

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4745241号
(P4745241)

(45) 発行日 平成23年8月10日(2011.8.10)

(24) 登録日 平成23年5月20日(2011.5.20)

(51) Int.Cl.

F I

B 2 9 C 33/64 (2006.01)

B 2 9 C 33/64

請求項の数 9 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2006-533107 (P2006-533107)	(73) 特許権者	390023674
(86) (22) 出願日	平成16年5月14日 (2004.5.14)		イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・
(65) 公表番号	特表2007-500775 (P2007-500775A)		アンド・カンパニー
(43) 公表日	平成19年1月18日 (2007.1.18)		E. I. DU PONT DE NEMO
(86) 国際出願番号	PCT/US2004/015266		URS AND COMPANY
(87) 国際公開番号	W02004/106026		アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ
(87) 国際公開日	平成16年12月9日 (2004.12.9)		ントン、マーケット・ストリート 100
審査請求日	平成19年5月14日 (2007.5.14)		7
(31) 優先権主張番号	10/444,801	(74) 代理人	100077481
(32) 優先日	平成15年5月23日 (2003.5.23)		弁理士 谷 義一
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100088915
			弁理士 阿部 和夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 離型組成物およびその方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

20～99重量%の溶剤、およびポリシルセスキオキサンであるシリコーン樹脂を組み合わせて、離型組成物を生成する工程と、

前記組成物を型に適用する工程と

を含み、前記溶剤が、揮発性シロキサンであり、且つ式 $R(R_2SiO)_xSiR_3$ または $(R_2SiO)_y$ を有し、各 R はメチル基または官能基で置換されたメチル基であり、x は 1 から 20 までであり、y は 3 から 20 までであることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記組成物を硬化させる工程をさらに含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 3】

前記組成物が、触媒、助溶剤またはその両方をさらに含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記溶剤が、

ヘキサメチルジシロキサン、

ヘキサメチルシクロトリシロキサン、

オクタメチルトリシロキサン、

オクタメチルシクロテトラシロキサン、

デカメチルテトラシロキサン、

20

デカメチルシクロペンタシロキサン、
ドデカメチルペンタシロキサン、
ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、または
これらの2つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の方法。

【請求項5】

前記溶剤が、オクタメチルトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルテトラシロキサンまたはこれらの2つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項4に記載の方法。

【請求項6】

前記組成物が前記触媒を含み、前記触媒が、チタン化合物、二酢酸ジブチル錫またはこれらの組み合わせであることを特徴とする請求項3に記載の方法。

【請求項7】

前記組成物が、変性フュームドシリカ、界面活性剤、フルオロポリマー、ワックス、脂肪酸、脂肪酸塩、微細分散固体、乳化剤、殺生物剤、腐蝕防止剤またはこれらの2つ以上の組み合わせをさらに含むことを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項8】

成形材料を前記型に導入する工程と、
前記材料を成形物品へと変形させる工程と、
前記物品を回収する工程と
をさらに含むことを特徴とする請求項1から7のいずれかに記載の方法。

【請求項9】

形状を規定する型であって、前記型はその表面上に離型組成物を塗布されており、前記離型組成物は、20～99重量%の溶剤、ポリシルセスキオキサンであるシリコーン樹脂、ならびに任意選択的に触媒、助溶剤またはその両方を含み、前記溶剤が、揮発性シロキサンであり、且つ式 $R(R_2SiO)_xSiR_3$ または $(R_2SiO)_y$ を有し、各Rはメチル基または官能基で置換されたメチル基であり、xは1から20までであり、yは3から20までであることを特徴とする型。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、離型剤として用いることのできる組成物、および離型剤の薄い連続フィルムコーティングを型に適用する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

営業運転において、離型剤、通常は、ポリマーまたはポリマーの組み合わせは、溶剤中でエマルジョンまたは分散液とさせる。溶剤に分散させる場合には、溶剤は、離型剤が適用される、形状を決定する型表面を濡らすためのビヒクルとして用いる。しかしながら、離型剤として用いられることの多いシリコーン樹脂は、一般的な炭化水素溶剤に分散させると表面を良好にコートしないことがよくある。シリコーン樹脂は、適用される表面にピーディングしたり、塊となって、薄い連続フィルムが得られなくなってしまう。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

