、バックング層は、最大80mil（およそ2030マイクロメートル）の厚さを有する。

【0071】

バックング層にとって好適な材料は、例えば、Momentive（Waterford, NY）、Wacker Chemie（Munich, Germany）、及びDow Corning（Midland, MI）より商業的に入手することができる。

10

【0072】

可撓性中間層

本開示のテープの中間層は可撓性である。この文脈では、これは、円筒形マンドレル屈曲試験に従って亀裂を生じない材料である。ある特定の実施形態では、中間層は、引張特性—方法A試験に従って、少なくとも100%、少なくとも200%、少なくとも300%、少なくとも400%、少なくとも500%、又は少なくとも600%の引張伸びを有する。

【0073】

ある特定の実施形態では、中間層で使用するのに好適な材料は、選択されたバックング層（例えば、シリコン基材）及び選択された感圧接着剤に対する優れた接着性を示す硬化エポキシ系ポリマー材料である。接着性が許容できない場合、結合層、処理表面、又はこれらの組み合わせが使用されてもよい。このような処理の例としては、化学処理、コロナ処理（例えば、空気又は窒素コロナ）、プラズマ処理、火炎処理、又は化学線処理が挙げられる。層間接着はまた、結合層を形成する化学組成物の使用により、改善することができる。所望であれば、処理層及び／又は結合層の組み合わせを使用してもよい。

20

【0074】

ある特定の実施形態では、可撓性中間層に好適な硬化エポキシ系ポリマー材料は、耐高温性ポリマー（すなわち、高温プロセス（例えば、最高約500°F）の間に生じ得るポリマー）である。

【0075】

ある特定の実施形態では、可撓性中間層に使用するのに好適なエポキシ系ポリマー材料は、バリア機能を提供する（本明細書ではバリア層と称されてもよい）。例えば、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物から調製された硬化エポキシ系ポリマー材料は、感圧性シリコン接着剤からの可塑剤（例えば、MQ樹脂）の移行に対するバリアコートとして機能することができる。バリア機能を提供することができる他の硬化エポキシ系材料は、シリコン材料及び非多孔質と不混和性であるものである。

30

【0076】

ある特定の実施形態では、可撓性中間層に使用するのに好適な硬化エポキシ系材料は、プライミング機能を提供する（本明細書ではプライマー又は結合層と称されてもよい）。すなわち、可撓性中間層の硬化エポキシ系ポリマー材料は、バックング層と感圧接着剤との間の結合層として有効であり得る。

40

【0077】

可撓性中間層は、1つ以上の材料層を含んでもよい。ある特定の実施形態では、1つの材料層は、バリア及びプライマー機能の両方を提供することができる。ある特定の実施形態では、可撓性中間層は、2つの異なる材料層、例えば、プライマー層及びバリア層を含む。

【0078】

可撓性中間層に好適な硬化エポキシ系ポリマー材料は、高い溶融温度（例えば、曝露温度よりも高いピカット軟化点温度）を有する。いくつかの実施形態では、可撓性中間層を形成するポリマー材料又は組成物は、比較的低い粘度を有し、コーティングを容易にする

50

ために溶媒を含まず、かつ処理中に下にある材料の膨潤を回避することが望ましい。

【0079】

可撓性中間層に使用するための硬化エポキシ系材料は、エポキシ樹脂から誘導される。エポキシ樹脂は、反応性エポキシド基を含有するポリマー及びプレポリマーである。これらは、多官能性アミン、多官能性チオール、酸、酸無水物、フェノール、及びアルコールを含む、多種多様な共反応物質と反応させることができる。更に、これらは、触媒単独重合によってそれ自体と反応させることができる。

【0080】

多官能性アミンは、典型的には、エポキシ系材料の硬化剤として使用される。二官能性又は多官能性アミンの使用は、架橋ネットワークをもたらす。アミンの種類及び官能性は、硬化ポリマーマトリックスの最終特性（耐熱性、可撓性、機械的耐久性など）を決定するように調整することができる。アミン硬化剤の例は、例えば、米国特許第8,618,204号（Campbellら）及び米国特許公開第2011/0024039号（Campbellら）に記載されている。

【0081】

多官能性チオールは、エポキシ系材料の硬化剤としても使用することができる。多官能性アミンと同様に、硬化により、硬化したポリマーマトリックスの最終特性を決定するように調整することができる架橋ネットワークをもたらす。

【0082】

多官能性アミン硬化剤及び多官能性チオール硬化剤の両方の場合、最終エポキシ樹脂は、一成分型又は二成分型組成物のいずれかとして配合することができる。一成分型として配合される場合、硬化性組成物は、エポキシ樹脂及び硬化剤を含む全ての成分を含む。典型的には、これらの配合物は、室温での限られた反応性を示すが、高温でエポキシ樹脂と反応する潜在性硬化剤を含有する。あるいは、これらは、硬化剤と反応性エポキシ樹脂との間の硬化を誘導するために熱活性化された潜在性触媒を含有することができる。いかなる追加の任意の添加剤（例えば、充填剤、強靱化剤（toughening agent）、希釈剤、接着促進剤、阻害剤など）も組成物に加えて混合することができる。

【0083】

あるいは、硬化性硬化剤／エポキシ樹脂組成物は、基剤及び促進剤を含む「二成分型」組成物である。基剤はエポキシ樹脂を含み、促進剤は、ポリアミン及び／又はポリチオール硬化剤を含有する。いかなる追加の任意の添加剤（例えば、充填剤、強靱化剤、希釈剤、接着促進剤など）も、基剤又は促進剤のいずれかと混合することができる。典型的には、硬化抑制剤は、適用時に混合するまで基剤及び促進剤は分離したままであるため、二成分型組成物には必要ない。

【0084】

したがって、ある特定の実施形態では、硬化エポキシ系材料は、これらが一成分型又は二成分型組成物として提供されようと、エポキシ／チオール樹脂組成物、エポキシ／アミン樹脂組成物である。

【0085】

ある特定のエポキシ系材料は、シラン官能化接着促進剤を組み込むことにより、シリコン表面に対する優れた接着性を示す。ある特定の実施形態では、シリコン表面（例えば、バッキング層又は感圧接着剤層の）の一部の表面調製（例えば、プラズマ、火炎、又はコロナ処理）を使用して、接着性を向上させることができる。例えば、エポキシ／チオール樹脂組成物は、環境への曝露数ヶ月後でも、コロナ処理されたシリコン表面に対して高い接着性を示す。ある特定の実施形態では、本明細書に記載の硬化性エポキシ系材料、特にエポキシ／チオール樹脂組成物から形成された硬化ポリマー材料は、高い伸びを有しバッキング層（例えば、シリコン基材）の可撓性を損なわない。

【0086】

ある特定の実施形態では、硬化エポキシ系材料は、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物から調製される。ある特定の実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、

10

20

30

40

50

1分子当たり少なくとも2つのエポキシド基を有するエポキシ樹脂を含むエポキシ樹脂成分と、少なくとも2つの一級チオール基を有するポリチオール化合物を含むチオール成分と、シラン官能化接着促進剤と、エポキシ樹脂成分を硬化させるための窒素含有触媒と、任意の硬化抑制剤と、を含む。硬化抑制剤は、ルイス酸又は弱いブレンステッド酸とすることができる。

【0087】

硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、一成分型又は二成分型組成物とすることができる。

【0088】

ある特定の実施形態では、硬化性「一成分型」エポキシ／チオール樹脂組成物は、チオール硬化剤、窒素含有触媒、シラン官能化接着促進剤、硬化抑制剤、及び、エポキシ樹脂と混合された任意の添加剤（例えば、充填剤、強硬化剤、希釈剤、及び他の接着促進剤）を含む、全ての構成成分を含む。硬化抑制剤は、ルイス酸又は弱いブレンステッド酸とすることができる。一成分型組成物の製剤中、窒素含有触媒を添加する前に、硬化抑制剤がこの組成物のその他の構成成分に添加される。

【0089】

一成分型で配合される場合、本開示の硬化性一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、特に経時的な粘度維持に関して、室温で優れた貯蔵安定性を有する。ある特定の実施形態では、硬化性一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、室温で少なくとも2週間、少なくとも4週間、又は少なくとも2ヶ月の期間安定である。この文脈において、「安定」とは、エポキシ／チオール組成物が硬化可能な形態のままであることを意味する。

【0090】

また、硬化性一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、低温で硬化可能である。ある特定の実施形態では、硬化性一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、少なくとも50℃の温度で硬化性である。ある特定の実施形態では、硬化性一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、80℃以下の温度で硬化性である。ある特定の実施形態では、硬化性一成分型エポキシ／チオール組成物は、約60～65℃の温度で硬化性である。

【0091】

ある特定の実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、基剤及び促進剤を含む「二成分型」組成物である。基剤は、エポキシ樹脂成分とシラン官能化接着促進剤とを含む。促進剤は、チオール成分及び窒素含有触媒を含む。追加の任意の添加剤（例えば、充填剤、強硬化剤、希釈剤、及び他の接着促進剤）を、基剤又は促進剤のいずれかと混合することができる。典型的には、硬化抑制剤は、適用時に混合するまで基剤及び促進剤は分離したままであるため、二成分型組成物には必要ない。

【0092】

2つの成分で配合される場合、本開示の硬化性二成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、室温で安定である。ある特定の実施形態では、硬化性二成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は、室温で少なくとも2週間、少なくとも4週間、又は少なくとも2ヶ月の期間安定である。この文脈において、「安定」とは、エポキシ／チオール組成物が硬化可能な形態のままであることを意味する。更に、2つの成分を組み合わせると、硬化性二成分型エポキシ／チオール樹脂組成物は室温で硬化する。

【0093】

ある特定の実施形態では、エポキシ樹脂成分及びチオール成分の選択は、可撓性である硬化材料を提供することができる。そのような成分のうちの少なくとも1つは、可撓性である。これによって、エポキシ樹脂成分及び／又はチオール成分（好ましくは、エポキシ樹脂成分とチオール成分の両方）は、可撓性である硬化ポリマー材料、すなわち、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じず、かつ好ましくは、引張特性—方法A試験に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する硬化ポリマー材料を提供するように選択されることを意味する。ある特定の実施形態では、エポキシ樹脂成分及びチオール成分は、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じず、かつ引張特性—方法A試験に従って、

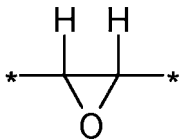
少なくとも100%の引張伸びを有する硬化ポリマー材料を提供するように選択される。そのような成分の組み合わせを使用することにより、好ましくは、シリコンの伸びに近い可撓性を有する硬化ポリマー材料を提供することができる。

【0094】

エポキシ樹脂成分

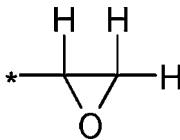
硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物に含まれるエポキシ樹脂成分は、1分子当たり少なくとも2つのエポキシ官能基（すなわち、オキシラン基）を有するエポキシ樹脂を含有する。本明細書で使用するとき、用語「オキシラン基」は、以下の二価の基を指す。

【化2】



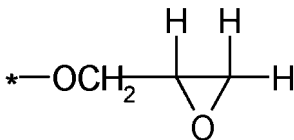
アスタリスクは、オキシラン基と他の基との結合部位を示す。オキシラン基がエポキシ樹脂の末端位置にある場合、オキシラン基は典型的には、水素原子に結合している。

【化3】



この末端オキシラン基は、多くの場合、グリシジル基の一部である。

【化4】



エポキシ樹脂は、1分子当たり少なくとも2個のオキシラン基を有する樹脂を含む。例えば、エポキシ化合物は、1分子当たり2～10個、2～6個、又は2～4個のオキシラン基を有することができる。オキシラン基は、通常、グリシジル基の一部である。

【0095】

エポキシ樹脂は、硬化前に所望の粘度特性をもたらし、硬化後に所望の機械的特性をもたらすように選択される、単一材料又は材料の混合物（例えば、モノマー、オリゴマー、又はポリマー化合物）を含むことができる。エポキシ樹脂が材料の混合物を含む場合、混合物中のエポキシ樹脂のうちの少なくとも1つは、通常は1分子当たり少なくとも2個のオキシラン基を有するように選択される。例えば、混合物中の第1エポキシ樹脂は2～4個、又はそれ以上のオキシラン基を有することができ、混合物中の第2エポキシ樹脂は1～4個のオキシラン基を有することができる。これらの例のうちのいくつかでは、第1エポキシ樹脂は2～4個のグリシジル基を有する第1グリシジルエーテルであり、第2エポキシ樹脂は1～4個のグリシジル基を有する第2グリシジルエーテルである。

【0096】

オキシラン基ではないエポキシ樹脂の一部（すなわち、エポキシ樹脂化合物からオキシラン基を差し引いたもの）は、芳香族、脂肪族又はこれらの組み合わせであることができ、直鎖、分枝状、環状、又はこれらの組み合わせであり得る。エポキシ樹脂の芳香族及び脂肪族部分は、ヘテロ原子、又はオキシラン基と反応しない他の基を含み得る。すなわち、エポキシ樹脂は、ハロ基、オキシ基（例えば、エーテル結合基中のもの）、チオ基（例えば、チオエーテル結合基中のもの）、カルボニル基、カルボニルオキシ基、カルボニルイミノ基、ホスホノ基、スルホノ基、ニトロ基、ニトリル基などを含むことができる。エポキシ樹脂はまた、ポリジオルガノシロキサンベースの材料などのシリコンベースの材料であり得る。

【0097】

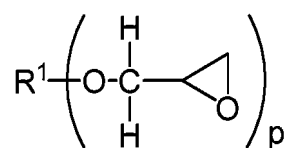
エポキシ樹脂は任意の好適な分子量を有することができるが、重量平均分子量は、通常、少なくとも100 g／モル、少なくとも150 g／モル、少なくとも175 g／モル、少なくとも200 g／モル、少なくとも250 g／モル、又は少なくとも300 g／モルである。重量平均分子量は、最大50,000 g／モルであり得、又は高分子エポキシ樹脂では更に高くなり得る。重量平均分子量は、多くの場合、最大40,000 g／モル、最大20,000 g／モル、最大10,000 g／モル、最大5,000 g／モル、最大3,000 g／モル、又は最大1,000 g／モルである。例えば、重量平均分子量は、100～50,000 g／モルの範囲、100～20,000 g／モルの範囲、100～10,000 g／モルの範囲、100～5,000 g／モルの範囲、200～5,000 g／モルの範囲、100～2,000 g／モルの範囲、200～2,000 g／モルの範囲、100～1,000 g／モルの範囲、又は200～1,000 g／モルの範囲であり得る。

10

【0098】

好適なエポキシ樹脂は、典型的には室温で液体であるが、液体エポキシ樹脂などの組成物の他の成分のうちの1つに溶解することができる固体エポキシ樹脂を、必要に応じて使用することができる。ほとんどの実施形態では、エポキシ樹脂はグリシジルエーテルである。例示的なグリシジルエーテルは、式 I I：

【化5】



20

(II)

(式中、R¹基は、芳香族、脂肪族、又はそれらの組み合わせである多価の基である)のものであり得る。式 I Iにおいて、R¹は、直鎖、分枝鎖、環状、又はそれらの組み合わせであることができ、任意に、ハロ基、オキシ基、チオ基、カルボニル基、カルボニルオキシ基、カルボニルイミノ基、ホスホノ基、スルホノ基、ニトロ基、ニトリル基などを含むことができる。式 I Iの変数 p は、任意の好適な2以上の整数であり得るが、pは、多くの場合、2～10の範囲、2～6の範囲、又は2～4の範囲の整数である。

30

【0099】

いくつかの実施形態では、エポキシ樹脂は、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールAD、カテコール、及びレゾルシノールのポリグリシジルエーテルなどの多価フェノールのポリグリシジルエーテルである。いくつかの実施形態では、エポキシ樹脂は、多価アルコールとエピクロロヒドリンとの反応生成物である。例示的な多価アルコールとしては、ブタンジオール、ポリエチレングリコール、及びグリセリンが挙げられる。いくつかの実施形態では、エポキシ樹脂は、エポキシド化(ポリ)オレフィン樹脂、エポキシド化フェノールノブラック樹脂、エポキシド化クレゾールノブラック樹脂、及び脂環式エポキシ樹脂である。いくつかの実施形態では、エポキシ樹脂は、ヒドロキシカルボン酸をエピクロロヒドリンと反応させることによって得ることができるグリシジルエーテルエステル、又はポリカルボン酸をエピクロロヒドリンと反応させることによって得ることができるポリグリシジルエステルである。いくつかの実施形態では、エポキシ樹脂は、ウレタン変性エポキシ樹脂である。所望の場合、2つ以上のエポキシ樹脂の様々な組み合わせを使用することができる。

40

【0100】

いくつかの例示的な式 I Iのエポキシ樹脂では、変数 p は2に等しく(すなわち、エポキシ樹脂はジグリシジルエーテルである)、R¹は、アルキレン(すなわち、アルキレンはアルカンの二価の基であり、アルカン-ジイルと呼ぶことができる)、ヘテロアルキレン(すなわち、ヘテロアルキレンはヘテロアルカンの二価の基であり、ヘテロアルカン-ジイルと呼ぶことができる)、アリーレン(すなわち、アリーレン化合物の二価の基)又は

50

これらの組み合わせを含む。好適なアルキレン基は、多くの場合、1～20個の炭素原子、1～12個の炭素原子、1～8個の炭素原子、又は1～4個の炭素原子を有する。好適なヘテロアルキレン基は、多くの場合、1～10個のヘテロ原子、1～6個のヘテロ原子、又は1～4個のヘテロ原子を有する、2～50個の炭素原子、2～40個の炭素原子、2～30個の炭素原子、2～20個の炭素原子、2～10個の炭素原子、又は2～6個の炭素原子を有し、ヘテロアルキレン中のヘテロ原子は、オキシ、チオ、又は—NH—基から選択することができるが、多くの場合、オキシ基である。好適なアリーレン基は、多くの場合、6～18個の炭素原子、又は6～12個の炭素原子を有する。例えば、アリーレンは、フェニレン、フルオレニレン、又はビフェニレンであり得る。R¹基は、任意に、ハロ基、オキシ基、チオ基、カルボニル基、カルボニルオキシ基、カルボニルイミノ基、ホスホノ基、スルホノ基、ニトロ基、ニトリル基などを更に含むことができる。変数pは、通常、2～4の範囲の整数である。

10

【0101】

式I Iのいくつかのエポキシ樹脂は、ジグリシジルエーテルであり、式中、R¹は、(a)アリーレン基、又は(b)アリーレン基と、アルキレン、ヘテロアルキレン、若しくはこれらの両方との組み合わせを含む。R¹基は、ハロ基、オキシ基、チオ基、カルボニル基、カルボニルオキシ基、カルボニルイミノ基、ホスホノ基、スルホノ基、ニトロ基、ニトリル基などの任意の基を更に含むことができる。これらのエポキシ樹脂は、例えば、少なくとも2個のヒドロキシル基を有する芳香族化合物を過剰のエピクロロヒドリンと反応させることにより、調製することができる。少なくとも2つのヒドロキシル基を有する有用な芳香族化合物の例としては、レゾルシノール、カテコール、ヒドロキノン、p, p'-ジヒドロキシジベンジル、p, p'-ジヒドロキシフェニルスルホン、p, p'-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシフェニルスルホン、p, p'-ジヒドロキシベンゾフェノン、及び9, 9-(4-ヒドロキシフェノール)フルオレンが挙げられるが、これらに限定されない。更に他の例としては、ジヒドロキシジフェニルメタン、ジヒドロキシジフェニルジメチルメタン、ジヒドロキシジフェニルエチルメチルメタン、ジヒドロキシジフェニルメチルプロピルメタン、ジヒドロキシジフェニルエチルフェニルメタン、ジヒドロキシジフェニルプロピレンフェニルメタン、ジヒドロキシジフェニルブチルフェニルメタン、ジヒドロキシジフェニルトリルエタン、ジヒドロキシジフェニルトリルメチルメタン、ジヒドロキシジフェニルジシクロヘキシルメタン、及びジヒドロキシジフェニルシクロヘキサンの2, 2'、2, 3'、2, 4'、3, 3'、3, 4'及び4, 4'異性体が挙げられる。

20

30

【0102】

式I Iのいくつかの市販のジグリシジルエーテルエポキシ樹脂は、ビスフェノールA (すなわち、ビスフェノールAは、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルメタンである) から誘導される。例としては、Momentive Specialty Chemicals, Inc. (Columbus, OH) から商標名EPON (例えば、EPON 1510、EPON 1310、EPON 828、EPON 872、EPON 1001、EPON 1004、及びEPON 2004) で入手可能なもの、Olin Epoxy Co. (St. Louis, MO) から商標名DER (例えば、DER 331、DER 332、DER 336、及びDER 439) で入手可能なもの、並びにDainippon Ink and Chemicals, Inc. (Parsippany, NJ) から商標名EPICLON (例えば、EPICLON 850) で入手可能なものが挙げられるが、これらに限定されない。その他の市販のジグリシジルエーテルエポキシ樹脂は、ビスフェノールFから誘導される (すなわち、ビスフェノールFは、2, 2'-ジヒドロキシジフェニルメタンである)。例としては、Olin Epoxy Co. (St. Louis, MO) から商標名DER (例えば、DER 334) で入手可能なもの、Dainippon Ink and Chemicals, Inc. (Parsippany, NJ) から商標名EPICLON (例えば、EPICLON 830) で入手可能なもの、及びHuntsman Corporation (The Wood

40

50

lands, TX) から商標名 ARALDITE (例えば、ARALDITE 281) で入手可能なものが挙げられるが、これらに限定されない。

【0103】

式 I I の他のエポキシ樹脂は、ポリ (アルキレンオキシド) ジオールのジグリシジルエーテルである。これらのエポキシ樹脂は、ポリ (アルキレングリコール) ジオールのジグリシジルエーテルと呼ぶこともできる。変数 p は 2 に等しく、 R^1 は、酸素ヘテロ原子を有するヘテロアルキレンである。ポリ (アルキレングリコール) 部分は、コポリマー又はホモポリマーであってよく、多くの場合、1~4 個の炭素原子を有するアルキレン単位を含む。例としては、ポリ (エチレンオキシド) ジオールのジグリシジルエーテル、ポリ (プロピレンオキシド) ジオールのジグリシジルエーテル、及びポリ (テトラメチレンオキシド) ジオールのジグリシジルエーテルが挙げられるが、これらに限定されない。この種のエポキシ樹脂は、400 グラム/モル、約 600 グラム/モル、又は約 1000 グラム/モルの重量平均分子量を有するポリ (エチレンオキシド) ジオールから、又はポリ (プロピレンオキシド) ジオールから誘導されるものなど、Polysciences, Inc. (Warrington, PA) から市販されている。

10

【0104】

式 I I のなお他のエポキシ樹脂は、アルカンジオールのジグリシジルエーテル (R^1 はアルキレンであり、変数 p は 2 に等しい) である。例としては、1, 4-ジメタノールシクロヘキシルのジグリシジルエーテル、1, 4-ブタンジオールのジグリシジルエーテル、及び、水素化ビスフェノール A から、例えば、商標名 EPONEX (例えば、EPONEX 1510) で Hexion Specialty Chemicals, Inc. (Columbus, OH) より市販されている水素添加ビスフェノール A、並びに商標名 EPALLOY (例えば、EPALLOY 5001) で CVC Thermoset Specialties (Moorestown, NJ) より市販されている水素化ビスフェノール A から形成された脂環式ジオールのジグリシジルエーテルが挙げられる。

20

【0105】

一部の用途では、硬化性コーティング組成物中で用いるのに選択されるエポキシ樹脂は、フェノールノボラック樹脂のグリシジルエーテルであるノボラックエポキシ樹脂である。これらの樹脂は、例えば、フェノールを過剰のホルムアルデヒドと酸性触媒の存在下で反応させ、フェノールノボラック樹脂を製造することによって調製できる。その後、フェノールノボラック樹脂をエピクロロヒドリン (epichlorohydrin) と水酸化ナトリウムの存在下で反応させることにより、ノボラックエポキシ樹脂が調製される。得られるノボラックエポキシ樹脂は、典型的には 2 個超のオキシラン基を有し、架橋密度が高い硬化済みコーティング組成物の製造に用いることができる。耐腐食性、耐水性、耐化学薬品性、又はこれらの組み合わせが望まれる用途において、ノボラックエポキシ樹脂の使用が特に望ましい場合がある。そのようなノボラックエポキシ樹脂の 1 つは、ポリ [(フェニルグリシジルエーテル)-コーホルムアルデヒド] である。その他の適したノボラック樹脂は、商標名 ARALDITE (例えば、ARALDITE GY289、ARALDITE EPN 1183、ARALDITE EP 1179、ARALDITE EPN 1139、及び ARALDITE EPN 1138) で Huntsman Corporation (The Woodlands, TX) から、商標名 EPALLOY (例えば、EPALLOY 8230) で CVC Thermoset Specialties (Moorestown, NJ) から、並びに商標名 DEN (例えば、DEN 424 及び DEN 431) で Olin Epoxy Co. (St. Louis, MO) から市販されている。

