【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３部門第３区分
【発行日】令和6年3月11日(2024.3.11)

【公開番号】特開2023-80075(P2023-80075A)
【公開日】令和5年6月8日(2023.6.8)
【年通号数】公開公報(特許)2023-106
【出願番号】特願2023-39491(P2023-39491)
【国際特許分類】
C08L 71/02(2006.01)
C08G 65/337(2006.01)
C08K 5/5415(2006.01)
C09D183/06(2006.01)
C09D 7/20(2018.01)
【ＦＩ】
C08L 71/02
C08G 65/337
C08K 5/5415
C09D183/06
C09D 7/20

【手続補正書】
【提出日】令和6年3月1日(2024.3.1)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
下記成分：
（１）パーフルオロポリエーテル基含有アルコキシシラン：１０～６０質量％、
（２）１，６ビス－（トリメトキシシリル）ヘキサン又はビス（トリメトキシシリル）エチレン：１０～５０質量％、
（３）トリアルコキシシリル基を１個含有するアルコキシシラン（但し、前記（１）のアルコキシシランを除く。）：０質量％、及び
（４）テトラアルコキシシラン加水分解縮合物：１～１５質量％
を含むことを特徴とする熱硬化性組成物。
【請求項２】
前記（１）のアルコキシシラン数平均分子量が３０００以上である、請求項１に記載の熱硬化性組成物。
【請求項３】
パーフルオロポリエーテル基含有アルコキシシラン１００質量部に対して、前記（２）のアルコキシシラン５０～２００質量部含む、請求項１に記載の熱硬化性組成物。
【請求項４】
さらに有機溶剤を含み、液状である、請求項１に記載の熱硬化性組成物。
【請求項５】
砂埃又は粉塵にさらされる基材の保護層を形成するために用いられる、請求項１に記載の熱硬化性組成物。
【請求項６】

請求項１～５のいずれかに記載の熱硬化性組成物が硬化してなる硬化膜。
【請求項７】
請求項６に記載の硬化膜が基材上に積層されてなる積層体。
【請求項８】
請求項６に記載の硬化膜が基材上に積層されてなる物品。
【請求項９】
請求項６に記載の硬化膜が基材上に積層されてなる光学製品。
【請求項１０】
屋外用として用いられる、請求項９に記載の光学製品。
【請求項１１】
前記基材が、屋外で使用される照明、レンズ又はこれらのカバーである、請求項１０に記載の光学製品。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４２】
トリアルコキシシリル基の個数は、２個以上であれば良く、例えば２個、３個、４個等であっても良い。また、第２成分を複数種用いる場合、その個数は互いに同じでも良いし、互いに異なっていても良い。例えば、トリアルコキシシリル基を２個有する第２成分と、トリアルコキシシリル基を３個有する第２成分とを併用することもできる。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４４】
第２成分においては、２個以上のトリアルコキシシリル基が、水素原子の一部又は全部がフッ素原子で置換されていても良いアルキレン基を含む有機基を介して互いに結合していることが好ましい。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４５】
上記アルキレン基としては、炭素数１～１０程度のものが挙げられる。例えば、－CH_2－，－CH_2CH_2－，CF_2CH_2－，－$CH_2CH_2CH_2$－，－$CH_2CH_2CH_2CH_2$－，－$CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2$－，－$CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2$－，－$CH_2CH_2CH_2CH_2$－，－$CF_2CF_2CF_2$－等が挙げられる。アルキレン基の炭素原子がトリアルコキシシリル基のケイ素原子と直結されていることが好ましい。
【手続補正５】
【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】

