

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4147028号
(P4147028)

(45) 発行日 平成20年9月10日(2008.9.10)

(24) 登録日 平成20年6月27日(2008.6.27)

(51) Int.Cl.	F 1
B29B 7/48	(2006.01)
B29B 7/84	(2006.01)
B29B 7/88	(2006.01)
C08K 3/36	(2006.01)
C08K 5/54	(2006.01)
B29B	7/48
B29B	7/84
B29B	7/88
C08K	3/36
C08K	5/54

請求項の数 17 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-386866 (P2001-386866)
(22) 出願日	平成13年12月20日 (2001.12.20)
(65) 公開番号	特開2002-254427 (P2002-254427A)
(43) 公開日	平成14年9月11日 (2002.9.11)
審査請求日	平成16年12月16日 (2004.12.16)
(31) 優先権主張番号	09/742911
(32) 優先日	平成12年12月20日 (2000.12.20)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	506390498 モーメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ・インク アメリカ合衆国 コネチカット州 ウィルトン ダンバリーロード 187
(74) 代理人	100116872 弁理士 藤田 和子
(72) 発明者	ブルース・イー・ブードロー アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ウォーターフォード、ロビン・レーン、12番
(72) 発明者	テレサ・グロセラーロチャ アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ウォーターフォード、カンバスバック・リッジ、14番

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】液体シリコーンゴム組成物の連続製造法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体シリコーンゴム組成物の製造方法であって、長さ／直径比が少なくとも50を超える押出機(22)に充填材、処理剤(16)及びシリコーンポリマーを導入し、押出機(22)内で、充填材、処理剤(16)及びシリコーンポリマーを連続的にコンパウンドィングするとともに脱揮して液体シリコーンゴム組成物とすることを含んで、前記押出機(22)から液体ゴム組成物を冷却器に排出することをさらに含み、前記冷却器が異方向回転二軸押出機(22)からなる方法。

【請求項 2】

前記押出機(22)が噛合型同方向回転二軸押出機(22)である請求項1記載の方法。

【請求項 3】

前記押出機(22)に充填材を導入する前にシリコーンポリマーで充填材を高密度化することを含み、前記充填材の量は、前記シリコーンポリマー100重量部当たり、20～150重量部である請求項1記載の方法。

【請求項 4】

前記冷却器内で液体シリコーンゴム組成物を冷却し、均質化し、さらに脱揮する、請求項1記載の方法。

【請求項 5】

10

20

前記冷却器内での液体シリコーンゴムの滞留時間が前記押出機(22)内の滞留時間よりも長い、請求項4記載の方法。

【請求項6】

前記液体シリコーンゴム組成物を第1の流れと第2の流れに分けることをさらに含む、請求項1記載の方法。

【請求項7】

前記第1の流れに白金触媒を添加して成分混合物A(100)を生成せしめ、前記第2の流れに架橋剤を添加して成分混合物B(108)を生成せしめる、請求項6記載の方法。

【請求項8】

前記充填材が未処理シリカ(12)、又は処理剤(16)で前処理した充填材である、請求項1記載の方法。

【請求項9】

前記充填材がシラノール基を含有しており、前記処理剤(16)がシラノール停止ポリジメチルシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン(D4)又はヘキサメチルジシラザン(HMDZ)からなる、請求項1記載の方法。

【請求項10】

反応を促進するため、充填材、処理剤(16)及びシリコーン流体(14)をコンパウンドティングしながら押出機(22)の一セクションを高圧に保つことをさらに含む、請求項9記載の方法。

