

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-152191

(P2006-152191A)

(43) 公開日 平成18年6月15日(2006.6.15)

(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参考)
<b>CO9G</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006.01)</b>	CO9G 1/00	A
<b>CO9G</b>	<b>1/02</b>	<b>(2006.01)</b>	CO9G 1/02	
<b>CO9G</b>	<b>1/08</b>	<b>(2006.01)</b>	CO9G 1/08	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2004-348014 (P2004-348014)	(71) 出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成16年12月1日 (2004.12.1)	(74) 代理人	100084308 弁理士 岩見谷 周志
		(72) 発明者	井口 良範 群馬県碓氷郡松井田町大字人見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
		(72) 発明者	工藤 宗夫 群馬県碓氷郡松井田町大字人見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

(54) 【発明の名称】 つや出し剤組成物

(57) 【要約】

【課題】

作業性が良好であり、かつつや出し効果、下地の保護、撥水性、汚染防止効果等のワックス本来の性能も良好なつや出し剤組成物を提供する。

【解決手段】

(A) ワックスと、

(B) 本質的に  $\text{SiO}_2$  単位からなる親水性シリカ微粒子の表面に  $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$  単位 (式中、 $\text{R}^1$  は、独立に、置換または非置換の炭素原子数 1 ~ 6 の 1 価炭化水素基を表す) を導入する工程を含む疎水化処理によって得られる、1 次粒子の平均粒径が 0.01 ~ 20  $\mu\text{m}$  の球状疎水性シリカ微粒子と

を含有してなるつや出し剤組成物。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

(A) ワックスと、

(B) 本質的に  $\text{SiO}_2$  単位からなる親水性シリカ微粒子の表面に  $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$  単位 (式中、 $\text{R}^1$  は、独立に、置換または非置換の炭素原子数 1 ~ 6 の 1 価炭化水素基を表す) を導入する工程を含む疎水化処理によって得られる、1 次粒子の平均粒径が 0.01 ~ 20  $\mu\text{m}$  の球状疎水性シリカ微粒子と

を含有してなるつや出し剤組成物。

## 【請求項 2】

前記疎水化処理が、前記親水性シリカ微粒子の表面に前記  $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$  単位を導入する前に、該表面に  $\text{R}^4\text{SiO}_{3/2}$  単位 (式中、 $\text{R}^4$  は置換または非置換の炭素原子数 1 ~ 20 の 1 価炭化水素基を表す) を導入する工程を含む請求項 1 に係る組成物。 10

## 【請求項 3】

前記 (B) 成分の配合量が、前記 (A) 成分 100 質量部に対して 10 ~ 200 質量部である請求項 1 または 2 に係る組成物。

## 【請求項 4】

さらに溶剤を含有してなる請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に係る組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、例えば自動車車体や家具等に塗装された金属やプラスチック等の表面のつや出しに好適に用いられるつや出し剤組成物に関する。 20

## 【背景技術】

## 【0002】

自動車車体や家具等に用いられるワックスを含有するつや出し剤には、つや出し効果 (即ち、光沢の付与) と共に、塗布作業のし易さや過剰なつや出し剤の拭き取り易さ等の作業性が要求される。

## 【0003】

作業性を改善するために、つや出し剤中に、例えば、シリカ、珪藻土、炭酸カルシウム、タルク、ベントナイト、マイカ等の無機粉末や、ナイロン、ポリエチレン、ポリスチレン、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂等の有機粉末を配合する方法がある。しかしながら、この方法でつや出し剤の作業性を十分に向上させるには、多量の無機粉末または有機粉末を配合する必要があるため、つや出し剤のつや出し効果が低下する。 30

## 【0004】

つや出し効果の低下を防止するために、ワックスとポリメチルシルセスキオキサン粉末とを含有するつや出し剤組成物が提案されている (特許文献 1 ~ 2)。しかし、これらの組成物は、つや出し効果の低下を十分に防止するものではない。

## 【0005】

【特許文献 1】特開昭 55 - 62978 号公報

【特許文献 2】特開昭 61 - 159474 号公報 40

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

本発明は、作業性が良好であり、かつつや出し効果、下地の保護、撥水性、汚染防止効果等のワックス本来の性能も良好なつや出し剤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】

本発明は、

(A) ワックスと、

(B) 本質的に  $\text{SiO}_2$  単位からなる親水性シリカ微粒子の表面に  $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$  単 50

