

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第4716043号
(P4716043)

(45) 発行日 平成23年7月6日 (2011.7.6)

(24) 登録日 平成23年4月8日 (2011.4.8)

(51) Int.Cl.	F I
CO8L 83/06 (2006.01)	CO8L 83/06
CO8K 5/5465 (2006.01)	CO8K 5/5465
CO8K 3/22 (2006.01)	CO8K 3/22
CO8K 3/26 (2006.01)	CO8K 3/26
CO8K 5/13 (2006.01)	CO8K 5/13

請求項の数 3 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2007-244923 (P2007-244923)	(73) 特許権者	000002060
(22) 出願日	平成19年9月21日 (2007.9.21)		信越化学工業株式会社
(65) 公開番号	特開2009-73956 (P2009-73956A)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(43) 公開日	平成21年4月9日 (2009.4.9)	(74) 代理人	100079304
審査請求日	平成21年8月26日 (2009.8.26)		弁理士 小島 隆司
		(74) 代理人	100114513
			弁理士 重松 沙織
		(74) 代理人	100120721
			弁理士 小林 克成
		(74) 代理人	100124590
			弁理士 石川 武史
		(72) 発明者	木村 恒雄
			群馬県安中市松井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 下式で示される分子鎖両末端が水酸基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン
100質量部、
$$\text{HO}-(\text{R}_2\text{SiO})_n-\text{H}$$

(式中、Rはそれぞれ独立に非置換又はハロゲン原子置換の一価炭化水素基、nは10以上の整数を示す。)

(B) 下式で示される分子内にジアルキルケトオキシム基を2個以上有するシラン及び／又はその部分加水分解物
1～20質量部、
$$\text{R}^1_x-\text{Si}(-\text{O}-\text{N}=\text{CR}^2\text{R}^3)_{4-x}$$

(式中、R¹は非置換又はハロゲン原子置換の一価炭化水素基、R²及びR³は非置換の一価炭化水素基又はハロアルキル基、又は、R²とR³は互いに結合してこれらが結合する炭素原子と共に環を形成してもよく、環を形成する場合には、R²とR³はそれぞれアルキレン基を示す。xは0～2の整数を表す。)

(C) 炭酸亜鉛、酸化亜鉛、水酸化亜鉛、及びそれらの混合物から選ばれる充填剤
2～200質量部、

(D) 硬化触媒
0.01～5質量部、

(E) 分子量400以上のヒンダードフェノール化合物
0.01～5質量部

を含有することを特徴とする室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項2】

(D) 硬化触媒がジオクチル錫ジエステル化合物である請求項1に記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項3】

(E) ヒンダードフェノール化合物の分子量が500以上である請求項1に記載の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコーン系シーリング剤、接着剤、コーティング剤又はポッティング剤として有用な室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物、特に耐油性と未硬化時の耐熱性に優れた縮合硬化型の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

自動車エンジン周辺のシールについては、従来、コルク、有機ゴム、アスベストなどで作られた耐油性のガスケット、パッキン材が使用されているが、これらは高価であり、在庫管理及び工程管理が煩雑であるという不利があった。そのため、この種の用途には室温硬化性シリコーンゴム組成物を利用したFIPG方式(Formed-In place

Gaskets)が採用されるようになり、作業性、密閉性、耐熱性の面で高い評価が与えられている。しかし、トランスミッションなどに使用される自動車用のギヤオイルが近年の低燃費化のために酸性の極圧添加剤を多量に含む低粘度のマルチグレードのものとされてきたことから、このオルガノシロキサンから作られたシール部分も高温下での長時間の使用中には劣化し、油洩れが生じるという問題が生じている。

20

【0003】

これを解決するには酸性の極圧添加剤を不活性化する塩基性充填剤の添加が有効である。特許文献1：特公昭61-23942号公報には、炭酸亜鉛及び／又は酸化亜鉛とチアゾール、チウラム及びジチオカルバミン酸塩の使用が提案されている。また、特許文献2：特公平7-119361号公報には、カーボン、酸化亜鉛、炭酸亜鉛、酸化マグネシウム、炭酸カルシウムとトリオルガノシロキシ単位及びSiO₂単位よりなる網状ポリシロキサンの使用が提案されている。