【請求項11】

前記押出機(22)内の温度を供給部(L/D < 9)で150未満、次いで供給部から排出まで120~240に制御することを含む、請求項1記載の方法。

【請求項12】

前記長さ/直径比が少なくとも60を超える、請求項1記載の方法。

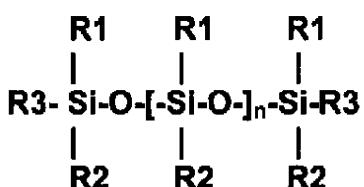
【請求項13】

前記長さ/直径比が少なくとも70を超える、請求項1記載の方法。

【請求項14】

前記シリコーンポリマーが、式Iの繰返し単位で表されるビニル末端ポリジメチルシロキサンからなる、請求項1記載の方法。

【化1】



式中、各R¹は独立にC_{1~4}アルキル又はC_{2~4}アルキレンを表し、各R²は独立にC_{1~4}アルキル、C_{1~4}ハロアルキル又はC_{2~4}アルキレンを表し、各R³は独立にH、C_{1~10}アルキル、C_{2~4}アルキレン、C_{4~6}シクロアルキル、OH又はC_{1~4}ハロアルキルを表し、末端のR¹、R²、又は、R³の少なくとも一つはCH=CH₂であり、nは100乃至1000未満の値である。

【請求項15】

各R¹が独立にCH₃又はCH=CH₂を表し、各R²が独立にCH₃、CH=CH₂又はCH₂CH₂CF₃を表し、各R³が独立にCH₃、CH=CH₂、OH又はCH₂CH₂CH₂CF₃を表し、末端のR¹、R²、又は、R³の少なくとも一つはCH=CH₂を表す、請求項14記載の方法。

【請求項16】

シリコーン組成物の製造方法であって、

長さ/直径比が少なくとも50を超える押出機(22)に充填材、処理剤(16)及び

10

20

30

40

50

シリコーンポリマーを導入し、

押出機(22)内で、充填材、処理剤(16)及びシリコーンポリマーを連続的にコンパウンディングするとともに脱揮してシリコーン組成物とし、

押出機(22)からシリコーン組成物を冷却器に排出することを含んで、前記冷却器が異方向回転二軸押出機(22)からなる方法。

【請求項17】

液体シリコーンゴム組成物の製造システム(40)であって、

充填材とシリコーンポリマーのコンセントレート(20)を製造するミキサー(18)、ミキサー(18)から上記コンセントレート(20)を受け取って該コンセントレート(20)、処理剤(16)及びシリコーンポリマーをコンパウンディングするとともに脱揮して揮発分を含む液体シリコーンゴム組成物とするための、上記ミキサー(18)と接続したL/D比が50を超える長尺押出機(22)、及び

液体シリコーンゴム組成物を受け取って組成物を冷却し、均質化し、さらに脱揮するための冷却器を含んでなるシステム(40)。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は液体シリコーンゴム(LSR)組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

LIM組成物とも呼ばれるLSR組成物は、ビニル含有ポリジオルガノシロキサン流体、水素含有ポリジオルガノシロキサン流体、有効量の白金触媒、ヒュームドシリカのような補強用充填材、及び追加の添加剤からなる多成分の組合せである。典型的には、二成分混合物を混合し、予熱した金型に装填し、そこで急速に硬化させてゴム部品を製造する。第一の成分混合物はビニル含有ポリジオルガノシロキサン流体、シリカ充填材及び有効量の白金触媒を含み、第二の成分混合物は水素含有ポリジオルガノシロキサン流体を、例えばビニル含有ポリオルガノシロキサン流体及びシリカ充填材を始めとする他の成分と共に含む。

【0003】

典型的には、LSR組成物は、バンバリーミキサー、タービュライザー、チェンジカンミキサー又は低強度双腕ドゥミキサーなどの混練機でポリジオルガノシロキサン、無機充填材及び添加剤を混練することによって製造される。このプロセスでは、ポリジオルガノシロキサンと無機充填材と処理剤と添加剤を所望の特性が得られるまでバッチ混合する。バッチ式混合プロセスはバッチ当たり12~30時間を要する。混合後、LSR組成物から揮発分を除去し、冷却する。この最終段階でLSR組成物の製造を終えるのにさらに時間をする。