30

40

【0106】

更に他のエポキシ樹脂としては、少なくとも 2 個のグリシジル基を有するシリコーン樹脂及び少なくとも 2 個のグリシジル基を有する難燃性エポキシ樹脂 (例えば、Dow Chemical Co. (Midland, MI) から商標名 DER 580 で市販されているものなどの少なくとも 2 個のグリシジル基を有する臭素化ビスフェノール型エポキ

50

シ樹脂)が挙げられる。

【0107】

ある特定の実施形態では、好ましいエポキシ樹脂成分は可撓性である。これは、エポキシ樹脂成分が、チオール成分(可撓性であるか否かにかかわらず)と組み合わせられて硬化すると、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じないかつ/又は引張特性—方法A試験に従って少なくとも100%の引張伸びを有する硬化ポリマー材料を提供することを意味する。このような可撓性は、可撓性エポキシ化合物及び/又は反応性単官能性希釈剤によって提供することができる。可撓性エポキシ化合物としては、直鎖又は環状脂肪族主鎖構造に基づくものが挙げられる。また、エポキシ化合物の可撓性は、反応部位間の側鎖長及び/又は分子量を増加させることによって増大させることができる。

10

【0108】

直鎖又は環状脂肪族構造に基づくエポキシ化合物は、可撓性を提供し、商標名HELOXY 71、EPON 872、及びEPONEX 1510で全てMomentive Specialty Chemicals, Inc. (Columbus, OH)より入手可能なものが挙げられる。これらのものとしては、ポリエーテルのジグリシジルエーテルが挙げられ、その例としては、Olin Epoxy Co. (St. Louis, MO)より商標名DER 732及びDER 736で入手可能なもの、Momentive Specialty Chemicals, Inc. よりHELOXY 84で入手可能なもの、及びEMS-Griltech (Domat/Ems, Switzerland)よりGRILONIT F 713で入手可能なもの、が挙げられる。カシューナット油又は他の天然油に基づくエポキシも可撓性を提供し、その例としては、Cardolite (Monmouth Junction, New Jersey)から商品名NC513及びNC514で入手可能なもの、及びMomentive Specialty Chemicals, Inc. からのHELOXY 505が挙げられる。ペンダント脂肪族基を有するビスフェノールAのジグリシジルエーテルに基づくエポキシも可撓性を提供することができ、その例は、Huntsman (The Woodlands, TX)からARALDITE PY 4122の商標名で入手可能なビスフェノールAのアルキル官能化ジグリシジルエーテルである。可撓性エポキシの他の例としては、エトキシ化又はプロポキシ化ビスフェノールAジグリシジルのエポキシ誘導体が挙げられ、その例は、商標名RIKARESIN BPO-20 E及びRIKARESIN BEO-60 EでNew Japan Chemical Co. Ltd. (Osaka, Japan)より入手可能であり、またEP 4000S及びEP 4000LでAdeka Corp. (Tokyo, Japan)より入手可能である。所望であれば、そのような可撓性エポキシの様々な組み合わせをエポキシ樹脂成分で使用するすることができる。

20

30

【0109】

エポキシ樹脂成分は、多くの場合、材料の混合物である。例えば、エポキシ樹脂は、硬化前に、所望の粘度又は流量特性をもたらし混合物であるように選択され得る。例えば、エポキシ樹脂内では、単官能性又は特定の多官能性エポキシ樹脂を含む反応性希釈剤があり得る。反応性希釈剤は、少なくとも2つのエポキシ基を有するエポキシ樹脂の粘度よりも低い粘度を有するべきである。通常、反応性希釈剤は、250 mPa・s未満の粘度を有するべきである。反応性希釈剤は、エポキシ/チオール樹脂組成物の粘度を低下させる傾向を有し、多くの場合、飽和している分枝状主鎖か又は飽和若しくは不飽和である環状主鎖のいずれかを有する。好ましい反応性希釈剤は、様々なモノグリシジルエーテルなどの官能基(すなわち、オキシラン基)を1個だけ有する。

40

【0110】

いくつかの例示的な単官能性エポキシ樹脂としては、6~28個の炭素原子を有するアルキル基を有するもの、例えば(C6~C28)アルキルグリシジルエーテル、(C6~C28)脂肪酸グリシジルエステル、(C6~C28)アルキルフェノールグリシジルエーテル、及びこれらの組み合わせが挙げられるが、これらに限定されない。単官能性エポキシ樹脂が反応性希釈剤である場合、このような単官能性エポキシ樹脂は、エポキシ樹脂

50

成分の合計に基づいて最大50部の量で使用されるべきである。そのような希釈剤の例は、Hexion Inc. (Columbus, OH) よりCARDURA E10P GLYCIDYL ESTERの商標名で入手可能な、高度に分枝したC10異性体の合成飽和モノカルボン酸であるパーサチック酸10のグリシジルエステルである。エポキシ樹脂成分においてそのような単官能性希釈剤を使用して、本開示の硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物から製造された硬化材料の可撓性を高めることができる。

【0111】

いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物は、典型的には、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の総重量に基づいて、少なくとも20重量パーセント（重量%）、少なくとも25重量%、少なくとも30重量%、少なくとも35重量%、少なくとも40重量%、又は少なくとも45重量%のエポキシ樹脂成分を含む。より低いレベルで用いられる場合、硬化組成物は、所望のコーティング特性をもたらすのに十分な高分子材料（例えば、エポキシ樹脂）を含有することができない。いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物は、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の総重量に基づいて、最大80重量%、最大75重量%、又は最大70重量%のエポキシ樹脂成分を含む。

10

【0112】

チオール成分

チオールは、炭素結合スルフヒドリル又はメルカプト（-C-SH）基を含有する有機硫黄化合物である。好適なチオール（すなわち、ポリチオール）は、1分子当たり2つ以上のチオール基を有し、かつエポキシ樹脂の硬化剤として機能する多種多様な化合物から選択される。

20

【0113】

好適なポリチオールの例としては、トリメチロールプロパントリス（β-メルカプトプロピオネート）、トリメチロールプロパントリス（チオグリコレート）、ペンタエリスリトールテトラキス（チオグリコレート）、ペンタエリスリトールテトラキス（β-メルカプトプロピオネート）、ジペンタエリスリトールポリ（β-メルカプトプロピオネート）、エチレングリコールビス（β-メルカプトプロピオネート）、（C1~C12）アルキルポリチオール（例えば、ブタン-1, 4-ジチオール及びヘキサン-1, 6-ジチオール）、（C6~C12）芳香族ポリチオール（例えば、p-キシレンジチオール）、及び1, 3, 5-トリス（メルカプトメチル）ベンゼン）が挙げられる。所望であれば、ポリチオールの組み合わせを使用することができる。

30

【0114】

ある特定の実施形態では、好ましいチオール成分は、可撓性のものである。これは、チオール成分が、エポキシ樹脂成分（可撓性であるか否かにかかわらず）と組み合わせられて硬化すると、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じないかつ／又は引張特性一方A試験に従って、少なくとも100%の引張伸びを有する硬化ポリマー材料を提供することを意味する。このような可撓性は、可撓性エポキシ化合物及び／又は反応性単官能性希釈剤によって提供することができる。直鎖又は環状脂肪族構造に基づくチオール化合物は、可撓性を提供する。また、チオールの可撓性は、反応部位間の側鎖長及び／又は分子量を増加させることによって増大させることができる。可撓性チオールの例としては、Bruno Bock (Marschacht, Germany) より全て入手可能なThiocure ETTMP 700、Thiocure ETTMP 1300、及びThiocure PCL4MPが挙げられる。所望であれば、そのような可撓性チオールの様々な組み合わせをチオール成分で使用するすることができる。

40

【0115】

いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物は、典型的には、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の総重量に基づいて、少なくとも25重量%、少なくとも30重量%、又は少なくとも35重量%のチオール成分を含む。いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物は、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の総

50

重量に基づいて、最大70重量%、最大65重量%、最大60重量%、最大55重量%、最大50重量%、最大45重量%、又は最大40重量%のチオール成分を含む。所望の場合、2つ以上のポリチオールの様々な組み合わせを用いることができる。

【0116】

いくつかの実施形態では、本開示の硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物中のエポキシ樹脂成分対チオール成分の比は、0.5：1～1.5：1、又は0.75：1～1.3：1（エポキシ当量：チオール当量）である。

【0117】

本開示における使用に好適なエポキシ樹脂及びチオールを含有する系は、米国特許第5,430,112号（Sakataら）に開示されている。

10

【0118】

シラン官能化接着促進剤

シラン官能化接着促進剤は、シリコーン含有材料に対する結合、例えばバルク接着剤とシリコーン含有表面との間に結合を提供する。理論に束縛されるものではないが、シリコーンポリマーの表面は、官能化シラン接着促進剤のシリコーン原子と共有結合することができる未反応のシラノール官能基を含有し、硬化ポリマー材料（例えば、エポキシ接着剤）のシリコーン表面へのより強い接着をもたらすと推論されている。

【0119】

好適なシラン官能化接着促進剤は、以下の一般式（III）：



20

〔式中、Xは、エポキシ基又はチオール基であり、Yは、脂肪族基（典型的には、(C₂～C₆)脂肪族基）であり、m及びnは独立して、1～3（典型的には、m及びnのそれぞれは、1である）であり、各R²は独立して、アルコキシ基（典型的には、-OMe又は-OEt基）である〕を有する。所望の場合、シラン官能化接着促進剤の様々な組み合わせを用いることができる。

【0120】

式IIIの接着促進剤の例としては、例えば、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン5,6-エポキシヘキシルトリエトキシシラン、2-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン、メルカプトプロピルトリエトキシシラン、s-(オクタノイル)メルカプトプロピルトリエトキシシラン、ヒドロキシ（ポリエチレンオキシ）プロピルトリエトキシシラン、及びそれらの組み合わせが挙げられる。

30

【0121】

いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、エポキシ樹脂とチオール成分との合計重量の100部に基づいて、少なくとも0.1部、又は少なくとも0.5部のシラン官能化接着促進剤を含む。いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、エポキシ樹脂及びチオール成分の組み合わせ重量の100部に基づいて、最大5部、又は最大2部を含む。所望の場合、2つ以上のシラン官能化接着促進剤の様々な組み合わせを用いることができる。

【0122】

窒素含有触媒

40

本開示のエポキシ／チオール樹脂組成物は、少なくとも1つの窒素含有触媒を含む。このような触媒は、典型的には、熱活性化クラスのものである。ある特定の実施形態では、窒素含有触媒は、50℃以上の温度で活性化して、エポキシ樹脂の熱硬化をもたらすことができる。

【0123】

好適な窒素含有触媒は、典型的には、室温で固体であり、本開示のエポキシ／チオール樹脂組成物の他の成分に可溶性ではない。ある特定の実施形態では、窒素含有触媒は、少なくとも100マイクロメートル（すなわち、ミクロン）の粒径（すなわち、球体の直径などの粒子の最大寸法）を有する粒子形態である。

【0124】

50

本明細書で使用される場合、用語「窒素含有触媒」は、エポキシ樹脂の硬化を触媒する任意の窒素含有化合物を指す。この用語は、特定の硬化の機構又は反応を暗示又は示唆するものではない。窒素含有触媒は、エポキシ樹脂のオキシラン環と直接反応することができるか、ポリチオール化合物とエポキシ樹脂との反応を触媒若しくは促進することができるか、又はエポキシ樹脂の自己重合を触媒若しくは促進することができる。

【0125】

ある特定の実施形態では、窒素含有触媒は、アミン含有触媒である。いくつかのアミン含有触媒は、式 $\text{—NR}^3\text{H}$ （式中、 R^3 は、水素、アルキル、アリール、アルカリル、又はアラルキルから選択される）の基を少なくとも2つ有する。好適なアルキル基は、多くの場合、1～12個の炭素原子、1～8個の炭素原子、1～6個の炭素原子、又は1～4個の炭素原子を有する。アルキル基は、環状、分枝状、直鎖、又はこれらの組み合わせであり得る。好適なアリール基は、通常、フェニル基又はビフェニル基のように6～12個の炭素原子を有する。好適なアルキルアリール基としては、上述したものと同一アリール基及びアルキル基を挙げることができる。

10

【0126】

窒素含有触媒から少なくとも2個のアミノ基を差し引いたもの（すなわち、触媒のうちのアミノ基ではない部分）は、任意の好適な芳香族基、脂肪族基、又はこれらの組み合わせであり得る。

【0127】

本明細書での使用のための例示的な窒素含有触媒としては、英国特許第1,121,196号（Ciba Geigy AG）に記載されているように、無水フタル酸と脂肪族ポリアミンとの反応生成物、より具体的には、ほぼ等モル比のフタル酸とジエチルアミノトリアミンとの反応生成物が挙げられる。この種の触媒は、Ciba Geigy AGから商標名CIBA HT9506として市販されている。

20

【0128】

更に別の種類の窒素含有触媒は、（i）多官能エポキシ化合物、（ii）2-エチル-4-メチルイミダゾールなどのイミダゾール化合物、及び（iii）無水フタル酸の反応生成物である。多官能エポキシ化合物は、米国特許第4,546,155号（Hiroseら）に記載されている、分子中に2つ以上のエポキシ基を有する化合物であり得る。この種の触媒は、Ajinomoto Co. Inc.（Tokyo, Japan）からAJICURE PN-23の商品名で市販されており、これは、EPON 828（Hexion Specialty Chemicals, Inc.（Columbus, OH）から市販されている、ビスフェノール型エポキシ樹脂エポキシ当量184～194）、2-エチル-4-メチルイミダゾール、及び無水フタル酸の付加物であると考えられる。

30

【0129】

他の好適な窒素含有触媒としては、その分子中に1つ以上のイソシアネート基を有する化合物と、その分子中に少なくとも1つの一級又は二級アミノ基を有する化合物との反応生成物が挙げられる。追加の窒素含有触媒としては、2-ヘプタデシルイミダゾール、2-フェニル-4,5-ジヒドロキシメチルイミダゾール、2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾール、2-フェニル-4-ベンジル-5-ヒドロキシメチルイミダゾール、2,4-ジアミノ-8-2-メチルイミダゾリル-（1）-エチル-5-トリアジン、又はそれらの組み合わせ、並びにトリアジンと、イソシアヌル酸、スクシノヒドラジド、アジポヒドラジド、イソフトロヒドラジド、O-オキシベンゾヒドラジド、サリチロヒドラジド、又はこれらの組み合わせとの生成物が挙げられる。

40

【0130】

窒素含有触媒は、Ajinomoto Co. Inc.（Tokyo, Japan）などの供給元より商標名AMICURE MY-24、AMICURE GG-216、及びAMICURE ATU CARBAMATEで、Hexion Specialty Chemicals, Inc.（Columbus, OH）より商標名EPIKURE

50

P-101で、T&K Toka (Chikumazawa, Miyoshi-Machi, Iruma-Gun, Saitama, Japan) より商標名FXR-1020、FXR-1081、及びFXR-1121で、Shikoku (Marugame, Kagawa Prefecture, Japan) より商標名CUREDUCT P-2070及びP-2080で、Air Products and Chemicals, Inc. (Allentown, PA) よりANCAMINE 2441及び2442の商標名で、A&C Catalysts, Inc. (Linden, NJ) より商標名TECHNIGURE LC80及びLC100で、並びにAsahi Kasei Kogyo, K. K. (Japan) より商標名NOVACURE HX-372で、市販されている。

10

【0131】

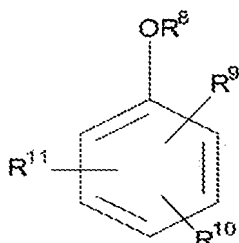
他の好適な窒素含有触媒は、米国特許第5,077,376号(Doolleyら)、及び米国特許第5,430,112号(Sakataら)に記載されているものであり、「アミン付加物潜在促進剤」と称される。他の例示的な窒素含有触媒は、例えば、英国特許第1,121,196号(Ciba Geigy AG)、欧州特許出願第138465(A)号(Ajinomoto Co.)、及び欧州特許出願第193068(A)号(Asahi Chemical)に記載されている。

【0132】

二成分型エポキシ／チオール樹脂組成物の実施形態では、アミンなどの様々な窒素含有化合物を触媒として使用することができる。いくつかの実施形態では、アミン触媒は、イミダゾール、イミダゾール塩、イミダゾリン、又はこれらの組み合わせとすることができる。芳香族三級アミンは、式IV:

20

【化6】



30

[式中、 R^8 は、水素又はアルキル基であり、 R^9 、 R^{10} 、及び R^{11} は独立して、水素又は $\text{CHNR}^{12}\text{R}^{13}$ であり、 R^9 、 R^{10} 、及び R^{11} のうちの少なくとも1つは、 $\text{CHNR}^{12}\text{R}^{13}$ であり、 R^{12} 及び R^{13} は独立して、アルキル基である]の構造を有するものを含む、触媒としても使用することができる。式(III)のいくつかの実施形態では、 R^8 、 R^{12} 、及び/又は R^{13} のアルキル基は、メチル基又はエチル基である。1つの例示的な硬化剤は、Evonik Industries (Essen, Germany) より商標名ANCAMINE K54で市販されているトリス-2,4,6-(ジメチルアミノメチル)フェノールである。より反応性の例示的な第2の硬化剤は、Millipore Sigma (St. Louis, MO) より市販されている1,8-ジアザビスクロ(5.4.0)ウンダー7-エン(DBU)である。

40

【0133】

いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、典型的には、エポキシ樹脂成分100部(重量基準)当たり、少なくとも1部、少なくとも2部、少なくとも3部、少なくとも4部、又は少なくとも5部の窒素含有触媒を含む。いくつかの実施形態では、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物は、典型的には、エポキシ樹脂成分100部(重量基準)当たり、最大45部、最大40部、最大35部、最大30部、最大25部、又は最大20部の窒素含有触媒を含む。所望の場合、2つ以上の窒素含有触媒の様々な組み合わせを使用することができる。

【0134】

任意の硬化抑制剤

50

一成分型エポキシ／チオール樹脂組成物の実施形態では、室温で妥当な貯蔵寿命／作業性を得るために、阻害剤が必要であることが多い。抑制剤は、典型的には、窒素含有触媒が室温で相当の速度で進行しないように、窒素含有触媒の活性を遅延させる。硬化抑制剤は、二成分型エポキシ／チオール樹脂組成物に使用することができるが、必須ではない。

【0135】

そのような硬化抑制剤は、ルイス酸若しくは弱いブレンステッド酸（すなわち、pH 3以上のブレンステッド酸）、又はそれらの組み合わせであることができる。このような硬化抑制剤は、エポキシ／チオール樹脂組成物内で可溶性である。

【0136】

この文脈において、「エポキシ／チオール樹脂組成物に可溶性の」硬化抑制剤（すなわち、「可溶性」硬化抑制剤）は、エポキシ／チオール樹脂組成物中に5重量%の量で組み込まれると、実施例の項の安定化剤溶解度試験によって評価されるように、少なくとも80%の透明度及び／又は少なくとも80%透過率を有するエポキシ／チオール樹脂組成物を生成する化合物を指す。ある特定の実施形態では、5重量%の「可溶性」硬化抑制剤を含む硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物の透明度は、少なくとも85%、少なくとも90%、又は少なくとも95%である。ある特定の実施形態では、5重量%の「可溶性」硬化抑制剤を含む硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物の透過率は、少なくとも85%、又は少なくとも90%である。

【0137】

そのような可溶性硬化抑制剤は、窒素含有触媒の安定剤として機能する。望ましくは、窒素含有触媒は、室温で少なくとも2週間、少なくとも4週間、又は少なくとも2ヶ月の期間、エポキシ樹脂の硬化に対して安定である。

【0138】

ルイス酸の例としては、ホウ酸エステル、例えば、Shikoku (Kagawa, Japan) より商標名CUREZOL L-07 Nで入手可能なホウ酸エステル、並びにMilliporeSigma (St. Louis, MO) より入手可能な CaNO_3 及び MnNO_3 が挙げられる。所望の場合、ルイス酸の様々な組み合わせを用いることができる。

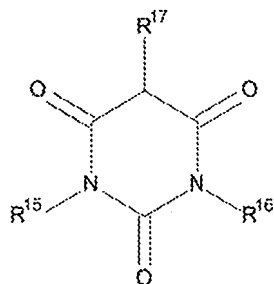
【0139】

弱いブレンステッド酸の例としては、バルビツール酸誘導体、MilliporeSigma (St. Louis, MO) からの1, 3-シクロヘキサジオン及び2, 2-ジメチル-1, 3-ジオキサセン-4, 6-ジオンが挙げられる。所望の場合、弱いブレンステッド酸の様々な組み合わせを用いることができる。

【0140】

本明細書において、バルビツール酸「誘導体」としては、1、3、及び／若しくは5Nの位置のうちの1つ以上で置換されたバルビツール酸化合物、又は1及び／若しくは3Nの位置、及び任意に5Nの位置で、脂肪族、脂環式、又は芳香族基で置換されたバルビツール酸化合物が挙げられる。ある特定の実施形態では、バルビツール酸誘導体は、式V：

【化7】



〔式中、 R^{15} 、 R^{16} 、及び R^{17} 基のうちの1つ以上は、水素、脂肪族基、脂環式基、又は芳香族基（例えば、フェニル）によって表され、それらは、(C1～C4)アルキル、-OH、ハロゲン化物（F、Br、Cl、I）、フェニル、(C1～C4)アルキル

10

20

30

40

50

フェニル、(C 1 ~ C 4) アルケニルフェニル、ニトロ、又は $-OR^{18}$ (式中、 R^{18} は、フェニル、カルボン酸基、カルボニル基、又は芳香族基であり、 R^{18} は、(C 1 ~ C 4) アルキル、 $-OH$ 、又はハロゲン化物で任意的に置換されている) のうちの 1 つ以上で、任意の位置において任意に更に置換されており、更に R^{15} 、 R^{16} 、及び R^{17} 基のうちの少なくとも 1 つは、水素ではない]

のものを含む。ある特定の実施形態では、 R^{15} 、 R^{16} 、及び R^{17} 基のうちの少なくとも 2 つは、水素ではない。

【0141】

好適なバルビツール酸誘導体の例としては、1-ベンジル-5-フェニルバルビツール酸、1-シクロヘキシル-5-エチルバルビツール酸 (Chemische Fabrik Berg, Bitterfeld-Wolfen, Germany より入手可能)、1,3-ジメチルバルビツール酸 (Alfa Aesar, Tewksbury, MA より入手可能)、及びそれらの組み合わせが挙げられる。

【0142】

米国特許第 6,653,371 号 (Burns ら) は、組成物を安定化させるために、エポキシ/チオール樹脂組成物に実質的に不溶性の固体有機酸が必要であることを教示している。驚くべきことに、可溶性有機酸、特に、それをより可溶性にするために官能化されているバルビツール酸誘導体の使用は、実質的に不溶性の有機酸の使用よりも、良好なエポキシ/チオール樹脂組成物の安定化をもたらすことが見出された。また、米国特許第 6,653,371 号 (Burns ら) は、安定剤の有効性が、系に添加される安定化成分の粒径によって直接影響されることを教示している。安定剤として可溶性バルビツール酸誘導体を使用する利点は、少なくとも安定剤が硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物全体に完全に溶解しているため、最初の粒径が安定剤の性能を変化させないことである。

【0143】

可溶性硬化抑制剤は、粘度を増大させない (例えば、粘度が倍増しない) ように、エポキシ/チオール樹脂組成物が室温で少なくとも 72 時間硬化性を維持することを可能にする量でエポキシ/チオール樹脂組成物において使用される。典型的には、これは、硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の総重量に基づいて、少なくとも 0.01 重量%の量である。

【0144】

エポキシ/チオール樹脂組成物に使用される可溶性硬化抑制剤の量が多くなるほど、一般に硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物の貯蔵寿命が長くなる。エポキシ/チオール樹脂組成物に使用される硬化抑制剤の量が多くなるほど、一般に硬化性エポキシ/チオール樹脂組成物を硬化させるために必要な時間が長くなり、かつ/又は硬化性エポキシ/チオール組成物を硬化させるために必要な温度が高くなる。したがって、硬化性組成物の使用に応じて、貯蔵寿命と硬化時間/温度との間のバランスが存在する。典型的には、妥当な貯蔵寿命、硬化時間、及び硬化温度のためには、使用される可溶性硬化抑制剤の量は、最大 1 重量%、又は最大 0.5 重量%である。