【0004】

30

【特許文献1】特公昭61-23942号公報

【特許文献2】特公平7-119361号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、その後の検討の結果、ジアルキルケトオキシム基を有するシランを架橋剤として使用したいわゆる脱オキシム型室温硬化性シリコーンゴム組成物において、亜鉛系の充填剤を使用すると未硬化時耐熱性が低下することが判明した。室温硬化性シリコーンゴム組成物を利用したFIPG方式のシールを行った直後にエンジンを始動した場合、硬化途中のシール材が高温に晒されてその後の硬化性が低下し、最終的なシール性能に影響を及ぼすことが判った。

40

【0006】

本発明の目的は、耐油性に優れていると共に、未硬化時の耐熱性に優れ、良好な硬化性を有し、自動車エンジン周辺のシールに用いられて優れたシール性を与える縮合硬化型の室温硬化性オルガノポリ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】

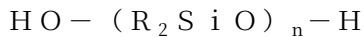
本発明者らは、上記不具合を改善するために鋭意検討を行った結果、亜鉛系充填剤を用いた脱オキシム型室温硬化性シリコーンゴム組成物における未硬化耐熱性の低下は、亜鉛系充填剤共存時の特異的な現象であること、原因は架橋剤であるジアルキルケトオキシム

50

基を有するシランの熱分解が原因であることを確認した。また、種々の添加剤について検討を進めた結果、ヒンダードフェノール系ラジカル捕捉剤が未硬化耐熱性の改善に有効なことを見出し、更にその種類、添加量等について検討を進めた結果、本発明を完成したものである。

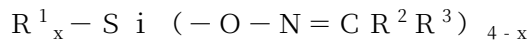
【0008】

即ち、本発明は、(A) 下式で示される分子鎖両末端が水酸基で封鎖されたジオルガノポリシロキサン 100質量部、



(式中、Rはそれぞれ独立に非置換又はハロゲン原子置換の一価炭化水素基、nは10以上の整数を示す。)

(B) 下式で示される分子内にジアルキルケトオキシム基を2個以上有するシラン及び/又はその部分加水分解物 1~20質量部、



(式中、R¹は非置換又はハロゲン原子置換の一価炭化水素基、R²及びR³は非置換の一価炭化水素基又はハロアルキル基、又は、R²とR³は互いに結合してこれらが結合する炭素原子と共に環を形成してもよく、環を形成する場合には、R²とR³はそれぞれアルキレン基を示す。xは0~2の整数を表す。)

(C) 炭酸亜鉛、酸化亜鉛、水酸化亜鉛、及びそれらの混合物から選ばれる充填剤

2~200質量部、

(D) 硬化触媒

0.01~5質量部、

(E) 分子量400以上のヒンダードフェノール化合物

0.01~5質量部

を含有することを特徴とする室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物を提供する。

【0009】

この場合、(D)成分としては、ジオクチル錫ジエステル化合物を好適に用いることができ、(E)成分のヒンダードフェノール化合物は分子量500以上のものが好ましい。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、耐油性に優れ、また未硬化時の耐熱性に優れ、自動車エンジン周辺のシールに用いられて優れたシール性を与える。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、下記(A)~(E)成分を必須成分とするものである。

【0012】

[(A)成分]

(A)成分は下式で示される分子鎖両末端が水酸基で封鎖されたジオルガノポリシロキサンであり、本組成物のベースポリマーとなる成分である。



【0013】

この一般式中、Rはそれぞれ独立に非置換又は置換の一価炭化水素基である。このRとしては、例えば、炭素原子数1~20、特に1~8のアルキル基、炭素原子数2~20、特に2~8のアルケニル基、炭素原子数6~20、特に6~12のアリール基、及びこれら炭化水素基の水素原子の一部もしくは全部がフッ素等のハロゲン原子で置換された基が挙げられる。アルキル基としてはメチル基、エチル基、プロピル基、シクロヘキシル基等が例示される。アルケニル基としてはビニル基、アリル基等が例示される。アリール基としてはフェニル基等が例示される。ハロゲン原子置換基としては3,3,3-トリフルオロプロピル基等が例示される。これらの中で、メチル基、ビニル基、フェニル基が好ましく、メチル基が特に好ましい。