【0004】

バッチプロセスは長い滞留時間と大量のエネルギーを必要とする。商業規模のバッチ間にみられる不均一な剪断及び伸び応力の結果、充填材の粒度分布が不均一となって特性にばらつきが生じることがある。バッチ間で物理的性質が異なることになりかねない。製造時期の異なるバッチは物理的性質が異なることがある。バッチプロセスは多大な労力、エネルギー及び投資を要し、一貫性に乏しい。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

ポリマー、充填材及び添加剤から脱揮LSR組成物をばらつきなく製造するための連続法に対するニーズが存在する。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明は脱揮LSR組成物の連続製造法を提供する。この方法では、長さ/直径比が少なくとも50を超える押出機に充填材、処理剤及びシリコーンポリマーを導入する。押出機

10

20

30

40

50

内で、充填材と処理剤とシリコーンポリマーを連続的にコンパウンドィングし、脱揮して揮発分の除去された LSR 組成物とする。

【0007】

一実施形態では、本発明は、液体シリコーンゴム組成物の製造システムを提供する。当該システムは、充填材とシリコーンポリマーの高密度化コンセントレートを製造するミキサー、ミキサーからコンセントレートを受け取って上記コンセントレートと処理剤とシリコーンポリマーとをコンパウンドィングするとともに脱揮して揮発分を含む液体シリコーンゴム組成物とするための、上記ミキサーと接続した L/D 比が 50 を超える長尺押出機、及び液体シリコーンゴム組成物を受け取って組成物を冷却し、均質化し、さらに脱揮するための冷却器を含んでなる。

10

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明は、充填材処理の反応時間を短縮するとともに、LSR 組成物を始めとするシリコーン組成物の経済的な製造システムを提供する。LSR 組成物の二液部分を同時に製造できる。在庫を減らすことができ、バッチプロセスの運転間に必要とされる装置の清掃を省くことができる。

【0009】

このプロセスの一段階では、充填材とポリジメチルシロキサンポリマーと処理剤を混合・反応させて充填材の表面を処理する。次に、この混合物から揮発分を除去し、冷却すればよい。本発明では、充填材処理の時間が数時間から数分、例えば 2 ~ 6 分まで短縮される。充填材を連続的に現場処理してベース材料を製造し、これを濾過し、触媒を作用させる。

20

【0010】

一実施形態では、本プロセスは、1) 充填材の高密度化、2) 現場処理、揮発分除去及び濾過、3) 冷却、均質化及び脱気、並びに 4) 触媒反応の 4 段階からなる。高密度化の前に、反応器中への供給を容易にすべく充填材を予めシリコーンポリマーと混合してもよい。高密度化充填材を処理剤 (HMDZ、水、ビニルシラザン) 及び追加ポリマーと混合するための反応器として同方向回転二軸押出機を使用することができる。

【0011】

続く反応はバッチプロセスよりも高い温度及び圧力で実施される。この現場処理には、押出機での最低限の滞留時間、160 ~ 210 の温度及び約 70 ~ 約 300 psi の圧力が必要とされることがある。

30

【0012】

揮発分の除去は、押出機の端部近くで材料が熱いうちに実施でき、二次的作業が除かれる。ppm 単位の HMDZ 量で測定される含窒素副生物の残留量は約 100 ppm のレベルとし得る。濾過は、押出機からの吐出時に材料が熱いうちに実施でき、二次的作業が除かれる。冷却及び脱気は別個の異方向回転ミキサーで実施できる。かかるミキサーは、材料を均質化してベース材料とするための逆混合及び長い滞留時間を与えることができる。

【0013】

最後に、このベース材料は 2 成分に分けて、静止ミキサーで触媒その他の添加剤と別々に混合して 2 つの別個の「A」成分と「B」成分を製造できる。2 成分は同時に製造でき、在庫を減らすことができる。

40

【0014】

上記その他の特徴は添付の図面及び以下の詳細な説明から明らかとなろう。以下の説明は、本発明の好ましい実施形態を例示したもので、本発明を限定する者ではない。

【0015】

図 1において、ヒュームドシリカのような充填材を連続的に現場処理し、ビニル末端ポリジメチルシロキサンのようなシリコーンポリマーとコンパウンドィングする。最初の段階では、ヒュームドシリカ 12、初期量のシリコーンポリマー 14 及び処理剤 16 を Bepex Turbulizer のような連続ミキサー 18 に仕込んで高密度化ポリマー / 充