位（式中、 $R^1$  は、独立に、置換または非置換の炭素原子数 1 ~ 6 の 1 価炭化水素基を表す）を導入する工程を含む疎水化処理によって得られる、1 次粒子の平均粒径が  $0.01 \sim 20 \mu\text{m}$  の球状疎水性シリカ微粒子と含有してなるつや出し剤組成物、を提供する。

【発明の効果】

【0008】

本発明のつや出し剤組成物は、つや出し効果、下地の保護、撥水性、汚染防止効果等のワックス本来の性能を良好に保持したまま、さらに塗布作業のし易さや過剰なつや出し剤の拭き取り易さ等の作業性も良好なものである。この組成物を適用すると、従来に比べて優れた光沢が容易に得られる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

以下、本発明のつや出し剤組成物に含有される各成分について詳細に説明する。

【0010】

< (A) ワックス >

(A) 成分であるワックスは、鉄等の金属材料、非金属製の建材等の防食、防湿、防水性被覆用組成物や、自動車車体、家具等のつや出し用として、従来使用されてきたものであれば、特に限定されない。前記ワックスは、通常、40 以下で固形の油分である。

【0011】

本成分のワックスは、天然ワックスであっても、合成ワックスであってもよい。このワックスの具体例としては、カルナバワックス、キャンデリラロウ、フィシャートロプシュロウ、鯨ロウ、ミツロウ、木ロウ、綿ロウ、ラノリン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、モンタンワックス、セレシンワックス、ポリエチレンワックス、酸化ポリエチレンワックス、ステアリン酸アミドワックス、ライスワックス、ホホバ油、オゾケライト、セレシン、ペトロラクタム、ベイベリーロウ、イボタロウ、ヌカロウ、カボックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、ピースワックス、ポリオキシエチレンラノリンアルコールエーテル、ポリオキシエチレンラノリンアルコールアセテート、ポリオキシエチレンコレステロールエーテル、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、脂肪酸グリセリド、硬化ヒマシ油、ワセリン、ポリオキシエチレン水素添加ラノリンアルコールエーテル等が挙げられる。

20

30

【0012】

(A) 成分のワックスは、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【0013】

< (B) 球状疎水性シリカ微粒子 >

本発明で用いられる球状疎水性シリカ微粒子は、本質的に  $\text{SiO}_2$  単位からなる親水性シリカ微粒子の表面に  $R^1_3 \text{SiO}_{1/2}$  単位（式中、 $R^1$  は同一または異なり、置換または非置換の炭素原子数 1 ~ 6 の 1 価炭化水素基を表す）を導入する工程を含む疎水化処理によって得られる、1 次粒子の平均粒径が  $0.01 \sim 20 \mu\text{m}$  の球状疎水性シリカ微粒子である。なお、ここで、親水性シリカ微粒子が「本質的に  $\text{SiO}_2$  単位からなる」とは、該シリカ微粒子の 90 質量 % 以上、好ましくは 99 質量 % 以上が  $\text{SiO}_2$  単位からなることを意味する。

40

【0014】

この球状疎水性シリカ微粒子の 1 次粒子の平均粒径は、好ましくは  $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、より好ましくは  $0.3 \sim 5 \mu\text{m}$  である。この平均粒径が  $0.01 \mu\text{m}$  より小さい場合には、組成物の作業性が悪くなることがあり、 $20 \mu\text{m}$  より大きい場合には、被つや出し部位の下地のコーティングを傷つける恐れがある。「平均粒径」とは、体積平均粒径である。また、「球状」とは、真球だけでなく、通常、球形度が  $0.6 \sim 1$ 、好ましくは  $0.8 \sim 1$  の範囲にある若干歪んだ球も含む。なお、ここで球形度とは、（実際の粒子と同じ体積を有する球の表面積） /

50

(実際の粒子の表面積)を意味する。

【0015】

前記式中、 $R^1$  は、好ましくは炭素原子数1~4、特に好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^1$  で表される1価炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基等のアルキル基等が挙げられ、好ましくは、メチル基、エチル基、プロピル基、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。また、これらの1価炭化水素基の水素原子の一部または全部が、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子、好ましくは、フッ素原子で置換されていてもよい。

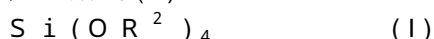
【0016】

球状疎水性シリカ微粒子の製造は、上述のとおり、親水性シリカ微粒子を出発原料として行われる。この親水性シリカ微粒子の製造方法は、特に限定されないが、例えば、以下の方法が挙げられる。