【0145】

硬化性組成物中の任意の添加剤

エポキシ樹脂成分、チオール成分、シラン官能化接着促進剤、窒素含有触媒、及び任意の硬化抑制剤に加えて、硬化性組成物は、他の様々な任意の添加剤を含むことができる。このような任意の添加剤の 1 つは、強硬化剤である。強硬化剤は、所望の重なりせん断、剥離抵抗、及び衝撃強度をもたらすために添加できる。有用な強硬化剤は、エポキシ樹脂と反応し得る、及び架橋し得る高分子材料である。好適な強硬化剤としては、ゴム相とガラス相との両方を有するポリマー化合物、又はエポキシド樹脂と共に、硬化時にゴム相とガラス相との両方を形成することができる化合物が挙げられる。強硬化剤として有用なポリマーは、硬化されたエポキシ組成物の割れを抑制するよう選択されることが好ましい。

【0146】

ゴム相と熱可塑性相との両方を有するいくつかのポリマー強硬化剤は、コアが 0 °C 未満

10

20

30

40

50

のガラス転移温度を有するアクリル系コポリマーであるアクリルコアシェルポリマーである。このようなコアポリマーは、25℃を上回るガラス転移温度を有するアクリル系ポリマー（例えばポリメチルメタクリレート）で構成されるシェル内に、ポリブチルアクリレート、ポリイソオクチルアクリレート、ポリブタジエン-ポリスチレンを含んでもよい。市販のコアシェルポリマーとしては、商標名ACRYLOID KM 323、ACRYLOID KM 330、及びPARALOID BTA 731でDow Chemical Co. (Midland, MI)より、及びKANE ACE B-564でKaneka Corporation (Osaka, Japan)より、乾燥粉末として入手できるものが挙げられる。これらのコアシェルポリマーは、例えば、37重量部のコアシェルポリマーに対して12重量部の比でビスフェノールAのジグリシジルエーテルと

10

予め分散させたブレンドとしても入手可能であり、商標名KANE ACE (KANE ACE MX 157、KANE ACE MX 257、及びKANE ACE MX 125)でKaneka Corporation (Japan)より市販されている。

【0147】

エポキシド基含有材料を用いて、硬化時にゴム相を形成することができる別の部類のポリマー強硬化剤は、カルボキシル末端ブタジエンアクリロニトリル化合物である。市販のカルボキシル末端ブタジエンアクリロニトリル化合物としては、HYCAR（例えば、HYCAR 1300X8、HYCAR 1300X13、及びHYCAR 1300X17）の商標名でLubrizol Advanced Materials, Inc. (Cleveland, OH)より、及び商標名PARALOID（例えば、PARALOID EXL-2650）でDow Chemical (Midland, MI)より入手可能な化合物が挙げられる。

20

【0148】

その他の好ましいポリマー強硬化剤は、ゴム相と熱可塑性相との両方を有するグラフトポリマー、例えば米国特許第3,496,250号(Czerwinski)に開示されているものなどである。これらのグラフトポリマーは、それに熱可塑性ポリマーセグメントをグラフトさせたゴム状の骨格を有する。そのようなグラフトポリマーの例としては、例えば、(メタ)アクリレート-ブタジエン-スチレン、及びアクリロニトリル/ブタジエン-スチレンポリマーが挙げられる。ゴム状の骨格は、重合した熱可塑性部分がグラフトポリマーの5重量%~60重量%を構成するように、全グラフトポリマーの95重量%~40重量%を構成するように調製されることが好ましい。

30

【0149】

更に他のポリマー強硬化剤は、BASF (Florham Park, NJ)より商品名ULTRASON（例えば、ULTRASON E 2020 P SR MICRO）で市販されているものなどのポリエーテルスルホンである。

【0150】

硬化性組成物は、レオロジー特性を改変するための非反応性可塑剤を追加的に含有し得る。市販の可塑剤としては、商標名BENZOFLEX 131でEastman Chemical (Kingsport, TN)から入手できるもの、ExxonMobil Chemical (Houston, TX)から入手できるJAYFLEX DINA、及びBASF (Florham Park, NJ)製のPLASTOMOLL（例えば、アジピン酸ジイソノニル）が挙げられる。

40

【0151】

硬化性組成物は、任意に、所望のレオロジー特性を組成物にもたらすためのフロー制御剤又は増粘剤を含有する。好適なフロー制御剤としては、ヒュームドシリカ、例えば、Cabot Corp. (Alpharetta, GA)より商標名CAB-O-SIL TS 720で入手可能な処理済みヒュームドシリカ、及び商標名CAB-O-SIL M5で入手可能な未処理ヒュームドシリカが挙げられる。

【0152】

50

いくつかの実施形態において、硬化性組成物は、最適には、基材への接着を増強するためにシラン接着促進剤の他にも接着促進剤を含有する。接着促進剤の具体的な種類は、それが付着する表面の組成によって変動する可能性がある。加工中の金属ストックの引き抜きを促進するために使用されるイオン型潤滑剤でコーティングされた表面に特に有用であることが見出されている接着促進剤としては、例えば、カテコール及びチオジフェノールなどの二価フェノール化合物が挙げられる。

【0153】

硬化性組成物は、1種以上の従来の添加剤、例えば充填剤（例えば、アルミニウム粉末、カーボンブラック、グラスバブルズ、タルク、粘土、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、二酸化チタン、溶融石英などのシリカ、シリケート、ガラスビーズ、及びマイカ）、顔料、軟化剤、反応性希釈剤、非反応性希釈剤、難燃剤、帯電防止材、熱伝導性及び／又は導電性粒子、並びに発泡剤、例えば、アゾジカーボンアミドのような化学発泡剤又は炭化水素液を含有する発泡性高分子ミクロスフェア、例えば商標名EXPANCELでExpancel Inc. (Duluth, GA) から販売されているものなども任意で含有してもよい。粒子状充填剤は、フレーク、ロッド、球などの形態であり得る。添加剤は、得られる接着剤に望ましい効果を生じる量で一般に添加される。

10

【0154】

このような添加剤の量及び種類は、組成物の意図される最終用途に応じて、当業者によって選択され得る。

【0155】

20

感圧接着剤

感圧接着剤の1つ以上の層を、本開示のテープに使用することができる。

【0156】

例えば、本開示のテープは、エラストマーバックキング層と、バックキング層の第1の主面上に配置された可撓性中間層と、可撓性中間層上に配置された第1の感圧接着剤層と、バックキング層の第2の主面上に（第2の可撓性中間層又はプライマー層を介して直接的又は間接的に）配置されたトップ層と、を含むことができ、トップ層は、第2の感圧接着剤層を備える。

【0157】

別の例として、本開示のテープは、エラストマーバックキング層と、エラストマーバックキング層の第1の主面上に配置された第1の感圧接着剤層と、エラストマーバックキング層の第2の主面上に配置された第2の感圧接着剤層を含んでもよい。

30

【0158】

各層の感圧接着剤は、同一でも異なってもよい。また、各感圧接着剤層は、単一の感圧接着剤又は異なる感圧接着剤のブレンドを含んでもよい。

【0159】

本開示のテープの感圧接着剤層は、シリコーン感圧接着剤を含む。感圧シリコーン接着剤は、2つの主要な成分、すなわちポリマー又はゴム、及び粘着付与樹脂を含む。ポリマーは典型的には、ポリマー鎖の末端に残存シラノール官能性（SiOH）を含有する高分子量ポリジメチルシロキサン若しくはポリジメチルジフェニルシロキサン、又は、ポリジオルガノシロキサンソフトセグメントと尿素末端ハードセグメントとを含むブロックコポリマーである。粘着付与樹脂は、一般に、トリメチルシロキシ基で末端をキャップされた三次元ケイ酸塩構造体（OSiMe₃）であり、かつまた、幾分かの残存シラノール官能基を含有するものである。感圧シリコーン接着剤は、米国特許第2,736,721号（Dexter）に記載されている。シリコーン尿素ブロックコポリマー感圧接着剤は、米国特許第5,461,134号（Leira）、国際公開第96/034029号（Shermanら）及び国際公開第96/035458号（Melanconら）に記載されている。シリコーンポリオキサミド感圧接着剤組成物は、米国特許第7,371,464号（Shermanら）に記載されている。

40

【0160】

50

ある特定の実施形態では、好適な P S A は、高温剪断性能を有するシリコーン含有組成物である。感圧接着剤は、剥離接着強度試験方法 B に従って試験したとき、少なくとも 20 オンス／インチの剥離接着強度を有するように、及び／又は T 型剥離接着強度試験方法 B（「合格」は、10 秒当たり 1 インチ未満の剥離速度を有すると定義される）を有するように選択される。

【0161】

ある特定の実施形態では、感圧接着剤は、40 重量%～70 重量%のシリコーン固形分及び有機溶媒（例えば、キシレン）を含む組成物から調製される。ある特定の実施形態では、感圧接着剤は、追加の有機溶媒（例えば、キシレン）で希釈されて、コーティングをより容易にする。ある特定の実施形態では、感圧接着剤層は、これらの 2 つの異なる組成物から作製された P S A のブレンドを含む。

10

【0162】

シリコーン感圧接着剤は、典型的には、ポリジオルガノシロキサンを含む組成物から調製される。シリコーン感圧接着剤は、高温で過酸化物硬化剤又は金属塩などの触媒によって硬化又は架橋されてもよい。ある特定の実施形態では、このような過酸化物硬化剤は、水素を抽出し、及び／又は架橋し、高温を必要とし得る。例えば、過酸化ベンゾイルは、触媒が機能するために 150℃超の硬化温度を必要とする。

【0163】

ある特定の実施形態では、感圧接着剤は、白金触媒添加硬化性組成物から調製される。ある特定の実施形態では、シリコーン感圧接着剤は、架橋剤及び白金触媒を含む組成物から調製される。ある特定の実施形態では、感圧接着剤は、ポリジオルガノシロキサン、架橋剤、及び白金触媒を含む組成物から調製される。

20

【0164】

付加－硬化化学によって調製されるシリコーン接着剤は、典型的には、シリコーン接着剤の硬化をもたらすために、白金又は他の V I I I B 族（すなわち、8、9、及び 10 族）金属触媒、典型的にはヒドロシリル化触媒の使用を伴う。付加－硬化シリコーン接着剤の報告された利点としては、縮合化学を介して調製されたシリコーン接着剤と比較して低下した粘度、より高い固形分含量、時間に対する安定した粘度、及びより低温の硬化が含まれる。調製の方法は、米国特許第 5,082,706 号（T a n g n e y）に開示されている。

30

【0165】

米国特許第 5,082,706 号（T a n g n e y）は、2 つの構造単位を含有する粘着付与樹脂（多くの場合、MQ 樹脂と呼ばれる）を含むシリコーン感圧接着剤について記載しており、これらのうちの 1 つは、R－S i O（多くの場合、M と表記される）であり、他方は S i O₂（多くの場合、Q と表記される）である。シリコーン感圧接着剤の剥離接着力は、粘着付与樹脂の量を制御することによって制御することができる。例えば、粘着付与樹脂の量を増加させると剥離接着力が増加するが、典型的には、剥離接着力が最大になる点が存在する。したがって、この点を超えて粘着付与樹脂の量を増加させることにより、剥離接着力を減少させることができる。

【0166】

ある特定の実施形態では、感圧接着剤は、「S Y L－O F F 4000」の商品名で入手可能な白金含有触媒を含むポリジオルガノシロキサンから調製される。このようなポリマーの例は、米国特許第 6,703,120 号（K o ら）に概ね記載されている。ある特定の実施形態では、この P S A と、「D O W C O R N I N G 7657」の商品名で入手可能な別の P S A とのブレンドを使用してもよい。

40

【0167】

いくつかの他の実施形態では、シリコーン感圧接着剤は、硬化剤として過酸化物剤を使用して作製することができる。

【0168】

ある特定の実施形態では、感圧接着剤層は、特にトップ層感圧接着剤として使用される

50

場合、少なくとも 0.1 mil (2.5 マイクロメートル) の厚さを有する。ある特定の
実施形態では、感圧接着剤層は、少なくとも 1 mil (25 マイクロメートル) の厚さを
有する。ある特定の実施形態では、感圧接着剤層は、少なくとも 2 mil (50 マイクロ
 メートル)、又は少なくとも 3 mil (75 マイクロメートル) の厚さを有する。PSA
の厚さの上限は、典型的には、コストによって制御される。

【0169】

任意のトップ層プライマー

好適なプライマー層は、トップ層材料を下層材料（例えば、バッキング層又は可撓性中
間層）に接着するものである。

【0170】

ある特定の実施形態では、プライマー層はシリコンを含む。ある特定の実施形態では
、プライマー層は、縮合反応により生成されるシリコンを含む。ある特定の実施形態で
は、プライマー層は、ポリジメチルシロキサンガム、多官能性ケイ酸塩、触媒（例えば、
テトラアルキルチタネート触媒）、及び任意にMQシロキサン樹脂を含む混合物から生成
される。

【0171】

例示的なシリコンプライマーは、カナダ特許第1326975（C）号に記載されて
いる。

【0172】

ある特定の実施形態では、シリコンプライマーは、「SR500 SILICONE
PRIMER」の商品名で入手可能なシリコン含有組成物を含む。この組成物は、ヘ
キサンとトルエンとの混合物中に11重量%の固形分を含む。

【0173】

ある特定の実施形態では、シリコンプライマーは、RTV（室温加硫）シリコンを
含む。RTVシリコンは、一成分型又は二成分型組成物のいずれかに基づくことができ
、硬化のために付加架橋（ヒドロシル化）又は縮合架橋のいずれかを利用することができ
る。例示的な二成分型RTVシリコンは、白金硬化付加反応に基づく。

【0174】

ある特定の実施形態では、各プライマー層は、少なくとも 0.01 mil (0.25 マイ
 クロメートル) の厚さを有する。ある特定の実施形態では、各プライマー層は、最大 0
 $.1\text{ mil}$ (2.5 マイクロメートル) の厚さを有する。

【0175】

トップ層無機酸化物マトリックス及び任意の有機バインダ

ある特定の実施形態では、本開示のテープは、バッキング層の第2主面（すなわち、シ
リコン感圧接着剤が配置される表面と反対側の表面）上に配置された（直接的又は間接
的に）トップ層を含む。ある特定の実施形態では、このようなトップ層は、無機酸化物マ
トリックス及び任意の有機バインダを含む。

【0176】

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスは、元素周期表の2族～15族のい
ずれか（例えば、2族、3族、4族、5族、6族、7族、8族、9族、10族、11族、
12族、13族、14族、15族、及びこれらの組み合わせ）の金属又は半金属を含む。

【0177】

この無機酸化物マトリックスは、無機酸化物粒子から形成されてもよい。例えば、無機
酸化物マトリックスは、 Al_2O_3 粒子、 CaCO_3 粒子、 TiO_2 粒子、 ZrO_2 粒子
、 SiO_2 粒子、酸化鉄粒子、粘土粒子、及びこれらの組み合わせから形成することができ
る。

【0178】

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスは、シリカネットワーク（好ましく
は、架橋及び／又は相互接続された非晶質シリカネットワーク）を含む。ある特定の実施
形態では、シリカネットワークは、シリカナノ粒子から形成される（好ましくは、シリカ

10

20

30

40

50

ナノ粒子は多峰性粒径分布を有する)。

【0179】

ある特定の実施形態では、カップリング剤が、ナノ粒子と共に含まれてもよい。このようなカップリング剤の例としては、有機シランエステル（例えば、アクリルシランエステル、ビニルシランエステル、アミノシランエステル、エポキシシランエステル、ヒドロキシアルキルシランエステル、ヒドロキシアリールシランエステル、メルカプトシランエステル）、金属ケイ酸塩、又はこれらの組み合わせが挙げられる。このようなカップリング剤は、架橋剤、接着促進剤、及び／又は分散安定剤であってもよい。例えば、それらは、下層の材料に対する粒子間結合及び／又は界面接着力を強化することができる。

【0180】

ある特定の実施形態では、使用される場合、カップリング剤（例えば、有機シランエステル）は、金属酸化物粒子（例えば、シリカナノ粒子）の重量に基づいて、少なくとも0.5重量%、又は少なくとも1重量%、又は少なくとも2重量%の量で存在する。典型的には、カップリング剤は、金属酸化物粒子（例えば、シリカナノ粒子）の重量に基づいて、最大30重量%、最大20重量%、最大15重量%、最大10重量%、又は最大8重量%の量で存在する。

【0181】

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスは、加水分解性オルガノシランの存在下における加水分解性オルガノシリケート（例えば、テトラエトキシシラン（TEOS））又はテトラメトキシシラン（TMOS）の加水分解及び縮合の生成物を含む。このような生成物は、ポリマー又はオリゴマーの形態であってもよい。

【0182】

無機酸化物マトリックストップ層を形成するためのコーティング組成物は、広範囲の不揮発性固形分含有量を有し得る。ある特定の実施形態では、コーティング組成物は、少なくとも0.1重量%、少なくとも2重量%、又は少なくとも3重量%の固形分含有量を有し得る。ある特定の実施形態では、コーティング組成物は、最大25重量%、最大10重量%、又は最大8重量%の固形分含有量を有し得る。

【0183】

最適な平均乾燥トップ層の厚さは、トップ層の特定の組成に依存するが、一般に、乾燥トップ層の平均厚さは、少なくとも0.01ミクロンである。ある特定の実施形態では、乾燥トップ層の平均厚さは、特に有機バインダが存在する場合には、最大50ミクロンであるか、又は最大5ミクロン、又は最大2ミクロン、又は最大0.5ミクロン、又は最大0.1ミクロンである。このような厚さは、例えば、原子間力顕微鏡及び／又は表面プロファイルから推定することができる。

【0184】

本明細書に記載の乾燥トップ層は、特にコロナ処理されたときに、疎水性シリコーンゴム基材に直接（すなわち、プライマー層などの介在層なしに）適用することができる。乾燥無機マトリックストップ層は、驚くべきことに、高温でもシリコーンゴム基材及びシリコーンPSAに良好に接着することが見出された。理論に束縛されるものではないが、ナノシリカ又はシリカネットワークの表面シラノール基によって例示される無機トップ層のヒドロキシル基は、エステル交換プロセスを介してSi-O-Siと化学的に相互作用することができ、したがって、基材と無機酸化物トップ層との界面に形成された複数の共有結合をもたらすと考えられる。このような複数の共有結合は、強い界面接着力を説明すると考えられる。

【0185】

無機酸化物マトリックスのナノ粒子

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスは、シリカナノ粒子から形成され得るシリカネットワークを含む。

【0186】

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスを作製するために、最初の又はコー

10

20

30

40

50

ティング可能な組成物は、水性液体媒体中に分散されたシリカナノ粒子を含んでもよく、最初の組成物は、6を超えるpHを有する。このような実施形態では、シリカナノ粒子は、100ナノメートル（nm）以下の平均粒径を有する。いくつかの実施形態では、シリカナノ粒子は、75nm以下、45nm以下、40nm以下、35nm以下、30nm以下、25nm以下、20nm以下、15nm以下、又は更には10nm未満の平均粒径を有する。典型的には、シリカナノ粒子は、少なくとも4nmの平均粒径を有するが、これは必須要件ではない。平均一次粒子径は、例えば、透過型電子顕微鏡を使用して決定することができる。本明細書で使用される場合、「粒径」という用語は、粒子の最長寸法を指し、これは、球状の粒子における直径である。当然ながら、200nmを超える粒径（例えば、最大2マイクロメートルの粒径）を有するシリカ粒子も含まれてもよいが、典型的には少量で含まれてもよい。シリカナノ粒子は、望ましくは狭い粒径分布、例えば、2.0以下、又は更には1.5以下の多分散度を有する。いくつかの実施形態では、シリカナノ粒子は、150平方メートル毎グラム（ m^2/g ）超、200 m^2/g 超、又は更には400 m^2/g 超の表面積を有する。

【0187】

いくつかの実施形態では、40nm以下の平均粒径（例えば、直径）を有するシリカナノ粒子の量は、最初の組成物及び／又はコーティング可能な組成物の総重量に基づいて、少なくとも0.1重量%、好ましくは少なくとも0.2重量%である。いくつかの実施形態では、40nm以下の粒径（例えば、直径）を有するシリカナノ粒子の濃度は、最初の組成物の総重量に基づいて20重量%以下、又は更には15重量%以下である。

【0188】

シリカナノ粒子は、多峰性粒径分布を有し得る。例えば、多峰性粒径分布は、5～2000ナノメートル、好ましくは20～150ナノメートルの範囲の粒径を有する第1のモードと、1～45ナノメートル、好ましくは2～25ナノメートルの範囲の第2の粒径を有する第2のモードとを有し得る。

【0189】

無機酸化物マトリックスを形成するために、最初のコーティング可能な組成物中に含まれるナノ粒子（例えば、シリカナノ粒子）は、任意の所望のアスペクト比を有する球状又は非球状であり得る。アスペクト比は、ナノ粒子の平均最小寸法に対するナノ粒子の平均最大寸法の比を指す。非球状ナノ粒子のアスペクト比は、多くの場合、少なくとも2:1、少なくとも3:1、少なくとも5:1、又は少なくとも10:1である。非球状ナノ粒子は、例えば、ロッド、楕円、及び／又は針の形状を有してもよい。ナノ粒子の形状は、規則的か又は不規則であり得る。コーティングの多孔率は、コーティング可能な組成物中の規則的及び不規則な形状のナノ粒子の量を変更することによって、並びに／又はコーティング可能な組成物中の球状及び非球状のナノ粒子の量を変更することによって、変えることができる。

【0190】

いくつかの実施形態では、無機酸化物マトリックスを形成するための最初のコーティング可能な組成物中のシリカナノ粒子の総重量は、少なくとも0.1重量%、典型的には少なくとも1重量%、より典型的には少なくとも2重量%である。いくつかの実施形態では、組成物中のシリカナノ粒子の総重量は、40重量%以下、好ましくは15重量%以下、より典型的には7重量%以下である。

【0191】

水性液体媒体中のシリカナノ粒子の安定した分散体であるシリカゾルは、当該技術分野において周知であり、かつ市販されている。非水性シリカゾル（シリカオルガノゾルとも呼ばれる）も使用することができ、これは液相が有機溶媒であるシリカゾル分散液、又は有機溶媒を含有する水性混合物である。本開示の実施において、シリカゾルは、その液相が分散液と適合性があるように選択され、典型的には、任意に有機溶媒を含む水性溶媒である。

【0192】

ある特定の実施形態では、シリカ粒子はヒュームドシリカである。

【0193】

水、水-アルコール、アルコール又はケトン溶液中のシリカナノ粒子分散液（例えば、シリカゾル）は、例えば、LUDOX（E. I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, DEにより販売）、NYACOL（Nyac ol Co., Ashland, MAにより販売）、及びNALCO（Ondea Na lco Chemical Co., Oak Brook, ILにより製造）として市販されている。有用なシリカゾルの1つは、5ナノメートルの平均粒径、 $pH=10.5$ 、固形分15重量%のシリカゾルとして入手可能なNALCO 2326である。他の市販のシリカナノ粒子としては、Nalco Chemical Co. から入手可能な、商品名NALCO 1115（球状、平均粒径4 nm、固形分15重量%分散液、 $pH=10.4$ ）、NALCO 1130（球状分散液、平均粒径8 nm、固形分30重量%分散液、 $pH=10.2$ ）、NALCO 1050（球状、平均粒径20 nm、固形分50重量%の分散液、 $pH=9.0$ ）、NALCO 2327（球状、平均粒径20 nm、固形分40重量%分散液、 $pH=9.3$ ）、NALCO 1030（球状、平均粒径13 nm、固形分30重量%分散液、 $pH=10.2$ ）、及びDVSZN004（球状、45 nm、42重量%分散液）で入手可能なものが挙げられる。IPA-ST、IPA-ST-L、IPA-ST-UP、EG-ST、MEK-ST及びEAC-STなどの有機溶媒中の有用なシリカナノ粒子も含まれ得る。これらは、Nissan Chemical America Corporationから入手可能である。

【0194】

上記の平均シリカナノ粒子サイズの制約が達成されるように、針状シリカナノ粒子を使用してもよい。有用な針状シリカナノ粒子は、Nissan Chemical Industries（Tokyo, Japan）による商品名SNOWTEX-UPで、水性懸濁液として得ることができる。混合物は、20～21%（w/w）の針状シリカ、0.35%（w/w）未満の Na_2O 、及び水からなる。この粒子は、直径約9～15ナノメートルであり、40～200ナノメートルの長さを有する。懸濁液は、25℃で100 mPa未満の粘度、約9～10.5の pH 、及び20℃で約1.13の比重を有する。