50

填材塊を形成する。

【0016】

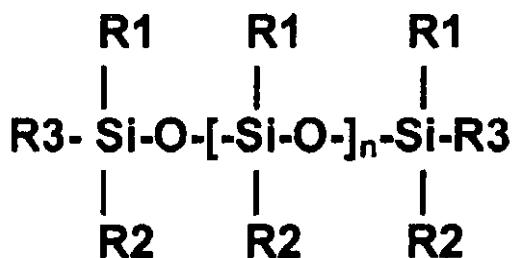
本発明で使用し得る充填材は、シラノール表面基を有しシリコーンポリマーとコンパウンドィングし得る無機充填材であればよい。無機充填材の例には、ヒュームドシリカや沈降シリカのような補強用シリカがある。1種類の充填材又は複数の充填材の組合せをシリコーンポリマーの補強に使用し得る。

【0017】

本発明の組成物に用いられるシリコーンポリマーは、典型的には、25で100～200000cpsの粘度を有するビニル末端ポリジメチルシロキサンである。このポリマーは以下の式Iの繰返し単位で表すことができる。

【0018】

【化3】



10

20

式 I

【0019】

式中、各R¹は独立にC₁₋₄アルキル又はC₂₋₄アルキレンを表し、各R²は独立にC₁₋₄アルキル、C_{1-C₄}ハロアルキル又はC₂₋₄アルキレンを表し、各R³は独立にH、C₁₋₁₀アルキル、C₂₋₄アルキレン、C₄₋₆シクロアルキル、OH又はC_{1-C₄}ハロアルキルを表し、nはこのシリコーンポリマーの粘度が25で100～20000000cpsとなる整数を表す。nは広くは約80～約3500ですることができるが、望ましくはnは約100乃至1000未満の値である。

30

【0020】

さらに好ましい組成物は、各R¹が独立にCH₃又はCH=CH₂を表し、各R²が独立にCH₃、CH=CH₂又はCH₂CH₂CF₃を表し、各R³が独立にCH₃、CH=CH₂、OH又はCH₂CH₂CF₃を表し、nが約200～約900の整数を表すシリコーンポリマーを含む。

【0021】

別の実施形態では、シリコーンポリマーのビニル含量が該シリコーンポリマーの約0.05～約0.5重量%の範囲である組成物が提供される。

40

【0022】

高密度化段階における充填材の量は、高粘度シリコーンポリマー100重量部当たり、約20～約150重量部、望ましくは約30～約100重量部、好ましくは約40～約70重量部である。コンパウンドィング段階時にさらにシリコーンポリマーを加えると、最終シリコーン組成物中のシリカの割合が、高粘度シリコーンポリマーの合計100重量部当たり、約10～約100重量部、望ましくは約15～約90重量部、好ましくは約25～約70重量部に低下する。

【0023】

処理剤は、充填材表面のヒドロキシ基又はシラノール基と反応して充填材粒子同士又は充填材と生ゴム分子との縮合反応を抑制するシラノール又はメトキシ停止シリコーンポリマ

50

ーであり、さもないと脆化とエラストマー性の喪失とを招きかねない。処理剤は充填材のシラノール基を減らすとともにシリコーンのエージングに要する時間を短縮して、クレープ硬化を抑制し、及び／又は可塑性を制御する。処理剤は、シラノール基及び／又は炭素原子数1～6のアルコキシ基を有するオルガノシラン、オルガノシラザン、低粘度ポリオルガノシロキサン又はシリコーン樹脂とし得る。具体例には、ジフェニルシランジオール、ジメチルシランジオール、メチルトリエトキシシラン及びフェニルトリメトキシシランがある。低粘度ポリシロキサンは、メチル基、フェニル基、ビニル基及び3,3,3-トリフルオロプロピル基から選択される1種類以上の有機基を含有し得る。好ましいシラノール反応性処理剤には、シラノール停止ポリジメチルシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン(D4)及びヘキサメチルジシラザン(HMDZ)がある。¹⁰ 25で測定したポリシロキサンの粘度は約1～約300cP、好ましくは約5～約100cPである。

