

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7130316号

(P7130316)

(45)発行日 令和4年9月5日(2022.9.5)

(24)登録日 令和4年8月26日(2022.8.26)

(51)国際特許分類

F I

C 0 8 L 83/07 (2006.01)

C 0 8 L 83/07

C 0 8 L 83/05 (2006.01)

C 0 8 L 83/05

C 0 9 J 183/05 (2006.01)

C 0 9 J 183/05

C 0 9 J 183/07 (2006.01)

C 0 9 J 183/07

G 0 9 F 9/00 (2006.01)

G 0 9 F 9/00

3 0 2

請求項の数 3 (全16頁)

(21)出願番号 特願2017-132145(P2017-132145)

(22)出願日 平成29年7月5日(2017.7.5)

(65)公開番号 特開2019-14800(P2019-14800A)

(43)公開日 平成31年1月31日(2019.1.31)

審査請求日 令和2年4月6日(2020.4.6)

前置審査

(73)特許権者 000221111

モメンティブ・パフォーマンス・マテリ

アルズ・ジャパン合同会社

東京都港区赤坂五丁目2番20号

(74)代理人 110001508弁理士法人 津国

(72)発明者 大鼓 弘二

東京都港区赤坂五丁目2番20号 モメ

ンティブ・パフォーマンス・マテリアル

ズ・ジャパン合同会社内

(72)発明者 森田 康仁

東京都港区赤坂五丁目2番20号 モメ

ンティブ・パフォーマンス・マテリアル

ズ・ジャパン合同会社内

(72)発明者 砂賀 健

東京都港区赤坂五丁目2番20号 モメ

最終頁に続く

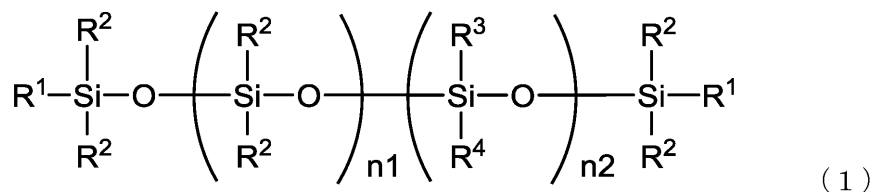
(54)【発明の名称】 硬化性ポリオルガノシロキサン組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A)式(1):

【化14】

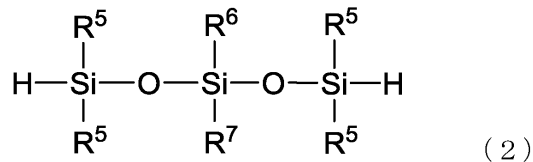


(式中、

R¹は、独立して、C₂-C₆アルケニル基であり、R²は、独立して、C₁-C₆アルキル基であり、R³は、独立して、C₆-C₂₀アリール基であり、R⁴は、独立して、C₆-C₂₀アリール基又はC₁-C₆アルキル基であり、n₁は、2~1500であり、n₂は、0~1000である)で示される、直鎖状ポリオルガノシロキサン;

(B1)式(2):

【化 15】



(式中、

R^5 は、独立して、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ アルキル基であり、

R^6 は、独立して、 $\text{C}_6 - \text{C}_{20}$ アリール基であり、

R^7 は、独立して、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ アルキル基である) で示される直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；

(B2) 一分子中に、ケイ素原子に結合した水素原子を3個以上有する、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンであって、 $\text{SiO}_{4/2}$ 単位と、 $\text{H}(\text{R}^9)_2\text{SiO}_{1/2}$ 単位(式中、 R^9 は、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ アルキル基である) とからなる、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；

並びに

(C) 白金系触媒；

を含み、

$(\text{H}_{\text{B}1} + \text{H}_{\text{B}2}) / \text{Vi}_A$ が $0.7 \sim 1.2$ であり、 $\text{H}_{\text{B}1} / (\text{H}_{\text{B}1} + \text{H}_{\text{B}2})$ が $0.680 \sim 0.95$ であり、ここで、 Vi_A は、(A) のアルケニル基のモル数であり、 $\text{H}_{\text{B}1}$ は、(B1) のケイ素原子に結合した水素原子のモル数であり、 $\text{H}_{\text{B}2}$ は、(B2) のケイ素原子に結合した水素原子のモル数である、硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

【請求項2】

画像表示装置の画像表示部を有する基部と透光性の保護部との接着用である、請求項1記載の硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

【請求項3】

請求項1又は2記載の硬化性ポリオルガノシロキサン組成物を用いて、画像表示装置の画像表示部を有する基部と透光性の保護部とを接着した画像表示装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、硬化性ポリオルガノシロキサン組成物に関し、特に画像表示装置の画像表示部を有する基部と透光性の保護部との接着に使用する硬化性ポリオルガノシロキサン組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

パネル型の画像表示装置は、通常、少なくとも一方がガラス等の光透過性をもつ一對の基板の間にアクティブ素子を構成する半導体層や蛍光体層、あるいは発光層からなる多数の画素をマトリクス状に配置した表示領域(画像表示部)を有し、この表示領域(画像表示部)とガラスやアクリル樹脂のような光学用プラスチックで形成される保護部との間隙を接着剤で気密に封止して構成されている。そこで使用される接着剤としては、画像表示装置の保護部の外枠部分に遮光性のペイントが施されているといった構造上の理由から、アクリル樹脂を用いた紫外線硬化型樹脂組成物でなく、熱硬化型樹脂組成物が一般に使用されている。

【0003】

特許文献1には、エポキシ樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂等の封止樹脂により封止されてなる、トランジスタ、ダイオード、コンデンサ、コイル、LSI、IC等の電子部品について封止樹脂と電子部品のリードとの界面にしばしば生じた隙間や、電子部品自体が構造的に有する隙間に、液状の特定の熱硬化型シリコーン樹脂組成物を含浸して熱

10

20

30

40

50

硬化させ封止状態を回復させる技術が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【文献】特開平9 - 169908号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