【0014】

前記一般式中、nは10以上の整数であって、このジオルガノポリシロキサンの25℃

10

20

30

40

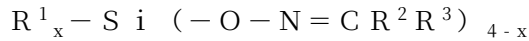
50

における粘度が好ましくは10～1,000,000mPa・s、より好ましくは100～100,000mPa・s、特に好ましくは300～50,000mPa・sとなる数である。粘度が小さすぎると硬化物に十分な機械的特性が得られない場合があり、大きすぎると組成物の粘度が高くなり、作業性が低下する場合がある。ここで、粘度は回転粘度計により測定した値である。

【0015】

[(B)成分]

(B)成分は下式で示される分子内にジアルキルケトオキシム基を2個以上有するシラン及び／又はその部分加水分解物であり、本組成物の架橋剤となる成分である。



10

(式中、 R^1 は非置換又は置換の一価炭化水素基、 R^2 及び R^3 は非置換又は置換の一価炭化水素基、又は、 R^2 と R^3 は互いに結合してこれらが結合する炭素原子と共に環を形成してもよく、環を形成する場合には、 R^2 と R^3 はそれぞれアルキレン基を示す。 x は0～2の整数を表す。)

【0016】

この一般式中、 R^1 はそれぞれ独立に非置換又は置換の一価炭化水素基である。この R^1 としては、例えば、炭素原子数1～20、特に1～8のアルキル基、炭素原子数2～20、特に2～8のアルケニル基、炭素原子数6～20、特に6～12のアリール基、炭素原子数7～20、特に7～12のアラルキル基、及びこれら炭化水素基の水素原子の一部もしくは全部がフッ素等のハロゲン原子で置換された基が挙げられる。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、シクロヘキシル基等、アルケニル基としてはビニル基、アリル基等、アリール基としてはフェニル基等、アラルキル基としてはベンジル基等、置換アルキル基としては3,3,3-トリフルオロプロピル基等が例示される。特に好ましいのはメチル基、エチル基、ビニル基、フェニル基である。

20

【0017】

また、 R^2 、 R^3 の一価炭化水素基としてはアルキル基が好ましく、ハロアルキル基でもよい。この場合、アルキル基としては、炭素数1～8、特に1～6のものが好ましく、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基等が挙げられる。特に好ましくは、 R^2 、 R^3 としては、メチル基、エチル基、イソブチル基である。また、 R^2 、 R^3 は炭素原子数1～6のアルキレン基であってもよく、この場合、 R^2 、 R^3 はこれらが結合する炭素原子と共に5～8の環を形成する。なお、かかる環としては、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等が挙げられる。

30

【0018】

本架橋剤は、相当するクロロシランとジアルキルケトオキシム化合物を脱塩酸反応させることによって得られる。必要に応じて反応時にトリエチルアミン等の塩酸捕捉剤を併用することも可能である。

【0019】

この(B)成分の分子内にジアルキルケトオキシム基を2個以上有するシラン及び／又はその部分加水分解物の配合量は、(A)成分のジオルガノポリシロキサン100質量部に対して1～20質量部、好ましくは3～15質量部である。1質量部未満では十分な保存安定性が得られず、20質量部を超えると組成物の深部硬化性が低下し、作業性が低下する。

40

【0020】

[(C)成分]

(C)成分の炭酸亜鉛、酸化亜鉛、水酸化亜鉛、及びそれらの混合物から選ばれる亜鉛系充填剤は、本組成物の耐油性向上剤として作用するものである。自動車エンジンを本組成物を用いてオイルシールした場合、シール部位のシール性を維持するため自動車オイル中の酸性極圧添加剤の不活性化剤として機能するものである。

【0021】

この(C)成分の炭酸亜鉛、酸化亜鉛、水酸化亜鉛、及びそれらの混合物から選ばれる

50

充填剤は、(A)成分のジオルガノポリシロキサン100質量部に対して2～200質量部、好ましくは5～150質量部が使用される。2質量部未満では十分な耐油性が得られず、200質量部を超えると組成物の深部硬化性が低下し、作業性が低下する。

【0022】

[(D)成分]

