

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第2部門第1区分
 【発行日】平成20年4月3日(2008.4.3)

【公開番号】特開2006-297329(P2006-297329A)
 【公開日】平成18年11月2日(2006.11.2)
 【年通号数】公開・登録公報2006-043
 【出願番号】特願2005-125593(P2005-125593)
 【国際特許分類】

B 0 5 D 7/24 (2006.01)
G 0 2 B 1/11 (2006.01)
B 3 2 B 9/00 (2006.01)
C 0 9 D 183/00 (2006.01)
C 0 9 D 183/07 (2006.01)
C 0 3 C 17/30 (2006.01)

【F I】

B 0 5 D 7/24 3 0 2 Y
 G 0 2 B 1/10 A
 B 3 2 B 9/00 A
 C 0 9 D 183/00
 C 0 9 D 183/07
 C 0 3 C 17/30 A

【手続補正書】
 【提出日】平成20年2月19日(2008.2.19)
 【手続補正1】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0046
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【0046】

(f) 光重合開始剤の添加

超音波処理後の分散液に光重合開始剤を添加する。光重合開始剤は、後述する紫外線照射工程で不飽和置換基が重合可能な程度に添加しておけば良い。具体的には、分散液中の固形分濃度で5~15質量%になるように、添加するのが好ましい。光重合開始剤の具体例としてベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル等のベンゾイン及びその誘導体、ベンジル、ベンジルジメチルケタール等のベンジル及びその誘導体、アセトフェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、2,2-ジエトキシ-2-フェニルアセトフェノン、1,1-ジクロルアセトフェノン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オン等のアセトフェノン及びその誘導体、2-メチルアントラキノン、2-クロロアントラキノン、2-エチルアントラキノン、2-t-ブチルアントラキノン等のアントラキノン及びその誘導体、チオキサントン、2,4-ジメチルチオキサントン、2-クロロチオキサントン等のチオキサントン及びその誘導体、ベンゾフェノン、N,N-ジメチルアミノベンゾフェノン等のベンゾフェノン及びその誘導体が挙げられる。

【手続補正2】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0061
 【補正方法】変更
 【補正の内容】

【 0 0 6 1 】

実施例 1

[不飽和アルコキシシラン (出発原料) + 飽和クロロシラン (有機修飾剤)]

(1-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製 3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン6.21 gとメタノール3.04 gとを混合した後、塩酸 (0.01 N) 0.4 gを加えて60で3時間攪拌した。メタノール30.8 gとアンモニア水溶液 (0.02 N) 0.5 gとを添加して48時間攪拌した後、この混合液を60 に昇温して72時間エージングしたところシリカ湿潤ゲルが生成した。

【 手続補正 3 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 6 2

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 6 2 】

(1-ii) 溶媒置換と有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうしデカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとするトリメチルクロロシラン溶液 (濃度5体積%)を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【 手続補正 4 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 6 3

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 6 3 】

(1-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾されたシリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にし、超音波照射 (20 kHz 、500 W) することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状の分散物に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して3質量%添加し、有機修飾シリカを含有する塗工液とした。

【 手続補正 5 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 6 5

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 6 5 】

実施例 2

[飽和アルコキシシラン (出発原料) + 不飽和クロロシラン (有機修飾剤)]

(2-i) シリカ湿潤ゲルの作製

オリゴマー (コルコート社製、メチルシリケート51、平均構造がテトラメトキシシラン3量体) 5.90 gと、メタノール50.55 gとを混合した後、アンモニア水 (0.05 N) 3.20 gを加えて30分間攪拌した。この混合液を室温で72時間エージングしたところシリカ湿潤ゲルが生成した。

【 手続補正 6 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 6 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0066】

(2-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとアリルジメチルクロロシラン溶液（濃度5体積%）を加えて30時間攪拌し、酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0067

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

(2-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾シリカにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にし、超音波照射（20 KHz、500 W）することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。この液に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0069】

実施例3

[不飽和アルコキシシラン（出発原料）+ 不飽和クロロシラン（有機修飾剤）]

(3-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製

3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン6.21 gと、メタノール3.04 gとを混合した後、塩酸（0.01 N）0.4 gを加えて60℃で3時間攪拌した。メタノール30.8 gとアンモニア水溶液（0.02 N）0.5 gとを添加して48時間攪拌した後、この混合液を60℃に昇温して72時間エージングしたところシリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0070】

(3-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうし、デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。次いでメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうしデカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとアリルジメチルクロロシラン溶液（濃度5体積%）を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0071】

(3-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾されたシリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にし、超音波照射(20 KHz、500 W)することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状分散物に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0073

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0073】

実施例4

[飽和アルコキシシラン：不飽和アルコキシシラン(1：2)(出発原料)＋飽和クロロシラン(有機修飾剤)]

(4-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製

オリゴマー(コルコート社製、メチルシリケート51、平均構造がテトラメトキシシラン3量体)2.37 gと、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン3.22 gと、メタノール40.44 gとを混合した後、アンモニア水(0.05 N)2.56 gを加えて30分間攪拌した。この混合液を室温で72時間エージングしたところ、シリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0074

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0074】

(4-ii) 溶媒置換と有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。次いでメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうし、デカンテーションすることによりエタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを溶媒とするトリメチルクロロシラン溶液(濃度5体積%)を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0075