【0017】

・親水性シリカ微粒子の調製

まず、一般式(1)：



(式中、 $R^2$  は同一または異なり、炭素原子数1~6の1価炭化水素基を表す)

で表される4官能性シラン化合物および/またはその部分加水分解縮合生成物を、親水性有機溶媒と水と塩基性化合物との混合溶液中で、加水分解および縮合することによって、親水性シリカ微粒子分散液が得られる。前記4官能性シラン化合物およびその部分加水分解縮合生成物は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【0018】

一般式(1)中、 $R^2$  は、炭素原子数が、好ましくは1~4、より好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^2$  で表される1価炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基；フェニル基等のアリール基等が挙げられ、好ましくは、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。

【0019】

一般式(1)で表される4官能性シラン化合物としては、例えば、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン等のテトラアルコキシシラン、テトラフェノキシシラン等が挙げられ、好ましくは、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、特に好ましくは、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシランである。また、その部分加水分解縮合生成物としては、例えば、メチルシリケート、エチルシリケート等が挙げられる。

【0020】

前記親水性有機溶媒としては、一般式(1)で表される4官能性シラン化合物と、その部分加水分解縮合生成物と、水と、塩基性化合物とを溶解するものであれば特に制限されず、例えば、メタノール、エタノール等のアルコール類；メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、酢酸セロソルブ等のセロソルブ類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類等が挙げられ、好ましくはアルコール類、セロソルブ類、特に好ましくはアルコール類である。

【0021】

前記アルコール類としては、一般式(II)：



(式中、 $R^3$  は炭素原子数1~6の1価炭化水素基を表す)

で表されるアルコールが挙げられる。

【0022】

一般式(II)中、 $R^3$  は、炭素原子数が、好ましくは1~4、特に好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^3$  で表される1価炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基等のアルキル基等が挙げられ、好ましくは

10

20

30

40

50

メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、より好ましくはメチル基、エチル基である。

【0023】

一般式(II)で表されるアルコールとしては、例えば、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール等が挙げられ、好ましくは、メタノール、エタノールである。アルコールの炭素原子数が増えると、生成する親水性シリカ微粒子の粒子径が大きくなる。従って、目的とする親水性シリカ微粒子の粒子径によりアルコールの種類を選択することが望ましい。

【0024】

前記塩基性化合物としては、例えば、アンモニア；ジメチルアミン、ジエチルアミン等の有機アミン等が挙げられ、好ましくはアンモニア、ジエチルアミン、特に好ましくはアンモニアである。これらの塩基性化合物は、水に所要量を溶解した後、得られた水溶液（塩基性）を前記親水性有機溶媒と混合すればよい。

10

【0025】

このとき使用される水の量は、一般式(I)で表される4官能性シラン化合物および/またはその部分加水分解縮合生成物のヒドロカルビルオキシ基の合計1モルに対して0.5~5モルとなる量であることが好ましく、0.6~2モルとなる量であることがより好ましく、0.7~1モルとなる量であることが特に好ましい。水に対する親水性有機溶媒の比率は、質量比で0.5~10であることが好ましく、1~5であることがより好ましく、1.5~2であることが特に好ましい。塩基性化合物の量は、一般式(I)で表される4官能性シラン化合物および/またはその部分加水分解縮合生成物のヒドロカルビルオキシ基の合計1モルに対して0.01~1モルとなる量であることが好ましく、0.02~0.6モルとなる量であることがより好ましく、0.04~0.2モルとなる量であることが特に好ましい。

20

【0026】

一般式(I)で表される4官能性シラン化合物等の加水分解および縮合は、周知の方法、即ち、塩基性化合物を含む親水性有機溶媒と水との混合物中に、一般式(I)で表される4官能性シラン化合物等を添加することにより行われる。

【0027】

前記親水性シリカ微粒子分散液は、アルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水の混合溶媒分散液として得られる。

30

【0028】

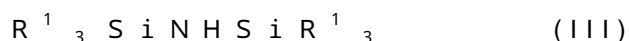
・球状疎水性シリカ微粒子の調製

球状疎水性シリカ微粒子の製造は、本質的にSiO<sub>2</sub>単位からなる親水性シリカ微粒子の表面にR<sup>1</sup><sub>3</sub>SiO<sub>1/2</sub>単位を導入する工程を含む疎水化処理によって球状疎水性シリカ微粒子を得る工程である。ここでは、前記方法により調製された親水性シリカ微粒子を用いた方法を一例として説明するが、別の親水性シリカ微粒子を用いる場合には、まず、前述のアルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水の混合溶媒分散液とするか、親水性シリカ微粒子有機溶媒分散液とした後に、以下の工程を行うことが好ましい。

