

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4730886号
(P4730886)

(45) 発行日 平成23年7月20日(2011.7.20)

(24) 登録日 平成23年4月28日(2011.4.28)

(51) Int.Cl.		F I	
CO8G 77/38	(2006.01)	CO8G 77/38	
CO9D 183/08	(2006.01)	CO9D 183/08	
CO9K 3/00	(2006.01)	CO9K 3/00	H
DO6M 15/643	(2006.01)	CO9K 3/00	104
		DO6M 15/643	

請求項の数 12 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2005-161529 (P2005-161529)	(73) 特許権者	000002060
(22) 出願日	平成17年6月1日(2005.6.1)		信越化学工業株式会社
(65) 公開番号	特開2006-335855 (P2006-335855A)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(43) 公開日	平成18年12月14日(2006.12.14)	(74) 代理人	100108143
審査請求日	平成19年6月21日(2007.6.21)		弁理士 嶋崎 英一郎
		(74) 代理人	100105429
			弁理士 河野 尚孝
		(74) 代理人	100093735
			弁理士 荒井 鐘司
		(72) 発明者	平井 元彦
			群馬県碓氷郡松井田町人見1-10 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

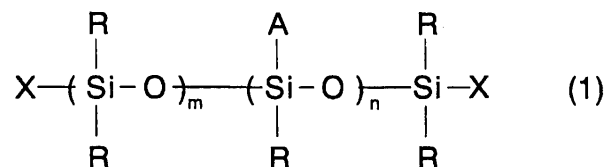
(54) 【発明の名称】 紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサン、該ポリシロキサンの製造方法、及び該ポリシロキサンを配合してなる処理剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサン中のアミノ基の全モル数に対して、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上に含有されるアクリロキシ基及びノ又はメタクリロキシ基の全モル数が30~70モル%となる割合で、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上を、式5で示される反応式により付加反応させて得られる付加化合物からなることを特徴とする紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサン。

【化1】

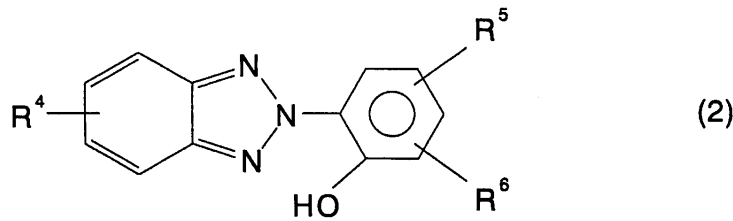


[式(1)中、Rは炭素数1~20の1価炭化水素基であり、

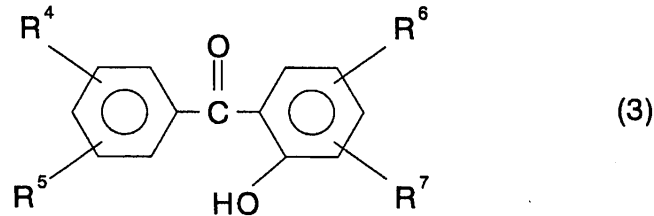
Aは $-\text{R}^1-(\text{NH}-\text{R}^2)_a-\text{NH}_2$ (R^1 は炭素数1~8の2価炭化水素基であり、 R^2 は炭素数1~4の2価炭化水素基であり、 a は0~4の整数である。)で示される1価の基であり、XはR、A又は $-\text{OR}^3$ (R、Aは前記どおりであり、 R^3 は水素原子又は炭素数1~8の1価炭化水素基である。)で示される1価の基であり、

mは5～500の整数、nは0～100の整数を表す。但し、n=0の場合、2個のXのうち、少なくとも1個はAである。]