(D)成分の硬化触媒は、本発明の組成物において(A)成分と(B)成分の縮合反応触媒として作用するものである。これらは1種又は2種以上の混合物として使用してもよい。(D)成分の具体例としては、スズジオクトエート、ジメチルスズジバーサテート、ジブチルジメトキシスズ、ジブチルスズジアセテート、ジブチルスズジオクトエート、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズジベンジルマレート、ジオクチルスズジラウレート、スズキレート等のスズ触媒、グアニジン、1, 8-ジアザビシクロ[5. 4. 0]-7-ウンデセン(DBU)等の強塩基化合物及びそれらの基を有するアルコキシシラン、テトライソプロポキシチタン、テトラ-n-ブトキシチタン、テトラキス(2-エチルヘキソキシ)チタン、ジプロポキシビス(アセチルアセトン)チタン、チタニウムイソプロポキシオクチレングリコール等のチタン酸エステル又はチタンキレート化合物等が例示される。特にスズ触媒が好適に使用される。

10

【0023】

(D)成分の配合量は、(A)成分のジオルガノポリシロキサン100質量部に対して0.01～5質量部、好ましくは0.02～3質量部である。0.01質量部未満では十分な硬化特性が得られず、5質量部を超える量では組成物の耐久性が低下する。

20

【0024】

[(E)成分]

(E)成分のヒンダードフェノール化合物は、本発明の組成物において、(C)成分の亜鉛系充填剤による(B)成分の架橋剤のラジカル分解を防止する機能を有するものである。また、ヒンダードフェノールの分子量と未硬化耐熱性には相関が見られ、同一添加量で比較すると分子量が大きいほど未硬化耐熱性は良好となる傾向にある。分子量が小さいヒンダードフェノールは大量に添加しないと性能が発揮されないため、コスト的には相対的に不利となる。本発明の組成物においては分子量が400以上、好ましくは500以上、更に好ましくは600以上のヒンダードフェノールが好適に使用される。

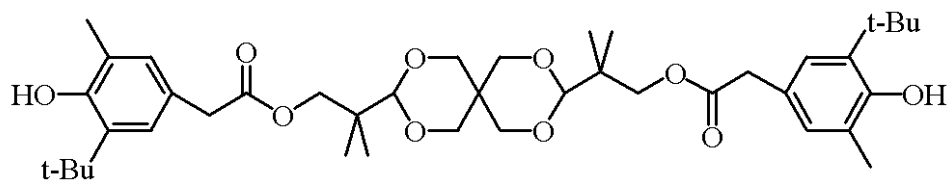
【0025】

本成分のヒンダードフェノール化合物としては、例えば、アデカスタブAO-80(分子量521)を含む旭電化社製アデカスタブAOシリーズ、チバスペシャリティケミカル製イルガノックス259(分子量636)、イルガノックス1076(分子量476)、イルガノックス1330(分子量774)、イルガノックス3114(分子量783)等が挙げられる。これらは1種単独で用いても2種以上を併用してもよい。