【0024】

コンパウンドィング段階で、処理剤は、充填材100重量部に対して、約0.1～約100重量部、望ましくは約0.5～約75重量部、好ましくは約1.0～約50重量部の重量比の流体として添加し得る。処理剤は充填材の反応性基と反応して、充填材の面積(平方ナノメートル)当たりヒドロキシ基約8～約2個、好ましくは約7～約3個の濃度に低下させることができる。一実施形態では処理剤はHMDZと水の組合せであってもよい。この組合せは、約0.1～1.0、望ましくは0.2～5、好ましくは0.3～3の重量比のHMDZ／水を含むことができる。²⁰

【0025】

押出機22で、高密度化充填材とポリマーのコンセントレート20、追加シリコーンポリマー24、処理剤及び水をバレル1～2で供給し、下流のバレル16付近でさらに追加の流体26を加え、バレル18～19及び21～22の2つの真空ベント28,30で揮発分を除去する。除去を容易にするためベントセクション間で水32を注入する。本発明では、適切な充填材の処理と揮発分の除去を達成するため押出機全体のL/D比が少なくとも50を超える。望ましくはL/D比は60を超え、好ましくは70を超える。図1の押出機22はL/D比78である。

【0026】

押出機段階時にさらにシリコーンポリマーを添加すると、最終シリコーン組成物中のシリカの割合が、高粘度シリコーンポリマーの合計100重量部当たり、約5～約100重量部、望ましくは約10～約40重量部、好ましくは約15～約30重量部に低下する。³⁰

【0027】

充填材表面のシラノール基と処理剤との反応は、押出機でのコンパウンドィング段階の圧力及び昇温下で起こる。処理セクション(バレル3～18)のスクリューは、約16～約400psiの圧力を提供できるように構成できる。望ましくは圧力は約40～約300psiであり、好ましくは約100～約200psiである。押出機の供給セクション(L/D<9)の温度は約150未満、好ましくは約120未満に維持される。処理セクション(L/D=9から排出まで)の温度は約100～250、望ましくは120～240、好ましくは130～約230に制御される。⁴⁰

【0028】

押出機22でのコンパウンドィングで、LSRシリコーン組成物成分の製造に使用できるベースシリコーン組成物32が生成する。

【0029】

図2は、LSR組成物の全製造プロセス及びシステムを示す。図2において、システム40は、L/D比が少なくとも50を超える長尺押出機42を含んでいる。このプロセスでは、充填材はフィーダー44から高密度化装置46(例えばBepexタービュライザ又はDraissミキサー)に供給され、そこで最初のシリコーンポリマー48と混合して充填材とポリマーのコンセントレート50を形成する。高密度化充填材とポリマーのコンセントレート50をスクリューフィード52(例えばWerner & Pfleiderer⁵⁰)

e r E S B V クラマーフィーダー) で長尺押出機 4 2 に詰め込む。

【0030】

ミキサー 5 6 で追加のシリコーンポリマー 5 4 を H M D Z 处理剤 5 8 、水 6 0 及びシラザン 6 2 のような添加剤と混合した後、高密度化充填材とポリマーのコンセントレート 5 0 とコンパウンディングするための長尺押出機 4 2 に 6 4 で仕込む。さらに追加のシリコーンポリマー 6 6 をビニルポリマー 6 8 と混合して、コンセントレート 5 0 の仕込みの下流 7 0 で長尺押出機 4 2 に仕込んでもよい。

【0031】

コンパウンディングし反応させた成分は、ベント 7 2 及び 7 4 で脱揮し、ベント間には水 7 6 を仕込む。脱揮は少なくとも 2 つの理由で重要である。まず第一に、脱揮により、未反応処理剤が除去され、充填材のシラノール基とのそれ以上の反応が「奪活(ケンチ)」される。さもないと、それ以上の反応によって熱硬化性シリコーン組成物中の充填材の補強特性が低下しかねない。第二に、脱揮により、シリコーン組成物のレオロジー特性に悪影響を及ぼす余分な液体が除去される。

