

【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】平成31年4月25日(2019.4.25)

【公開番号】特開2018-80244(P2018-80244A)

【公開日】平成30年5月24日(2018.5.24)

【年通号数】公開・登録公報2018-019

【出願番号】特願2016-222752(P2016-222752)

【国際特許分類】

C 0 8 L 83/04 (2006.01)

C 0 8 K 3/36 (2006.01)

C 0 9 D 5/02 (2006.01)

C 0 9 D 183/04 (2006.01)

C 0 9 D 7/40 (2018.01)

C 0 9 C 1/28 (2006.01)

A 6 1 K 8/891 (2006.01)

A 6 1 K 8/25 (2006.01)

A 6 1 K 8/06 (2006.01)

C 0 8 J 3/03 (2006.01)

【F I】

C 0 8 L 83/04

C 0 8 K 3/36

C 0 9 D 5/02

C 0 9 D 183/04

C 0 9 D 7/12

C 0 9 C 1/28

A 6 1 K 8/891

A 6 1 K 8/25

A 6 1 K 8/06

C 0 8 J 3/03

【手続補正書】

【提出日】平成31年3月13日(2019.3.13)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0001】

本発明は、有機溶剤や有機系界面活性剤を含有せず、各種基材の撥水、耐熱、耐候、耐擦傷、防汚性、紫外線カット、耐衝撃性等を付与する保護コーティング剤、化粧品、プラスチック添加剤等として好適に用いられるシリコンエマルジョンに関するものである。特に、シリコンレジンエマルジョンに関するものである。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

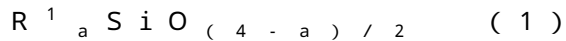
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

(成分(A))

本発明の成分(A)のオルガノポリシロキサンは、平均組成式が一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンである。



[式(1)中、 R^1 は、分子中で同一であっても異なっていてもよく、置換もしくは非置換の炭素数1~25の飽和または不飽和一価炭化水素基、置換もしくは非置換の炭素数6~30の芳香族基、水酸基、炭素数1~6のアルコキシ基または水素原子であり、 a は0.3以上かつ2.0未満である。]

成分(A)中のケイ素原子に結合した R^1 は、好ましくは炭素数1~13の置換もしくは非置換の1価の炭化水素基である。

a はシロキサン結合の次数と関係する数値であり、 a が2.0であれば成分(A)は直鎖のシロキサンを示す。本発明では、 a が2.0未満なので、成分(A)はレジンである。 a が2.0以上であれば、成分(A)はオイルになるので、本発明である課題、すなわち良好なコーティング特性や化粧品としての特性を達成できない。また、 a が0.3未満では、レジン状態ではあるものの、高次元のためガラスに近くなり、エマルジョン化が難しくなり適さない。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

本発明のエマルジョン組成物の作製方法は、より好ましくは、25℃での粘度が1~2000000 mPa・sのオルガノポリシロキサンにより成分(A)全体を均一化により流動化させた後に、成分(B)であるシリカ粒子により成分(A)を水中に分散させることによることが好ましい。このことにより、成分(A)が固形レジンもしくはエラストマー主体のように、乳化が困難な場合は、上記のオルガノポリシロキサンと接触させ全体を流動化させることにより、乳化が可能になる。よって、従来乳化が困難であったレジンもエマルジョン状態で存在することができ、課題を効果的に解決できる。

さらに、より好ましい作製方法としては、成分(A)粉末固体をポリオルガノシロキサン等で流動化させたものを、成分(B)のシリカ粒子の水分散液に添加し、機械せん断をかけることにより本エマルジョンを得ることが挙げられる。この場合、オルガノポリシロキサン等により溶解した成分(A)粉末固体を、成分(B)のシリカ粒子と成分(C)の水との分散液に投入可能である限り、成分(B)のシリカ粒子と成分(C)の水との分散行程と、成分(A)粉末固体のオルガノポリシロキサン等による流動化工程とは、どちらが先でもよい。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