従って、型表面に薄い連続フィルムコーティングを生成可能な新規な剥離剤の開発がますます望まれている。

【課題を解決するための手段】

【0004】

溶剤、シリコーン樹脂、ゴムまたは流体、任意選択的に触媒、助溶剤またはその両方を含む組成物であって、溶剤は揮発性シロキサンである組成物。

【 0 0 0 5 】

揮発性シロキサンである溶剤、シリコーン樹脂またはシリコーンゴムまたはシリコーン流体、任意選択的に触媒、助溶剤または両方を組み合わせて、離型組成物を生成する工程と、離型組成物を型に適用する工程と、任意選択的にこの組成物を硬化させる工程とを含む薄い連続フィルムコーティングを型に適用する方法も提供される。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 0 6 】

本発明において、「型」という用語は1つまたは複数の形状を決定する表面を意味する。任意の揮発性シロキサンを本発明の組成物の溶剤として用いることができる。「揮発性シロキサン」という用語は、使用温度および圧力下で即時に蒸発するシロキサンのことを指す。一般的に、1の値を割り当てた酢酸n-ブチルに対して>0.01の蒸発速度を有している。

10

【 0 0 0 7 】

好適な溶剤は、式 $R(R_2SiO)_xSiR_3$ または $(R_2SiO)_y$ を有し、各Rはそれぞれ同一または異なるものとしてすることができ、好ましくはアルキル基、アルコキシ基、フェニル基、フェノキシ基またはこれらの2つ以上の組み合わせであり、1基当たり1~約10個、好ましくは1~約8個の炭素原子を有する。Rはまたハロゲンとすることもできる。最も好ましいRはメチル基であり、ハロゲン、アミンまたはその他官能基で置換することができる。添え字xは1~約20、好ましくは1~10の数とすることができる。添え字yは3~約20、好ましくは3~約10の数とすることができる。好ましい溶剤の分子量は約50~約1,000、沸点は約300 未満、好ましくは250 未満、より好ましくは200 未満、最も好ましくは150 未満である。

20

【 0 0 0 8 】

好適なメチルシロキサンとしては、これらに限られるものではないが、ヘキサメチルジシロキサン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、2,5-ジクロロ-1,1,3,3,5,5-ヘキサメチルトリシロキサン、1,3-ジメチルテトラメトキシジシロキサン、1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチルトリシロキサン、3-(ヘプタフルオロプロピル)トリメチルシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、オクタメチルテトラシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサンまたはこれらの2つ以上の組み合わせが例示される。

30

【 0 0 0 9 】

上記に開示された揮発性シロキサンと相容性のある任意のシリコーン樹脂、ゴムまたは流体を用いることができる。通常は、ポリオルガノシロキサンである。例えば、メトキシ末端ポリアルキルシロキサンおよびヒドロキシ末端ポリジメチルシロキサンを用いることができる。好適なシリコーン樹脂、ゴムまたは流体は樹脂、ゴムまたは流体とすることができる。好適なポリオルガノシロキサンとしては、ポリジメチルシロキサン、ポリメチルハイドロジェンシロキサン、ポリシルセスキオキサン、ポリトリメチルシロキサン、ポリジメチルシクロシロキサンおよびこれらの2つ以上の組み合わせが例示される。各シリコーン樹脂はまた、ハロゲン化物、アミン、ヒドロキシ、エポキシ、カルビノール、カルボキシレート、アセトキシ、アルコキシ、アクリレートおよびこれらの2つ以上の組み合わせのような官能基を含有することもできる。分子量は約500~約1,000,000の範囲とすることができる。好ましいシリコーン樹脂は、周知かつ市販されている末端ケイ素結合ヒドロキシ基を有するポリオルガノシロキサンである。

40

【 0 0 1 0 】

上記に開示したシロキサンおよびシリコーン樹脂、ゴムまたは流体は、例えば、ミシガン州ミッドランドのダウコーニングケミカルズ(Dow Corning Chemicals, Midland, Michigan)およびコネチカット州フェアフィールドのジェネラルエレクトリック(General Electric, Fairfield, Connecticut)より一般に市販されている。