特許文献1に開示されている熱硬化型シリコン樹脂組成物は、オープンなどの設備が必要であり、室温で硬化させた時には、生産性が劣るという課題があった。また、組成物の硬化物の伸びが大きくない場合、パネル等の反り応力を吸収できないため、硬化物にひび割れが生じる、またはパネル等の部材から剥がれるという課題があった。そして、高い接着力を発揮する組成物に対する要求があった。

10

【0006】

本発明は、高い伸び及び接着力を有する硬化物を与える、室温での硬化性に優れる付加反応型ポリオルガノシロキサン組成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンが、アリール基を有する低分子の直鎖状のポリオルガノハイドロジェンシロキサンを含むことで、室温硬化性に優れ、得られる硬化物は、高い伸び及び接着力を有することを見出した。

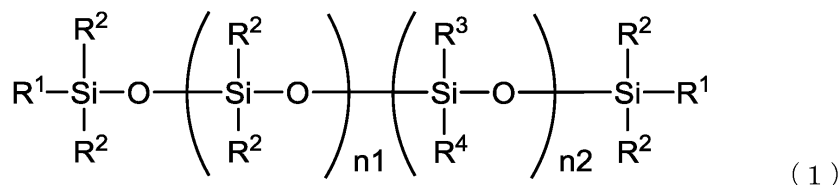
20

【0008】

本発明は、以下の構成を有する。

[1] (A) 式(1)：

【化1】



30

(式中、

R¹は、独立して、C₂ - C₆アルケニル基であり、

R²は、独立して、C₁ - C₆アルキル基であり、

R³は、独立して、C₆ - C₂₀アリール基であり、

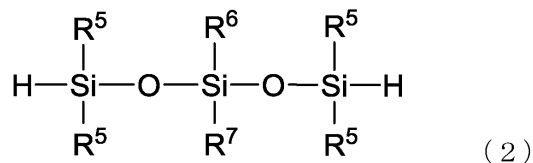
R⁴は、独立して、C₆ - C₂₀アリール基又はC₁ - C₆アルキル基であり、

n₁は、2 ~ 1500であり、

n₂は、0 ~ 1000である)で示される、直鎖状ポリオルガノシロキサン；

(B1) 式(2)：

【化2】



40

(式中、

R⁵は、独立して、C₁ - C₆アルキル基であり、

R⁶は、独立して、C₆ - C₂₀アリール基であり、

R⁷は、独立して、C₆ - C₂₀アリール基又はC₁ - C₆アルキル基である)で示される

50

直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；

(B2) 一分子中に、ケイ素原子に結合した水素原子を3個以上有する、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；

並びに

(C) 白金系触媒；

を含み、

($H_{B1} + H_{B2}$) / V_{iA} が 0.4 ~ 2.5 であり、ここで、 V_{iA} は、(A) のアルケニル基のモル数であり、 H_{B1} は、(B1) の水素原子のモル数であり、 H_{B2} は、(B2) の水素原子のモル数である、硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

[2] (B2) が、 $SiO_{4/2}$ 単位及び $R^8 SiO_{3/2}$ 単位 (式中、 R^8 は、 $C_6 - C_{20}$ アリール基又は $C_1 - C_6$ アルキル基である) からなる群より選択される1以上の単位と、 $H(R^9)_2 SiO_{1/2}$ 単位 (式中、 R^9 は、 $C_6 - C_{20}$ アリール基又は $C_1 - C_6$ アルキル基である) とからなる、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンである、[1] の硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

[3] $H_{B1} / (H_{B1} + H_{B2})$ が 0.1 ~ 0.98 である、[1] 又は [2] の硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

[4] 画像表示装置の画像表示部を有する基部と透光性の保護部との接着用である、[1] ~ [3] のいずれかの硬化性ポリオルガノシロキサン組成物。

[5] [1] ~ [4] のいずれかの硬化性ポリオルガノシロキサン組成物を用いて、画像表示装置の画像表示部を有する基部と透光性の保護部とを接着した画像表示装置。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、高い伸び及び接着力を有する硬化物を与える、室温での硬化性に優れた付加反応型ポリオルガノシロキサン組成物が提供される。

【発明を実施するための形態】

【0010】

[用語の定義]

シロキサン化合物の構造単位を、以下のような略号によって記載することがある。以下、これらの構造単位をそれぞれ「M単位」「D単位」等ということがある。

M: $(CH_3)_3 SiO_{1/2}$

M^H : $H(CH_3)_2 SiO_{1/2}$

M^V : $CH_2 = CH(CH_3)_2 SiO_{1/2}$

D: $(CH_3)_2 SiO_{2/2}$

D^H : $H(CH_3) SiO_{2/2}$

D^{Ph1} : $(CH_3)(C_6H_5) SiO_{2/2}$

D^{Ph2} : $(C_6H_5)_2 SiO_{2/2}$

T: $CH_3 SiO_{3/2}$

T^{Ph} : $C_6H_5 SiO_{3/2}$

Q: $SiO_{4/2}$ (四官能性)

【0011】

一般式(1)で示される直鎖状ポリオルガノシロキサンにおいて、中間シロキサン単位 (SiR^2_2O で表される単位及び SiR^3R^4O で表される単位) の数を示す n_1 及び n_2 は、単に単位数を示すものであり、一般式(1)で示されるとおりに配列している必要はなく、中間シロキサン単位はランダムに配列されていてもよい。後述する一般式(3)における n_3 及び n_4 ついても同様である。

【0012】

本明細書において、基の具体例は以下のとおりである。

$C_2 - C_6$ アルケニル基としては、ビニル基、アリル基、3-ブテニル基及び5-ヘキセニル基等が挙げられる。

$C_1 - C_6$ アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチ

10

20

30

40

50

ル基、ヘキシル基等が挙げられる。

C₆ - C₂₀ アリール基としては、フェニル基、ナフチル基、トリル基及びキシリル基等が挙げられる。

C₂ - C₆ アルケニル基、C₁ - C₆ アルキル基及び C₆ - C₂₀ アリール基は、塩素、フッ素、臭素等のハロゲンで置換されていてもよい。

【0013】

本明細書において、粘度は、回転粘度計を用いて測定した値である。また、粘度を測定するためのその他の条件は、JIS K 6249 に準拠している。

【0014】

[硬化性ポリオルガノシロキサン組成物]