【0029】

親水性シリカ微粒子分散液（または、後述の表面処理シリカ微粒子）に、一般式(III)

40



（式中、R<sup>1</sup>は上記と同じである）

で表されるシラザン化合物、もしくは一般式(IV)：



（式中、R<sup>1</sup>は上記と同じであり、XはOH基または加水分解性基を表す）

で表されるシラン化合物、またはこれらの混合物を添加し、シリカ微粒子表面に存在するシラノール基をトリアルキルシリル化して高度に疎水化する工程によって、球状疎水性シリカ微粒子が得られる。これらのシラザン化合物、シラン化合物は、各々、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

50

## 【0030】

一般式(III)および(IV)中、 $R^1$ は、好ましくは炭素原子数1~4、特に好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^1$ で表される1価炭化水素基としては、先に例示したものと同一ものが挙げられ、好ましくは、メチル基、エチル基、プロピル基、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。また、これらの1価炭化水素基の水素原子の一部または全部が、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子、好ましくは、フッ素原子で置換されていてもよい。これらの $R^1$ は、前述の $R^1_3SiO_{1/2}$ 単位として親水性シリカ微粒子表面に導入される。

## 【0031】

一般式(IV)中、 $X$ で表される加水分解性基としては、例えば、塩素原子、アルコキシ基、アミノ基、アシルオキシ基等が挙げられ、好ましくは、アルコキシ基、アミノ基、特に好ましくは、アルコキシ基である。 10

## 【0032】

一般式(III)で表されるシラザン化合物の具体例としては、ヘキサメチルジシラザンが挙げられる。一般式(IV)で表されるシラン化合物の具体例としては、トリメチルシラノール、トリエチルシラノール等のモノシラノール化合物；トリメチルクロロシラン、トリエチルクロロシラン等のモノクロロシラン；トリメチルメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン等のモノアルコキシシラン；トリメチルシリルジメチルアミン、トリメチルシリルジエチルアミン等のモノアミノシラン；トリメチルアセトキシシラン等のモノアシロキシシランが挙げられる。これらの使用量は、使用した親水性シリカ微粒子が含有する $SiO_2$ 単位1モル当たり0.05~0.5モル、好ましくは0.1~0.5モルである。 20

## 【0033】

上記球状疎水性シリカ微粒子は、常法によって粉体として得ることができる。

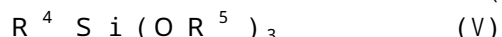
## 【0034】

- 別の実施形態 -

本発明の別の実施形態では、親水性シリカ微粒子の表面に $R^1_3SiO_{1/2}$ 単位を導入する前に、該表面に $R^4SiO_{3/2}$ 単位(式中、 $R^4$ は置換または非置換の炭素原子数1~20の1価炭化水素基を表す)を導入して表面処理シリカ微粒子を得た後、該表面処理シリカ微粒子の表面に $R^1_3SiO_{1/2}$ 単位を導入することによって、球状疎水性シリカ微粒子を得ることもできる。ここでは、前記方法により調製された親水性シリカ微粒子を用いた方法を一例として説明するが、別の親水性シリカ微粒子を用いる場合には、まず、前述のアルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水の混合溶媒分散液とするか、親水性シリカ微粒子水性分散液とした後に、以下の工程を行うことが好ましい。 30

## 【0035】

親水性シリカ微粒子分散液に、一般式(V)：



(式中、 $R^4$ は置換または非置換の炭素原子数1~20の1価炭化水素基を表し、 $R^5$ は同一または異なり、炭素原子数1~6の1価炭化水素基を表す)

で表される3官能性シラン化合物もしくはその部分加水分解縮合生成物、またはこれらの混合物を添加し、親水性シリカ微粒子の表面を処理することにより、表面処理シリカ微粒子が得られる。ここで用いる親水性シリカ微粒子分散液は、アルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水混合溶媒分散液であっても、水性分散液であってもよい。水性分散液である場合には、親水性シリカ微粒子混合溶媒分散液の分散媒を水に変換することによって、親水性シリカ微粒子水性分散液を調製することができる。具体的には、例えば、前記混合溶媒分散液に水を添加し親水性有機溶媒を留去する操作(必要に応じてこの操作を繰り返す)により行うことができる。このときに添加される水の量は、使用した親水性有機溶媒および生成したアルコールの量の合計に対して、質量基準で、好ましくは0.5~2倍量、より好ましくは0.7~1.2倍量、特に好ましくはほぼ1倍量である。この3官能性シラン化合物、その部分加水分解縮合生成物は、各々、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。 40