50

【 0 0 1 1 】

組成物のその他の成分に対して不活性で、揮発性シロキサンと相容性があり、型表面に適用すると、揮発して即時に蒸発する、例えば、炭化水素やハロゲン化炭化水素のような水を好ましくは実質的に含まない任意の有機溶剤は助溶剤として用いることができる。助溶剤はまた、組成物の粘度を減少し、ポリマーの型からの剥離を促すこともできる。助溶剤の標準沸点は、型に適用される離型組成物の温度に応じて、約 3 0 0 未満、好ましくは 2 0 0 未満、最も好ましくは 1 5 0 未満である。適用される離型組成物の温度が低ければ低いほど、溶剤の沸点が低いのが好ましい。この逆も当てはまる。好適な助溶剤としては、これらに限られるものではないが、オクタン、デカン、シクロヘキサン、トルエン、キシレン、塩化メチレン、二塩化メチレン、二塩化エチレン、四塩化炭素、クロロホルム、パークロロエチレン、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ホワイトスピリット、ミネラルスピリッツ、ナフサおよびこれらの 2 つ以上の組み合わせが例示される。

10

【 0 0 1 2 】

離型組成物はまた、変性フュームドシリカのような追加のシリコン化合物、界面活性剤、ポリテトラフルオロエチレンのようなフルオロポリマー、ワックス、ステアリン酸のような脂肪酸、金属ステアリン酸のような脂肪酸塩、タルクのような微細分散固体、乳化剤、殺生物剤、腐蝕防止剤を含むこともできる。

【 0 0 1 3 】

上記に開示された各成分は、成形物品を好適に剥離するのに十分な有効量で組成物中に存在させることができる。例えば、組成物の総重量を基準として、溶剤は約 1 0 ~ 約 9 9 % の範囲で組成物中に存在させることができ、シリコン樹脂は約 0 . 1 ~ 約 9 0 % の範囲で組成物中に存在させることができる。助溶剤を用いる場合には、溶剤が少なくとも約 1 0 % 、好ましくは少なくとも 2 0 % で存在しているという前提で、溶剤と助溶剤の合計が約 1 0 ~ 約 9 9 % となるように組成物中に存在させることができる。その他の成分が存在する場合には、約 0 . 0 1 ~ 約 1 0 % の範囲とすることができる。

20

【 0 0 1 4 】

揮発性シロキサン、シリコン樹脂および溶剤を含む組成物の硬化を触媒または促進させることのできる触媒であれば何れも用いることができる。好ましい触媒は有機チタン化合物である。テトラアルキルチタネートとも呼ばれるチタンテトラヒドロカルビルオキシドは、容易に入手可能で有効であるため最も好ましい有機チタン化合物である。好適なチタン化合物としては、式 $Ti(OR)_4$ で表されるものが挙げられ、式中、各 R はそれぞれ、1 ラジカル当たり 1 ~ 約 3 0 、好ましくは 2 ~ 約 1 8 、最も好ましくは 2 ~ 1 2 個の炭素原子を含有するアルキル、シクロアルキル、アルカリール、ヒドロカルビルラジカルから選択され、各 R は同一または異なるものとしてすることができる。ヒドロカルボキシル基が、鎖状または分岐アルキルラジカルである 1 ラジカル当たり 2 ~ 約 1 2 個の炭素原子を含有するチタンテトラヒドロカルビルオキシドは、比較的安価で、容易に入手可能であり、組成物を硬化するのに有効であるため最も好ましい。好適なチタン化合物としては、これらに限られるものではないが、チタンテトラエトキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラ - n - ブトキシド、チタンテトラヘキソキシド、チタンテトラ 2 - エチルヘキソキシド、チタンテトラオクトキシドおよびこれらの 2 つ以上の組み合わせが挙げられる。

30

40

【 0 0 1 5 】

その他の好適な触媒としては、白金、パラジウム、鉄、亜鉛、ロジウムおよびニッケルのような元素周期表の V I I I 族の化合物または元素ならびに錫またはジルコニウム化合物が挙げられる。好適なその他の触媒としては、これらに限られるものではないが、ジブチル錫ジアセテート、ジブチルジラウレート、酢酸亜鉛、オクタン酸亜鉛、オクタン酸ジルコニウムおよびこれらの 2 つ以上の組み合わせが例示される。例えば、ジブチル錫ジアセテートは、独立して、またはチタン化合物と組み合わせて用いることができる。

【 0 0 1 6 】

50

これらの触媒は市販されているものと考えられる。例えば、タイザー（TYZOR）（登録商標）TPTおよびタイザー（TYZOR）（登録商標）TBT（それぞれテトライソプロピルチタネートおよびテトラn-ブチルチタネート）は、本願特許出願人より入手可能である。