10

硬化性ポリオルガノシロキサン組成物（以下、単に「組成物」ともいう。）は、(A) 前記式(1)で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン；(B1) 前記式(2)で示される直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；(B2) 一分子中に、ケイ素原子に結合した水素原子を3個以上有する、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン；並びに(C) 白金系触媒；を含み、 $(H_{B1} + H_{B2}) / V_{iA}$ が 0.4 ~ 2.5 であり、ここで、 V_{iA} は、(A) のアルケニル基のモル数であり、 H_{B1} は、(B1) のケイ素原子に結合した水素原子のモル数であり、 H_{B2} は、(B2) のケイ素原子に結合した水素原子のモル数である。

【0015】

組成物の硬化物は、好ましくは、柔軟性に優れる。そのため、画像表示装置に用いられる部材である、カバーパネル及びLCDパネルに貼り合せた組成物の硬化物が、カバーパネルの反りの応力を緩和できる。これにより、組成物の硬化物の割れ、及び組成物の硬化物のパネルからの剥離が抑制できる。更に、組成物は、好ましくは、黄変及び曇りが低減された透明性の高い硬化物を与える。

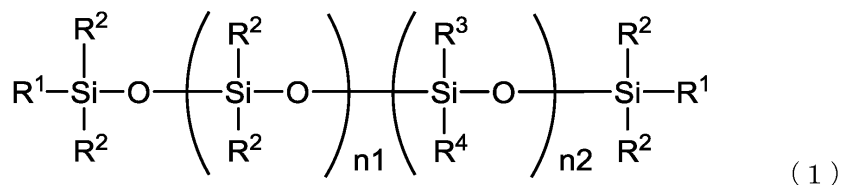
20

【0016】

[(A) 式(1)で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン]

(A) は、式(1)：

【化3】



30

(式中、R¹、R²、R³、R⁴、n₁及びn₂は、先に定義したとおりである)で示される。(A)は、シロキサン鎖の両方の末端にアルケニル基を有する、両末端アルケニル基含有直鎖状ポリオルガノシロキサンである。

【0017】

組成物が(A)を含むことで、硬化時に架橋反応による安定した3次元構造を確保し、硬化物の伸び及び接着力を適切な高さに制御できる。

40

【0018】

R¹は、合成が容易で、また硬化前の組成物の流動性や、硬化物の耐熱性を損ねないという点から、ビニル基であるのが好ましい。R²は、合成が容易で、組成物の流動性や硬化後の機械的強度等のバランスが優れているという点から、メチル基であるのが好ましい。R³は、合成が容易で、組成物の流動性や硬化後の機械的強度等のバランスが優れているという点から、フェニル基であるのが好ましい。R⁴は、得られる硬化物の屈折率が高まる点から、C₆ - C₂₀ アリール基であるのが好ましく、フェニル基であるのが特に好ましい。よって、(A)は、両末端がM^V単位で閉塞され、中間単位が、D単位と、D^{Ph2}単位及びD^{Ph1}単位からなる群より選択される1以上の単位とからなる、直鎖状ポリオルガノシロキサンが好ましい。

50

【 0 0 1 9 】

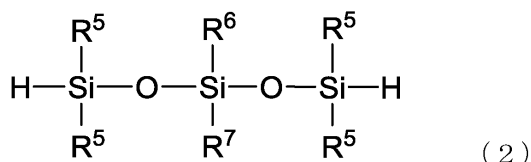
n 1 は、2 ~ 1 5 0 0 であり、組成物の安定した液状性を確保する観点から、1 0 ~ 1 0 0 0 であるのが好ましい。n 2 は、0 ~ 1 0 0 0 であり、組成物の安定した液状性を確保する観点から、0 ~ 8 0 0 であるのが好ましく、1 ~ 5 0 0 であるのが特に好ましい。また、n 1 及び n 2 の合計が 1 5 0 0 以下であると、(A 1) の粘度が高くなりすぎず、液の吐出性が良好である。

【 0 0 2 0 】

[(B 1) 式 (2) で示される直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン]

(B 1) は、式 (2) :

【 化 4 】



(式中、 R^5 、 R^6 及び R^7 は、先に定義したとおりである) で示される。(B 1) は、シロキサン鎖の両方の末端にケイ素に結合する水素原子を有する、両末端 Si-H 基含有直鎖状ポリオルガノシロキサンである。

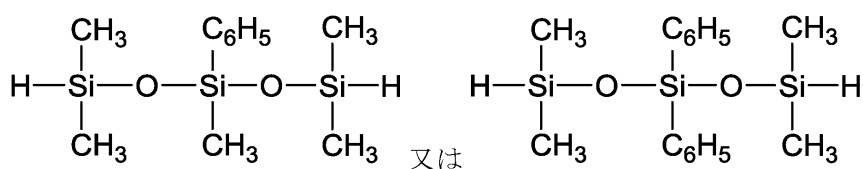
【 0 0 2 1 】

(B 1) は、架橋点間の分子鎖を延長させ、組成物の硬化物の伸び及び接着力を向上させることができる成分である。

【 0 0 2 2 】

R^5 、 R^6 及び R^7 は、好ましい理由を含め、 R^2 、 R^3 及び R^4 と同義である。よって、(B 1) は、

【 化 5 】



が好ましい。

【 0 0 2 3 】

[(B 2) 一分子中に、ケイ素原子に結合した水素原子を 3 個以上有する、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン]