10

【0032】

上記の通りコンパウンディングし、反応し、脱揮した L S R 組成物を濾過 7 8 し、冷却器 8 2 に送る(80)。L S R 組成物は冷却器 8 2 内で逆混合及び脱気され、組成物がさらに均質化される。冷却器 8 2 はさらに脱揮するため減圧してもよい。冷却器 8 2 は L I S T O R P のような異方向回転二軸ミキサーとし得る。冷却器からの揮発分 8 4 は押出機 4 2 からの揮発分 8 6 と一緒にして真空 8 8 によって揮発分回収器 9 0 に排気する。

20

【0033】

冷却 L S R 組成物 9 2 を 2 つの流れ A と流れ B とに分ける。流れ A は白金触媒その他の添加剤 A (96) と共にポンプ 9 4 で静止ミキサー 9 8 に送って成分混合物 A (100) を生じ、流れ B は水素化物その他の添加剤 B (104) と共にポンプ 10 2 で送って成分混合物 B (106) を生じる。成分混合物 A (100) と成分混合物 B (106) を金型(図示せず)に充填すれば、そこで急速硬化してゴム部品を生ずる。

【0034】

上記その他の特徴は、本発明の好ましい実施形態を例示する以下の詳細な説明から明らかとなろう。ただし、本発明はこれらに限定されるものではない。

30

【0035】

【実施例】

充填材を B e p e x T u r b u l i z e r でビニル末端ポリジメチルシロキサン(25)での粘度約 4 0 0 0 0 c p s 、n = 約 8 0 0) と混合して高密度化充填材コンセントレートとした。高密度化コンセントレートを L / D 比 7 8 の 5 3 m m の k r u p p W e r n e r & P f l e i d e r e r 同方向回転二軸押出機に供給した。押出機中で、充填材を H M D Z 、水、ビニルシラザン及び追加のビニル末端ポリジメチルシロキサンとバレル 1 及び 2 で混合した。下流(バレル 6)で、充填材を追加のビニル末端ポリジメチルシロキサンと混合し、混合物を、圧力維持のため密閉した押出機のセクションで昇温下にコンパウンディングした。図 3 に、押出段階の 2 つの実験例の条件を示す。

【0036】

40

熱間コンパウンディングしたベース材料を押出機から L I S T O R P ジャケット付ミキサーに排出して冷却した。このミキサー内でベース材料を逆混合に付し、ばらつきをなくして均質な製品とした。ミキサーは減圧して、ベース材料からさらに脱揮・脱気するのに役立てた。

【0037】

ベース材料を 2 つの部分(A と B)に分割し、それぞれ計量ポンプを介して静止ミキサーに供給する。ミキサーに供給する直前の部分 A ベース材料に白金触媒その他の添加剤を導入する。混合前の部分 B のベース材料に水素化物その他の添加剤を導入する。

【0038】

それぞれ触媒と水素化物を含む 2 つの最終配合物の特性を図 4 に示す。図 4 に示した 2 つ

50

の列の結果は図 3 の 2 つの実験に対応している。

【0039】

これらの実施例は、本発明によって、ポリマー、充填材及び添加剤から特性に優れた脱揮 LSR 組成物を連続的に製造できることを示している。

【0040】

本発明の好ましい実施形態について説明してきたが、本発明は変更及び修正が可能であり、実施例に記載した通りのものには限定されない。本発明は、特許請求の範囲に属するあらゆる変更及び置換を包含する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 LSR 組成物の連続製造プロセスの概略図である。