【0017】

上記に開示した各触媒は、シリコーンポリマーに対して約0.01～約10重量%の範囲で組成物中に用いることができる。

【0018】

組成物は、例えば、上記に開示した各成分を混合する等当業者に知られた手段により生成することができる。触媒は、シリコーン樹脂、溶剤および任意の助溶剤を組み合わせた後に導入するのが好ましい。

【0019】

薄い連続フィルムコーティングを型に適用する方法は、（1）溶剤、ケイ素樹脂またはシリコーンゴムまたはシリコーン流体、任意選択的に触媒、助溶剤または両方を組み合わせて、離型組成物を生成する工程と、（2）離型組成物を型に適用する工程と、（3）任意選択的に離型組成物を硬化させる工程とを含む。離型組成物は、上記に開示した組成物と同一とすることができる。離型組成物の適用は、例えば、スプレー、ブラシ、拭き取り、浸漬およびこれらの2つ以上の組み合わせ等当業者に知られた手段により実施することができる。形状を決定する型の任意の表面に離型組成物を適用することができる。硬化は、例えば、周囲圧力といった温度範囲に対応する圧力下で約25～約200といった周囲温度で約1秒～約2時間硬化させる等当業者に知られた手段により実施することができる。通常、硬化は、成形を実施する温度および圧力で実施される。

【0020】

成形物品を作成するには、成形する成形材料を、例えば、ポンピング、押出し、ブレンダー等当業者に知られた手段または当業者に知られたその他好適な手段により型に導入することができる。その後、成形物品を作成し、当業者に知られた手段により型から取り外すまたは離型することができる。成形物品を製造する手段は業界に周知であるので、簡潔にするためその説明は省く。

【0021】

成形材料は、これらに限られるものではないが、プラスチック、ポリマー、ガラス、セラミックおよび金属をはじめとする成形可能な任意の材料とすることができる。ポリマーとしては、熱硬化性樹脂または熱可塑性樹脂が例示される。具体的には、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン、アクリロニトリル-塩素化ポリエチレン-スチレン、アクリル-スチレン-アクリロニトリル、ポリアセタールホモポリマーおよびコポリマー、アクリル、セルロース、フルオロポリマー、ポリアミド、ポリアクリレート、ポリブチレン、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリエチレン、エチレン酸コポリマー、エチレン-エチルアクリレート、エチレン-メチルアクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、エチレン-ビニルアセテート、エチレンビニルアルコールコポリマー、イオノマー、ポリメチルペンテン、ポリフェニレンオキシド、ポリプロピレン、エチレン-プロピレンコポリマー、ポリプロピレンインパクトコポリマー、ポリプロピレンランダムコポリマー、ポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル、スチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-エチレン/ブチレン-スチレン、スチレン-無水マレイン酸コポリマー、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニル、塩化ビニリデンホモポリマーおよびコポリマー、スチレンブロックコポリマー、ポリオレフィンブレンド、エラストマー合金、熱可塑性ウレタン、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、熱可塑性コポリエステル、ポリエーテル、熱可塑性ポリアミド、ポリエーテル-ポリアミドブロックコポリマー、アрил成形化合物、ビス-マレイミド、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリエステル、EPDMゴムのようなエチレン-プロピレンジエンターポリマー、ポリイミド、イオノマー、ポリウレタン、セグメント化ポリウレア/ウレタン、反応射出成形ポリウレタン、シリコーン、ウレア-メラミンホルムアルデヒド樹脂

、ポリアセタール、ポリエステル、ポリアミド、イオノマーおよびこれらの２つ以上の組み合わせが例示される。これらのポリマーは当業者に周知である。

【実施例】

【００２２】

以下の実施例は本発明の例証であり、本発明の範囲を不当に限定するためのものではない。

【００２３】

（参考例１）

本実施例は、石油エーテルではなく揮発性メチルシロキサンを用いて薄い連続シリコーン樹脂コーティングが生成できることを例証するものである。

【００２４】

８０％溶剤（石油エーテルかオクタメチルシクロテトラシロキサン（揮発性メチル）のいずれか）、２０％シリコーン樹脂および流体、および約０．２％の触媒（溶剤および樹脂および流体の総重量を基準とする、タイザー（ＴＹＺＯＲ）（登録商標）ＴＢＴおよびジブチル錫ジアセテート）を含む離型組成物を、予め秤量しておいた、６５℃まで加熱した１インチ×３インチ（２．５４ｃｍ×７．６２ｃｍ）のガラス顕微鏡スライドに下記の表に示した量でスプレーした。溶剤をフード中で十分な時間蒸発させた後、離型剤を６５℃で２分間硬化した。スライドを再秤量し、顕微鏡で目視検査して、スライド表面のシリコーン樹脂による適用範囲を評価した。結果を表１に示す。