(B 2) は、一分子中に、ケイ素に結合した水素原子を 3 個以上有する、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンである。(B 2) は、硬化物を網状化して、硬度を調整することに寄与する成分である。(B 2) は、直鎖状であっても、分岐状であっても、環状であってもよい。(B 2) は、ケイ素原子に結合した水素原子を、一分子中、3 ~ 1 0 0 個有することが好ましく、3 ~ 5 0 個有することが特に好ましい。このような (B 2) としては、 $\text{SiO}_{4/2}$ 単位及び $\text{R}'\text{SiO}_{3/2}$ 単位からなる群より選択される 1 以上の単位と、 $\text{R}'_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位及び $\text{R}'_2\text{SiO}_{2/2}$ 単位からなる群より選択される 1 以上の単位とからなり、一分子中、少なくとも 3 個の R' が水素原子である、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンが挙げられる (式中、 R' は、独立して、水素原子、 $\text{C}_6 - \text{C}_{20}$ アリール基又は $\text{C}_1 - \text{C}_6$ アルキル基である) 。

【 0 0 2 4 】

(B 2) は、入手又は合成が容易である点から、 $\text{SiO}_{4/2}$ 単位及び $\text{R}^8\text{SiO}_{3/2}$ 単位 (式中、 R^8 は、 $\text{C}_6 - \text{C}_{20}$ アリール基又は $\text{C}_1 - \text{C}_6$ アルキル基である) からなる群より選択される 1 以上の単位と、 $\text{H}(\text{R}^9)_2\text{SiO}_{1/2}$ 単位 (式中、 R^9 は、 $\text{C}_6 -$

C₂₀アリール基又はC₁-C₆アルキル基である)とからなる、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンであるのが好ましい。

【0025】

(B2)は、SiO₄/2単位及びH(R⁹)₂SiO₁/2単位からなるか、R⁸SiO₃/2単位及びH(R⁹)₂SiO₁/2単位とからなる、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンであるのが特に好ましい。ここで、SiO₄/2単位及びR⁸SiO₃/2単位の合計とH(R⁹)₂SiO₁/2単位との比率(SiO₄/2単位及びR⁸SiO₃/2単位の合計：H(R⁹)₂SiO₁/2単位)は、1：1.2～3.0であるのが好ましい。

【0026】

(B2)のケイ素に結合した水素原子の含有量は、特に限定されないが、0.1～1.2重量%であるのが好ましく、0.5～1.1重量%であるのが特に好ましい。

10

【0027】

[(C)白金系触媒]

(C)は、(A)のアルケニル基と、(B1)及び(B2)のヒドロシリル基(SiH)との間の付加反応を促進するための触媒である。触媒活性が良好な観点から、白金、ロジウム、パラジウムのような白金族金属原子の化合物が好適に用いられ、塩化白金酸、塩化白金酸とアルコールの反応生成物、白金-オレフィン錯体、白金-ビニルシロキサン錯体、白金-ケトン錯体、白金-ホスフィン錯体のような白金化合物、ロジウム-ホスフィン錯体、ロジウム-スルフィド錯体のようなロジウム化合物、パラジウム-ホスフィン錯体のようなパラジウム化合物が好ましく、白金化合物がより好ましく、白金-ビニルシロキサン錯体が特に好ましい。

20

【0028】

(C)は、適切な硬化速度の確保の観点から、(A)の配合重量に対して、白金族金属原子換算で、好ましくは0.1～1000重量ppm、より好ましくは0.5～200重量ppmである。

【0029】

[添加剤]

組成物は、本発明の効果を損なわない範囲で、(D)希釈剤、(E)接着付与剤及び(F)白金系触媒の抑制剤等からなる群より選択される1以上の添加剤を含むことができる。(D)希釈剤、(E)接着付与剤及び(F)白金触媒の抑制剤は、それぞれ単独でも、2種以上の組合せであってもよい。

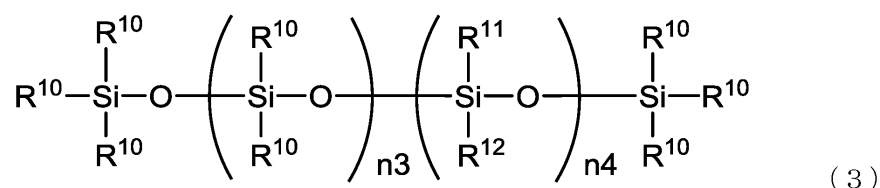
30

【0030】

組成物が(D)希釈剤を含むことで、組成物の粘度が調整される。(D)は、硬化反応に関与するアルケニル基及び水素原子を含有しないシリコンオイルである。(D)は、直鎖状又は分岐状であり、直鎖状であるのが好ましい。このような(D)は、下記式(3)で示される直鎖状ポリオルガノシロキサンであるのがより好ましい。

【0031】

【化6】



40

(式中、

R¹⁰は、独立して、R²と同義であり、

R¹¹は、独立して、R³と同義であり、

R¹²は、独立して、R⁴と同義であり、

n3は、1～100であり、

n4は、1～100である。)

50

【 0 0 3 2 】

(D) は、両末端が M 単位で閉塞され、中間単位が、 D 単位と、 D^{Ph1} 位及び D^{Ph2} 単位からなる群より選択される 1 以上の単位とからなるポリメチルシロキサンが特に好ましい。(D) の配合量は、組成物における (A 1) の 1 0 0 重量部に対して、 5 0 重量部以下であるのが好ましく、 3 0 重量部以下であるのがより好ましく、 2 0 重量部以下であるのが更に好ましい。

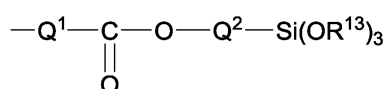
【 0 0 3 3 】

組成物が (E) 接着付与剤を含むことで、組成物と基材との接着力がより向上する。(E) 接着付与剤として、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシランのようなジ、トリ、テトラアルコキシシラン類； 3 - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 3 - グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 3 - グリシドキシプロピル (メチル) ジメトキシシラン、 3 - グリシドキシプロピル (メチル) ジエトキシシランのような 3 - グリシドキシプロピル基含有アルコキシシラン類； 2 - (3 , 4 - エポキシシクロヘキシル) エチルトリメトキシシラン、 2 - (3 , 4 - エポキシシクロヘキシル) エチルトリエトキシシラン、 2 - (3 , 4 - エポキシシクロヘキシル) エチル (メチル) ジメトキシシランのような 2 - (3 , 4 - エポキシシクロヘキシル) エチル基含有アルコキシシラン類；ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス (2 - メトキシエトキシ) シラン、メチルビニルジメトキシシラン、アリルトリメトキシシラン、アリルトリエトキシシラン、メチルアリルジメトキシシランのようなアルケニルアルコキシシラン類； 3 - アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 3 - アクリロキシプロピルトリエトキシシラン、 3 - アクリロキシプロピル (メチル) ジメトキシシラン、 3 - メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 3 - メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、 3 - メタクリロキシプロピル (メチル) ジメトキシシランのような (メタ) アクリロキシプロピルアルコキシシラン類； 1 , 1 , 3 , 5 , 7 - ペンタメチルシクロテトラシロキサンと 3 - メタクリロキシプロピルトリメトキシシランとの反応生成物などの有機ケイ素化合物が挙げられる。