【0195】

他の有用な針状シリカナノ粒子は、真珠の首飾り状の形態を有する、Nissan Chemical Industriesによる商品名SNOWTEX-PS-S及びSNOWTEX-PS-Mで、水性懸濁液として得ることができる。混合物は、20～21%（w/w）のシリカ、0.2%（w/w）未満の Na_2O 、及び水からなる。SNOWTEX-PS-M粒子は、直径約18～25ナノメートルであり、80～150ナノメートルの長さを有する。粒径は、動的光散乱法によって80～150 nmである。懸濁液は、25℃での100 mPas未満の粘度、約9～10.5の pH 、及び20℃で約1.13の比重を有する。SNOWTEX-PS-Sは、10～15 nmの粒径及び80～120 nmの長さを有する。

【0196】

低水性及び非水性シリカゾル（シリカオルガノゾル又はオルガノシリカゾルとも呼ばれる）が使用されてもよい。これらはシリカゾル分散液であり、液相は、有機溶媒（例えば、イソプロパノール、メタノール、若しくはメチルエチルケトン）又は水性有機溶媒である。本開示の実施において、シリカナノ粒子ゾルは、その液相が意図されるコーティング組成物と適合性があるように選択される。このようなオルガノシリカゾルは、Nissan Chemical America Corp., Houston, TXから入手可能である。

【0197】

少なくとも8の pH を有するシリカゾルは、米国特許第5,964,693号（Brekauら）に記載の方法によって調製することもできる。

【0198】

無機酸化物マトリックスを形成するための最初のコーティング可能な組成物は、4以下、典型的には3未満、又は更には2未満のpHを有するまで無機酸を添加することによって酸性化され、それによってコーティング可能な組成物を提供することができる。有用な無機酸（すなわち、鉱酸）としては、例えば、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸、過塩素酸、塩素酸、及びこれらの組み合わせが挙げられる。典型的には、無機酸は、2以下、1未満、又は更にはゼロ未満の pK_a を有するように選択されるが、これは必須要件ではない。理論に束縛されるものではないが、シリカナノ粒子の一部の凝集は、pHが低下するにつれて生じ、凝集したナノ粒子を含む分散液が得られると考えられる。

【0199】

無機酸化物マトリックス用のアミノシランエステルカップリング剤

10

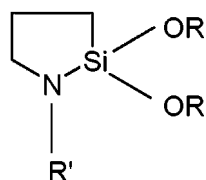
ある特定の実施形態では、アミノシランエステルが、シリカナノ粒子（例えば、ナノシリカ分散液及びオルガノシリカゾル）と組み合わせて使用されてもよい。

【0200】

アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、ケイ素原子上に、少なくとも1つのエステル又はエステル等価基、好ましくは2個、又はより好ましくは3個の基を担持する。エステル等価物は当業者に周知であり、シランアミド（ $RNR'Si$ ）、シランアルカノエート（ $RC(O)OSi$ ）、 $Si-O-Si$ 、 $SiN(R)-Si$ 、 $SiSR$ 及び $RCONR'Si$ などの化合物等の化合物が含まれる。これらエステル等価物はまた、エチレングリコール、エタノールアミン、エチレンジアミン及びこれらのアミドから誘導されるもののよう、環式化合物であってもよい。R及びR'は、発明の概要における「エステル等価物」定義のように定義される。別のエステル等価物のこのような環式化合物の例は、図VIに示される。

20

【化8】



【0201】

式VI環式化合物の例では、R'は、上記の文により定義づけられるが、アリールではない場合がある。3-アミノプロピルアルコキシシランは、加熱により環化することが周知であり、これら $RNHSi$ 化合物は本発明で有用であろう。好ましくは、アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、結合を阻害し得る界面に残留物を残すのを避けるために、メタノールとして容易に揮発するメトキシなどのエステル基を有する。アミノ置換オルガノシランは、少なくとも1つのエステル等価物を有さなくてはならず、例えば、トリアルコキシシランであってよい。例えば、アミノ置換オルガノシランは、式（ $Z_2N-L-SiX'X''X'''$ ）を有することができ、式中、Zは、水素、アルキル、又はアミノ置換アルキルを含む置換アリール若しくはアルキルであり、式中、Lは二価直鎖（C1～C12）アルキレンであるか、又は（C3～C8）シクロアルキレン、3～8員環ヘテロシクロアルキレン、（C2～C12）アルケニレン、（C4～C8）シクロアルケニレン、3～8員環ヘテロシクロアルケニレン又はヘテロアリーレン単位を含むことができる。Lは、二価の芳香族であってもよく、又は1つ以上の二価の芳香族基若しくはヘテロ原子基で割り込みされてよい。芳香族基は複素環式芳香族を含んでよい。ヘテロ原子は、好ましくは、窒素、硫黄又は酸素である。Lは、（C1～C4）アルキル、（C2～C4）アルケニル、（C2～C4）アルキニル、（C1～C4）アルコキシ、アミノ、（C3～C6）シクロアルキル、3～6員環のヘテロシクロアルキル、単環式アリール、5～6員環のヘテロアリール、（C1～C4）アルキルカルボニルオキシ、（C1～C4）アルキルオキシカルボニル、（C1～C4）アルキルカルボニル、ホルミル、（C1～C4）アルキルカルボニルアミノ、又は（C1～C4）アミノカルボニルで任意に置換される。Lは、更に、 $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-N(R_c)-$ 、 $-N(R_c)-C(O)-$ 、

30

40

50

—N(R_c)—C(O)—O—、—O—C(O)—N(R_c)—、—N(R_c)—C(O)—N(R_d)—、—O—C(O)—、—C(O)—O—、又は—O—C(O)—O—で任意に割り込みされる。R_c及びR_dのそれぞれは、独立して、水素、アルキル、アルケニル、アルキニル、アルコキシアルキル、アミノアルキル（一級、二級、若しくは三級）、又はハロアルキルであり、X'、X''及びX'''のそれぞれは、(C1～C18)アルキル、ハロゲン、(C1～C8)アルコキシ、(C1～C8)アルキルカルボニルオキシ、又はアミノ基であり、但し、X'、X''、及びX'''のうちの少なくとも1つは不安定な基である。更に、X'、X''及びX'''のうちの任意の2つ又は全ては、共有結合を介して連結されてもよい。アミノ基はアルキルアミノ基であってよい。

【0202】

アミノ置換オルガノシランの例としては、3-アミノプロピルトリメトキシシラン(SILQUEST A-1110)、3-アミノプロピルトリエトキシシラン(SILQUEST A-1100)、3-(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン(SILQUEST A-1120)、SILQUEST A-1130、(アミノエチルアミノメチル)フェネチルトリメトキシシラン、(アミノエチルアミノメチル)フェネチルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン(SILQUEST A-2120)、ビス-(γ-トリエトキシシリルプロピル)アミン(SILQUEST A-1170)、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリブトキシシラン、6-(アミノヘキシルアミノプロピル)トリメトキシシラン、4-アミノブチルトリメトキシシラン、4-アミノブチルトリエトキシシラン、p-(2-アミノエチル)フェニルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリス(メトキシエトキシエトキシ)シラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、DYNASYLAN1146等のオリゴマーアミノシラン、3-(N-メチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3-アミノプロピルジメチルエトキシシラン、4-アミノフェニルトリメトキシシラン、3-フェニルアミノプロピルトリメトキシシラン、2, 2-ジメトキシ-1-アザ-2-シラシクロペンタン-1-エタンアミン、2, 2-ジエトキシ-1-アザ-2-シラシクロペンタン-1-エタンアミン、2, 2-ジエトキシ-1-アザ-2-シラシクロペンタン、及び2, 2-ジメトキシ-1-アザ-2-シラシクロペンタンが挙げられる。

【0203】

ビス-シリル尿素[RO)₃Si(CH₂)NR]₂C=Oなどの追加の「前駆体」化合物も、アミノ置換オルガノシランエステル又はアミンを最初に熱的に解離させるエステル等価物の例である。

【0204】

アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、好ましくは、酢酸エチル又はメタノール又は酢酸メチルなどの有機溶媒中で希釈される。1つの好ましいアミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、3-アミノプロピルメトキシシラン(H₂N-(CH₂)₃-Si(OMe)₃)、又はそのオリゴマーである。

【0205】

このようなオリゴマーの1つは、Paris, FranceのOsi Specialties(GE Silicones)によって製造されるSILQUEST A-1106である。アミノ置換オルガノシランエステル又はエステル等価物は、以下に更に記載されるプロセスにおいてフルオロポリマーと反応して、他の反射防止層とシロキサン結合を形成するために利用可能なペンダントシロキシ基を提供し、層間の界面接着力を改善する。したがって、カップリング剤は、層間の接着促進剤として作用する。

【0206】

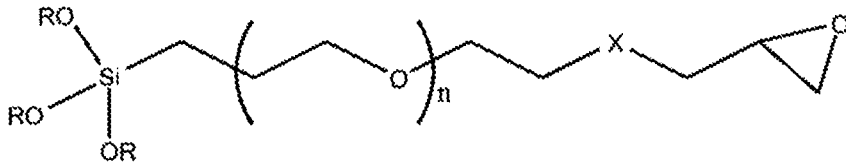
無機酸化物マトリックス用のエポキシシランエステルカップリング剤

ある特定の実施形態では、エポキシシランエステルは、シリカナノ粒子（例えば、ナノシリカ分散液及びオルガノシリカゾル）と組み合わせて使用することができる。

【0207】

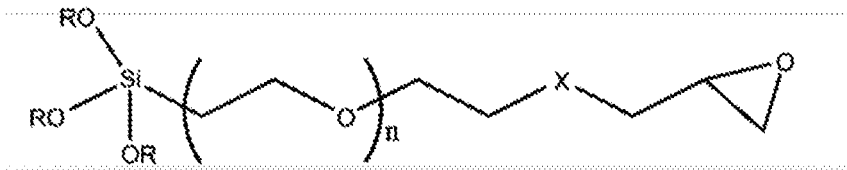
エポキシ官能性化合物の例としては、式（VII）、（VIII）、（IX）、及び（X）のものが含まれ、

【化9】



10

(VII)

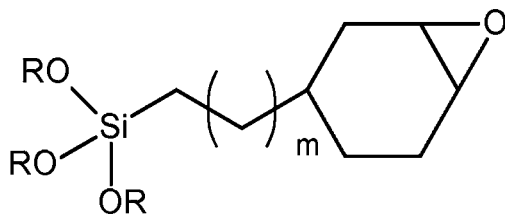


20

(VIII)

(IX)

30



(X)

式中、

40

$X = CH_2$ 、O、S、又は $NHC(O)R$ であり、

各 R は、独立して、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、又は $-C_4H_9$ であり、

$n = 0 \sim 10$ であり、かつ

$m = 1 \sim 4$ である。

【0208】

無機酸化物マトリックス用のアクリル及びビニルシランエステル剤

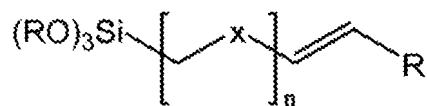
ある特定の実施形態では、アクリルシランエステル又はビニルシランエステルは、シリカナノ粒子（例えば、ナノシリカ分散液及びオルガノシリカゾル）と組み合わせて使用することができる。このような重合性アルコキシシリル含有エチレン性不飽和モノマーは、プライマー層を固定するために使用され得る。

50

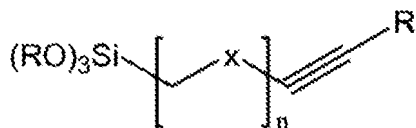
【0209】

このようなモノマーの例としては、以下の一般式（XI）、（XII）、及び（XIII）のものが含まれ、

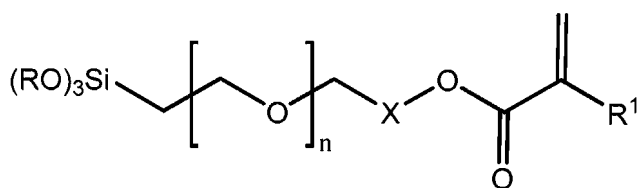
【化10】



(XI)



(XII)



(XIII)

式（XI）及び（XII）について、

各Rは、独立して、H、 $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、又は $-C_4H_9$ であり、
X = CH_2 又はOであり、かつ

n = 0 ~ 10 であり、

式（XIII）において、

各Rは、独立して、H、 $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、又は $-C_4H_9$ であり、
R¹は、 $-CH_3$ 又はHであり、

X = CH_2 、O、S、又はNHC(O)R²であり、

各R²は、独立して、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、又は $-C_4H_9$ であり、かつ

n = 0 ~ 10 である。

【0210】

好適な重合性アルコキシシリル官能性（メタ）アクリレートの例としては、3-（メタクリロイルオキシ）プロピル]トリメトキシシラン（すなわち、Momentive Performance Materials, Waterford, NYから商品名A174で入手可能な3-（トリメトキシシリル）プロピルメタクリレート）、3-アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-（メタクリロイルオキシ）プロピルメチルジメトキシシラン、3-（メタクリロイルオキシ）プロピルメチルジメトキシシラン、3-（アクリロイルオキシプロピル）メチルジメトキシシラン、3-（メタクリロイルオキシ）プロピルジメチルエトキシシラン、ビニルメチルジアセトキシシラン、ビニルメチルジエトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリオソプロポキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリフェノキシシラン、ビニルトリートブトキシシラン、ビニルトリスーイソブトキシシラン、ビニルトリオソプロピルオキシシラン、ビニルトリス（2-メトキシエトキシ）シラン、及びこれらの組み合わせが挙げられる。

【0211】

過酸化ベンゾイル、Luperox 101、Luperox 130、又はUV硬化性開始剤によって例示される有機過酸化物が含まれてもよい。有用なフリーラジカル光開

10

20

30

40

50

始剤としては、例えば、ベンゾインメチルエーテル及びベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル、置換ベンゾインエーテル（例えば、アニソインメチルエーテル）、置換アセトフェノン（例えば、2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン）、置換 α -ケトール（例えば、2-メチル-2-ヒドロキシプロピオフェノン）、ベンゾフェノン誘導体（例えば、ベンゾフェノン）、及びアシルホスフィンオキシドが挙げられる。例示的な市販の光開始剤としては、Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NYから商品名IRGACURE（例えば、IRGACURE 651、IRGACURE 184、及びIRGACURE 819）、又はDAROCUR（例えば、DAROCUR 1173、DAROCUR 4265）の光開始剤、及びBASF, Parsippany, NJから商品名LUCIRIN（例えば、LUCIRIN TPO）の光開始剤で市販されている光開始剤が挙げられる。

10

【0212】

無機酸化物マトリックス用の金属ケイ酸塩カップリング剤

ある特定の実施形態では、金属ケイ酸塩は、シリカナノ粒子（例えば、ナノシリカ分散液及びオルガノシリカゾル）と組み合わせて使用され得る。好適な金属ケイ酸塩の例としては、ケイ酸リチウム、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム、又はこれらの組み合わせが挙げられる。

【0213】

無機酸化物マトリックスストップ層のある特定の実施形態では、金属ケイ酸塩は、乾燥無機酸化物マトリックスストップ層の総重量に基づいて、少なくとも1重量%、又は少なくとも5重量%の量で存在する。ある特定の実施形態では、金属ケイ酸塩は、乾燥無機酸化物マトリックスストップ層の総重量に基づいて、最大30重量%、又は最大20重量%の量で存在する。

20

【0214】

無機酸化物マトリックスのための任意の添加剤

ある特定の実施形態では、多価金属カチオン塩は、酸性化ナノ粒子含有組成物と組み合わされ（例えば、溶解され）、それによって、無機酸化物マトリックスを形成するために、最初のコーティング可能な組成物を提供する。金属塩に含まれる好適な金属カチオンは、 $n+$ の電荷を有してもよく、 n は、例えば、 ≥ 2 の整数（例えば、2、3、4、5、又は6）を表す。

30

【0215】

ある特定の実施形態では、少なくとも1つのチタン化合物、及び任意に少なくとも1つの他の金属化合物は、酸性化ナノ粒子含有組成物と組み合わされて（例えば、溶解され）、それによって、無機酸化物マトリックスを形成するために、最初のコーティング可能な組成物を提供する。有用なチタン化合物としては、例えば、 $\text{TiOSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{TiOSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 、 TiOCl_2 、及び TiCl_4 が挙げられる。任意の金属化合物（及びその中に含有される任意の金属カチオン）は、元素周期表の2族~15族のいずれか（例えば、2族、3族、4族、5族、6族、7族、8族、9族、10族、11族、12族、13族、14族、15族、及びこれらの組み合わせ）のチタン以外の金属（又は金属カチオン）を含んでもよい。

40

【0216】

乾燥無機酸化物マトリックスのある特定の実施形態では、多価の金属カチオン塩は、乾燥無機酸化物マトリックスストップ層の総重量に基づいて、少なくとも1重量%、少なくとも3重量%、又は少なくとも5重量%の量で存在する。ある特定の実施形態では、多価の金属カチオン塩は、乾燥無機酸化物マトリックスストップ層の総重量に基づいて、最大20重量%、又は最大10重量%の量で存在する。

【0217】

ある特定の実施形態では、多価金属化合物は、無機酸化物マトリックスのネットワークを強化するために、及び／又は層内の他の材料への界面接着力を強化するために、酸性ナノ粒子分散液と組み合わされてもよい（例えば、溶解されてもよい）。金属化合物に含ま

50

れる好適な金属カチオンは、 $n+$ の電荷を有してもよく、 n は、例えば、 ≥ 2 の整数（例えば、2、3、4、5、又は6）を表す。有用な金属化合物の例としては、銅化合物（例えば、 CuCl_2 又は $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ）、白金化合物（例えば、 H_2PtCl_6 ）、アルミニウム化合物（例えば、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ）、ジルコニウム化合物（例えば、 ZrCl_4 又は $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ）、亜鉛化合物（例えば、 $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）、鉄化合物（例えば、 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 又は FeCl_2 ）、スズ化合物（例えば、 SnCl_2 及び $\text{SnCl}_4/5\text{H}_2\text{O}$ ）、ニッケル化合物（例えば、 NiCl_2 ）、及びこれらの組み合わせが挙げられる。

【0218】

無機酸化物マトリックスを形成するのに有用なコーティング可能な組成物は、例えば、着色剤、界面活性剤、増粘剤、チキソトロップ剤、又はレベリング助剤などの1つ以上の任意の添加剤を更に含んでもよい。任意の他の成分

10

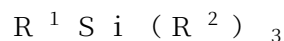
【0219】

無機酸化物マトリックスに有用な無機ポリマー／オリゴマー

ある特定の実施形態では、無機酸化物マトリックスは、加水分解性オルガノシランの存在下における加水分解性オルガノシリケート（例えば、テトラエトキシシラン（ TEOS ）又はテトラメトキシシラン（ TMOs ））の加水分解及び縮合の生成物を含む。このような生成物は、ポリマー又はオリゴマーの形態であってもよい。

【0220】

ある特定の実施形態では、加水分解性オルガノシランは、式XIVによって表され、



式中、各 R^1 及び R^2 は、独立して（C1～C4）アルキルである。

20

【0221】

加水分解性オルガノシリケートのオルガノシランに対する比は、100：0～70：30の範囲であり得、好ましくは100：0～85：15の比であり得、より好ましくは100：0～92：8の比であり得る。

【0222】

任意の有機バインダ

ある特定の実施形態では、トップ層は、無機酸化物マトリックスと組み合わせた有機バインダを更に含む。

30

【0223】

ある特定の実施形態では、有機バインダは、トップ層の総重量に基づいて、少なくとも1重量%、少なくとも3重量%、又は少なくとも5重量%の量で存在する。ある特定の実施形態では、有機バインダは、トップ層の総重量に基づいて、最大30重量%、又は最大20重量%の量で存在する。

【0224】

ある特定の実施形態では、有機バインダは、硬化ポリエポキシ、ポリウレタン、ポリ（メタ）アクリレート、シリコーン、ポリイミド、又はポリイミドアミドなどの1つ以上のポリマーを含む。このような有機ポリマーは、熱硬化又はUV硬化され得る。

【0225】

剥離ライナー

本開示のテープはまた、任意に、感圧接着剤層上に配置された剥離ライナーを含む。2つの感圧接着剤層（第1及び第2の感圧接着剤層）を含むこれらの実施形態では、剥離ライナーは、典型的には、感圧接着剤層のそれぞれの上に配置される（それぞれ第1及び第2の剥離ライナー）。このような実施形態では、剥離ライナーは、同一でも異なってもよい。トップ層が感圧接着剤を含む実施形態では、トップ層上に配置された剥離ライナーをトップ層剥離ライナーと呼ぶことができる。

40

【0226】

ある特定の実施形態では、剥離ライナーは、フルオロポリマー被覆剥離ライナーである。ある特定の実施形態では、フルオロポリマーは、フルオロシリコーンポリマー又はフル

50

オロエーテルポリマーである。ある特定の実施形態では、フルオロポリマーは、フルオロシロキサンポリマーである。

【0227】

一般に、少なくとも2つの架橋性反応性基、例えば、2つのエチレン性不飽和有機基を有する任意の既知のフルオロシリコンポリマーを、フルオロシリコンポリマーとして使用することができる。いくつかの実施形態では、フルオロシリコンポリマーは、2個の末端架橋性基、例えば、2個の末端エチレン性不飽和基を含む。いくつかの実施形態では、フルオロシリコンポリマーは、ペンダント官能基、例えば、ペンダントエチレン性不飽和有機基を含む。

【0228】

多数の有用な商業的に市販のフルオロシリコンポリマーが、Dow Corning Corp. (Midland, Mich.) より、例えば、SYL-OFF Q2-7785及びSYL-OFF 7786などの商品名の、SYL-OFFシリーズとして市販されている。他のフルオロシリコンポリマーは、Momentive (Columbus, Ohio)、Shin-Etsu Chemical Company (Japan) 及びWacker Chemie (Germany) から市販されている。追加のフルオロシリコンポリマーは、米国特許第5,082,706号 (Tangney) の第5欄67行～第7欄27行において成分(e)として記載されている。

【0229】

官能性フルオロシリコンポリマーは、好適な架橋剤と組み合わせる場合、剥離コーティング組成物の形成に特に有用である。好適な架橋剤は、一般に既知である。例示的な架橋剤としては、オルガノハイドロジェンシロキサン架橋剤、すなわちケイ素結合ヒドリド基を含有するシロキサンポリマーが挙げられる。好適な水素化官能性シリコン架橋剤としては、Dow Corning Corp. から商品名SYL-OFF 7488、SYL-OFF 7048及びSYL-OFF 7678で入手可能なものが挙げられる。好適な水素化官能性フルオロシリコン架橋剤としては、Dow Corning Corp. から商品名SYL-OFF Q2-7560及びSL-7561で入手可能なものが挙げられる。他の有用な架橋剤は、米国特許第5,082,706号 (Tangney) 及び米国特許第5,578,381号 (Hamada) に開示されている。

【0230】

ある特定の実施形態では、フルオロポリマーは、ペルフルオロポリエーテルなどのフルオロエーテルポリマー及びフルオロエーテルジアクリレートポリマーである。好適な剥離ライナーは、1を超える重合性官能度を有する重合したフィルム形成モノマーの不溶性ポリマーと、複数のペルフルオロアルキレンオキシド、 $-C_aF_{2a}O-$ 、繰り返し単位であるペルフルオロポリエーテルセグメント (各々のこのような単位における下付き文字aは、独立して1～4の整数であり、このセグメントは好ましくは500～20,000の数平均分子量を有する) とを含むライナーを記載している、米国特許第4,472,480号 (Olson) に記載されている。

【0231】

ある特定の実施形態では、剥離ライナーは、2 mil (50マイクロメートル) + / - 0.025 mil (0.64マイクロメートル) の厚さを有する。

【0232】

ある特定の実施形態では、剥離ライナーは、フルオロポリマー被覆ポリエステル剥離ライナーである。約50マイクロメートルの厚さを有する例示的なフルオロポリマー被覆ポリエステル剥離ライナーは、「3M SECONDARY LINER 5932」の商品名で入手可能である。

【0233】

実施形態

以下の実施形態は、本開示を例示することが意図され、限定するものではない。

【0234】

10

20

30

40

50

実施形態 1 は、テープであって、2 つの主面を有するエラストマーバックキング層であって、高稠度のシリコンエラストマーを含む、バックキング層と、バックキング層の第 1 の主面上に配置された可撓性中間層であって、硬化エポキシ系材料を含む、可撓性中間層と、可撓性中間層上に配置された（第 1 の）感圧接着剤層であって、シリコン感圧接着剤を含む、感圧接着剤層と、を含み、テープが、引張特性—方法 B 試験（実施例セクションにおいて）に従って、少なくとも 100 % の引張伸びを有する、テープである。