【００２５】

【表１】

表１

コーティング重量(mg)	石油エーテル	メチルシロキサン
0.7		100%適用範囲
0.9	20%適用範囲	
1.9	40%	
2.8	65%	100%
3.1	70%	
3.5		100%
8.4	95%	
19.4	98%	
38.2	100%	

【００２６】

溶剤として石油エーテルを用いてスライドにコートされたコーティングは、非常にでこぼこで、平坦でなかった。溶剤としてメチルシロキサンを用いたコーティングは非常に平滑であった。石油エーテルをミネラルスピリッツに変えると、ガラス表面のシリコーン樹脂のビーディングが悪化した。

【００２７】

（実施例１）

本実施例は、様々な揮発性メチルシロキサン溶剤を用いると、高温で適用された様々なシリコーン樹脂、流体および機能性流体の平滑な連続コーティングの形成がいかに促進されるかを例証するものである。

【００２８】

シリコーン樹脂、流体および機能性流体を、様々な炭化水素溶剤および揮発性メチルシロキサンに５ｗｔ％のポリマー固体および９５ｗｔ％の溶剤濃度で分散した。シリコーンポリマーおよび溶剤を、プリバル（Prevail）エアロゾル噴霧器を用いて、予め秤量

しておいた、65℃まで加熱した1インチ×3インチ(2.54cm×7.62cm)ガラス顕微鏡スライドにスプレーした。溶剤蒸発後、スライドを再秤量して、コーティング重量を求め、表2に示すようにコーティングの平滑度および適用範囲を目視検査した。

【0029】

【表2】

表2

コーティング					コーティング				
SP ¹	溶剤 ²	Wt (mg)	説明	適用範囲	SP ¹	溶剤 ²	Wt (mg)	説明	適用範囲
A	トルエン	1.8	むらがある	不完全	A	OMS	0.8	平滑	完全
B	PE	2.7	粗い	不完全	B	DMS	4.1	平滑	完全
B	MS	1.6	ビーディングあり	不完全	B	---			
B	アセトン	3.0	粗い	不完全	B	---			
C	MS	3.3	ビーディングあり	不完全	C	OMS	2.6	平滑	完全
C					C	DMS	3.2	平滑	完全
D	S	1.2	ビーディングあり	不完全	D	OMS	1.7	平滑	完全
D					D	OMTS	3.5	平滑	完全

¹ SPはシリコンポリマーを表し、ポリマーAはヒドロキシ末端メチルシルセスキオキサジメチルシロキサンポリマーであり、ポリマーBはメトキシ末端メチルシルセスキオキサジメチルシロキサンポリマーであり、ポリマーCは14,000CSi(センチストーク)ヒドロキシ末端ポリジメチルシロキサンであり、ポリマーDは60,000CSiポリジメチルシロキサンである

² PEは石油エーテルであり、MSはミネラルスピリッツであり、Sはストッダード(Stoddard)溶剤であり、OMSはオクタメチルシクロテトラシロキサンを表し、DMSはデカメチルテトラシロキサンであり、OMTSはオクタメチルトリシロキサンである

【0030】

結果によれば、VMS流体中に分散したシリコンポリマーは、平滑な連続フィルムを生成したが、炭化水素溶剤に分散した同じシリコンポリマーは粗い不完全なフィルムを生成したことが分かる。

【0031】

(参考例2)

本実施例は、様々な揮発性メチルシロキサン溶剤を用いると、周囲温度で適用されたシリコンポリマーの平滑な連続コーティングの形成がいかに促進されるかを例証するものである。

【0032】

5wt%のポリマー固体および95wt%の溶剤の濃度で、シリコンゴム試料を、石油エーテル中に分散し、同じシリコンゴムの第2の試料をVMS流体中に分散した。シリコンポリマーおよび溶剤を、プリバル(Prevail)エアゾル噴霧器を用いて、予め秤量しておいた、1インチ×3インチ(2.54cm×7.62cm)ガラス顕微鏡スライドに周囲温度でスプレーした。溶剤蒸発後、スライドを再秤量して、コーティング重量を求め、表3に示すようにコーティングの平滑度および適用範囲を目視検査した。