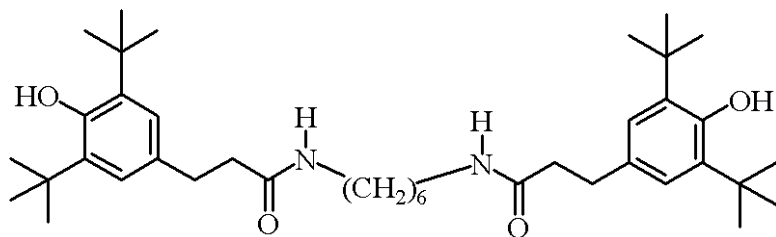
30

【0026】

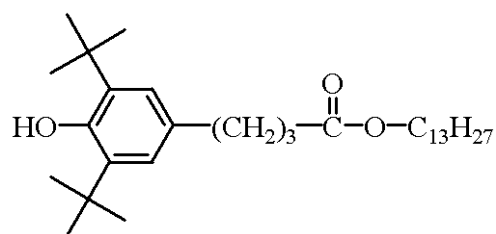
【化 1】



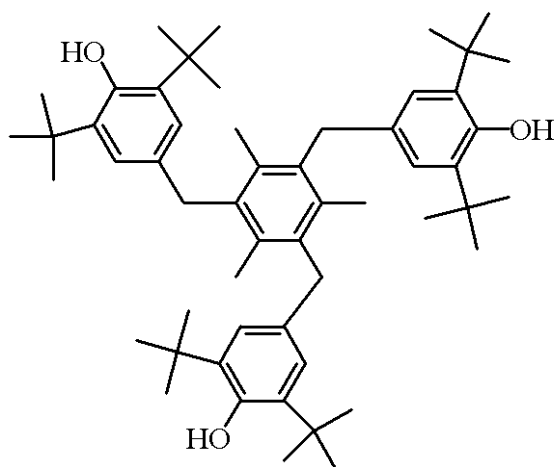
AO-80



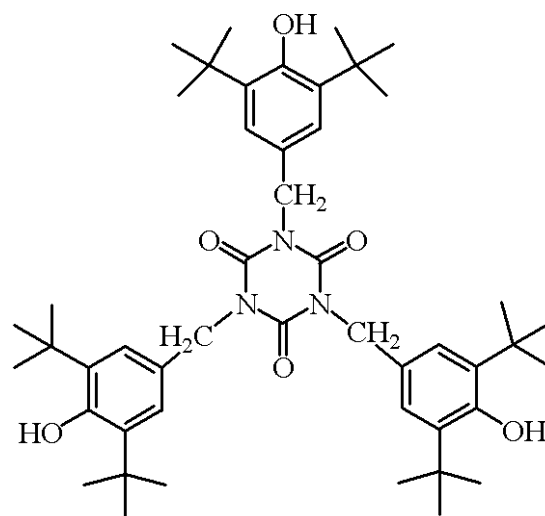
IRGANOX 259



IRGANOX 1076



IRGANOX 1330



IRGANOX 3114

【 0 0 2 7 】

(E) 成分の配合量は有効量であればよく、特に制限されないが、(A) 成分のジオルガノポリシロキサン 100 質量部に対して 0.01 ~ 5 質量部、好ましくは 0.02 ~ 3 質量部である。0.01 質量部未満では十分な未硬化耐熱性が得られず、5 質量部を超える量ではコスト的に不利となる。

10

20

30

40

50

【0028】

[その他の成分]

本発明の組成物において、上記成分以外に室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物の添加剤として公知の添加剤を添加してもよい。例えば、煙霧質シリカ、湿式シリカ、沈降性シリカ、炭酸カルシウム等の補強性／非補強性充填剤、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム等の金属酸化物、金属水酸化物、カーボンブラック、ガラスビーズ、ガラスバルーン、樹脂ビーズ、樹脂バルーンなどが挙げられる。これらの充填剤は表面処理されていなくても、公知の処理剤で表面処理されていてもよい。なお、充填剤の配合量は、(A)成分100質量部に対し1～200質量部、特に2～150質量部とすることができる。また、接着性付与成分としてのシランカップリング剤、チキソトロピー向上剤としてのポリエーテル、可塑剤としての非反応性ジメチルシリコーンオイル、イソパラフィン、架橋密度向上剤としてのトリメチルシロキシ単位とSiO₂単位とからなる網状ポリシロキサン等が挙げられる。更に、必要に応じて顔料、染料、蛍光増白剤等の着色剤、防かび剤、抗菌剤、ゴキブリ忌避剤、海洋生物忌避剤等の生理活性添加剤、ブリードオイルとしての非反応性フェニルシリコーンオイル、フルオロシリコーンオイル、シリコーンと非相溶の有機液体等の表面改質剤、トルエン、キシレン、溶剤揮発油、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、低沸点イソパラフィン等の溶剤も添加してよい。

10

【0029】

[組成物の調製、硬化]

本発明の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、上記(A)～(E)成分をプラネタリーミキサー等の公知の混練機を用いて均一に混合することによって一液型の組成物として得られる。二液型組成物の調製にあたっては、(A)、(B)、(C)、(D)成分、必要に応じて(E)成分からなる第一剤と、(A)、(C)成分、必要に応じて(E)成分からなる第二剤を別々に調製し、使用前にスタティック、もしくはダイナミックミキサー等により混合して使用することが簡便である。

20

その硬化は、室温(5～40℃)下に、通常24～168時間程度放置することによって行うことができる。

【0030】

[組成物の用途]

本発明の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、シーリング剤、接着剤、コーティング剤、ポッティング剤、特に自動車用のオイルシール材料として好適に用いることができる。

30

【実施例】

【0031】

以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、粘度は回転粘度計により測定した25℃における値を示す。