10

【図 2】 LSR 組成物の全製造プロセスの概略図である。

【図 3】 加工処理条件の表である。

【図 4】 生成物特性を含む試験結果の表である。

【符号の説明】

1 2 未処理シリカ

1 4 シリコーン流体

1 6、 5 8 処理剤

1 8、 5 6 ミキサー

2 0、 5 0 コンセントレート

2 2、 4 2 押出機

20

2 8、 3 0 ベント

4 0 液体シリコーンゴム組成物製造システム

4 8、 5 4 シリコーンポリマー

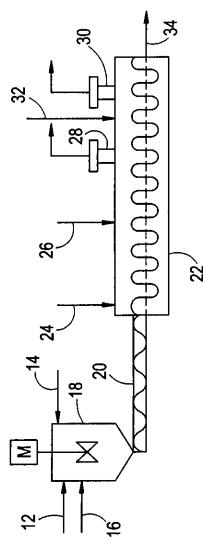
7 2、 7 4 ベント

8 2 冷却器

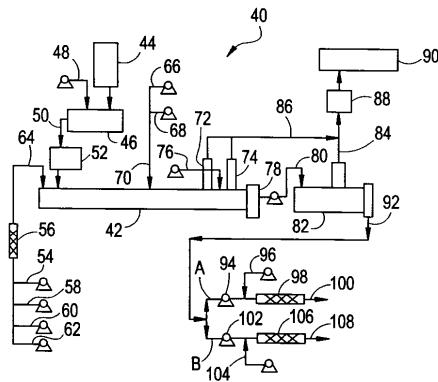
1 0 0 成分混合物 A (触媒)

1 0 8 成分混合物 B (架橋剤)

【 四 1 】



【 四 2 】



【 义 3 】

出機形式: Werner & Pfeiderer 53mm
處理條件:

例	ヒューム ドリッカ ー供給量 (lb/hr)	押出量 (lb/hr)	HMDZ (部)	水 (部)	ビニルシ ラザ (部)	圧力 psi)	押出溶 融温度 (°C)	押出溶 融温度 bbl 6 1-2	押出溶 融温度 bbl 6 3-5	押出機温 度(°C)	押出機温 度(°C)	スクリュー 速度 (rpm)
1	25	98	3.0	1.0	0.50	140	207	<90	50	200	200	600
2	25	97	3.0	1.0	0.72	120	210	<90	50	200	200	600
								18-19	15	20	21-22	

【 四 4 】

例 (シート)	比重	ショアA 硬さ	引張 強さ (kg)	伸び (%)	引裂 強さ (kg)	モジコラズ (psi)	250F レオメーター			350F レオメーター		
							T ₂₀ (sec)	T ₃₀ (sec)	T ₉₀ (sec)	T ₂₀ (sec)	T ₃₀ (sec)	T ₉₀ (sec)
1	1.114	39.7	1317	634	229	171	17	34	11.6	59	4	11
2	1.126	43.0	1129	447	180	199	22	36	15.7	101	3	10

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I
C 08 K 9/06 (2006.01)	C 08 K 9/06
C 08 L 83/07 (2006.01)	C 08 L 83/07
B 29 K 19/00 (2006.01)	B 29 K 19:00
B 29 K 105/16 (2006.01)	B 29 K 105:16

(72)発明者 エドワード・マシュー・ジェラム
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、バーント・ヒルズ、コニファー・ドライブ、11番
(72)発明者 オーガスト・オー・リエルマン
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、スケネクタディ、マクレラン・ストリート、214番
(72)発明者 ジェラルド・ガリチア・ロチャ
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ウォーターフォード、カンバスバック・リッジ、14番
(72)発明者 デビッド・エー・ウィリアムズ
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ガネスフルト、キャッスルベリー・ドライブ、26番

審査官 山本 晋也

(56)参考文献 特開平10-168316(JP,A)
特開平09-277252(JP,A)
特開平06-313046(JP,A)
特開平08-176350(JP,A)
特開平02-102007(JP,A)
特開昭61-040327(JP,A)
特開2001-192461(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29B 7/00- 7/94
B29C 47/00- 47/96
B01F 7/00- 7/32
C08J 3/00- 3/28
C08K 3/00- 13/08
C08L 1/00-101/14