【 0 0 3 4 】

有機ケイ素化合物として、例えば、具体的には、下記式：

【 化 7 】



(式中、 Q¹ 及び Q² は、互いに独立して、アルキレン基、好ましくは C₁ - C₄ アルキレン基を表し、 R¹³ は、 C₁ - C₄ アルキル基を表す) で示される側鎖を有する有機ケイ素化合物が挙げられる。

【 0 0 3 5 】

このような有機ケイ素化合物としては、下記の化合物が好ましい。

10

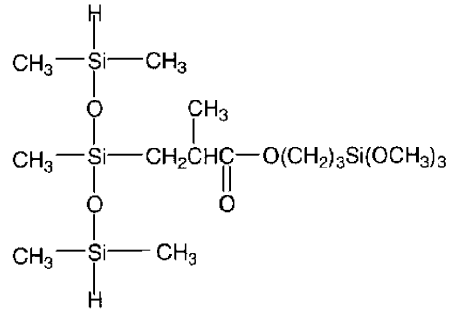
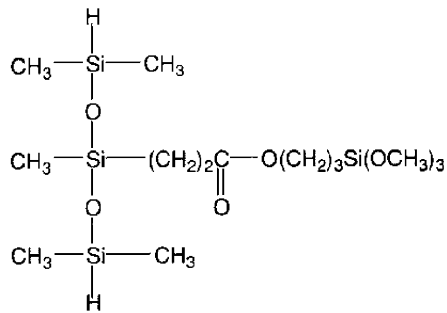
20

30

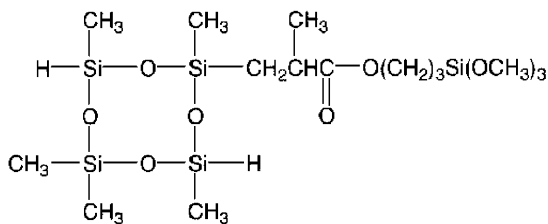
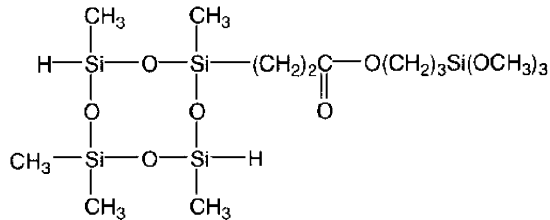
40

50

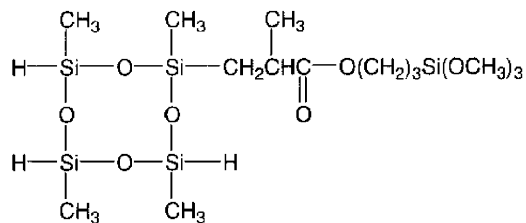
【化 8】



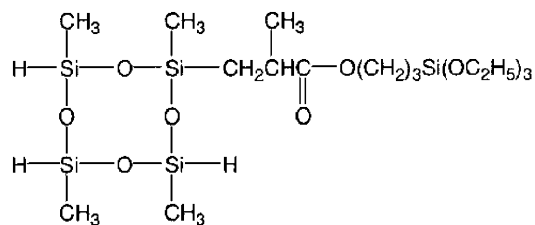
10



20



30



【0036】

40

組成物が (F) 白金系触媒の抑制剤を含むことで、組成物の硬化速度が調整される。(F) 白金系触媒の抑制剤は、アセチレン性シラン、3-ヒドロキシ-1-プロペニル (OH-C(CH₃)₂-CH=CH-) 基を有するオレフィン性シロキサン及びビニルオルガノシロキサンからなる群より選択される1種以上が挙げられる。このような白金系触媒の抑制剤は、特開昭52-47053号公報に記載されている。

【0037】

(組成等)

組成物において、(H_{B1} + H_{B2}) / V_{iA}は、0.4 ~ 2.5である。(H_{B1} + H_{B2}) / V_{iA}が、0.4未満であると、組成物の室温硬化性が劣る。(H_{B1} + H_{B2}) / V_{iA}が、2.5超であると、硬化物の高温高湿下で発泡が発生する恐れがある。(H_{B1} +

50

H_{B2} / V_{iA} は、好ましくは $0.5 \sim 2.0$ であり、より好ましくは $0.6 \sim 1.4$ であり、特に好ましくは $0.7 \sim 1.2$ である。

【0038】

組成物において、 $H_{B1} / (H_{B1} + H_{B2})$ が、好ましくは $0.1 \sim 0.98$ であり、より好ましくは $0.2 \sim 0.98$ であり、特に好ましくは $0.3 \sim 0.95$ である。 $H_{B1} / (H_{B1} + H_{B2})$ が、 0.1 以上であると、硬化時に架橋反応による 3 次元構造の密度を程よく低下でき、組成物の硬化物の伸び及び接着力がより高まり、 0.98 以下であると、組成物の速硬化性が向上する傾向がある。

【0039】

組成物は、アルケニル基含有ポリオルガノシロキサンが (A) のみからなることが好ましく、この場合、組成物は、(A) 以外のアルケニル基含有ポリオルガノシロキサンを含まない。また、組成物は、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンが (B1) 及び (B2) のみからなることが好ましく、この場合、組成物は、(B1) 及び (B2) 以外のポリオルガノハイドロジェンシロキサンを含まない。