【0235】

実施形態 2 は、マスキングテープ（好ましくは、溶射マスキングテープ）である、実施形態 1 に記載のテープである。

【0236】

実施形態 3 は、引張特性—方法 B 試験に従って、少なくとも 200 %（又は少なくとも 300 %、少なくとも 400 %、少なくとも 500 %、又は少なくとも 600 %）の引張伸びを有する、実施形態 1 又は 2 に記載のテープである。

【0237】

実施形態 4 は、エラストマーバックキング層が、少なくとも 40（又は少なくとも 45、少なくとも 50、又は少なくとも 55）のショア A 硬度を有する、実施形態 1～3 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0238】

実施形態 5 は、エラストマーバックキング層が、最大 80（又は最大 75）のショア A 硬度を有する、実施形態 1～4 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0239】

実施形態 6 は、エラストマーバックキング層が、25 MPa 超（又は 30 MPa 超）の強靱性を有する、実施形態 1～5 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0240】

実施形態 7 は、エラストマーバックキング層が、最大 60 MPa の強靱性（すなわち、破断点でのエネルギー／体積）を有する、実施形態 1～6 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0241】

実施形態 8 は、エラストマーバックキング層が、10000 Hz 及び 20 °C で 0.04 超（又は 0.099 超、0.110 超、0.120 超、又は 0.130 超）のタンデルタ（ $\tan(\delta)$ ）を有する、実施形態 1～7 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0242】

実施形態 9 は、エラストマーバックキング層が、付加硬化材料、縮合硬化材料、又は過酸化物硬化材料である、実施形態 1～8 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0243】

実施形態 10 は、エラストマーバックキング層が、過酸化物硬化材料である、実施形態 9 に記載のテープである。

【0244】

実施形態 11 は、エラストマーバックキング層が、付加硬化材料である、実施形態 10 に記載のテープである。

【0245】

実施形態 12 は、エラストマーバックキング層が、白金触媒付加硬化材料である、実施形態 10 に記載のテープである。

【0246】

実施形態 13 は、エラストマーバックキング層が、ビニル官能性ポリジメチルシロキサン及びメチルヒドロジェンポリシロキサンを含む反応混合物の白金触媒付加硬化反応の生成物を含む、実施形態 12 に記載のテープである。

【0247】

実施形態 14 は、エラストマーバックキング層が、非繊維強化バックキング層である、実施形態 1～9 のいずれか 1 つに記載のテープである。

10

20

30

40

50

【0248】

実施形態15は、エラストマーバックキング層が、非網状（すなわち、非発泡）バックキング層である（すなわち、実質的に気泡又は空隙を含まない）、実施形態1～14のいずれか1つに記載のテープである。

【0249】

実施形態16は、エラストマーバックキング層が、気泡又は空隙（例えば、独立気泡）を含む、実施形態1～14のいずれか1つに記載のテープである。

【0250】

実施形態17は、エラストマーバックキング層が、シリコンエラストマー内で混合された無機充填剤を更に含む、実施形態1～16のいずれか1つに記載のテープである。

10

【0251】

実施形態18は、エラストマーバックキング層が、顔料、熱安定剤、充填剤（例えば、耐摩耗性のためのマイクロ粉末）、又はこれらの組み合わせを更に含む、実施形態1～17のいずれか1つに記載のテープである。

【0252】

実施形態19は、可撓性中間層が、バリア機能を提供する、実施形態1～18のいずれか1つに記載のテープである。

【0253】

実施形態20は、可撓性中間層が、プライミング機能を提供する、実施形態1～19のいずれか1つに記載のテープである。

20

【0254】

実施形態21は、可撓性中間層が、1つ以上の層を含む、実施形態1～20のいずれか1つに記載のテープである。

【0255】

実施形態22は、可撓性中間層が、1つの層を含む、実施形態21に記載のテープである。

【0256】

実施形態23は、可撓性中間層が、2つの層を含む、実施形態21に記載のテープである。

【0257】

実施形態24は、可撓性中間層の2つの層が、プライマー層及びバリア層を含む、実施形態23に記載のテープである。

30

【0258】

実施形態25は、可撓性中間層が、硬化エポキシ系材料を含むプライマー層を含む、実施形態1～24のいずれか1つに記載のテープである。

【0259】

実施形態26は、可撓性中間層が、硬化エポキシ系材料を含むバリア層を含む、実施形態1～25のいずれか1つに記載のテープである。

【0260】

実施形態27は、硬化エポキシ系材料が、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物、硬化性エポキシ／アミン樹脂組成物、又はこれらの組み合わせから調製される、実施形態1～26のいずれか1つに記載のテープである。

40

【0261】

実施形態28は、エポキシ系材料が、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物から調製される、実施形態27に記載のテープである。

【0262】

実施形態29は、硬化性エポキシ／チオール樹脂組成物が、1分子当たり少なくとも2つのエポキシド基を有するエポキシ樹脂を含むエポキシ樹脂成分と、少なくとも2つの一級チオール基を有するポリチオール化合物を含むチオール成分と、シラン官能化接着促進剤と、エポキシ樹脂成分を硬化させるための窒素含有触媒と、任意の硬化抑制剤と、を含

50

む、実施形態 28 に記載のテープである。

【0263】

実施形態 30 は、エポキシ系材料が、円筒形マンドレル屈曲試験によって亀裂を生じず、かつ引張特性—方法 A 試験に従って、少なくとも 100 % の引張伸びを有する硬化ポリマー材料を提供するように選択される、実施形態 26～29 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0264】

実施形態 31 は、シリコーン感圧接着剤が、ポリジオルガノシロキサンを含む組成物から調製される、実施形態 1～30 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0265】

実施形態 32 は、シリコーン感圧接着剤が、過酸化物硬化剤を含む組成物から調製される、実施形態 31 に記載のテープである。

【0266】

実施形態 33 は、シリコーン感圧接着剤が、白金触媒及び任意の架橋剤を含む組成物から調製される、実施形態 32 に記載のテープである。

【0267】

実施形態 34 は、感圧接着剤層上に配置された剥離ライナーを更に含む、実施形態 1～33 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0268】

実施形態 35 は、剥離ライナーが、フルオロポリマー被覆ポリエステル剥離ライナーを含む、実施形態 34 に記載のテープである。

【0269】

実施形態 36 は、フルオロポリマーが、フルオロシリコーンポリマーを含む、実施形態 35 に記載のテープである。

【0270】

実施形態 37 は、バックング層の第 2 の主面上に直接配置されたトップ層を更に含み、トップ層が、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第 2 の感圧接着剤層を含む、実施形態 1～36 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0271】

実施形態 38 は、
バックング層の第 2 の主面上に配置された第 2 の可撓性中間層であって、硬化エポキシ系材料を含む、第 2 の可撓性中間層と、
第 2 の可撓性中間層上に配置されたトップ層であって、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第 2 の感圧接着剤層を含む、トップ層と、を更に含む、実施形態 1～36 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0272】

実施形態 39 は、
バックング層の第 2 の主面上に配置されたプライマー層と、
プライマー層上に配置されたトップ層であって、無機酸化物マトリックス、又はシリコーン感圧接着剤を含む第 2 の感圧接着剤層を含む、トップ層と、を更に含む、実施形態 1～36 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0273】

実施形態 40 は、プライマー層が、シリコーンを含む、実施形態 39 に記載のテープである。

【0274】

実施形態 41 は、シリコーンが、白金硬化付加反応に基づく室温加硫シリコーンを含む、実施形態 40 に記載のテープである。

【0275】

実施形態 42 は、トップ層が、無機酸化物マトリックスと、任意の有機バインダを含む、実施形態 37～41 のいずれか 1 つに記載のテープである。

10

20

30

40

50

【0276】

実施形態43は、無機酸化物マトリックスが、 Al_2O_3 粒子、 $CaCO_3$ 粒子、 TiO_2 粒子、 ZrO_2 粒子、 SiO_2 粒子、酸化鉄粒子、粘土粒子、及びこれらの組み合わせから形成されている、実施形態42に記載のテープである。

【0277】

実施形態44は、無機酸化物マトリックスが、シリカネットワーク（好ましくは、架橋及び／又は相互接続された非晶質シリカネットワーク）を含む、実施形態42又は43に記載のテープである。

【0278】

実施形態45は、シリカネットワークが、シリカナノ粒子から形成される（好ましくは、シリカナノ粒子は多峰性粒径分布を有する）、実施形態44に記載のテープである。

10

【0279】

実施形態46は、シリカネットワークが、シリカナノ粒子及びカップリング剤から形成されている、実施形態45に記載のテープである。

【0280】

実施形態47は、無機酸化物マトリックスが、加水分解性オルガノシランの存在下における加水分解性オルガノシリケートの加水分解及び縮合の生成物を含む、実施形態42に記載のテープである。

【0281】

実施形態48は、トップ層が、有機バインダを更に含む、実施形態42～47のいずれか1つに記載のテープである。

20

【0282】

実施形態49は、有機バインダが、トップ層の総重量に基づいて、少なくとも1重量%（又は少なくとも3重量%、少なくとも5重量%）の量で存在する、実施形態48に記載のテープである。

【0283】

実施形態50は、有機バインダが、トップ層の総重量に基づいて、最大30重量%（又は最大20重量%）の量で存在する、実施形態48又は49に記載のテープである。

【0284】

実施形態51は、有機バインダが、硬化ポリエポキシ、ポリウレタン、ポリ（メタ）アクリレート、シリコーン、ポリイミド、ポリイミドアミドを含む、実施形態48～50のいずれか1つに記載のテープである。

30

【0285】

実施形態52は、感圧接着剤層が、第1の感圧接着剤層であり、トップ層が、シリコーン感圧接着剤を含む第2感圧接着剤を含む、実施形態37～41のいずれか1つに記載のテープである。

【0286】

実施形態53は、第2の感圧接着剤層が、第1の感圧接着剤層のシリコーン感圧接着剤と同じシリコーン感圧接着剤を含む、実施形態52に記載のテープである。

【0287】

実施形態54は、トップ層感圧接着剤が、ポリジオルガノシロキサン及び過酸化物硬化剤を含む組成物から調製されたシリコーン感圧接着剤を含む、実施形態52又は53に記載のテープである。

40

【0288】

実施形態55は、トップ層シリコーン感圧接着剤が、ポリジオルガノシロキサン、白金触媒、及び任意の架橋剤を含む組成物から調製される、実施形態52又は53に記載のテープである。

【0289】

実施形態56は、トップ層感圧接着剤上に配置された剥離ライナーを更に含む、実施形態52～55のいずれか1つに記載のテープである。

50

【0290】

実施形態57は、トップ層剥離ライナーが、フルオロポリマー被覆ポリエステル剥離ライナーを含む、実施形態56に記載のテープである。

【0291】

実施形態58は、フルオロポリマーが、フルオロシリコンポリマーを含む、実施形態57に記載のテープである。

【0292】

実施形態59は、2つの主面を有するエラストマーバッキング層であって、耐高温性及び耐炎性エラストマーを含む、バッキング層と、エラストマーバッキング層の第1の主面上に配置された感圧接着剤層であって、シリコン感圧接着剤を含む、感圧接着剤層と、エラストマーバッキング層の第2の主面上に配置された、無機酸化物ネットワークを含むトップ層と、を含む、テープである。

10

【0293】

実施形態60は、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも5%（又は少なくとも10%、少なくとも20%、少なくとも30%、少なくとも40%、少なくとも50%、少なくとも60%、少なくとも70%、少なくとも80%、少なくとも90%、少なくとも100%、少なくとも200%、少なくとも300%、少なくとも400%、少なくとも500%、又は少なくとも600%）の引張伸びを有する、実施形態59に記載のテープである。

【0294】

実施形態61は、引張特性—方法B試験に従って、少なくとも100%（又は少なくとも200%、少なくとも300%、少なくとも400%、少なくとも500%、又は少なくとも600%）の引張伸びを有する、実施形態60に記載のテープである。

20

【0295】

実施形態62は、マスキングテープ（好ましくは、溶射マスキングテープ）である、実施形態59～61のいずれか1つに記載のテープである。

【0296】

実施形態63は、耐高温性及び耐炎性エラストマーが、フルオロエラストマー（FKM）、フルオロシリコン（FVMQ）、ペルフルオロエラストマー（FFKM）、シリコン、又はポリジメチルシロキサンを含む、実施形態59～62のいずれか1つに記載のテープである。

30

【0297】

実施形態64は、耐高温性及び耐炎性エラストマーが、高稠度のシリコンエラストマーを含む、実施形態63に記載のテープである。

【0298】

実施形態65は、トップ層が、無機酸化物マトリックスと、任意の有機バインダを含む、実施形態59～64のいずれか1つに記載のテープである。

【0299】

実施形態66は、無機酸化物マトリックスが、 Al_2O_3 粒子、 $CaCO_3$ 粒子、 TiO_2 粒子、 ZrO_2 粒子、 SiO_2 粒子、酸化鉄粒子、粘土粒子、及びこれらの組み合わせから形成することができる、実施形態65に記載のテープである。

40

【0300】

実施形態67は、無機酸化物マトリックスが、シリカネットワーク（好ましくは、架橋及び／又は相互接続された非晶質シリカネットワーク）を含む、実施形態65又は66に記載のテープである。

【0301】

実施形態68は、シリカネットワークが、シリカナノ粒子から形成される（好ましくは、シリカナノ粒子は多峰性粒径分布を有する）、実施形態67に記載のテープである。

【0302】

実施形態69は、シリカネットワークが、シリカナノ粒子及びカップリング剤から形成

50

されている、実施形態 68 に記載のテープである。

【0303】

実施形態 70 は、無機酸化物マトリックスが、加水分解性オルガノシランの存在下における加水分解性オルガノシリケートの加水分解及び縮合の生成物を含む、実施形態 65 に記載のテープである。

【0304】

実施形態 71 は、トップ層が、有機バインダを更に含む、実施形態 65 ～ 70 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0305】

実施形態 72 は、有機バインダが、トップ層の総重量に基づいて、少なくとも 1 重量%（又は少なくとも 3 重量%、少なくとも 5 重量%）の量で存在する、実施形態 71 に記載のテープである。

【0306】

実施形態 73 は、有機バインダが、トップ層の総重量に基づいて、最大 30 重量%（又は最大 20 重量%）の量で存在する、実施形態 71 又は 72 に記載のテープである。

【0307】

実施形態 74 は、有機バインダが、硬化ポリエポキシ、ポリウレタン、ポリ（メタ）アクリレート、シリコン、ポリイミド、ポリイミドアミドを含む、実施形態 71 ～ 73 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0308】

実施形態 75 は、テープであって、2 つの主面を有するエラストマーバックキング層であって、高稠度のシリコンエラストマーを含む、バックキング層と、エラストマーバックキング層の第 1 の主面上に配置された第 1 の感圧接着剤層であって、シリコン感圧接着剤を含む、第 1 の感圧接着剤層と、エラストマーバックキング層の第 2 の主面上に配置された第 2 の感圧接着剤層であって、シリコン感圧接着剤を含む、第 2 の感圧接着剤層と、を含み、テープが、引張特性—方法 B 試験（実施例セクションにおいて）に従って、少なくとも 100% の引張伸びを有する、テープである。

【0309】

実施形態 76 は、感圧接着剤層のそれぞれの上に配置された剥離ライナーを更に含む、実施形態 75 に記載のテープである。

【0310】

実施形態 77 は、マスキングテープ（好ましくは、溶射マスキングテープ）である、実施形態 75 又は 76 に記載のテープである。

【0311】

実施形態 78 は、引張特性—方法 B 試験に従って、少なくとも 200%（又は少なくとも 300%、少なくとも 400%、少なくとも 500%、又は少なくとも 600%）の引張伸びを有する、実施形態 75 ～ 77 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0312】

実施形態 79 は、テープが、火炎及び高温破壊に対する耐性を持つ、実施形態 1 ～ 78 のいずれか 1 つに記載のテープである。

【0313】

実施形態 80 は、テープが、HVOF 溶射コーティングプロセス中に使用されるときに発生する火炎、高温破壊、高速粒子及びガス並びに高いガス圧に対する耐性を持つ、実施形態 79 に記載のテープである。

【実施例】

【0314】

本発明の様々な実施形態の目的及び利点を、以下の実施例により更に示すが、これらの実施例に記載の特定の材料及びその量は、他の条件及び詳細と同様に、本発明を不当に限定するものと解釈してはならない。これらの実施例は、単に例示目的のみのものであり、添付の特許請求の範囲を限定することを意味するものではない。

【表 1 - 1】

材料

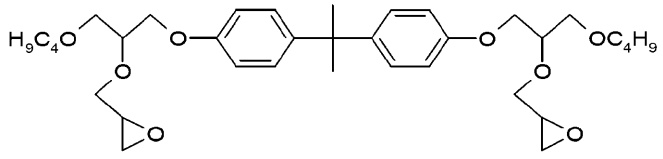
名称	説明
シリコーンゴム 1	白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムであると考えられる未硬化シリコーンゴム材料を入手し、Alpha Associates, Inc., Lakewood, NJに提供して、そこでこれを加工及び熱硬化させて、0.040インチ(1.0ミリメートル)又は0.025インチ(0.64ミリメートル)の公称厚さ、約62の公称ショアA硬度、1300ポンド/平方インチ(9.0メガパスカル)の破断時引張強度、780%の破断時伸び、50%伸長時の約190ポンド/平方インチ(1.3メガパスカル)の弾性率、及び49.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供した。
シリコーンゴム 2	過酸化物を含有する、充填された、高稠度シリコーンゴムであると考えられる未硬化シリコーンゴム材料を、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MI から商品名 SLM15029で入手し、これをAlpha Associates, Incorporated, Lakewood, NJに提供して、そこでこれを加工及び熱硬化させて、0.026インチ(0.66ミリメートル)の公称厚さ、約58の公称ショアA硬度、1500ポンド/平方インチ(10.3メガパスカル)の破断時引張強度、640%の破断時伸び、50%伸長時の220ポンド/平方インチ(1.5メガパスカル)の弾性率、及び39.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供した。
シリコーンゴム 3	白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムであると考えられる未硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手し、Alpha Associates, Incorporated, Lakewood, NJに提供して、そこでこれを加工及び熱硬化させて、0.040インチ(1.0ミリメートル)の公称厚さ、約72の公称ショアA硬度、1200ポンド/平方インチ(8.3メガパスカル)の破断時引張強度、700%の破断時伸び、50%伸長時の286ポンド/平方インチ(2.0メガパスカル)の弾性率、及び56.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供した。
シリコーンゴム 4	白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムであると考えられる未硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手し、Alpha Associates, Incorporated, Lakewood, NJに提供して、そこでこれを加工及び熱硬化させて、0.040インチ(1.0ミリメートル)の公称厚さ、77の公称ショアA硬度、1047ポンド/平方インチ(7.2メガパスカル)の破断時引張強度、600%の破断時伸び、50%伸長時の344ポンド/平方インチ(2.4メガパスカル)の弾性率、及び52.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供した。
シリコーンゴム 5	0.076インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、約65の公称ショアA硬度、1230ポンド/平方インチ(8.5メガパスカル)の破断時引張強度、740%の破断時伸び、50%伸長時の230ポンド/平方インチ(1.6メガパスカル)の弾性率、及び51.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有する、白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手した。
シリコーンゴム 6	0.076インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、約69の公称ショアA硬度、1425ポンド/平方インチ(9.8メガパスカル)の破断時引張強度、410%の破断時伸び、50%伸長時の250ポンド/平方インチ(1.7メガパスカル)の弾性率、及び20.3キロニュートン/メートルの引裂強度を有する、白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手した。
シリコーンゴム 7	0.076インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、約64の公称ショアA硬度、1280ポンド/平方インチ(8.8メガパスカル)の破断時引張強度、625%の破断時伸び、50%伸長時の204ポンド/平方インチ(1.4メガパスカル)の弾性率、及び30.3キロニュートン/メートルの引裂強度を有する、白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手した。
シリコーンゴム 8	0.080インチ(2.0ミリメートル)の公称厚さ、約62の公称ショアA硬度、1490ポンド/平方インチ(10.3メガパスカル)の破断時引張強度、730%の破断時伸び、50%伸長時の167ポンド/平方インチ(1.2メガパスカル)の弾性率、及び37.2キロニュートン/メートルの引裂強度を有する、白金触媒を含有する、充填された、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を、Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから入手した。
シリコーンゴム 9	白金触媒を含有し、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を加工し、熱硬化させて、0.075インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、50の公称ショアA硬度、1700ポンド/平方インチ(11.6メガパスカル)の破断時引張強度、1035%の破断時伸び、50%伸長時の154ポンド/平方インチ(1.1メガパスカル)の弾性率、及び40.6キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供し、これは商品名 ELASTOSIL R+4000/50で入手可能であり、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MIから入手した。

10

20

30

【表 1 - 2】
(上記表の続き)

名称	説明
シリコーンゴム 10	白金触媒を含有し、付加硬化性の、高稠度シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を加工し、熱硬化させて、0.075インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、61の公称ショアA硬度、1615ポンド/平方インチ(11.1メガパスカル)の破断時引張強度、900%の破断時伸び、50%伸長時の230ポンド/平方インチ(1.6メガパスカル)の弾性率、及び46.6キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供し、これは商品名 ELASTOSIL R+4000/60で入手可能であり、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MIから入手した。
シリコーンゴム 11	白金触媒を含有し、付加硬化性の、液状シリコーンゴムに基づくと考えられる硬化シリコーンゴム材料を加工し、熱硬化させて、0.074インチ(1.9ミリメートル)の公称厚さ、52の公称ショアA硬度、1760ポンド/平方インチ(12.1メガパスカル)の破断時引張強度、600%の破断時伸び、50%伸長時の130ポンド/平方インチ(0.9メガパスカル)の弾性率、及び23.8キロニュートン/メートルの引裂強度を有するシート材料を提供し、これは商品名 ELASTOSIL LR 3003/50 A-BでWacker Chemical Corporation, Adrian, MIから入手した。
シリコーンゴム 12	以下の変更を加えて、下記実施例 11 の表 14 に記載の RTV シリコーン組成物を用いて、ゴム材料の硬化シートを得た。硬化抑制剤を使用しなかった。未硬化組成物を、以下の変更を加えて、試験方法「引張特性-方法A」に記載のプロセスを使用して硬化させた。U字型ゴムスプーサーは、0.040インチ(1.0ミリメートル)の公称厚さを有し、室温(72°F(22°C))で24時間硬化させた。0.040インチ(1.0ミリメートル)の公称厚さ、46の公称ショアA硬度、980ポンド/平方インチ(6.8メガパスカル)の破断時引張強度、340%の破断時伸び、50%伸長時の150ポンド/平方インチ(1.0メガパスカル)の弾性率、及び26.0キロニュートン/メートルの引裂強度を有する透明シート材料を得た。
PY4122	柔軟な二官能性ビスフェノールAベースのエポキシ樹脂であり、313~390グラム/当量のエポキシ当量を有し、その大部分(少なくとも60重量%)が、Huntsman Corporation, The Woodlands, TXから商品名ARALDITE PY 4122 Resinで入手可能な、2,2'-(1-メチルエチリデン)ビス[4,1-フェニレンオキシシ[1-(ブトキシメチル)エチレン]オキシメチレン]]ビスオキシラン。 
MX150	40重量%のポリブタジエン(PBd)-アクリル系コアシェルゴム(CSR)粒子を含有する液状ビスフェノールA系エポキシ樹脂であって、297~323グラム/当量のエポキシ当量及び50°Cで4000~33000センチポアズの粘度を有し、Kaneka Corporation, Tokyo, Japanから商品名KANE ACE MX-150で入手可能。
EPON 828	Hexion Incorporated, Columbus, OHより商品名EPON 828で入手可能な、185~192グラム/当量のエポキシ当量を有する二官能性ビスフェノールA/エピクロロヒドリン誘導液体エポキシ樹脂。
CE10P	パーサチック酸10のグリシジルエステル、およそ240グラム/モルのエポキシ当量を有する、高度に分枝化したC10異性体の合成飽和モノカルボン酸であり、Hexion Incorporated, Columbus, OHから商品名CARDURA E10P GLYCIDYL ESTERで入手可能。
ETTTP	エトキシ化トリメチロールプロパントリス(3-メルカプトプロピオネート)、Evans Chematics, Teaneck, NJから商品名THIOCURE ETTTP 700で入手可能な、およそ700グラム/モルの分子量を有する三官能性ポリチオール硬化剤。
PEMP	ペンタエリシトールテトラ(3-メルカプトプロピオネート)、Evans Chematics, Teaneck, NJより商品名THIOCURE PETMPで入手可能な、489グラム/モルの分子量を有する四官能性ポリチオール硬化剤。
K54	2,4,6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール、Evonik Industries, Essen, Germanyより商品名ANCAMINE K-54で入手可能な硬化触媒。
K61B	Evonik Corporation, Allentown, PAから商品名ANCAMINE K61Bで入手可能なトリス(ジメチルアミノメチル)フェノールトリ(2-エチルヘキソエート)からなるアミン塩触媒/硬化剤。
DBU	MilliporeSigma, St. Louis, MOより入手可能な硬化触媒である1,8-ジアザビシクロ(5.4.0)ウンデ-7-エン。
BPBA	Chemische Fabrik Berg GmbH, Bitterfeld-Wolfen, Germanyより入手可能な、294.3グラム/モルの分子量を有する置換バルビツール酸誘導体である1-ペンジル-5-フェニルバルビツール酸。これを、EPON 828中5重量%溶液として用いた。
OFS6040	Dow Corning Corporation, Midland, MIより商品名XIAMETER OFS-6040 SILANEで入手可能な接着促進剤であるグリシジルプロピルトリメトキシシラン。