## 【0036】

一般式(V)中、 $R^4$  は、炭素原子数が、好ましくは1~3、特に好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^4$  で表される1価炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、ヘキシル基等のアルキル基等が挙げられ、好ましくは、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。また、これらの1価炭化水素基の水素原子の一部または全部が、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子、好ましくはフッ素原子で置換されていてもよい。

## 【0037】

一般式(V)中、 $R^5$  は、炭素原子数が、好ましくは1~3、特に好ましくは1~2の1価炭化水素基である。 $R^5$  で表される1価炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基等が挙げられ、好ましくは、メチル基、エチル基、プロピル基、特に好ましくは、メチル基、エチル基である。

10

## 【0038】

一般式(V)で表される3官能性シラン化合物の具体例としては、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、*n*-プロピルトリメトキシシラン、*n*-プロピルトリエトキシシラン、イソプロピルトリメトキシシラン、イソプロピルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、ブチルトリエトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン等のトリアルコキシシラン；ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、 $\text{-}(3,4\text{-エポキシシクロヘキシル})$ エチルトリメトキシシラン、 $\text{-グリシドキシプロピルトリメチルシラン}$ 、 $\text{-グリシドキシプロピルトリエチルシラン}$ 、 $\text{-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン}$ 、 $\text{-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン}$ 、 $\text{N-(アミノエチル)-アミノプロピルトリメトキシシラン}$ 、 $\text{N-(アミノエチル)-アミノプロピルトリエトキシシラン}$ 、 $\text{-アミノプロピルトリメトキシシラン}$ 、 $\text{-アミノプロピルトリエトキシシラン}$ 、 $\text{N-フェニル-アミノプロピルトリメトキシシラン}$ 、 $\text{-クロロプロピルトリメトキシシラン}$ 、 $\text{-メルカプトプロピルトリメトキシシラン}$ 等のシランカップリング剤、これらの部分加水分解縮合生成物等が挙げられる。

20

## 【0039】

一般式(V)で表される3官能性シラン化合物の添加量は、使用された親水性シリカ微粒子の $\text{SiO}_2$ 単位1モル当たり、通常、0.001~1モル、好ましくは0.01~0.1モルである。

30

## 【0040】

前記表面処理シリカ微粒子は、アルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水混合溶媒分散液または水性分散液として得られる。この表面処理シリカ微粒子(分散液)は、このまま、該表面処理シリカ微粒子の表面に $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位を導入してもよいが、該表面処理シリカ微粒子の分散液の分散媒を有機溶媒に変換した後に、該表面処理シリカ微粒子の表面に $\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}$ 単位を導入してもよい。

## 【0041】

前記分散媒を、アルコール混合溶媒等の親水性有機溶媒/水混合分散媒または水性分散媒から有機溶媒に変換するには、前記分散液に有機溶媒を添加し、前記親水性有機溶媒/水または水を留去する操作(必要に応じてこの操作を繰り返す)により行うことができる。

40

## 【0042】

このとき添加される有機溶媒の量は、使用した親水性シリカ微粒子に対して質量比で0.5~5倍量、好ましくは2~5倍量、特に好ましくは3~4倍量である。この有機溶媒としては、例えば、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセチルアセトン等のケトン系溶媒が挙げられ、好ましくはメチルイソブチルケトンである。

## 【0043】

(B)成分の球状疎水性シリカ微粒子の配合量は、特に限定されないが、前記(A)成

50

分100質量部に対して、通常、10～200質量部であり、好ましくは20～100質量部、より好ましくは30～80質量部である。かかる範囲を満たすと、組成物の作業性およびつや出し効果がより良好になる。

【0044】

(B)成分の球状疎水性シリカ微粒子は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【0045】

<その他の成分>

上記(A)成分および(B)成分は、そのまま用いてもよいが、組成物を塗布し易くするために、前記(A)成分のワックスを溶剤に溶解させて用いることが好ましい。溶剤としては、特に限定されないが、揮発性であり被つや出し部位の下地のコーティングを侵さないものが好ましく、具体的には、例えば、工業用ガソリン、灯油、ミネラルスピリット、ストッダードソルベント、パラフィン、ナフテン等の脂肪族系溶剤；トルエン、キシレン等の芳香族系溶剤等が挙げられる。