【0040】

組成物は、(A)、(B1)、(B2) 及び (C)、並びに任意成分を配合することにより得ることができる。組成物は、(A) 及び (C) を含み、(B1) 及び (B2) を含まない第 1 部分と、(A)、(B1) 及び (B2) を含み、(C) を含まない第 2 部分とからなる、2 液型の組成物であるのが好ましい。そして、第 1 部分と第 2 部分とを混合し、均一な組成物とすることが好ましい。任意成分は適宜添加することができる。

【0041】

組成物は、23 における粘度が、塗布時の展延性の点から、 $100,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下であることが好ましく、 $50 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 50,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることが特に好ましい。組成物が、第 1 部分及び第 2 部分からなる 2 液型の組成物である場合、第 1 部分及び第 2 部分の粘度は、 $10 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 100,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることが好ましく、 $50 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 50,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることがより好ましく、 $100 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 20,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることが特に好ましい。

【0042】

組成物は、低温（例えば、 $5 \sim 40$ であり、好ましくは室温（ 25 ）である）で硬化させることができる。また、組成物は、加熱することによって、硬化させてもよい。加熱温度は、例えば、 $40 \sim 80$ 以下とすることができ、 $60 \sim 70$ が好ましい。また、加熱時間は、例えば、 $0.5 \sim 10$ 時間とすることができ、 $0.5 \sim 2$ 時間が好ましい。

【0043】

組成物は、組成物からなる画像表示装置用シール剤として利用することができる。画像表示装置用シール剤を画像表示部と保護部の間に介在させ、加熱により硬化させて、画像表示部と保護部とを封止することができる。

【0044】

組成物は、画像表示装置において好適に使用することができ、特に、フラットパネル型の画像表示装置の保護部と画像表示部との間に介在させる樹脂として好ましい。よって、組成物を用いた画像表示装置は、本発明の対象である。また、光学用プラスチック等で形成される透明な保護部を構成する保護パネル上に、組成物を塗布した後、画像表示部を構成する画像表示パネルを貼り合わせ、加熱する工程を含む、画像表示装置の製造方法により製造される画像表示装置は、本発明の対象である。

【実施例】

【0045】

次に、実施例、参考例及び比較例を挙げて、本発明を更に詳細に説明する。ただし、本発明は、これらの実施例によって限定されるものではない。表示は、特に断りがない限り、重量部、重量%である。表 1～4 に示す組成で、各成分を、混合することにより、実施例、参考例及び比較例の (A) 及び (B) からなる組成物を調製した。表 1～表 4 におい

10

20

30

40

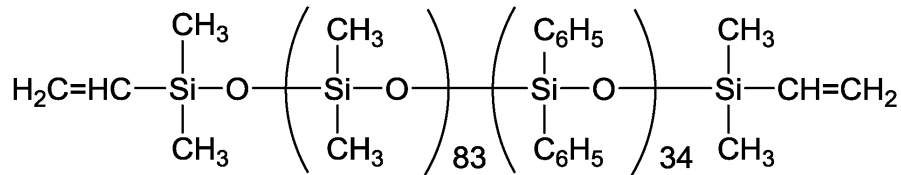
50

て、「M i x」は「(A)」及び「(B)」の合計に対する量を意味する。

【 0 0 4 6 】

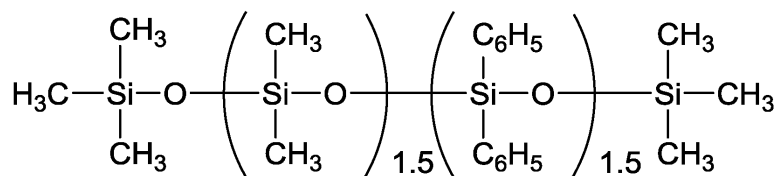
A 1 : 下記の混合物。この混合物中、A 1 - 1 が 8 7 重量 % であり、D 1 が 1 3 重量 % である。

A 1 - 1 : 下式で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン (M^V D_{8 3} D^{P h 2}_{3 4} M^V)
【化 9】



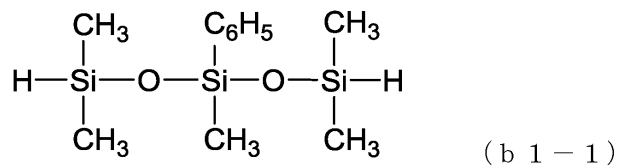
10

D 1 : 下式で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン (M D_{1 . 5} D^{P h 2}_{1 . 5} M)
【化 1 0】

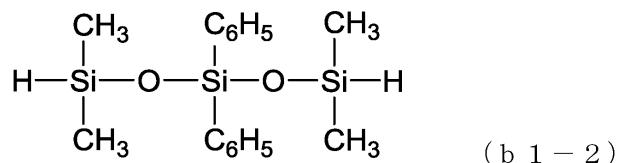


20

B 1 - 1 : 式 (b 1 - 1) で示される直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン
【化 1 1】



B 1 - 2 : 式 (b 1 - 2) で示される直鎖状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン
【化 1 2】



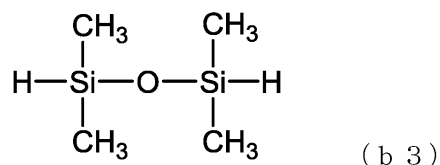
30

B 2 - 1 : 平均単位式が M^H₈ Q₄ で示されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン (有効水素量 1 重量 %)

B 2 - 2 : 平均単位式が M^H₆ T^{P h}₄ で示されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン (有効水素量 0 . 6 5 重量 %)

40

B 3 : 式 (b 3) で示される直鎖状ポリメチルハイドロジェンシロキサン
【化 1 3】



C 1 : 塩化白金酸を 1 , 3 - ジビニル - 1 , 1 , 3 , 3 - テトラメチルジシロキサンとモル比 1 : 4 で加熱することによって得られ、白金含有量が 4 . 9 重量 % である錯体