本発明の組成物は、本発明の目的を損なわない範囲で、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル、ポリオキシエチレンオクタデシルエーテルなどのポリオキシアルキレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンソルビタン酸エステルなどのノニオン性界面活性剤、ラウロイルグルタミン酸ナトリウム、ジラウロイルグルタミン酸リシンナトリウム等の皮膚への刺激性が緩和なイオン性界面活性剤を含有することができる。

界面活性剤量としては、エマルジョン100質量部中、0.1質量部以下が好ましくはより好ましくは0.06質量部以下である。1質量部を超えると、環境に悪影響を与えるほか、シリカ粒子の凝集力が低下し、製品の保存安定性および希釈時の取り扱い性を損なう

。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0040

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0040】

<実施例1>

以下のようにして、水中油型シリコーンエマルジョン1を調製した。シリカ粒子としてはBET表面積が $200\text{ mm}^2/\text{g}$ 、炭素含有量が10%、粒子径が約 $100\sim 1000\text{ nm}$ 程度の分布を有する凝集体である乾式シリカを用いた。これを以下「シリカ粒子1」と称する。初めに、4.8質量部のシリカ粒子1を50質量部の水に、IKA製ウルトラタラックスT50ベーシックシャフトジェネレーターG45Mを用い 4000 rpm にて攪拌することにより分散させ、シリカ粒子水分散液を調製した。次いで、別容器にて、フレーク状のシリコーンレジン22.6質量部を両末端がそれぞれトリメチルシリル基で封鎖された粘度 $10\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (25)であるジメチルポリシロキサン22.6質量部に混合攪拌・溶解することで混合油を得た。次いで、シリカ粒子1の水分散液に、 4000 rpm の攪拌条件下、調製した混合油を加えることにより、水中油型シリコーンエマルジョン1を得た。

水中油型シリコーンエマルジョン1の貯蔵安定性評価、塗膜の撥水性評価として水との接触角測定を行った。エマルジョンの処方および評価結果を表1に示す。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

<実施例2>

以下のようにして、水中油型シリコーンエマルジョン2を調製した。粘度 $100,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (25)であるシリコーンエラストマーゲル45.2質量部を成分(A)に用いた以外は、実施例1と同様の方法で、水中油型シリコーンエマルジョン2を得た。処方を表1に示す。

水中油型シリコーンエマルジョン2の貯蔵安定性評価、塗膜の撥水性評価として水との接触角測定を行った。結果を表1に示す。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

<比較例2>

以下のようにして、水中油型シリコーンエマルジョン4を調製した。粘度 $100,000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ (25)であるシリコーンエラストマーゲル45.2質量部を成分(A)に用いた以外は、比較例1と同様の方法で、水中油型シリコーンエマルジョン4を得た。処方を表1に示す。

水中油型シリコーンエマルジョン4の貯蔵安定性評価、塗膜の撥水性評価として水との接触角測定を行った。結果を表1に示す。

【手続補正8】

【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】

< 比較例 3 >

以下のようにして、水中油型シリコーンエマルジョン5の調製を試みた。初めに、5質量部のシリカ粒子1を50質量部の水に、IKA製ウルトラタックスT50ベーシックシヤフトジェネレーターG45Mを用い4000rpmにて攪拌することにより分散させ、シリカ粒子水分散液を調製した。次いで、前記シリカ粒子の水分散液に、4000rpmの攪拌条件下、フレーク状のシリコーンレジン45.2質量部を加えた。エマルジョンは得られなかった。

【手続補正9】

【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】

表1において、実施例1と比較例1との比較、および実施例2と比較例2との比較より、成分(A)であるシリコーンレジンの場合、エラストマーゲルの場合のいずれも、成分(B)のシリカ粒子の存在により、エマルジョン保存安定性が確保され、実施例1と比較例3との比較より、成分(A)に低粘度のジメチルポリシロキサンを混合攪拌することにより、エマルジョンの形成が確保されることが判明した。