10

【0046】

これらの溶剤を用いる場合には、溶剤を含む組成物中の(A)成分のワックスの濃度は、製造する製品の形態、即ち、液状乃至半固形状の多様な形態に応じて調整でき、特に限定されない。

【0047】

さらに、必要に応じて、ワックスを含有するつや出し剤に一般に用いられる材料を、組成物の作業性およびつや出し効果を損なわない範囲で配合することができる。例えば、研磨剤としての作用および前記作業性の調整剤としての作用を有する、例えば、シリカ、珪藻土、炭酸カルシウム、タルク、ベントナイト、マイカ、ナイロン、ポリエチレン、ポリスチレン、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、シリコーン樹脂等の固体粉末を配合することができる。この他にも、例えば、撥水剤、皮膜定着強化剤、粘度調整剤、pH調整剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、着色剤、香料、界面活性剤等を配合することができる。

20

【0048】

これらのその他の成分は、各々、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【0049】

<調製方法>

本発明のつや出し剤組成物(即ち、つや出し剤)を調製するには、上記成分を全て一度に攪拌し混合してもよいし、前記溶剤を用いる場合、ワックスを該溶剤に溶解させた後に、残りの成分を配合し混合してもよい。この混合は、常温で行っても、加熱しながら行ってもよい。加熱する場合の温度は、通常、前記ワックスの融点以上であり、混合が完了したら前記組成物を室温(25℃)まで冷却する。混合するための手段としては、特に限定されないが、通常、パドル翼、タービン翼、プロペラ翼、ファウドラ翼、ブルマージン翼、格子翼、アンカー翼等の攪拌翼が用いられる。これらの操作により、所期の組成物が調製できる。

30

【0050】

また、もう一つの実施形態では、環境問題や安全性の観点から溶剤(特に有機溶剤)を少なく、あるいは配合せずに塗布性を良好にするために、前記ワックスと前記球状疎水性シリカ微粒子に、さらに界面活性剤と水を配合して、水性の乳液状態の組成物とすることができる。具体的には、ワックスをその融点以上の温度に加熱し溶融させ、前記混合機等で攪拌しながらそこに球状疎水性シリカ微粒子を配合した後に、それを界面活性剤を含有する水(または温水)にホモミキサー、ホモジェッター等の攪拌機で攪拌しながら配合することにより、あるいはワックスをその融点以上の温度に加熱し溶融させ、それを界面活性剤を含有する水(または温水)にホモミキサー、ホモジェッター等の攪拌機で攪拌しながら配合した後に、球状疎水性シリカ微粒子を配合することにより得られる。

40

【0051】

50

< 用途 >

本発明のつや出し剤組成物は、例えば、自動車車体や家具等に塗装された金属やプラスチック等のつや出し剤として用いることが好ましいが、これらの用途に限定されない。前記組成物は、例えば、航空機、自転車、オートバイ、建物（例えば、ビル、家等）の壁面（例えば、外壁、内壁等）、床、天井、電化製品等のつや出し剤として用いることができる。

【実施例】

【0052】

以下、実施例を用いて、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら制限されるものではない。なお、以下の実施例において、室温とは25℃を意味する。

10

【0053】

[合成例1（球状疎水性シリカ微粒子1の合成）]

攪拌機と、滴下ポートと、温度計とを備えた3リットルのガラス製反応器に、メタノール623.7gと、水38.9gと、28質量%アンモニア水52.3gとを添加して混合した。この混合溶液を20℃で攪拌しながら、テトラメトキシシラン1163.7g（7.65モル）と、5.48質量%アンモニア水418.1gとを同時に添加開始し、テトラメトキシシランは6時間、アンモニア水は5時間かけて滴下した。テトラメトキシシラン滴下完了後も0.5時間攪拌を続けて加水分解および縮合反応を行い、親水性シリカ微粒子分散液（懸濁液）を得た。この分散液に、室温で、ヘキサメチルジシラザン184.7g（1.14モル）を添加した後、60℃に加熱し、3時間反応させて、親水性シリカ微粒子の表面をトリメチルシリル化した。次いで、溶媒を減圧下で留去することにより、1次粒子の平均粒径が0.3μmの球状疎水性シリカ微粒子1を540g得た。