10

20

30

40

【表 1 - 3】
(上記表の続き)

名称	説明
L07N	24～32パスカル秒の粘度及び20℃で1.15グラム/立方センチメートルの比重を有する、ビスフェノールA/エピクロロヒドリン誘導エポキシ樹脂と、フェノールノボラック樹脂と、ホウ酸エステル化合物との混合物を含有する淡黄色液体、これは、Shikoku Chemicals Corporation, Marugame, Kagawa Prefecture, Japanから商品名SHIKOKU CUREDUCT L-07N で入手可能な、エポキシ樹脂に改善された貯蔵安定性を提供するために使用され得る付加物安定剤として記載される。
FXR-1081	110～120のアミン価、4マイクロメートルの平均粒径、及び115～125℃軟化点を有する白色粉末として提供され、T & K Toka Corporation, Iruma-Gun, Saitama, Japan. から商品名FUJICURE FXR-1081で入手可能な、変性脂肪族ポリアミン潜在性硬化剤及び硬化促進剤/触媒。
TMPMP	トリメチロールプロパントリス(3-メルカプトプロピオネート)、399グラム/モルの分子量、136～140グラム/当量の水素当量、150ミリパスカル秒の回転粘度を有し、Evans Chematics, Teaneck, NJから商品名THIOCURE TMPMPで入手可能な、三官能性ポリチオール硬化剤。
GPM-800LO	3～4ミリ当量/グラムのメルカプタン価及び3～5のpHを有し、Gabriel Performance Products Limited Liability Company, Akron, OHからGABEPRO GPM-800LOの商品名で入手可能なメルカプタン末端液体硬化剤。
BYK 378	20℃で1.02グラム/立方センチメートルの密度及び68° Fで1.440の屈折率を有する、BYK USA, Wallingford, CTから商品名BYK 378で入手可能な、溶媒を含まないポリエーテル変性ポリ(ジメチルシロキサン)シリコーン表面添加剤。
RTV成分A	25℃でおよそ1.08グラム/立方センチメートルの密度、23℃で40,000～70,000ミリパスカル秒の動的粘度を有し、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MIから商品名ELASTOSIL RTV M4641 PART Aで入手可能な、ビニル基、ポリジメチルシロキサン、及び白金触媒を有するポリジメチルシロキサンを含有する透明材料。
RTV成分B	25℃でおよそ0.97グラム/立方センチメートルの密度、23℃で500～1000ミリパスカル秒の動的粘度を有し、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MIから商品名ELASTOSIL RTV M4641 PART Bで入手可能な、官能基を有するポリジメチルシロキサンを含有する無色材料。
硬化抑制剤	25℃でおよそ0.97グラム/立方センチメートルの密度、23℃で800～1200ミリパスカル秒の動的粘度を有し、Wacker Chemical Corporation, Adrian, MIから商品名INHIBITOR PT 88で入手可能な、ビニル末端ポリジメチルシロキサンに加えて補助剤を含有する透明液体硬化抑制剤。
IPA	VWR Analytical, Radnor, PAから入手可能な、イソプロピルアルコール、99.5%の分析した最小純度。
オルガノシリカゾル	Nissan Chemical America Corporation, Houston, TXから商品名ORGANOSILICASOL IPA-STで入手可能な、2.0～4.0のpH値、0.96～1.02グラム/立方センチメートルの20℃での密度、10～15ナノメートルの粒径範囲(BETによる)、及び30%～31%の公称SiO ₂ 含有量を有する、イソプロパノール中のヒュームドシリカの乳白色ゾル-ゲル分散液。
N2326	Nalco Water Division of Ecolab Incorporated, Naperville, ILから商品名NALCO 2326で入手可能な、15重量%の固形分、5ナノメートルの粒子サイズ、及び9のpHを有する、アンモニア安定化コロイドシリカ。
N1115	Nalco Water Division of Ecolab Incorporated, Naperville, ILから商品名NALCO 1115で入手可能な、15重量%の固形分、4ナノメートルの粒径、及び10.5のpHを有する、ナトリウム安定化コロイドシリカ。
APS-1	Momentive Performance Materials Incorporated, Waterford, NYから商品名SILQUEST A-1100で入手可能な、0.95グラム/立方センチメートルの20℃の密度及び1.420の25°での屈折率を有する、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン。
APS-2	Gelest Incorporated, Morrisville, PAから入手可能な3-アミノプロピルトリエトキシシラン。
OFS6040	Dow Corning Corporation, Midland, MIより商品名XIAMETER OFS-6040 SILANEで入手可能な接着促進剤であるグリシジルプロピルトリメトキシシラン。
ES	Gelest Incorporated, Morrisville, PAから入手可能な(3-グリシドキシプロピル)トリメトキシシラン。
VS	Gelest Incorporated, Morrisville, PAから入手可能なビニルトリメトキシシラン。
TMOS	Alfa Aesar, Tewksbury, MAから入手可能なテトラメトキシシラン(TMOS)98%。
剥離ライナー	Siliconature Limited Liability Company, Chicago, ILから商品名SILFLU S 50 M 1R88001 CLEARで入手可能な、片面にシリコーンコーティングを有し(フルオロシリコーンであると考えられる)かつ15グラム/インチの剥離力を呈する、厚さ0.002インチ(50マイクロメートル)のポリエステルフィルム。

10

20

30

40

【表 1 - 4】
(上記表の続き)

名称	説明
シリコンPSA	Momentive Performance Materials Incorporated, Waterford, NY, 12188から商品名 SILGRIP PSA810で入手可能な、61重量%のシリコン固形分及び25℃で85.000センチポアズの粘度を有するトルエン溶液として提供される、ポリシロキサンガムと樹脂とを含有するシリコン感圧接着剤。
シリコン樹脂	Momentive Performance Materials Incorporated, Waterford, NYから商品名 SILGRIP SR545 RESINで入手可能な、トルエン中の60重量%のシリコン固形分、1.05グラム/立方センチメートルの密度、及び25℃で11センチポアズの粘度を有する、シリコン樹脂溶液。
DBPO	Arkema Incorporated, King of Prussia, PA 19406から商品名 LUPEROX A75で入手可能な、77重量%の過酸化ジベンゾイルと共に水に吸収される残部を含有する白色の自由流動性粉末。
SR500	Momentive Performance Materials, Incorporated, Waterford, NYから商品名 SILGRIP SR500で入手可能な、0.71グラム/立方センチメートルの密度及び25℃での2～10センチポアズの粘度を有する、主にヘキサン、少量のトルエンである溶媒系中にケイ酸のテトラエチルエステル及びオクタメチルシクロテトラシロキサンを9～13重量%固形分で含有するシリコンプライマー溶液。
91022	3M Company, St. Paul, MNから商品名 3M ADHESIVE TRANSFER TAPE 91022で入手可能な、0.002インチ(51マイクロメートル)厚のシリコン接着剤を、0.002インチ(51マイクロメートル)厚の白色ポリエステルライナー上に有する接着剤転写テープ。
CT 1	Green Belting Industries Limited, Buffalo, NYから商品名 HVMT ORANGEで入手可能な、0.020インチ(0.51ミリメートル)の公称厚さを有し、ガス燃料HVOF用に設計されたシリコンコーティングされた繊維ガラステープ。
CT 2	Rogers Corporation, Narragansett, RIから商品名 DeWAL DW 500-40で入手可能な、ガラスクロス及びシリコンゴムで構成され、過酷なHVOF用途用に設計された高温溶射マスキングテープ。
CT 3	Rogers Corporation, Narragansett, RIから商品名 DeWAL DW 501で入手可能な、ガラスクロスの積層体、青色シリコンゴムを含有し、0.004インチ(0.10ミリメートル)であり、HVOF用途を含む過酷な条件のために設計された、高温溶射マスキングテープ。
CT 4	Saint-Gobain Performance Plastics Composites Corporation - North America, Hoosick Falls, NYから商品名 CHR TAPE 2975-8Rで入手可能な、0.178ミリメートルの厚さを有する繊維ガラス/シリコンゴムバックキング、厚さ0.089ミリメートルの高温シリコン接着剤、0.267ミリメートルの全体テープ厚を有する、グリットブラスト及びプラズマスプレープロセスの両方のために設計されたガラス-シリコン感圧接着テープ。
CT 5	Saint-Gobain Performance Plastics Composites Corporation - North America, Hoosick Falls, NYから商品名 CHR TAPE H7575で入手可能な、0.445ミリメートルの厚さを有する繊維ガラス/シリコンゴムバックキング、厚さ0.089ミリメートルの高温シリコン接着剤、0.533ミリメートルの全体テープ厚を有する、溶射マスキング及び高速フレイム溶射(HVOF)プロセスに使用される過酷な使用に耐える感圧接着テープ。
IEx	Alfa Aesar, Tewksbury, MAから商品名 AMBERLITE IR120 Hで入手可能な、スルホン化ポリスチレン型のゲル型強酸性陽イオン交換樹脂。
硝酸	EMD Millipore Corporation, Billerica, MAから入手可能な50～70%の濃度を有する硝酸 GR ACS。
ALN	Sigma-Aldrich Corporation, Saint Louis, MOからこの商品名で入手可能な、90-100%の、375.1グラム/モルの分子量を有する、硝酸アルミニウム非水和物。
X-100	Sigma-Aldrich Corporation, Saint Louis, MOから商品名 TRITON X-100で入手可能な、90-100%の、4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェニル-ポリエチレングリコール。

【0315】

試験方法

剥離接着強度－方法A

テープサンプルの剥離接着強度を、概ね、ASTM D3330:「感圧テープの剥離接着についての標準試験法－試験法F」に従って、以下に要約するように、調整、剥離速度、初期遅延時間、及び測定時間に対する特定の修正を加えて評価した。10グラム～10キログラム(0.022～22ポンドの力)の範囲のロードセル力を有し、角度可変剥離用治具を装備したIMASS SP-2000滑り/剥離試験機(IMASS, Incorporated, Accord, MA)を使用した。幅2インチ×長さ5インチ×厚

10

20

30

40

50

さ0.050インチ（5センチメートル×12.7センチメートル×1.27ミリメートル）のステンレス鋼パネルを、メチルエチルケトン（MEK）及び清潔な無リンティッシュを使用して2回拭いた後、ヘプタン及び清潔な無リンティッシュを使用して2回拭いた。幅1インチ×長さ6インチ（2.5センチメートル×15.2センチメートル）のテープサンプルを提供した。剥離ライナーを取り外した後、テープサンプルの一方の端部がパネルの一方の端部を超えて少なくとも1インチ（2.5センチメートル）延在して把持タブとして機能するように、テープサンプルを、洗浄されたステンレス鋼パネルの長さに沿って配置し、中心に置いた。次いで、テープサンプルの全長を、4.5ポンド（2.04 kg）のゴムコーティングされた自動ローラーの1回の通過を使用して圧延して、テープサンプルをその上に有するステンレス鋼パネルの試験アセンブリを得た。試験アセンブリを、評価前に73.4°F（23℃）及び50%RHで約30分間放置した。調整された試験アセンブリをIMASS剥離試験機の上に置いた。次いで、テープの把持タブの端部を使用して、テープサンプルを90度の角度及び12インチ／分の剥離速度（30.5センチメートル／秒）で剥離した。平均剥離接着強度をオンス（oz）／インチで記録し、ニュートン／デシメートル（N／dm）で報告した。各テープサンプルから2回から3回の試験を行った。

10

【0316】

剥離接着強度－方法B

コーティングされたシリコンゴム基材のトップコーティング層に対するシリコン感圧接着剤の剥離接着強度を、以下の修正を加えて、試験法「剥離接着強度－方法A」に記載されているように測定した。上に様々なトップ層を有するコーティングされたシリコンゴム基材を、ステンレス鋼試験パネルに接着した。コーティングされたシリコンゴム基材がトップ層の反対側に接着剤を有さなかった場合、両面テープを使用して、コーティングされた基材を試験パネルに接着させた。トップコーティング層を有するものと反対側のゴム基材の面にシリコン感圧接着剤を含有するコーティングされたシリコンゴム基材のサンプルを、第2のサンプルのシリコン感圧接着剤が、第1のコーティングされたシリコンゴム基材のトップコーティング層と密接に接触させるように、第1のコーティングされた表面に接着させ、次いで、4.5ポンド（2.04 kg）のゴムコーティングされた自動ローラーを使用して圧延した。場合によっては、サンプルをエージングした後、試験前に室温まで平衡化させた。エージング条件は以下の通りであった。条件A：120°F（49℃）で2週間、条件B：120°F（49℃）で4週間、及び条件C：90°F（32℃）及び相対湿度90%（RH）で2週間。平均剥離接着強度をオンス（oz）／インチで記録し、ニュートン／デシメートル（N／dm）で報告した。

20

30

【0317】

剥離接着強度－方法C

剥離接着強度は、以下のように主観的に評価した。試験法「T型剥離接着強度－方法B」に記載のように調製した試験テープのサンプルを、その接着面をシリコンゴム基材のトップコーティング面と接触させて適用し、手で擦って拭いて試験物品を得た。次いで、試験テープを、およそ180度の角度で剥離した。試験テープの除去が、トップコーティングされたシリコンゴム基材のいくらかの伸びを視覚的に引き起こした場合、試験物品は、結合が十分に強いことを示す「合格」と評価された。試験テープの除去が、トップコーティングされたゴム基材のわずかな伸びも引き起こさなかった場合、試験物品は「不合格」と評価された。全ての評価は室温で行われ、一部の試験物品は室温で数日間放置した後試験された。

40

【0318】

T型剥離接着強度－方法A

幅6インチ×長さ8インチ（15.2センチメートル×20.3センチメートル）に測って切った、0.043～0.059インチ（1.1～1.5ミリメートル）の範囲の厚さを有するシリコンゴムシートのコロナ処理表面上に、ナイフコーティング装置を使用して未硬化エポキシ樹脂組成物を適用して、0.003インチ（76マイクロメートル）

50

のコーティング厚を準備する。シリコンゴムのコロナ処理は、使用前に2週間以内に完了した。適用前に、ゴムシート的一端で最後の1インチ（2.5センチメートル）の長さをテープ止めして、第2の基材を第1の基材から分離できるようにした。適用後、同じシリコンゴムシートの第2のサンプルのコロナ処理表面を、露出した未硬化エポキシ樹脂組成物に押し付けた。次いで、このアセンブリを、次のプロトコルのうちの1つを使用して硬化させた：1）オープン内において212°F（100℃）で1時間（一成分型組成物について）、2）室温で24時間、続いて176°F（80℃）で30分間（実施例7）、又は3）室温で24時間、硬化させた（実施例8）。硬化後、得られた積層構造体の各長さ方向縁部から0.5インチ（12.5ミリメートル）をトリミングした。次に、1インチ×8インチ（2.54センチメートル×20.3センチメートル）を測定した5つのサンプルを切り取り、200ポンドの力のロードセルを備えた引張試験機を使用して、室温でのT型剥離接着力強度（180度の剥離角度）について評価した。クロスヘッド速度は、12インチ/分（30.5センチメートル/分）であった。積層体サンプルの1つの自由端（剥離させたセクションから得られる）を引張試験機の上側のジョーでクランプし、残りの自由端を下側のジョーでクランプした。剥離長さの最初の1インチから得られたデータを無視し、次の4インチから得られたデータを記録した。3～5個のサンプルの平均をオンス/インチ（ニュートン/デシメーター）で記録した。損傷モードでは次のように、凝集（エポキシ樹脂組成物内で生じた損傷）又は基材（シリコンゴムの裂け）について記録した。

【0319】

T型剥離接着強度－方法B

試験テープ物品を、以下のように調製した。一方がIPA中2.5重量%の濃度のオルガノシリカゾルを含有し、他方がIPA中の2.5重量%の濃度でAPS-2を含有する、2つの別個の溶液を調製した。これらを合わせて、IPA中のオルガノシリカゾル：APS-2比95：5（w：w）を得た。この溶液を、#10ワイヤ巻線メイヤーロッド（Mayer Rod）と共に使用して、0.001インチ（25マイクロメートル）厚のポリエステル（PET）フィルムのコロナ処理された面をコーティングし、次いで220°F（104℃）の強制空気オープン内で5分間乾燥させた。実施例11に記載のように調製され、その剥離ライナーのうちの1つが除去されたシリコーン感圧接着剤転写テープ（ATT）を、PETフィルムのコーティングされた面に積層し、ATTの露出した接着面をPETフィルムのコーティングされた表面と密着させ、気泡を排除した。試験テープ物品をこれにより提供した。

【0320】

様々なトップ層を、#18ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用してシリコンゴム1上にコーティングし、次いで、強制空気オープン内で149℃で5分間乾燥及び硬化させた。様々なシリカ含有トップ層をその上に有するシリコンゴム基材を得た。

【0321】

試験テープ物品及びその上に様々なシリカトップ層を有するシリコンゴム基材の両方を、約1インチ（2.54センチメートル）幅×6インチ（15.2センチメートル）の長さのストリップに切断し、2インチ（5.1センチメートル）のゴムハンドローラーを使用して室温で手で一緒に積層し、これにより、試験テープ物品のシリコーン接着剤の露出した表面（第2の剥離ライナーの除去後）を、コーティングされたゴム基材のシリカ層と密接に接触させた。

【0322】

得られた多層試験物品を、試験テープの約1インチ（2.5センチメートル）の試験テープをシリコンゴム基材から引き剥がして、試験テープ上にタブ部分を提供することによって評価した。シリコンゴム基材の露出した部分を、350°F（177℃）の強制空気オープン内のハンガーに取り付け、10分間平衡化させた。10分後、試験テープのタブ部分から、金属バインダークリップを使用して300グラムの重量を掛け、試験テープをシリコンゴム基材から180度の角度で剥離させた。オープン内の窓を通して重量

を観察し、その剥離速度を視覚的に決定した。10秒当たり1インチ未満の速度を「合格」と定義し、10秒当たり1インチ以上の速度を「不合格」と定義した。加えて、損傷モード（凝集、接着、混合）も記録した。混合損傷モードがより少ない凝集損傷モードが最も望ましい。接着損傷モードは許容できない。

【0323】

引張特性－方法A

引張特性は、ASTM 638-08：「プラスチックの引張特性についての標準試験法」によって実施した。引張試験片は、底部から頂部までの順に、かつ卓上に平らに置かれたアセンブリ：第1のガラスプレート、ガラスプレート上の剥離ライナー、0.062インチ（1.57ミリメートル）の公称厚さ及びU字形状の開口領域を有するU字型ゴムスペーサーと、スペーサーの開放領域内部の未硬化エポキシ樹脂と、未硬化エポキシ上の剥離ライナーと、第2のガラス板と、を有する、アセンブリを提供することによって調製した。金属バインダークリップを使用して、アセンブリを一緒に固定した。アセンブリを212°F（100°C）のオーブン内に1時間置いた。エポキシ樹脂の硬化サンプルを硬化させた後、アセンブリから取り出し、次いで、ASTM 638-08のV型ダイを使用して試験片に切断し、Instron Model 1122 Tensile Tester（Instron, Norwood, MA）を使用して、5センチメートル／分のひずみ速度で評価した。弾性率（1平方インチ当たりのポンド（psi）及びメガパスカル（MPa））及び最終的な（破断時）伸び（%）記録した。

10

【0324】

引張特性－方法B

ASTM D-3759/D 3759M-05の感圧テープの破断強度及び伸びについての標準試験法に従って、以下の修正を用いて試験した。非伸張性テープサンプルについては、手順Aは、以下の注記が続いた：テープサンプルは幅1インチ（2.54センチメートル）であった。高伸張性テープサンプルについては、手順Cに、以下の修正を使用した：クロスヘッド速度は10インチ／分（254ミリメートル／分）であった。2つ又は3つの試験片を評価し、破断時の平均引張伸び（%）を報告した。

20

【0325】

引張特性－方法C

様々なシリコンゴム基材についての最終的な（破断）引張応力及びひずみは、ダイ「D」を使用して、ASTM D412-15：「加硫ゴム及び熱可塑性エラストマーについての標準試験法－張力」に記載されるように決定した。サンプルを、ダイDを使用して硬化（架橋）スラブから切断し、MTS Insight Tensiometer（MTS Systems Corporation, Eden Prairie, MN）を使用して、1キロニュートンロードセルを装備して、500ミリメートル／分の試験速度の分離速度で23°Cで試験した。付随するソフトウェア、MTS TestWorks 4（v. 4.12F）を使用して、破断時引張伸び（%）、並びに引張靱性を計算し、これを応力－ひずみ曲線下面積とし、メガパスカルで報告した。

30

【0326】

円筒形マンドレル屈曲

未硬化エポキシ樹脂組成物を、ナイフコーティング装置を使用して、幅2.5インチ×長さ6インチ（6.4cm×15.2cm）に測って切ったシリコンゴムシート（シリコンゴム1）のコロナ処理表面上に、未硬化エポキシ樹脂組成物を適用して、0.012インチ（0.3ミリメートル）のコーティング厚を提供し、次いで212°F（100°C）のオーブン内で1時間硬化させた。オーブンフェース硬化後、そのサンプルを、直径2ミリメートルのマンドレルを備えたELCOMETER 1506円筒形マンドレル屈曲試験機（ELCOMETER, Incorporated, Rochester Hills, MI）を使用して、サンプル屈曲時の亀裂形成について評価した。硬化エポキシ樹脂サンプルの幅2.5インチ（6.4センチメートル）の端部を、マンドレル試験装置の下側のジョーにクランプした。次いで、その試験装置を、コーティングサンプルがロー

40

50

ラーとマンドレルバーとの間に挟まれるような様式で組み立て、続いて、コーティングサンプルがマンドレルの周囲の反転「U」字形状に屈曲されるように（すなわち、およそ180度の角度で）、ローラーをマンドレルバーの上で回転させた。次いで、サンプルを装置から取り出し、屈曲された材料の部分に沿った亀裂の形成又は層間剥離について検査した。亀裂が存在する場合、又はシリコンゴムシートと硬化エポキシ樹脂組成物との間に層間剥離が観察された場合、その結果は「不合格」として記録し、屈曲された表面上のいずれの場所にも亀裂が存在せず、層間剥離は観察されなかった場合、その結果は「合格」と記録した。

【0327】

ショアA硬度

シリコンゴム材料のショアA硬度は、ASTM D2240-15：「ゴム特性についての標準試験法—デュロメーター硬度」に従って測定した。

【0328】

タンデルタ（動的機械分析（DMA））

動的機械分析（DMA）は、引張グリップを備えたRSA-G2 SOLIDS ANALYZER（TA Instruments, New Castle, DE）を使用して実施した。サンプルを、幅約0.25インチ（0.64センチメートル）、長さ2インチ（5.1センチメートル）に切断した。長さを「粒子」又は機械方向に沿って配向した。0.2ニュートンの初期静的軸力を適用して、サンプル中のたるみを取り除いた。静的軸力は、常に動的振動力よりも50%大きかったため、サンプルは実験中に圧縮モード変形に供されることはなかった。窒素パージされた力対流式オープンを使用して温度を制御した。液体窒素を使用して、副周囲温度を達成した。サンプルを初期試験温度50℃で充填し、実験中、温度を10℃刻みで-60℃の最終温度まで下降させ、各工程で3分間平衡化した。各温度工程において、サンプルを、0.1Hz～10Hzの周波数で、0.05%のひずみで引張振動に供した。0.1ニュートン及び1ニュートンの境界内の振動力を維持するために、自動ひずみを適用した。サンプルは、測定されたDMA特性が適用されたひずみの関数ではないように、このひずみの範囲内で線形粘弾性挙動に従うことが見出された。マスター曲線は、時間—温度換算（TTS）則を使用して、20℃の基準温度で構築した。結果を周波数の関数としてプロットした。20℃での周波数掃引結果を固定したまま維持し、一方、他の温度での周波数掃引結果を、次いで周波数軸に沿って水平方向にシフトさせて、貯蔵弾性率（ E' ）の結果を互いに重ね合わせてマスター曲線を形成した。次いで、10キロヘルツ及び20℃におけるタンデルタ（ $\tan(\delta)$ ）（損失弾性率／貯蔵弾性率）（ E''/E' ）の比の値として定義される）を、マスター曲線結果から決定した。より高いタンデルタ値は、HVOF溶射プロセスに曝されたときに侵食及び破壊に対する耐性に寄与すると考えられるより大きな強靱性を示すものとしてとらえられた。