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0075】

(4-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾シリカにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にし、超音波照射(20 KHz、500 W)することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状分散物に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0077
【補正方法】変更
【補正の内容】
【0077】

実施例 5

[飽和アルコキシシラン：不飽和アルコキシシラン(1：2)(出発原料)＋不飽和クロロシラン(有機修飾剤)]

(5-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製

オリゴマー(コルコート社製、メチルシリケート51、平均構造がテトラメトキシシラン3量体)2.37 gと、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン3.22 gと、メタノール40.44 gとを混合した後、アンモニア水(0.05 N)2.56 gを加えて30分間攪拌した。この混合液を室温で72時間エージングしたところ、シリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正15】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0078
【補正方法】変更
【補正の内容】
【0078】

(5-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとを溶媒とするアシルジメチルクロロシラン溶液(濃度5体積%)を加え、30分間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正16】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0079
【補正方法】変更
【補正の内容】
【0079】

(5-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾シリカにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にし、超音波照射(20 KHz、500 W)することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状分散物に2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカ固形分濃度にして3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正17】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0081
【補正方法】変更
【補正の内容】
【0081】

実施例 6

[飽和アルコキシシラン(出発原料)＋飽和クロロシラン：不飽和クロロシラン(1：1)(有機修飾剤)]

(6-i) シリカ湿潤ゲルの作製

オリゴマー(コルコート社製、メチルシリケート51、平均構造がテトラメトキシシラン3量体)5.90 gと、メタノール50.55 gとを混合した後、アンモニア水(0.05 N)3.20 g

を加えて30分間攪拌した。この混合液を室温で72時間エージングしたところ、シリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0082

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0082】

(6-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうし、デカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチルイソブチルケトンを加えて10時間振とうし、デカンテーションすることによりエタノール分散媒をメチルイソブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチルイソブチルケトンを溶媒とするトリメチルクロロシランとアリルジメチルクロロシランの混合溶液（体積比；メチルイソブチルケトン：トリメチルクロロシラン：アリルジメチルクロロシラン＝90：5：5）を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチルイソブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0083

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0083】

(6-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾されたシリカ湿潤ゲルにメチルイソブチルケトンを加えて濃度1質量%にした後、超音波照射（20 KHz、500 W）することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。この溶液に2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンの固形分濃度に対して3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0085】

実施例7

[不飽和アルコキシシラン（出発原料）＋飽和クロロシラン：不飽和クロロシラン（1：1）（有機修飾剤）]

(7-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製

3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン6.21 gと、メタノール3.04 gとを混合した後、塩酸（0.01 N）0.4 gを加えて60℃で3時間攪拌した。メタノール30.8 gとアンモニア水溶液（0.02 N）0.5 gとを添加して48時間攪拌した後、この混合液を60℃に昇温して72時間エージングしたところシリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0086

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0086】

(7-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうし、デカンテーションすることにより未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうした後デカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとトリメチルクロロシランとアリルジメチルクロロシランの混合溶液（体積比；メチルイソブチルケトン：トリメチルクロロシラン：アリルジメチルクロロシラン＝90：5：5）を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

【手続補正22】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0087】

(7-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾されたシリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度1質量%にした後、超音波照射（20 KHz、500 W）することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状分散物に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して3質量%添加し、塗工液とした。

【手続補正23】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0089

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0089】

実施例8

[飽和アルコキシシラン：不飽和アルコキシシラン（1：2）（出発原料）＋ 飽和クロロシラン：不飽和クロロシラン（1：1）（有機修飾剤）]

(8-i) 不飽和結合を有するシリカ湿潤ゲルの作製

オリゴマー（コルコート社製、メチルシリケート51、平均構造がテトラメトキシシラン3量体）2.37 gと、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン3.22 gと、メタノール40.44 gとを混合した後、アンモニア水（0.05 N）2.56 gを加えて30分間攪拌した。この混合液を室温で72時間エージングしたところ、シリカ湿潤ゲルが生成した。

【手続補正24】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0090

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0090】

(8-ii) 溶媒置換と不飽和結合を有する有機修飾剤

シリカ湿潤ゲルにエタノールを加えて10時間振とうしデカンテーションすることにより、未反応物等を除去するとともにシリカ湿潤ゲルの分散媒をエタノールに置換した。さらにメチル*i*-ブチルケトンを加えて10時間振とうしデカンテーションすることにより、エタノール分散媒をメチル*i*-ブチルケトンに置換した。シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンとトリメチルクロロシランとアリルジメチルクロロシランの混合溶液（体積比；メチルイソブチルケトン：トリメチルクロロシラン：アリルジメチルクロロシラン＝90：5：5）を加え、30時間攪拌して酸化ケイ素末端を有機修飾した。得られた有機修飾シリカ湿潤ゲルにメチル*i*-ブチルケトンを加えて24時間振とうし、デカンテーションした。

。

【手続補正 25】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0091】

(8-iii) 超音波分散とUV重合開始剤の添加

有機修飾シリカにメチル*i*-ブチルケトンを加えて濃度 1 質量%にした後、超音波照射 (20 KHz、500 W) することによってゾル状にした。超音波照射時間は20分間とした。このゾル状分散物に、2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オンをシリカの固形分濃度に対して 3 質量%添加し、塗工液とした。