【表１】

	第1成分			第2成分			第3成分			第4成分	溶剤
	製造例1	製造例2	製造例3	原料A	原料B	原料C	KBM-7103	n-Pro-Si(OMe)3	C6F13Si	MS-51	ノベック HFE-7200
実施例1	0.2			0.2			0.5			0.1	99.0
実施例2	0.2				0.2		0.5			0.1	99.0
実施例3	0.2					0.2	0.5			0.1	99.0
実施例4	0.2				0.3		0.4			0.1	99.0
実施例5	0.2				0.4		0.4				99.0
実施例6	0.2				0.4			0.4			99.0
実施例7	0.2				0.4				0.4		99.0
実施例8			0.2		0.4		0.4				99.0
実施例9	0.2				0.4		0.2				99.2
実施例10	0.2				0.4		0.6				98.8
実施例11	0.2				0.1		0.4				99.3
実施例12	0.2				0.6		0.4				98.8
比較例1	0.1						0.05			0.01	99.84
比較例2		0.2					0.7			0.1	99.0
比較例3	0.2						0.7			0.1	99.0
比較例4	0.2				0		0.4				99.35

単位：g

【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９８
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９８】
なお、表３中の略称の意味は、以下の通りである。
（１）第１成分：パーフルオロポリエーテル基含有アルコキシシラン
・「製造例４」：下記の＜製造例４＞で合成したパーフルオロポリエーテル基含有アルコキシシラン４
＜製造例４＞
スターラーを入れた３０ｍＬナスフラスコに水酸基含有パーフルオロポリエーテル系化合物（製品名「ＤＯＬ－３０００」シノケム社製、平均分子量３０００（６．０ｍｍｏｌ

，１８．０ｇ）、３－イソシアネートプロピルトリメトキシシラン（７．２ｍｍｏｌ，１．４８ｇ）、トリエチルアミン（０．３０ｍｍｏｌ，０．０３０ｇ）、メタキシレンヘキサフルオライド１８．０ｇを秤量した。反応液を５０℃で６時間撹拌した。反応後の反応液にメタノールを入れ反応を分層させた。下層が目的物であるので、上層の溶媒を除去した。メタノールを用いての洗浄工程を3回繰り返した。生成物をナスフラスコに入れ、減圧化乾燥することで溶媒を除去し、目的物であるパーフルオロポリエーテル含有アルコキシシラン４（収率９０％、１７．３ｇ）を合成した。

・「製造例５」：下記の＜製造例５＞で合成したパーフルオロポリエーテル基含有アルコキシシラン５

＜製造例５＞

スターラーを入れた３０ｍＬナスフラスコに水酸基含有パーフルオロポリエーテル系化合物（製品名「ＤＯＬ－４０００」シノケム社製、平均分子量４０００（３．０ｍｍｏｌ，１２．０ｇ）、３－イソシアネートプロピルトリメトキシシラン（３．６ｍｍｏｌ，０．７４ｇ）、トリエチルアミン（０．１５ｍｍｏｌ，０．０１５ｇ）、メタキシレンヘキサフルオライド１２．０ｇを秤量した。反応液を５０℃で６時間撹拌した。反応後の反応液にメタノールを入れ反応を分層させた。下層が目的物であるので、上層の溶媒を除去した。メタノールを用いての洗浄工程を３回繰り返した。生成物をナスフラスコに入れ、減圧化乾燥することで溶媒を除去し、目的物であるパーフルオロポリエーテル含有アルコキシシラン５（収率８７％、１０．２ｇ）を合成した。

（２）第２成分：トリアルコキシシリル基を２個以上含有するアルコキシシラン

・「原料Ａ」：ビス（トリメトキシシリル）エチレン

・「原料Ｂ」：１，６－ビス（トリメトキシシリル）ヘキサン

・「原料Ｃ」：信越シリコーン社製「ＫＢＭ－９６５９」（トリス（トリメトキシシリルプロピル）イソシアヌレート）

（３）第３成分：トリアルコキシシリル基を１個含有するアルコキシシラン

・「ＫＢＭ－７１０３」：信越シリコーン製「ＫＢＭ－７１０３」（３，３，３－トリフルオロプロピルトリメトキシシラン）

（４）第４成分：テトラアルコキシシラン加水分解縮合物

・「ＭＳ－５１」：コルコート社製「メチルシリケート５１」（テトラメトキシシラン加水分解縮合物（平均４量体））

（５）溶剤

・「ノベックＨＦＥ－７２００」（３Ｍ社製）（フッ素系溶剤）