【0329】

引裂き抵抗

様々なシリコンゴム基材の引裂き抵抗を、ダイBを使用して、ASTM D624：「従来の加硫ゴム及び熱可塑性エラストマーについての標準試験法」に従って試験して、硬化（架橋）材料の試験片を得た。これらを、1キロニュートンのロードセルを備えたMTS Insight Tensiometer（MTS Systems Corporation, Eden Prairie, MN）を使用して、500ミリメートル／分の速度で評価した。データ分析を添付のソフトウェア、MTS TestWorks 4（v. 4.12F）で行った。3枚の試験片を評価し、平均引裂き抵抗を、キロニュートン／メートルで記録した。

【0330】

HVOFスプレー

長さ14インチ×幅12インチ×厚さ0.25インチ（35.6センチメートル×30.5センチメートル×0.64センチメートル）、2B仕上げを有する304型ステンレ

10

20

30

40

50

ス鋼パネルを、リントフリーティッシュを使用してメチルエチルケトンで3～5回、次いでリントフリーティッシュを使用してヘプタンで3～5回拭いて洗浄した。1インチ×2.5インチ(2.5センチメートル×6.4センチメートル)の2つのテープサンプルを提供した。これらを、洗浄されたステンレス鋼パネル上に少なくとも2インチ離し、手圧を使用してゴムローラーで圧延し、次いで、テープ試験片とステンレス鋼基材との間の密接な接触を確実にし、並びに気泡を除去するために硬質プラスチックキーを入れた。その上に2つのテープ試験片を有するステンレス鋼試験パネルの得られた試験アセンブリを、室温でおよそ4日間放置した。次いで、試験アセンブリを、35ポンド/平方インチ(241キロパスカル)の圧力、3～4インチのスタンドオフ距離、36グリットバージンアルミニウム酸化物の研磨剤グリット(Illinois Valley Minerals, LLC, Tonica, IL)、及び金属表面を研磨するためのモデルPF-3648 PRO仕上げキャビネットPF-3648 PRO FINISH CABINET(Empire Abrasive Equipment Company, Langhorne, PAから入手可能)を用いた一貫した掃引ハンド動作でのグリットブラストプロセスを使用してエッチングした。

【0331】

エッチング(グリットブラスト)後、試験アセンブリを、-45+5マイクロメートルの公称粒径を有する炭化タングステン:コバルト(88:12/w:w)粒子の粉末DIAMALLOY 2004 from Oerlikon Metco, Pfaffikon, Switzerland)に曝露し、これは、試験パネルに対して75～88度の角度で位置付けられた、DJC制御ユニット、9MP-J閉ループ粉末供給ユニット、DJ8-9粉末注入器、DJ2701エアキャップ、及びDJ7-9型2700ノズル(全て、Oerlikon Metco, Pfaffikon, Switzerlandから入手可能)を装備したDIAMOND JET Model DJ9W、天然ガス燃料の水冷ユニット、及び各パス当たりおよそ0.0004インチ(10マイクロメートル)の材料を適用するために5ポンド/時(2.27キログラム/時)粉末供給速度を使用するHVOFスプレープロセスによって行われた。スプレーパターンは、1メートル/秒の横断速度及び4ミリメートルの増分で実行されるようにプログラムされたSYSTEM R-J3 Model F-48941 CONTROLLER(FANUC America Corporation, Detroit, MIから入手可能)を備えたModel ARC MATE 120iでロボット制御して、試験アセンブリの全表面が完全にスプレーコーティングされた。サイクルは、この方法で試験アセンブリの完全コーティングとして定義された。5～8サイクルの後、テープ試験片を評価して、剥離などによってテープが除去されたか、又は下にあるステンレス鋼パネルが溶射プロセスによってコーティング若しくは損傷されることをもはや防げないほど腐食させたかどうかを判定した。これらの条件のいずれも観察されなかった場合、テープは、その時点まで完了したサイクル数を通してと見なされ、HVOF溶射プロセスを再開させた。最大28サイクルを実行した。更に、HVOF溶射プロセスによって摩耗したゴム基材の量も記録した。個々のテープサンプルの結果及び2つの試験片の平均を報告した。テープ試験片群を同じ日に試験して、群内の比較を可能にした。異なる日に実行した群は、互いにわずかな変化を示すことが見出されたが、一般的な傾向は依然として保持することが見出された。

【0332】

HVOFオーバーラップスプレー

長さ14インチ×幅12インチ×厚さ0.25インチ(3.5.6センチメートル×30.5センチメートル×0.64センチメートル)、2B仕上げを有する304型ステンレス鋼パネルを、リントフリーティッシュを使用してメチルエチルケトンで3～5回、次いでリントフリーティッシュを使用してヘプタンで3～5回拭いて洗浄した。

【0333】

1インチ×4インチ(2.5センチメートル×10.2センチメートル)の2つのテープ試験片を提供した。第1のテープサンプルを洗浄したステンレス鋼パネル上に置き、第

2のテープ試験片を第1のテープ試験片に隣接する重複位置に配置することにより、第1のテープ試験片を第1の試験片の長さに沿って約1.5インチ(3.8cm)で重ね合わせた。両方のテープ試験片を、手の圧力を使用してゴムローラーで同時に圧延し、次いで、硬質プラスチックキーを使用して、テープ試験片とステンレス鋼基材との間の密接な接触を確保し、並びに重なるシームにおける2つの試験片間のギャップを最小化し、気泡を除去した。テープ試験片の第2の対を、同じステンレス鋼基材上に、第1の対から少なくとも2インチの方法で適用した。その上にテープ試験片を有するステンレス鋼試験パネルの得られた試験アセンブリを、室温でおよそ4日間放置した。次いで、試験アセンブリを、35ポンド/平方インチ(241キロパスカル)の圧力、3~4インチのスタンドオフ距離、36グリットバージンアルミニウム酸化物の研磨剤グリット(Illinois Valley Minerals, LLC, Tonica, IL)、及び金属表面を研磨するためのモデルPF-3648 PRO仕上げキャビネットPF-3648 PRO FINISH CABINET(Empire Abrasive Equipment Company, Langhorne, PAから入手可能)を用いた一貫した掃引ハンド動作でのグリットブラストプロセスを使用してエッチングした。

【0334】

エッチング(グリットブラスト)後、試験アセンブリを、-45+5マイクロメートルの公称粒径を有する炭化タングステン:コバルト(88:12/w:w)粒子の粉末DIAMALLOY 2004 from Oerlikon Metco, Pfaffikon, Switzerland)に曝露し、これは、試験パネルに対して75~88度の角度で位置付けられた、DJC制御ユニット、9MP-J閉ループ粉末供給ユニット、DJ8-9粉末注入器、DJ2701エアキャップ、及びDJ7-9型2700ノズル(全て、Oerlikon Metco, Pfaffikon, Switzerlandから入手可能)を装備したDIAMOND JET Model DJ9W、天然ガス燃料の水冷ユニット、及び各パス当たりおよそ0.0004インチ(10マイクロメートル)の材料を適用するために5ポンド/時(2.27キログラム/時)粉末供給速度を使用するHVOF溶射プロセスによって行われた。スプレーパターンは、1メートル/秒の横断速度及び4ミリメートルの増分で実行されるようにプログラムされたSYSTEM R-J3 Model F-48941 CONTROLLER(FANUC America Corporation, Detroit, MIから入手可能)を備えたModel ARC MATE 120iでロボット制御して、試験アセンブリの全表面が完全にスプレーコーティングされた。サイクルは、この方法で試験アセンブリの完全コーティングとして定義された。5~7サイクルの後、テープ試験片を評価して、剥離などによってテープが除去されたか、又は下にあるステンレス鋼パネルが溶射プロセスによってコーティング若しくは損傷されることをもはや防げないほど腐食させたかどうかを判定した。これらの条件のいずれも観察されなかった場合、テープは、その時点まで完了したサイクル数を通過したと見なされ、HVOF溶射プロセスを再開させた。最大28サイクルを実行した。重なり合うテープ試験片の両方の対の結果及び2つの対の平均を報告した。テープ試験片群を同じ日に試験して、群内の比較を可能にした。異なる日に実行した群は、互いにくらかの変化を示すことが見出されたが、一般的な傾向は依然として保持することが見出された。

【0335】

シリコン基材のコロナ処理

シリコンゴム基材を、Enercon Industries Corporation(Menomonee Falls, WI)からのモデルSS1908コロナ処理機を使用して、0.2キロワットの電力レベル及び30フィート/分(9.1メートル/分)の供給速度で空気雰囲気下においてコロナ処理して0.32ジュール/平方センチメートルの総照射量を提供した。

[実施例]

【0336】

10

20

30

40

50

実施例 1～3 及び比較例 1 (CE-1)

以下の表 1 に示した材料及び量を使用して、一成分型エポキシ樹脂結合組成物を調製した。FXR 1081 以外の材料を MAX 60 SPEED MIXER カップ (Flacktek Incorporated, Landrum, SC) に加えて、DAC 600 FVZ SPEED MIXER (FlackTek Incorporated, Landrum, SC) を使用して、1500 回転/分で 1 分間混合した。次いで、各混合物に対して、FXR 1081 を添加し、続いて 1,500 rpm で 1 分間更に混合して、未硬化エポキシ樹脂結合組成物を得た。

【表 2】

表 1: 未硬化エポキシ樹脂結合組成物 A、B、及び CR-A

10

エポキシ樹脂組成物	材料(重量%)							
	PY4122	MX150	OFS6040	L07N	BPBA 溶液	CE10P	FXR1081	TMPMP
A	53.00	0.00	2.00	0.00	3.00	8.00	7.00	27.00
B	38.11	11.83	1.77	3.54	0.00	8.81	8.88	27.06
CR-A	54.08	0.00	0.00	0.00	3.06	8.16	7.14	27.55

CR: 比較エポキシ樹脂

【0337】

様々なシリコンゴムと、硬化エポキシ樹脂組成物 A 及び B との剥離接着強度、並びに、硬化した比較エポキシ樹脂組成物 A との剥離接着強度を、上記の試験方法「T 型剥離接着強度—方法 A」に従って評価した。結果を下記の表 2 に示す。

20

【表 3】

表 2: T 型剥離接着強度—方法 A

実施例	エポキシ樹脂組成物	シラン	強硬化剤	シリコンゴム	シリコン硬化型	表面処理	T 型剥離 (oz/in) (N/dm)	損傷モード
1	A	あり	なし	1	白金	コロナ	76.5 (83.7)	凝集
CE-1	CR-A	なし	なし	1	白金	コロナ	24.2 (26.5)	凝集
2	B	あり	あり	1	白金	コロナ	114.3 (125.1)	凝集
3	B	あり	あり	2	過酸化物	コロナ	220.5 (241.3)	基材

30

【0338】

強硬化剤、シラン官能化接着促進剤、及び可撓性エポキシ成分を含有する実施例 2 及び 3 は、最も高い剥離接着強度を示した。これらの結果は、2 つの異なるシリコンゴム基材について観察された。シラン官能化接着促進剤を含有するが強硬化剤は含有していない実施例 1 は、強硬化剤又はシラン官能化接着促進剤を含有していなかった比較例 1 と比較して、著しく高い剥離接着強度を示した。

40

【0339】

また、実施例 1、2、及び比較例 1 を、上記の「引張特性—方法 A」及び「円筒形マンドレル屈曲」試験法に従って、それらの引張抵抗特性及び亀裂抵抗特性を評価した。結果を下記の表 3 に示す。比較例 1 は、シリコン表面からのフィルムの層間剥離に起因してマンドレル試験に失敗した。

【表 4】

表3: 引張特性及びマンドレル屈曲特性

実施例	エポキシ樹脂組成物	引張弾性率 psi(MPa)	引張伸び(%)	マンドレル試験
1	A	155 (1.1)	252	合格
CE-1	CR-A	467 (3.2)	246	不合格
2	B	133 (0.9)	295	合格

【0340】

実施例 4～6 及び比較例 2 及び 3 (CE-2 及び CE-3)

10

表 4 に示す材料及び量を用いて、実施例 1～3 及び比較例 1 について記載したように、一成分型エポキシ樹脂接合組成物を調製した。

【表 5】

表4: 未硬化エポキシ樹脂結合組成物C-E、CR-B、及びCR-C

エポキシ樹脂組成物	材料(重量%)								PEMP
	PY4122	EPON 828	OFS6040	BPBA 溶液	CE10P	FXR1081	TMPMP	ETTTP 700	
C	0.00	43.25	2.00	3.00	8.00	7.00	36.75	0.00	0.00
D	61.90	0.00	2.00	3.00	0.00	7.00	26.10	0.00	0.00
E	0.00	36.80	2.00	3.00	0.00	7.00	0.00	51.20	0.00
CR-B	0.00	50.50	2.00	3.00	0.00	7.00	37.50	0.00	0.00
CR-C	0.00	52.30	2.00	3.00	0.00	7.00	0.00	0.00	35.70

20

CR: 比較エポキシ樹脂

【0341】

硬化エポキシ樹脂組成物 C、D、及び E、並びに硬化比較エポキシ樹脂組成物 B 及び C (CR-B 及び CR-C) の引張特性を、上記の「引張特性—方法 A」及び「円筒形マンドレル屈曲」試験法に従って、それらの引張抵抗特性及び亀裂抵抗特性について評価した。結果を下記の表 5 に示す。

【表 6】

30

表5: 引張特性及びマンドレル屈曲特性

実施例	エポキシ樹脂組成物	引張弾性率 psi(MPa)	引張伸び(%)	マンドレル試験
4	C	9838 (68)	214	合格
5	D	148 (1.0)	203	合格
6	E	477 (3.3)	135	合格
CE-2	CR-B	112,279 (774)	8	不合格
CE-3	CR-C	113,620 (783)	6	不合格

【0342】

実施例 4、5、及び 6 では、エポキシ樹脂組成物を配合して、可撓性硬化組成物を準備した。実施例 4 では、単官能性エポキシ希釈剤を組成物に導入して、架橋密度を下げ、可撓性を増加させた。実施例 5 では、より可撓性のエポキシを使用し、実施例 6 では、より可撓性のチオールを使用した。比較例 2 及び 3 は、より可撓性の低いエポキシ及びより可撓性の低いチオールを使用して配合した。更に、どちらも可撓化希釈剤 (flexibilizing diluent) (すなわち、単官能性エポキシ樹脂) を含有していなかった。比較例 2 及び 3 は、シリコンの表面上のフィルムの亀裂により「円筒形マンドレル屈曲」試験に不合格となった。

40

【0343】

実施例 7 及び 8

二成分型室温硬化型エポキシ樹脂結合組成物を、表 6 及び 7 に示した材料及び量を使用

50

して調製し、成分 A（基剤成分）及び成分 B（促進剤成分）として準備した。その材料を、MAX 60 SPEEDMIXERカップに添加し、DAC 600 FVZ SPEEDMIXERを使用して、1, 500rpmで1分間混合した。促進剤及び基剤材料は、別個に調製した。

【表 7】

表6: 基剤成分(成分A)

実施例	材料(重量%)			
	PY4122	MX150	OFS6040	CE10P
7	65.0	18.5	2.8	13.7
8	65.0	18.5	2.8	13.7

10

【表 8】

表7: 促進剤成分(成分B)

実施例	材料(重量%)		
	TMPMP	K54	DBU
8	96.5	3.5	0.0
9	96.5	0.0	3.5

【0344】

基剤及び促進剤成分を、70：30／基剤：促進剤（w：w）比で混合した。硬化エポキシ樹脂組成物の剥離接着強度、引張特性、及び亀裂抵抗性を、上記した「T型剥離接着強度－方法A」、「引張特性－方法A」及び「円筒形マンドレル屈曲」試験法に従って評価した。実施例7を室温で24時間硬化させて固体フィルムを得、次いで、それを、80℃で30分、後硬化させたが、実施例8は室温でのみ24時間硬化させた。結果を下記の表8及び表9に示す。両方の実施例は、シリコン基材への良好な結合を示した。

20

【表 9】

表8:T型剥離接着強度－方法A

実施例	シラン	強靱化剤	シリコンゴム	シリコン硬化型	表面処理	T型剥離 oz/インチ (N/dm)	損傷モード
7	あり	あり	1	白金	コロナ	118.9 (130.1)	凝集
9	あり	あり	1	白金	コロナ	73.7 (80.7)	凝集

30

【表 10】

表9: 引張特性及びマンドレル屈曲特性

実施例	引張弾性率 psi(MPa)	引張伸び(%)	マンドレル試験
7	60.0 (0.4)	243	合格
8	103.1 (0.7)	156	合格

40

【0345】

実施例9及び比較例4（CE－4）

実施例9では、表10に示す材料及び量を用いて、実施例1について記載したように、エポキシ組成物F、一成分型エポキシ樹脂バリア組成物を調製した。次いで、#8ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、コーティング前に1時間以内にコロナ処理されたシリコンゴム1基材の片面に組成物Fをコーティングし、175°F（79℃）で25分間、強制空気オーブンで硬化させた。約48時間後、シリコンゴムのエポキシ被覆面を、使用直前にコロナ処理した91022シリコン接着剤転写テープの表面に積層した。積層は、24インチの2ロールW-G積層装置（Warman International

50

、 Incorporated, Madison, WI) 上で、10フィート／分（3メートル／分）の速度及び30ポンド／平方インチ（207キロパスカル）の圧力で実施した。

【表11】

表10:未硬化エポキシ樹脂結合組成物

エポキシ樹脂組成物	材料(重量%)						
	EPON828	MX150	OFS6040	L07N	CE10P	FXR1081	ETTMP700
F	26.15	8.09	1.21	2.42	6.12	6.07	49.94
							合計
							100

【0346】

比較例CE-4では、#8ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、コーティング前に1時間以内にコロナ処理されたシリコンゴム1基材の片面にSR500を直接コーティングし、次いで、200°F（93℃）で2分間、強制空気オープンで硬化させた。約24時間後に、実施例9に記載されるように、シリコンゴムのSR500被覆面を、使用直前にコロナ処理した91022シリコン接着剤転写テープの表面に積層した。

【0347】

シリコンゴム基材、硬化エポキシ樹脂層又は硬化シリコン層、及びシリコン接着剤層をこの順序で有する、得られたテープ物品を、エージング前及び後の両方で、「剥離接着強度—方法A」試験方法に従って評価した。エージング条件は、強制空気オープン内で150°F（66℃）で1週間、続いて73°F（23℃）及び50%RHで9日間であつた。結果を下記の表11に示す。

【表12】

表11:剥離接着強度—方法A

実施例	初期剥離接着強度 oz/インチ (N/dm)	エージング後の剥離接着強度 oz/インチ (N/dm)	エージング後の 剥離接着強度の保持率 (%)
9	47.5 (52.0)	41.5 (45.4)	87
CE-4	48.4 (53.0)	27.4 (30.0)	57

【0348】

実施例9は、比較例4と比較して、エージング後の有意に大きな剥離接着強度の保持率を呈する。これは、エポキシ樹脂層がシリコン接着剤層からの任意の移行構成要素に対してバリア層として作用する能力に起因するものと思われる。

【0349】

実施例10

エポキシ組成物G、一成分型エポキシ樹脂組成物を、実施例1に記載されるように、表12に示す材料及び量を用いて調製した。次いで、エポキシ組成物Gを硬化させ、試験法「引張特性—方法A」及び「円筒形マンドレル屈曲」に記載されるように評価した。結果を表13に示す。

【表13】

表12:未硬化エポキシ樹脂結合組成物

エポキシ樹脂組成物	材料(重量%)					
	PY 4122	OFS6040	L07N	FXR1081	TMPMP	BYK378
G	64.09	1.77	3.54	4.5	26.0	0.1
						合計
						100

【表 1 4】

表13: 引張特性及びマンドレル屈曲特性

実施例	引張弾性率 psi(MPa)	引張伸び(%)	マンドレル試験
10	83.2 (0.6)	407	合格

【0 3 5 0】

実施例 1 1

シリコンゴム 1 のサンプルを 3 8 0 ° F (1 9 3 ° C) のオーブン中で 1 5 分間熱処理し、室温まで冷却させ、使用前に片面で 2 4 時間以下でコロナ処理した。シリコンゴム 1 のコロナ処理表面を、# 2 4 ワイヤ巻線メイヤーロッドを用いて実施例 1 0 に記載のよう

10

【0 3 5 1】

室温加硫 (R T V) シリコン組成物 I を、以下の表 1 4 に示す材料及び量を使用して調製した。材料を、MAX 3 0 0 S P E E D M I X E R カップに添加し、D A C 6 0 0 F V Z , S P E E D M I X E R を用いて 2 3 5 0 r p m で 3 0 秒間混合した。得られた混合物は、その製品カタログにおいて、2 3 ° C でのおよそ 3 0 , 0 0 0 センチポアズの粘度を有する、注入可能な付加硬化二成分型シリコンゴムとして記載されている。

20

【表 1 5】

表14: RTVシリコン組成物

RTVシリコン組成物	材料(重量%)		
	RTV成分A	RTV成分B	硬化抑制剤
I	88.16	8.81	3.03

【0 3 5 2】

シリコンゴム基材の露出面は、反対側に硬化エポキシ層を有し、# 3 ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して R T V シリコン組成物 I でコーティングし、1 2 0 ° C で 3 分間強制空気オーブンで硬化させた。目標の硬化コーティング重量は、7 粒子 / 2 4 平方インチ (2 9 . 3 グラム / 平方メートル) であった。得られた硬化 R T V シリコン層は、4 3

30

【0 3 5 3】

これにより、シリコンゴム基材の片面に硬化した R T V シリコン層と、反対側に硬化エポキシ層とを有する、得られたコーティングされた物品が提供された。

【0 3 5 4】

アミノシラン処理オルガノシリカゾル組成物 J を、以下の表 1 5 に示す材料及び量を使用して調製した。材料を組み合わせ、電磁攪拌器を使用して混合し、約 1 週間後に使用した。

40

【表 1 6】

表15: オルガノシリカゾル組成物

オルガノシリカゾル組成物	材料(重量%)		
	オルガノシリカゾル	APS-1	IPA
J	7.92	0.13	91.95

【0 3 5 5】

次いで、R T V シリコン層の露出面を、# 1 8 ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、アミノシラン処理オルガノシリカゾル組成物 J でコーティングし、次いで、強制空気オ

50

ープン内で149℃で5分間乾燥させた。

【0356】

片面に硬化エポキシ層を有し、反対側に、硬化片RTVシリコーン層を有し、シリコーンゴム基材と接触していないRTVの面にオルガノシリカ層を有するシリコーンゴム基材を得た。

【0357】

トルエン中の過酸化ジベンゾイルの溶液、組成物Kを、以下の表16に示す材料及び量を使用して調製した。材料を混合し、2速度の往復振盪器（Eberbach, Ann, Arbor, MI）上で、低設定で20分間混合した。

【表17】

表16: 過酸化ジベンゾイル溶液

過酸化ジベンゾイル溶液	材料(重量%)	
	過酸化ベンゾイル	トルエン
K	10.40	89.60

【0358】

トルエン中の未硬化シリコーン感圧接着剤の溶液、組成物Lを、以下の表17に示す材料及び量を使用して調製した。材料をガラス瓶に添加し、次いで、これを密封し、ローラーミキサー上に少なくとも16時間置いた。次に、調製したばかりの過酸化ジベンゾイル溶液、組成物Kを組成物Lに添加し、空気駆動ミキサーを用いて約5分間混合した。得られた溶液を、剥離ライナーの厚さよりも0.0075インチ（191マイクロメートル）大きいギャップ設定を有するノッチバーコーターを使用して、剥離ライナーのシリコーン処理面にコーティングし、176°F（80℃）で3分間乾燥させた後、強制空気オーブン内で310°F（154℃）で3分間硬化させた。第2の剥離ライナーを、そのシリコーン処理表面が露出した硬化PSA表面と接触するように適用して、シリコーン感圧接着剤転写テープ（ATT）を提供した。