【0032】

[実施例1]

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、アデカスタブAO-80(ヒンダードフェノール系/分子量521)0.25質量部を均一になるまで混合して組成物1を調製した。

40

【0033】

[実施例2]

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン

50

10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、イルガノックス3114（ヒンダードフェノール系／分子量783）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物2を調製した。

〔実施例3〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、イルガノックス1330（ヒンダードフェノール系／分子量774）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物3を調製した。

10

〔実施例4〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、イルガノックス1076（ヒンダードフェノール系／分子量476）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物4を調製した。

【0034】

〔比較例1〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部を均一になるまで混合して組成物5を調製した。

20

【0035】

〔比較例2〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、アデカスタブL77Y（ヒンダードアミン系／分子量484）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物6を調製した。

30

【0036】

〔比較例3〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、アデカスタブLA-63P（ヒンダードアミン系／分子量1507）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物7を調製した。

40

【0037】

〔比較例4〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度50,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、酸化亜鉛100質量部、比表面積150m²/gの表面をジメチルジクロロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルエチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン2重量部、2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール（ヒンダードフェノール系／分子量220）0.25質量部を均一になるまで混合して組成物8を調製した。

【0038】

得られた組成物を密封可能な金属容器に入れて密栓し、各温度に設定した乾燥機中に1

50

00時間放置後に開封、23℃、50%RH環境下に静置してその硬化性を確認した。24時間以内に硬化したものを○、硬化しないものを×とした。結果を表1に示す。

【0039】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
	組成物 1	組成物 2	組成物 3	組成物 4	組成物 5	組成物 6	組成物 7	組成物 8
100℃×100時間	○	○	○	○	×	×	×	×
120℃×100時間	○	○	○	×	×	×	×	×
140℃×100時間	×	○	○	×	×	×	×	×
分子量	521	783	774	476	—	484	1,507	220

10

【0040】

〔実施例5〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度20,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、塩基性炭酸亜鉛10質量部、比表面積200m²/gの表面をジメチルジクロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルイソブチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、エチレンジアミノプロピルトリメトキシシラン2重量部、イルガノックス3114（ヒンダードフェノール系／分子量783）0.5質量部を均一になるまで混合して組成物9を調製した。

20

【0041】

〔比較例5〕

両末端が水酸基で封鎖された粘度20,000mPa・sのジメチルポリシロキサン100質量部、塩基性炭酸亜鉛10質量部、比表面積200m²/gの表面をジメチルジクロシラン処理した煙霧質シリカ10質量部、ビニルトリスメチルイソブチルケトオキシムシラン10重量部、ジブチルスズジラウレート0.1質量部、エチレンジアミノプロピルトリメトキシシラン2重量部を均一になるまで混合して組成物10を調製した。

30

【0042】

得られた組成物を密封可能な金属容器に入れて密栓し、各温度に設定した乾燥機中に100時間放置後に開封、23℃、50%RH環境下に静置してその硬化性を確認した。24時間以内に硬化したものを○、硬化しないものを×とした。結果を表2に示す。

【0043】

【表2】

	実施例 5	比較例 5
	組成物 9	組成物 10
100℃×100時間	○	×
120℃×100時間	○	×
140℃×100時間	×	×
分子量	783	—

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 勅使河原 守

群馬県安中市松井田町人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

審査官 吉備永 秀彦

(56)参考文献 特開平04-359062 (JP, A)
特開平08-311348 (JP, A)
特開平06-080880 (JP, A)
特開平03-131692 (JP, A)
特開平11-012286 (JP, A)
特開平11-080361 (JP, A)
特開平03-294357 (JP, A)
特開平01-190758 (JP, A)
特開平05-171048 (JP, A)
特開平09-012889 (JP, A)
特開平02-215862 (JP, A)
特開平03-026735 (JP, A)
特開平10-279805 (JP, A)
特開平07-228779 (JP, A)
特開昭59-080463 (JP, A)
特開2000-273439 (JP, A)
特開2002-194084 (JP, A)
特開2003-128918 (JP, A)
特開2007-238793 (JP, A)
特公昭47-003922 (JP, B1)
特表2005-536576 (JP, A)
特開2006-022142 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L 1/00-101/16
C08K 3/00- 13/08
C08G 77/00- 77/62