20

【0054】

[合成例2（球状疎水性シリカ微粒子2の合成）]

攪拌機と、滴下ポートと、温度計とを備えた3リットルのガラス製反応器に、メタノール623.7gと、水20.0gと、28質量%アンモニア水71.2gとを添加して混合した。この混合溶液を20℃で攪拌しながら、テトラメトキシシラン1163.7g（7.65モル）と、7.46質量%アンモニア水418.1gとを同時に添加開始し、テトラメトキシシランは6時間、アンモニア水は5時間かけて滴下した。テトラメトキシシラン滴下完了後も0.5時間攪拌を続けて加水分解および縮合反応を行い、親水性シリカ微粒子分散液（懸濁液）を得た。この分散液に、室温で、ヘキサメチルジシラザン184.7g（1.14モル）を添加した後、60℃に加熱し、3時間反応させて、親水性シリカ微粒子の表面をトリメチルシリル化した。次いで、溶媒を減圧下で留去することにより、1次粒子の平均粒径が0.54μmの球状疎水性シリカ微粒子2を545g得た。

30

【0055】

[合成例3（球状疎水性シリカ微粒子3の合成）]

攪拌機と、滴下ポートと、温度計とを備えた3リットルのガラス製反応器に、エタノール623.7gと、水41.4gと、28質量%アンモニア水49.8gとを添加して混合した。この混合溶液を35℃で攪拌しながら、テトラエトキシシラン1591.2g（7.65モル）と、5.22質量%アンモニア水418.1gとを同時に添加開始し、テトラエトキシシランは6時間、アンモニア水は5時間かけて滴下した。テトラエトキシシラン滴下完了後も0.5時間攪拌を続けて加水分解および縮合反応を行い、親水性シリカ微粒子分散液（懸濁液）を得た。この分散液に、室温で、ヘキサメチルジシラザン184.7g（1.14モル）を添加した後、60℃に加熱し、3時間反応させて、親水性シリカ微粒子の表面をトリメチルシリル化した。次いで、溶媒を減圧下で留去することにより、1次粒子の平均粒径が1.18μmの球状疎水性シリカ微粒子3を549g得た。

40

【0056】

[合成例4（球状疎水性シリカ微粒子4の合成）]

攪拌機と、滴下ポートと、温度計とを備えた3リットルのガラス製反応器に、メタノール

50

ル623.7gと、水38.9gと、28質量%アンモニア水52.3gとを添加して混合した。この混合溶液を20 で攪拌しながら、テトラメトキシシラン1163.7g(7.65モル)と、5.48質量%アンモニア水418.1gとを同時に添加開始し、テトラメトキシシランは6時間、アンモニア水は5時間かけて滴下した。テトラメトキシシラン滴下完了後も0.5時間攪拌を続けて加水分解および縮合反応を行い、親水性シリカ微粒子分散液(懸濁液)を得た。次いで、ガラス製反応器にエステルアダプターと冷却管とを取り付け、60~70 に加熱してメタノール1,132gを留去した時点で、水1,200gを添加し、さらに70~90 に加熱してメタノール273gを留去することにより、親水性シリカ微粒子水性分散液(水性懸濁液)を得た。この分散液に、室温で、メチルトリメトキシシラン11.6g(テトラメトキシシラン1モル当たり0.01モルとなる量)を0.5時間かけて滴下し、滴下完了後も12時間攪拌して、親水性シリカ微粒子の表面を処理することにより、表面処理シリカ微粒子分散液を得た。この分散液に、メチルイソブチルケトン1,440gを添加した後、80~110 に加熱し、メタノール水1,163gを7時間かけて留去した。得られたケトン分散液に、室温で、ヘキサメチルジシラザン150g(0.93モル)を添加し、120 に加熱し、3時間反応させて、表面処理シリカ微粒子の表面をトリメチルシリル化した。次いで、溶媒を減圧下で留去することにより、1次粒子の平均粒径が0.30 $\mu$ mの球状疎水性シリカ微粒子4を529g得た。

10

## 【0057】

[合成例5(球状親水性シリカ微粒子の合成)]

合成例3と同じにして親水性シリカ微粒子分散液(懸濁液)を調製した。その後、ヘキサメチルジシラザンによるトリメチルシリル化処理を行わずに、この分散液から溶媒を減圧下で留去することにより、1次粒子の平均粒径が1.10 $\mu$ mの球状親水性シリカ微粒子を450g得た。