【表18】

表17: シリコーン感圧接着剤(PSA)

シリコーン感圧接着剤	材料(重量%)			
	シリコーン PSA	シリコーン樹脂	過酸化ベンゾイル溶液 (組成物K)	トルエン
L	80.41	1.64	8.87	9.09

【0359】

剥離ライナーのうちの1つを、このように調製したPSA転写テープから取り外し、PSAの露出面を、Model SS1908コロナ処理機（Enercon Industries Corporation (Menomonee Falls, WI)）を使用して、0.2キロワットの電力レベル及び30フィート／分（9.1メートル／分）の供給速度で空気雰囲気下においてコロナ処理して0.32ジュール／平方センチメートルの総照射量を提供した。PSAは、使用前に10分以内にコロナ処理した。

【0360】

次いで、PSA転写テープの露出したコロナ処理した面を、一方の側に硬化エポキシ層を有し、反対側に硬化RTVシリコーン層を有し、シリコーンゴム基材と接触していないRTVの面にオルガノシリカ層を有する、上記で調製したシリコーンゴム基材のエポキシ層上に積層した。積層は、24インチの2ロールW-G積層装置（Warman International, Incorporated, Madison, WI）上で、10フィート／分（3メートル／分）の速度及び30ポンド／平方インチ（207キロパスカル）の圧力で実施した。このようにして、以下を有する感圧接着テープ物品を得た：片側にシリコーン基材と接触する硬化エポキシ層と、エポキシ層の反対側のシリコーン感圧接着剤層とを有するシリコーンゴム基材、及びシリコーンゴム基材の反対側での硬化RTVシリコーン層、並びにシリコーンゴム基材と接触していないRTVの面のオルガノシリカ層。

【0361】

比較例5 (CE-5)

以下の変更を行った以外は実施例11を繰り返した。RTVシリコン又はオルガノシリカ層は使用されなかった。その代わりに、硬化エポキシ層をその上に有する面の反対側のシリコンゴム基材の露出面を、使用前1時間以内にコロナ処理した。SR500を、#8ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用してシリコンゴム基材の露出した処理表面上に直接コーティングした後、強制空気オーブン内で200°F(93℃)で2分間乾燥させた。PSA転写テープをエポキシ層に積層した後、サンプルを使用前に約48時間静置した。

【0362】

実施例12～22

以下の変更を行った以外は実施例11を繰り返した。RTVシリコン又はオルガノシリカ層は使用されなかった。

【0363】

実施例11～22及び比較例5の構成の概要を表18に示す。

【表19】

表18: 実施例11～22及び比較例5の構成

実施例	ライナー	PSA	可撓性 中間層	エラストマー バックング層	プライマー層	トップ層
11	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム1	RTVシリコン	オルガノシリカ
CE-5	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム1	なし	SR500
12	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム2	なし	なし
13	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム3	なし	なし
14	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム4	なし	なし
15	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム5	なし	なし
16	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム6	なし	なし
17	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム7	なし	なし
18	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム8	なし	なし
19	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム9	なし	なし
20	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム10	なし	なし
21	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム11	なし	なし
22	剥離ライナー	シリコン	エポキシ	シリコンゴム12	なし	なし

【0364】

実施例11～22及び比較例5～9のテープ物品を、上記の試験方法に記載のとおり評価し、以下の表19に報告した。加えて、ゴム基材の特性も報告する。比較例6～10は、それぞれ市販のテープ1～5 (CT1～CT5) であった。

【表 20】

表 19: テープ及びゴム基材の特性

実施例	テープの特性			シリコンゴム基材の特性				
	通過した HVOF スプレー サイクル (各テープ 試験片)	HVOF スプレー の浸食 インチ (mm)	テープの 破断時伸び (方法B) (%)	ゴムの 破断時伸び (%)	引裂き 抵抗 (kN/m)	タンデルタ	ショア A 硬度	引張靱性 (MPa) (方法C)
11	25	0.0070 (0.18)	1043	780	49.0	0.099	62	38.7
12	25	0.0082 (0.21)	881	640	39.2	0.123	58	29.3
13	25	0.0091 (0.23)	1022	700	56.0	0.096	72	36.4
14	25	0.0103 (0.26)	719	600	52.0	0.105	77	29.3
15	25	0.0018 (0.05)	831	740	51.0	0.122	65	37.9
16	25	0.0100 (0.25)	404	410	20.3	0.091	69	21.2
17	25	0.0085 (0.22)	600	625	30.3	0.097	64	30.5
18	25	0.0095 (0.24)	962	730	37.2	0.098	62	36.8
19	25	0.0040 (0.10)	908	1035	40.6	0.110	50	57.0
20	25	0.0088 (0.22)	1049	900	46.6	0.090	61	48.8
21	25	0.0098 (0.25)	689	600	23.8	0.081	52	30.9
22	25	0.0141 (0.36)	168	340	26.0	0.048	46	13.4
CE 6	ND	ND	5	ND	ND	ND	ND	ND
CE 7	ND	ND	12	ND	ND	ND	ND	ND
CE 8	ND	ND	6	ND	ND	ND	ND	ND
CE 9	<8	ND	4	ND	ND	ND	ND	ND
CE 10	<24*	0.0140 (0.36)	4	ND	ND	ND	ND	ND

ND: 非検出

* 上面上の視覚的外観は許容可能に思われたが、テープはきれいに除去されず、
下にあるステンレス鋼パネル上で損傷が観察された。

【0365】

実施例 11 及び比較例 5 のテープ物品を、試験方法「HVOF オーバーラップスプレー」に記載のとおりにより更に評価した。結果を表 20 に示す。

【表 21】

表 20: HVOF オーバーラップスプレー特性

実施例	サンプル#1 通過した スプレーサイクル	サンプル#2 通過した スプレーサイクル	通過したスプレーサイクルの 平均数
11	21	21	21
CE-5	13	9	11

【0366】

実施例 11 のテープ物品を更にエージングし、試験方法「剥離接着強度－方法B」によ

り剥離接着性について評価した。結果を表 2 1 に示す。

【表 2 2】

表 21: 剥離接着強度－方法 B

実施例	初期 oz/インチ (N/dm)	エージング: 条件 A oz/インチ (N/dm)	エージング: 条件 B oz/インチ (N/dm)	エージング: 条件 C oz/インチ (N/dm)
11	25.7 (28.1)	22.0 (24.1)	20.1 (22.0)	21.5 (23.5)

【0 3 6 7】

実施例 2 3 ～ 2 7

溶液を以下のように調製した: APS-1 を IPA 中で 2.5 及び 5.0 重量%に希釈し、電磁攪拌器を用いて混合した。オルガノシリカゾルを IPA 中で 2.5 及び 5.0 重量%に別個に希釈し、電磁攪拌器を用いて混合した。2.5 重量パーセント及び 5.0 重量パーセントの APS-1 溶液を、表 2 2 に示す比及び溶液重量パーセントで、対応する 2.5 重量パーセント及び 5.0 重量パーセントのオルガノシリカゾル溶液と混合し、磁気攪拌器を用いて混合した。得られた混合物を、# 18 ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して 0.025 インチ (0.64 ミリメートル) の公称厚さを有するシリコンゴム 1 の別個のサンプル上にコーティングし、次いで、強制空気オーブン内で 149℃で 5 分間乾燥及び硬化させた。これにより、トップ層コーティングを有するシリコンゴム基材が提供された。これらを、試験法「剥離接着強度－方法 C」及び「T 型剥離接着強度－方法 B」に記載されるように評価した。結果を表 2 2 に示す。

【表 2 3】

表 22: 剥離接着強度

実施例	オルガノシリカゾル/ APS-1 比(w:w)	固形物重量 パーセント	剥離接着強度－ 方法 C	T 型剥離接着強度(方法 B)	
				結果	損傷モ ード
23	100%のオルガノシリカ	5.0	ND	合格	凝集
24	97.5:2.5	2.5	合格	合格	凝集
25	97.5:2.5	5.0	合格	合格	凝集
26	95:5	2.5	合格	合格	凝集
27	95:5	5.0	合格	合格	凝集

【0 3 6 8】

実施例 2 8 及び 2 9

N 1 1 1 5 を脱イオン水と混合して、5 重量%の固溶体を形成した。およそ 20 グラムの I E x を、約 100 グラムの N 1 1 1 5 溶液に添加した。得られた溶液の pH は、4.2 ～ 5.0 であった。これを濾過して、I E x 粒子を除去した。次いで硝酸を加えて、2.0 ～ 3.0 の溶液 pH を得た。次に、この pH 調整された溶液 80 グラムを 0.2 グラムの E S と組み合わせ、続いて 2.0 グラムの、脱イオン水中 10 重量%の硝酸アルミニウム溶液を添加した。この溶液を、# 18 ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、0.025 インチ (0.63 ミリメートル) 厚のシリコンゴム 1 基材のコロナ処理された (空気) 面にコーティングし、次いで、強制空気オーブン内で 149℃で 5 分間乾燥及び硬化させた。これにより、トップ層コーティングを備えたシリコンゴム 1 基材を有するコーティングされた物品が提供された。これを、試験法「剥離接着強度－方法 C」及び「T 型剥離接着強度－方法 B」に記載されるように評価した。結果を表 2 3 に示す。

【表 2 4】

表23:剥離接着強度

実施例	剥離接着強度 (方法C)		T型剥離接着強度 (方法B)	損傷モード
	時間	結果		
28	1日	合格	合格	凝集
29	18日間	合格	合格	凝集

【0369】

実施例30～32

264グラムの脱イオン水と0.58グラムの水酸化アンモニウム（29%濃度）とを混合し、磁氣的に攪拌することにより、3つの同一の原液（A1～A3）を調製した。アリコートB1～B3、それぞれ40グラムの原液A1～A3を用意した。原液A1～A3の残部に、0.82グラムのX-100を加え、続いて磁気攪拌した。次に、37.1グラムのN1115を磁気攪拌しながら各溶液に添加して、溶液C1～C3を得た。B1～B3のアリコートに、それぞれ0.24グラム、0.48グラム、及び0.96グラムのAPS-2を添加し、次いで磁気攪拌して溶液D1～D3を得た。次に、溶液D1～D3をそれぞれ溶液C1～C3に添加して、表24に示すN1115：APS-2の重量比を有する3つの異なるトップ層コーティング溶液E1～E3を提供した。次いで、これらを、#18ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、0.025インチ（0.63ミリメートル）厚のシリコンゴム1基材のコロナ処理された（空気）面にコーティングし、次いで、強制空気オープン内で149℃で5分間乾燥及び硬化させた。これにより、トップ層コーティングを備えたシリコンゴム1基材を有するコーティングされた物品が提供された。これらを、試験法「T剥離接着強度－方法B」に記載のとおり評価した。結果を表24に示す。

【0370】

実施例33

以下の変更を用いて実施例31を繰り返した。N1115の代わりにN2326を使用した。得られたトップ層コーティングされたシリコンゴム1基材を、試験法「T型剥離接着強度－方法B」に記載のように評価した。結果を表24に示す。

【表 2 5】

表24:剥離接着強度－方法B

実施例	シリカ:APS-2 (w:w)	T型剥離接着強度(方法B)	
		結果	損傷モード
30	N1115:APS-2 / 98:2	合格	凝集
31	N1115:APS-2 / 96:4	合格	凝集
32	N1115:APS-2 / 92:8	合格	凝集
33	N2326:APS-2 / 96:4	合格	凝集

【0371】

実施例34及び35

APS-1及びTMOSを、メタノール中で個々に10重量%の固形分に希釈した。TMOS／メタノール溶液と、APS-1／メタノール溶液とを組み合わせ、磁気攪拌して、TMOS：APS-1／90：10（w：w）の比を有する溶液を得た。同様の手順を使用して、80／20の例を調製した。磁氣的に攪拌する。次いで、得られた溶液を、No.12ワイヤ巻線メイヤーロッドを使用して、0.025インチ（0.63ミリメートル）厚のシリコンゴム1基材のコロナ処理された（空気）面にコーティングし、次いで、100℃で5分間乾燥及び硬化させた。得られたトップ層コーティングされたシリコンゴム1基材を、以下のように変更を加えて、試験法「剥離接着強度－方法B」に記載のように評価した。試験法「T型剥離接着強度－方法B」に記載の試験テープ物品を、ステ

ンレス鋼パネルに取り付けられた第1のコーティングされたシリコンゴム基材に適用した。結果を表25に示す。

【表26】

表25:剥離接着強度－方法B*

実施例	TMOS:APS-1 (w:w)	剥離接着強度 方法B* oz/インチ (N/dm)
34	90:10	52.1 (57.0)
35	80:20	48.3 (52.9)

*「T剥離接着強度－方法B」からの試験テープ物品を使用する

10

【0372】

実施例36～39

オルガノシリカゾル、ES、VS及びTMOSを、それぞれIPAで個々に希釈して、それぞれ5重量パーセントの固形分を含有する溶液A～Dを得た。10:9 (w:w)の比のEPON 828とGPM-800LOとのブレンドをトルエン中の5重量%の固形分で合わせて、混合物Eを提供した。K61Bをトルエンで希釈して、5重量%の溶液Fを提供した。混合物E及び溶液Fを、97:3 (w:w)の比で合わせて、エポキシ/メルカプタン溶液Gを得た。SR500をトルエンで希釈し、5重量%溶液Hを提供した。シリコンPSAをトルエンで希釈して5重量%の固溶体を得ることによって、バインダ樹脂溶液Iを調製した。バインダ樹脂溶液Iに、2.0重量%の固形分の過酸化ジベンゾイル(DBPO)を添加して、硬化性バインダ樹脂溶液Jを得た。溶液A～D、G、H、及びJを表26に示す量で使用した。得られた溶液を、0.025インチ(0.63ミリメートル)厚のシリコンゴム1基材の片側に、#18湧いた巻き線メイヤーロッドを使用してコーティングし、次いで、強制空気オープン内で149℃で5分間乾燥及び硬化させた。これにより、トップ層コーティングを有するシリコンゴム1基材が提供された。これらを、試験法「T剥離接着強度－方法B」に記載のとおり評価した。結果を表26に示す。

20

【表27】

表26:剥離接着強度

実施例	組成 (w:w:w)	剥離接着強度 (方法C)		T型剥離接着強度 (方法B)	
		時間	結果	結果	損傷モード
36	オルガノシリカゾル: ES : SR500 86.5 : 4.5 : 9.0	9日間	合格	合格	凝集
37	オルガノシリカゾル: ES : TMOS 86.5 : 4.5 : 9.0	4日間	合格	合格	凝集
38	オルガノシリカゾル: ES : EM 86.5 : 4.5 : 9.0	7日間	合格	合格	凝集
39	オルガノシリカゾル: VS : PSA 86.5 : 4.5 : 9.0	3日間	合格	合格	凝集

30

【0373】

本明細書に引用した特許、特許文献、及び刊行物に含まれる参照されている記載は、それぞれが個別に援用されている場合と同様に、それらの全体が参照により援用される。本開示の範囲及び趣旨を逸脱することなく、本開示に対する様々な予測不能な改変及び変更が、当業者には明らかとなるであろう。本開示は、本明細書に記載した例示的な実施形態及び実施例によって不当に制限されることは意図していないこと、並びにそのような実施例及び実施形態は、例示としてのみ提示されており、本開示の範囲は、以下のような本明細書に記載の特許請求の範囲によってのみ限定されることを意図していることを理解されたい。

40

【図 1】

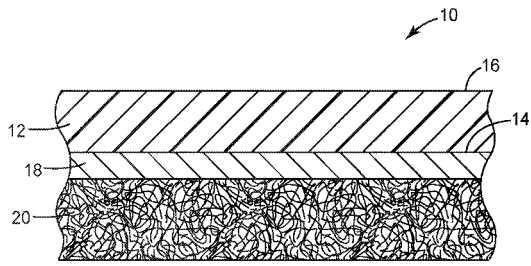


FIG. 1

【図 3】

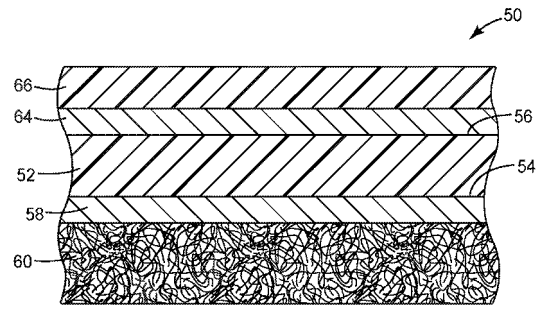


FIG. 3

【図 2】

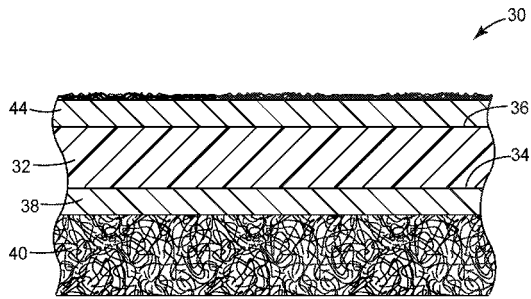


FIG. 2

【図 4】

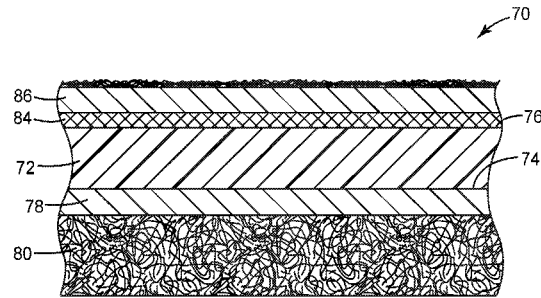


FIG. 4

【図 5】

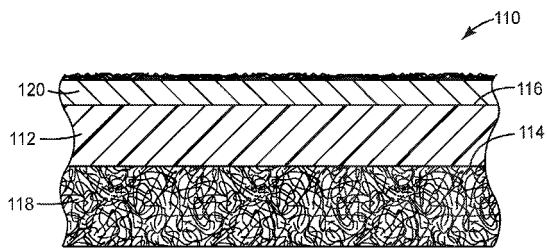


FIG. 5

【図 6】

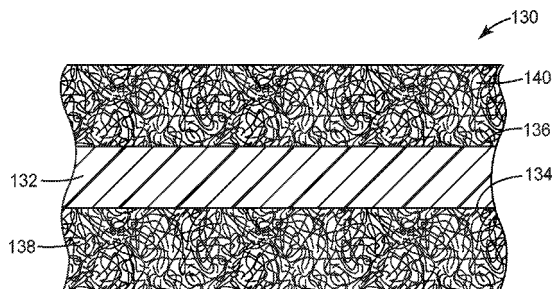


FIG. 6

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2019/052991

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C09J7/38 C09J7/50 C09J7/25 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09J		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X,P	WO 2018/229583 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 20 December 2018 (2018-12-20) page 1, lines 4-21 page 9, line 29 - page 10, line 10 page 31, lines 1-30 page 34, line 23 - page 45 claims 1-35; examples 1-11 -----	1-9
X	US 2010/035501 A1 (PRUDHOMME CHERYL A [US] ET AL) 11 February 2010 (2010-02-11) paragraphs [0003] - [0011] paragraphs [0018], [0019], [0024], [0031], [0043], [0047] claims 1-53 ----- -/--	1-5,8-12
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 16 July 2019		Date of mailing of the international search report 18/09/2019
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL- 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Alevizopoulou, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2019/052991

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2012/037463 A2 (SAINT GOBAIN PERFORMANCE PLAST [US]) 22 March 2012 (2012-03-22) page 2, lines 7-20 page 3, line 32 - page 4, line 3 page 5, lines 10-21 page 8, line 16 - page 9, line 15 claims 1-50; examples 1,2 -----	1-5,8-11
A	US 2007/110942 A1 (SHAH JAYKUMAR J [US] ET AL) 17 May 2007 (2007-05-17) paragraphs [0005] - [0008]; claims 1-42 -----	1-16
A	US 2014/370223 A1 (CHEN YU-CHU VALERIE [US] ET AL) 18 December 2014 (2014-12-18) paragraphs [0002] - [0016]; claims 1-14 -----	1-16
A	US 5 508 097 A (HAUSER RICHARD A [US] ET AL) 16 April 1996 (1996-04-16) column 2, lines 5-40; claims 1-19 -----	1-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/IB2019/052991

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of Item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of Item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

see additional sheet

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.

2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.

3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☒ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:
1-16(completely); 19, 20(partially)

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/ IB2019/ 052991

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 1-16(completely); 19, 20(partially)

A tape comprising: an elastomeric high consistency silicone rubber backing layer;
a flexible cured epoxy-based intermediate layer disposed on a first major surface of the backing layer;
a silicone pressure sensitive adhesive layer disposed on the flexible intermediate layer.

2. claims: 17(completely); 19, 20(partially)

A tape comprising: a high temperature resistant and flame resistant elastomeric backing layer;
a silicone pressure sensitive adhesive layer disposed on a first major surface of the elastomeric backing layer; and
a top layer comprising an inorganic oxide network disposed on a second major surface of the elastomeric backing layer.

3. claims: 18(completely); 19, 20(partially)

A tape comprising: an elastomeric high consistency silicone rubber backing layer;
a first silicone pressure sensitive adhesive layer disposed on a first major surface of the backing layer; and
a second silicone pressure sensitive adhesive layer disposed on a second major surface of the elastomeric backing layer.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/IB2019/052991

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2018229583	A1	20-12-2018	NONE
US 2010035501	A1	11-02-2010	CA 2733421 A1 11-02-2010 CN 102105617 A 22-06-2011 CN 104861890 A 26-08-2015 EP 2331722 A2 15-06-2011 JP 5730764 B2 10-06-2015 JP 2011530006 A 15-12-2011 US 2010035501 A1 11-02-2010 WO 2010017380 A2 11-02-2010
WO 2012037463	A2	22-03-2012	US 2011070795 A1 24-03-2011 WO 2012037463 A2 22-03-2012
US 2007110942	A1	17-05-2007	NONE
US 2014370223	A1	18-12-2014	CN 104231960 A 24-12-2014 EP 2813555 A2 17-12-2014 JP 2015007229 A 15-01-2015 SG 10201403285Y A 29-01-2015 US 2014370223 A1 18-12-2014
US 5508097	A	16-04-1996	CA 2146441 A1 28-04-1994 DE 69310194 D1 28-05-1997 DE 69310194 T2 31-07-1997 EP 0665870 A1 09-08-1995 ES 2102072 T3 16-07-1997 JP 3403197 B2 06-05-2003 JP H08503496 A 16-04-1996 US 5322727 A 21-06-1994 US 5508097 A 16-04-1996 WO 9409079 A1 28-04-1994

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 9 D 5/00 (2006.01)	C 0 9 D 5/00	D
C 0 9 D 201/00 (2006.01)	C 0 9 D 201/00	
C 0 9 D 183/04 (2006.01)	C 0 9 D 183/04	
C 0 9 D 7/61 (2018.01)	C 0 9 D 7/61	
B 3 2 B 27/00 (2006.01)	B 3 2 B 27/00	M
B 3 2 B 27/38 (2006.01)	B 3 2 B 27/00	1 0 1
B 3 2 B 7/022 (2019.01)	B 3 2 B 27/38	
	B 3 2 B 7/022	

(81)指定国・地域 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IR,IS,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT

- (72)発明者 ガルシュ, トーマス ビー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 アモス, デイビッド ティー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 コール, エドワード イー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 2 9, ウッドベリ, グランドオークス トレイル 1 0 4 1 1
- (72)発明者 フロネック, ダニエル アール.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 ジン, ナイヨン
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 クライガー, マシュー ジェイ.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 ツェー, キュー-ユエン
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター
- (72)発明者 ヴァン ワート, スコット エー.
アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3-3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

Fターム(参考) 4F100 AA17E AA20E AH06B AK52 AK52A AK52C AK52E AK53 AK53B AL09A
AN02 AN02A AR00D BA03 BA04 BA07 CB05C CB05E DE01E EJ65B
EJ65E EJ67B EJ67E JB12 JB12B JD01B JJ03A JJ03B JJ03C JJ03D
JJ03E JJ07A JJ07B JJ07C JJ07D JJ07E JK02 JK02A JK02B JK02C
JK02D JK02E JK03 JK06 JK08 JK08A JK08B JK08C JK08D JK08E
JK17B JL08B JL13C JL13E JL14D YY00A YY00B YY00C YY00D YY00E

4J004	AA11	AB01	CA06	CB03	CC03	CD06	DB02	EA05	EA06	FA04
4J038	DL031	HA456	NA12	NA15	PC07					
4J040	EK031	JA09	JB09	PA23						