【0033】

【表 1】

表 3

コーティング					コーティング				
SP ¹	溶剤 ²	Wt (mg)	説明	適用範囲	SP ¹	溶剤 ²	Wt (mg)	説明	適用範囲
D	PE	4.1	粗い	不完全	D	75/25wt% OMS/OMTS	2.5	平滑	完全

¹ SP はシリコンポリマーを表し、ポリマーDは60,000CSiポリジメチルシロキサンである。

² PE は石油エーテルであり、OMSはオクタメチルシクロテトラシロキサンを表し、OMTSはオクタメチルトリシロキサンである

【0034】

10

結果によれば、VMS流体中に分散したシリコンポリマーは、平滑な連続フィルムを生成したが、炭化水素溶剤に分散した同じシリコンポリマーは周囲温度で適用したとき粗い不完全なフィルムを生成したことが分かる。

【0035】

(参考例3)

本実施例は、揮発性メチルシロキサンを用いると、完全に処方済みのシリコン離型剤の平滑な薄いコーティングの形成がいかに促進されるかを例証するものである。

【0036】

プラスチック、接着剤およびエラストマー製品用の市販の離型剤を購入した。メーカーによれば、その製品は、トリメチル化シリカおよびテトラ(トリメチルシロキシ)シランを含む50%の活性材料含量を有し、ストッダード(Stoddard)溶剤、キシレンおよびエチルベンゼンから構成される炭化水素溶剤混合物を利用するものと説明されている。メーカーのパフレットによれば、表面濡れ性を改善するために、10部の離型剤を80部のイソプロパノールおよび10部のトルエンで希釈することが推奨されている。メーカーの推奨事項に従って、離型剤、イソプロパノールおよびトルエンの10/80/10wt%混合物を用いて、離型コーティングを5wt%のポリマー固体まで希釈した。離型コーティングを、プリバル(Prevail)エロゾル噴霧器を用いて、予め秤量しておいた、65__まで加熱した1インチ×3インチ(2.54cm×7.62cm)ガラス顕微鏡スライドに適用した。溶剤蒸発後、スライドを再秤量して、コーティング重量を求め、コーティングの平滑度および適用範囲を目視検査した。次に、離型剤をここでも5重量%のポリマー固体までオクタメチルトリシロキサン(OMTS)中で希釈し、説明したやり方を用いてガラススライドに適用した。OMTSを用いた離型剤の結果を、上記の炭化水素溶剤で希釈した離型剤の結果と比較した。メーカー推奨の炭化水素溶剤は、むらのある不完全なコーティングを生成したが、VMS溶剤を用いると、平滑な連続コーティングを生成したことが分かる。結果を表4に示す。表中、IPAはイソプロピルアルコールである。

20

30

【0037】

【表4】

表 4

コーティング				コーティング			
溶剤	Wt (mg)	説明	適用範囲	溶剤	Wt (mg)	説明	適用範囲
80/10IPA/トルエン	3.0	むらがある	不完全	OMTS	3.3	平滑	完全

40

【0038】

(実施例2)

本実施例は、平滑な連続コーティングの形成によって、離型剤の性能がいかに改善されるかを示すものである。

50

【 0 0 3 9 】

メチルシルセスキオキサン - ジメチルシロキサンコポリマーおよびポリジメチルシロキサン流体を用いた離型コーティングを、固体濃度 5 重量 % で様々な溶剤に分散した。コーティングを、プリバル (P r e v a l) エアゾール噴霧器を用いて、予め秤量しておいた、65℃まで加熱した 9 インチ × 12 インチ × 3 インチ (22.86 cm × 30.48 cm × 7.62 cm) アルミニウム箱型に適用した。溶剤蒸発後、型を室温まで冷やし再秤量した。型を再加熱し、トルエンジイソシアネート系ポリウレタン可撓性発泡体樹脂で充填した。型の蓋を固定し、オープン中で 65℃ に維持しながら膨張する発泡体を 6 分間硬化させた。発泡体を手で型から取り出した。発泡体が引裂きなしで型から上手に取り出せたら、型を離型剤で再コートせずに、ポリウレタン樹脂で再充填した。発泡体の引裂きが観察されるまでこのサイクルを繰り返した。結果を表 5 に示す。表中、略号は表 2 に示したものと同一である。