50

【 0 0 4 7 】

物性の評価は、下記のようにして行った。

(1) 粘度

回転粘度計 (ビスメترون V D A - L) (芝浦システム株式会社製) を用いて、23 における粘度 ($\text{mPa} \cdot \text{s}$) を測定した。J I S K 6 2 4 9 に準拠して測定を行った。

【 0 0 4 8 】

(2) R I (屈折率)

屈折計 (D R - M 2 / 1 5 5 0) (株式会社アタゴ製) を用いて、25 、 5 8 9 nm における屈折率を測定した。

【 0 0 4 9 】

(3) G' 、 G'' クロスポイント

粘弾性測定装置 (A R E S - G 2) (T A インスツルメントジャパン株式会社製) を用いて、23 において、下の平行プレート (直径 2 5 mm) 上に (A) 及び (B) からなる組成物を混合吐出した。その後、組成物の厚みが 1 mm になるように上の平行プレートで挟み込み、周波数 1 0 Hz 、歪 1 % で 6 秒毎に G' (Pa)、 G'' (Pa) を測定し、 G' が G'' と等しくなるまでの時間 (分) を G' 、 G'' クロスポイントとし、組成物の硬化時間とした。

【 0 0 5 0 】

(4) 針入度

組成物 4 0 ml を、容量 5 0 ml の耐熱ガラスビーカーにとり、60 で 3 0 分加熱して硬化させることにより、組成物の硬化物を得た。室温 (2 5) に冷却した後、J I S K 6 2 4 9 により、1 / 4 コーンを用いて、針入度を測定した。

【 0 0 5 1 】

(5) せん断接着力 (MPa) 及び伸び (%)

平行に並べた 2 枚のガラス板 (長さ 8 0 mm 、幅 2 5 mm 、厚さ 2 mm) の間に、組成物を縦 2 5 mm 、横 1 0 mm 、厚さ 1 5 0 μm となるように貼り合せ、これを 6 0 で 3 0 分間加熱して硬化させて、せん断接着力測定用の試験体を作製した。得られた試験体を接着面に対して垂直方向に 1 0 mm / 分の速度で引っ張り、接着力及び伸びを測定した。

【 0 0 5 2 】

(6) イエローインデックス (Y I)

基材として、ガラス板 (5 $\text{cm} \times 5 \text{cm} \times 1 \text{mm}$ 厚) 2 枚を使用した。予め基材に配置したスペーサーによって、組成物の厚みが 1 8 0 μm になるようにした。組成物を介して 2 枚のガラス板を、組成物の寸法が 5 0 $\text{mm} \times 5 0 \text{mm}$ 、厚さが 1 8 0 μm になるように貼り合わせ、これを 6 0 で 3 0 分加熱して硬化させて、イエローインデックス測定用の試験体を得た。得られた試験体について、分光測式計 (コニカミノルタジャパン株式会社製 C M - 3 5 0 0 d) を用いて、イエローインデックスの測定を行なった。

【 0 0 5 3 】

(7) ヘーズ (H a z e)

「 (6) イエローインデックス」と同様にして、試料を作製した。作製した試料について、J I S K 7 1 0 5 に準拠し、ヘーズメータ N D H 5 0 0 0 (日本電色工業株式会社製) を用いて、ヘーズを測定した。

【 0 0 5 4 】

(8) L^* 、 a^* 及び b^*

「 (6) イエローインデックス」と同様にして、試料を作製した。作製した試料について、 L^* 、 a^* 及び b^* を測定した。

【 0 0 5 5 】

結果を、表 1 ~ 表 4 に示す。比較例 1 における「H」は、(B 2) 及び (B 3) のケイ素原子に結合した水素原子のモル数の合計を表す。

【 0 0 5 6 】

10

20

30

40

50

【表 1】

	参考例1			参考例2			参考例3			実施例4		
	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix
A1	99.98	98.66	99.32	99.98	97.90	98.94	99.98	97.74	98.86	99.98	97.32	98.65
B1-1		0.18	0.09		1	0.5		1.3	0.65		2	1
B1-2		0			0	0		0	0		0	0
B2-1		1.16	0.58		1.10	0.55		0.96	0.48		0.68	0.34
B2-2			0			0			0			0
B3			0			0			0			0
C	0.02		0.01	0.02		0.01	0.02		0.01	0.02		0.01
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Pt含有量(ppm)	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900
(H _{B1} +H _{B2})/V _A			0.50			0.70			0.73			0.82
H _{B1} +H _{B2}			6.54			9.25			9.64			10.79
V _A			13.21			13.16			13.15			13.12
H _{B1} /(H _{B1} +H _{B2})			0.101			0.397			0.495			0.680

粘度	2.44	2.04		2.44	2.04		2.44	1.96		2.44	1.87	
RI	1.5067	1.505		1.5067	1.505		1.5067	1.5047		1.5067	1.5046	
G' G'' クロスポイント (分)			57			47.3			41.4			36.8
針入度			38			34			40			43
せん断接着力(MPa)			0.07			0.09			0.11			0.12
せん断 伸び(%)			18			23			26			29
YI			0.14			0.16			0.16			0.24
Haze			0.01			0.04			0.01			0.03
L*			99.60			99.60			99.80			99.60
a*			-0.34			-0.33			-0.34			-0.34
b*			0.15			0.16			0.11			0.16

【 0 0 5 7 】

【表 2】

	実施例5			実施例6			実施例7			実施例8		
	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix
A1	99.98	96.98	98.48	99.98	96.55	98.265	99.98	96.28	98.13	99.98	96.04	98.01
B1-1		2.52	1.26		3.15	1.575		3.22	1.61		3.16	1.58
B1-2			0			0			0			0
B2-1		0.50	0.25		0.30	0.15		0.50	0.25		0.80	0.4
B2-2			0			0			0			0
B3			0			0			0			0
C	0.02		0.01	0.02		0.01	0.02		0.01	0.02		0.01
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Pt含有量(ppm)	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900
(H _{B1} +H _{B2})/V _A			0.90			1.00			1.10			1.20
H _{B1} +H _{B2}			11.78			13.08			14.35			15.65
V _A			13.10			13.07			13.05			13.04
H _{B1} /(H _{B1} +H _{B2})			0.785			0.884			0.823			0.741