20

## 【0058】

[合成例6(球状ポリメチルシルセスキオキサン微粒子の合成)]

攪拌機と、滴下ポートと、温度計とを備えた1リットルのガラス製反応器に、1質量%アンモニア水750gを添加した。この溶液を攪拌しながら、メチルトリメトキシシラン200g(1.47モル)を40分かけて滴下した。反応温度は、滴下開始時には10 であり、滴下終了時には30 となるように制御した。次いで、加熱して84 で還流させ、この温度を保持しながら、1時間攪拌を続けた。その後、冷却してフラスコ内に析出した生成物を捕集し、この生成物を水洗した後に乾燥することにより、1次粒子の平均粒径が1.0 $\mu$ mの球状ポリメチルシルセスキオキサン微粒子を91g得た。

30

## 【0059】

&lt;実施例1~5、比較例1~4&gt;

表1または表2に示す種類および配合量で、ミネラルスピリット(日石三菱(株)製、商品名:ミネラルスピリットA)と、カルナバワックス(加藤洋行(株)製、1号)と、シリコンオイル(信越化学工業(株)製、商品名:KF96-350cs)と、各種球状シリカ微粒子とを、90 で加熱しながら、格子翼により均一な液状になるまで混合した後、室温まで冷却してペースト状の組成物を得た。下記の評価方法に従って、このペースト状の組成物の作業性およびつや出し効果について評価した。その結果を表1および表2に示す。

## 【0060】

&lt;評価方法&gt;

## 1. 作業性

自動車のボンネット部分を、洗剤水(市販のカーシャンプー)をしみ込ませたスポンジで擦った後、当該部分を水洗いし乾燥させた。その後、トルエンをしみ込ませたタオルで前記ボンネット部分のワックス分を拭き取り、試験面とした。次に、実施例または比較例で得られた組成物を、適量、ウレタンスポンジに擦り取り、前記試験面に塗布し薄く延ばした。なお、いずれの組成物も試験面に対する塗布性は良好であった。

## 【0061】

次いで、この試験面を室温で約20分間自然乾燥させた後、綿タオルで拭き取り作業を行い、ワックス皮膜を形成させた。この際に、過剰な組成物を拭き取るまでに要する拭き取

40

50

り作業の回数を測定し、その回数に応じて、以下のとおりに評価した。ここで、1回の拭き取り作業とは、綿タオルで試験面を1往復拭き取る操作である。拭き取り作業の回数が、1～2回である場合を作業性が良好であると評価してAと示し、3～5回である場合を作業性がやや不良であると評価してBと示し、6回以上である場合を作業性が不良であると評価してCと示す。

【0062】

2. つや出し効果

前記「1. 作業性」の項で形成させたワックス皮膜の光沢を目視により観察し、以下のとおり評価した。ワックス皮膜に光沢が認められた場合をつや出し効果が良好であると評価してAと示し、ワックス皮膜に光沢がほとんど認められない乃至は少ない場合をつや出し効果が不良であると評価してBと示した。

10

【0063】

【表1】

			実施例				
			1	2	3	4	5
配合 量 (g)	A	ミネラルスピリット	400	330	280	400	400
		カルナバワックス	100	100	100	100	100
		シリコーンオイル	20	20	20	20	20
	B	球状疎水性シリカ微粒子1	80	-	-	-	-
		球状疎水性シリカ微粒子2	-	50	-	-	-
		球状疎水性シリカ微粒子3	-	-	30	80	-
		球状疎水性シリカ微粒子4	-	-	-	-	80
	他	球状親水性シリカ微粒子	-	-	-	-	-
		球状ポリメチル シルセスキオキサン微粒子	-	-	-	-	-
	特 性	作業性	A	A	A	A	A
つや出し効果		A	A	A	A	A	

20

30

【0064】

【表 2】

			比較例			
			1	2	3	4
配 合 量 (g)	A	ミネラルスピリット	280	280	800	210
		カルナバワックス	100	100	100	100
		シリコーンオイル	20	20	20	20
	B	球状疎水性シリカ微粒子 1	-	-	-	-
		球状疎水性シリカ微粒子 2	-	-	-	-
		球状疎水性シリカ微粒子 3	-	-	-	-
		球状疎水性シリカ微粒子 4	-	-	-	-
	他	球状親水性シリカ微粒子	30	-	-	-
		球状ポリメチル シルセスキオキサン微粒子	-	30	250	-
	特 性	作業性		C	B	A
つや出し効果		A	A	B	A	

10

20