10

【 0 0 4 0 】

【表 2】

表 5

溶剤 ¹	硬化コーティングの重量	発泡体引裂き前の離型の数
OMS	0.12 g	14
50/50wt%混合 OMTS/DMS	0.12 g	10
10/20/10/60wt%混合 OMS/OMTS/DMS/MS	0.14 g	12
ミネラルスピリッツ	0.13 g	1

20

¹ 溶剤の略号については表 2 を参照のこと

【 0 0 4 1 】

結果によれば、VMS 流体または VMS と炭化水素溶剤の組み合わせに分散した離型コーティングだと、炭化水素溶剤のみを用いたものに比べて性能が大幅に改善されたことが分かる。

30

以下に、本発明の好ましい態様を示す。

[1] 溶剤、シリコーン樹脂、ゴムまたは流体、任意選択的に触媒、助溶剤またはその両方を含む組成物であって、前記溶剤が揮発性シロキサンであることを特徴とする組成物。

[2] 前記触媒、前記助溶剤またはその両方を含むことを特徴とする [1] に記載の組成物。

[3] 前記溶剤が、式 $R(R_2SiO)_xSiR_3$ または $(R_2SiO)_y$ を有し、各 R は独立して、1 基当たり 1 ~ 約 10 個の炭素原子を有する、アルキル基、アルコキシ基、フェニル基、フェノキシ基またはこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする [1] または [2] に記載の組成物。

40

[4] 前記溶剤が、ヘキサメチルジシロキサン、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、2,5-ジクロロ-1,1,3,3,5,5-ヘキサメチルトリシロキサン、1,3-ジメチルテトラメトキシジシロキサン、1,1,1,3,5,5,5-ヘプタメチルトリシロキサン、3-(ヘプタフルオロプロピル)トリメチルシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサンまたはこれらの 2 つ以上の組み合わせであり、好ましくはオクタメチルトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルテトラシロキサンまたはこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする [1]、[2] または [3] に記載の組成物。

50

[5] 前記触媒が、チタン化合物、二酢酸ジブチル錫またはこれらの組み合わせであることを特徴とする [1]、[2]、[3]または[4]に記載の組成物。

[6] 前記シリコーン樹脂、ゴムまたは流体が、ポリオルガノシロキサン、好ましくはメトキシ末端ポリアルキルシロキサン、ヒドロキシ末端ポリジメチルシロキサンまたはこれらの2つ以上の組み合わせ、より好ましくはポリジメチルシロキサン、ポリメチルヒドロジェンシロキサン、ポリシルセスキオキサン、ポリトリメチルシロキサン、ポリジメチルシクロシロキサンまたはこれらの2つ以上の組み合わせであることを特徴とする [1]、[2]、[3]、[4]または[5]に記載の組成物。

[7] 変性フュームドシリカ、界面活性剤、フルオロポリマー、ワックス、脂肪酸、脂肪酸塩、微細分散固体、乳化剤、殺生物剤、腐蝕防止剤またはこれらの2つ以上の組み合わせをさらに含むことを特徴とする [6]に記載の組成物。

10

[8] 溶剤、シリコーン樹脂またはシリコーンゴムまたはシリコーン流体、任意選択的に触媒、助溶剤または両方を組み合わせて、離型組成物を生成する工程と、前記組成物を型に適用する工程と、任意選択的に前記組成物を硬化させる工程とを含み、前記溶剤、前記シリコーン樹脂またはシリコーンゴムまたはシリコーン流体、前記触媒および前記助溶剤が [1]、[2]、[3]、[4]、[5]、[6]または[7]に記載のものと同じであることを特徴とする方法。

[9] 前記組成物を硬化させる工程をさらに含むことを特徴とする [8]に記載の方法。

[10] 成形材料を前記型に導入する工程と、前記材料を成形物品へと変形させる工程と、前記物品を回収する工程とをさらに含むことを特徴とする [8]または[9]に記載の方法。

20

フロントページの続き

(72)発明者 ロバート ハーベイ モフェット
アメリカ合衆国 1 9 3 5 0 ペンシルベニア州 ランデンバーグ クロッサン コート 6

審査官 前田 孝泰

(56)参考文献 特開昭55-118959(JP,A)
特開2000-167851(JP,A)
特開昭62-275713(JP,A)
特開平01-157808(JP,A)
米国特許第03684756(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C08L 83/00- 83/16
B29C 33/56- 33/68
CA/REGISTRY(STN)