粘度	2.44	1.72		2.44	1.62		2.44	1.58		2.44	1.52	
RI	1.5067	1.5044		1.5067	1.5044		1.5067	1.504		1.5067	1.5037	
G' G'' クロスポイント (分)			28.2			15.2			12.7			8.7
針入度			37			36			43			40
せん断接着力(MPa)			0.14			0.2			0.2			0.18
せん断 伸び(%)			36			36			42			37
YI			0.12			0.26			0.30			0.18
Haze			0.01			0.03			0.03			0.03
L*			99.80			99.60			99.60			99.80
a*			-0.33			-0.35			-0.32			-0.34
b*			0.09			0.16			0.18			0.12

【 0 0 5 8 】

10

20

30

40

50

【表 3】

	参考例9			実施例10			参考例11		
	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix
A1	99.98	93.80	96.89	99.98	96.51	98.245	99.98	96.78	98.38
B1-1		4	2		3.32	1.66			0
B1-2			0			0		1.6	0.8
B2-1		2.20	1.1		0.17	0.085			0
B2-2			0			0		1.62	0.81
B3			0			0			0
C	0.02		0.01	0.02		0.01	0.02		0.01
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Pt含有量(ppm)	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900
$(H_{B1}+H_{B2})/Vi_A$			2.00			1.00			0.79
$H_{B1}+H_{B2}$			25.83			13.05			10.34
Vi_A			12.89			13.07			13.08
$H_{B1}/(H_{B1}+H_{B2})$			0.568			0.934			0.488

粘度	2.44	1.2		2.44	1.62		2.44	1.95	
RI	1.5067	1.503			1.5048		1.5067	1.5058	
G' G'' クロスポイント(分)			5.1			20.4			43.5
針入度			38			62			41
せん断接着力(MPa)			0.16			0.23			0.12
せん断 伸び(%)			30			43			25
YI			0.12			0.27			0.16
Haze			0.03			0.01			0.03
L*			99.60			99.60			99.60
a*			-0.33			-0.33			-0.34
b*			0.10			0.16			0.11

10

【 0 0 5 9 】

20

【表 4】

	比較例1			比較例2		
	(A)	(B)	Mix	(A)	(B)	Mix
A1	99.98	98.14	99.06	99.98	98.90	99.44
B1-1			0			0
B1-2			0			0
B2-1		0.30	0.15		1.10	0.55
B2-2			0			0
B3		1.56	0.78			0
C	0.02		0.01	0.02		0.01
合計	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Pt含有量(ppm)	9.800	0.000	4.900	9.800	0.000	4.900
H/Vi_A			1.00			0.42
H			13.17			5.58
Vi_A			13.17			13.23
$H_{B1}/(H_{B1}+H_{B2})$			0.000			0.000

粘度	2.44	1.85		2.44	2.27	
RI	1.5067	1.5052		1.5067	1.505	
G' G'' クロスポイント(分)			>60			>60
針入度			未硬化			34
せん断接着力(MPa)			測定不可			0.05
せん断 伸び(%)			測定不可			7
YI			測定不可			0.18
Haze			測定不可			0.02
L*			測定不可			99.80
a*			測定不可			-0.34
b*			測定不可			0.12

30

【 0 0 6 0 】

40

参考例 1 ~ 3、9 及び 11、並びに、実施例 4 ~ 8 及び 10 の各組成物は、室温での速硬化性に優れ、組成物の硬化物は、高い伸び及び接着力を有していた。また、参考例 1 ~ 3、9 及び 11、並びに、実施例 4 ~ 8 及び 10 の組成物の硬化物は、針入度が高く、柔軟性が高かった。

参考例 1 ~ 3、実施例 4 ~ 8、及び参考例 9 の比較により、 $(H_{B1} + H_{B2}) / Vi_A$ が増加すると、室温硬化性がより向上した。

実施例 6 及び 10 の比較により、 $(H_{B1} + H_{B2}) / Vi_A$ がほぼ同じである場合、 $H_{B1} / (H_{B1} + H_{B2})$ が増加すると、より柔軟な硬化物が得られた。

実施例 4 及び参考例 11 の比較により、フェニルメチルシロキサン単位を有する (B1) 成分を用いた場合、ジフェニルシロキサン単位を有する B1 成分を用いた場合に比べて

50

、室温硬化性がより高まった。

【 0 0 6 1 】

比較例 1 及び 2 の組成物は、(B 1) を含まないため、室温硬化性が非常に劣っていた。比較例 2 においては、硬化物が得られたが、得られた硬化物の伸び及び接着性に劣っていた。また、比較例の組成物の硬化物は、針入度が低く、柔軟性が低かった。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

ンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・ジャパン合同会社内

審査官 前田 孝泰

- (56)参考文献 特開 2017 - 031141 (JP, A)
特開 2012 - 117059 (JP, A)
国際公開第 2014 / 192969 (WO, A1)
国際公開第 2015 / 056725 (WO, A1)
特表 2016 - 534162 (JP, A)
特開 2006 - 063092 (JP, A)
特開 2014 - 156532 (JP, A)
特開 2013 - 159671 (JP, A)
国際公開第 2012 / 086404 (WO, A1)
特開 2012 - 144705 (JP, A)
国際公開第 2017 / 217510 (WO, A1)
国際公開第 2013 / 191279 (WO, A1)
特開 2015 - 003986 (JP, A)
特開 2014 - 005354 (JP, A)
特開 2015 - 091948 (JP, A)
特開 2016 - 216685 (JP, A)
国際公開第 2018 / 043270 (WO, A1)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB 名)
C08L 83 / 00 - 83 / 16
C09D183 / 00 - 183 / 16
C09J183 / 00 - 183 / 16
G09F 9 / 00 - 9 / 46
Caplus / REGISTRY (STN)