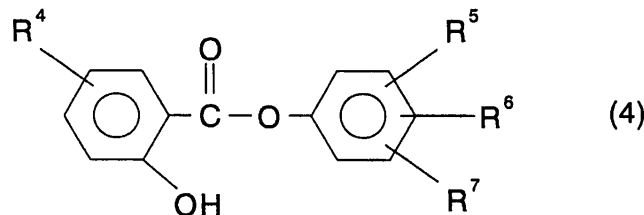
【化2】



10



20

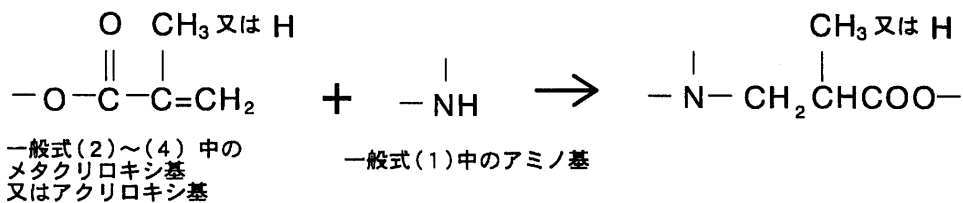


[式(2)～(4)中、R⁴～R⁷(但し、式(2)ではR⁴～R⁶)のうち、少なくとも1個はアクリロキシ基又はメタクリロキシ基を含有する有機基、その他は水素原子、炭素数1～8のアルキル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基、アラルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、ハロゲン基、スルホン酸基、スルホン酸エステル基、カルボキシ基、カルボン酸エステル基、リン酸基及びリン酸エステル基から選ばれる同種もしくは

30

異種の原子又は基である。]

式5



[上記反応式において、一般式(1)中のアミノ基は、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンのA中の末端にある1級アミノ基、あるいはA中の繰り返し単位中の2級アミノ基である。]

40

【請求項2】

請求項1において一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサン中のアミノ基の全モル数に対して、請求項1において一般式(2)～(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上に含有されるアクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基の全モル数が30～70モル%となる割合で、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式(2)～(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上を、80～140℃で2～10時間、付加反応させることを特徴とする紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンの製造方法。

【請求項3】

50

請求項 1 記載の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンの単独物からなるか、又は、当該オルガノポリシロキサンを配合してなることを特徴とする繊維処理剤。

【請求項 4】

請求項 3 記載の繊維処理剤で処理した繊維。

【請求項 5】

請求項 1 記載の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンの単独物からなるか、又は、当該オルガノポリシロキサンを配合してなることを特徴とするプラスチック表面の保護コーティング剤。

【請求項 6】

請求項 5 記載の保護コーティング剤をコーティングしたプラスチック。

10

【請求項 7】

請求項 1 記載の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンを配合してなることを特徴とするワックス。

【請求項 8】

請求項 7 記載のワックスで処理した物品。

【請求項 9】

請求項 1 記載の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンの単独物からなるか、又は、当該オルガノポリシロキサンを配合してなることを特徴とする紫外線遮蔽剤粉体の表面被覆剤。

【請求項 10】

請求項 9 記載の表面被覆剤で被覆した紫外線遮蔽剤粉体。

20

【請求項 11】

請求項 10 記載の紫外線遮蔽剤粉体からなる化粧品用顔料。

【請求項 12】

請求項 10 記載の紫外線遮蔽剤粉体からなる塗料用顔料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、紫外線吸収性（耐紫外線性の付与）、表面滑性、撥水性、柔軟性を兼備した紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサン、該ポリシロキサンの製造方法、及び該ポリシロキサンを配合してなる処理剤に関するものである。

30

【背景技術】

【0002】

従来、紫外線による劣化を防止し、耐候性を付与するため、各種プラスチック材料や各種コーティング剤に、ベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、ジケトン系、サリチレート系、シアノアクリレート系等の紫外線吸収剤が添加されている。この紫外線吸収剤には種々の性能が要求され、例えば、コーティング剤に紫外線吸収剤を添加する場合、添加する紫外線吸収剤には、基材に塗工する際における造膜性、ブリードアウトせずに塗膜中に留まるよう溶剤への溶解性等が要求される。こうした要求を満たすため、例えば、不飽和二重結合を有するベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系等の紫外線吸収剤を共重合したアクリル樹脂をプライマとして用い、これをプラスチック材料に塗布し、該プライマ上に表面コーティング皮膜を設けることにより、長期にわたり、耐紫外線性を向上させる方法が提案されている（特許文献 1 参照）。

40

しかし、この方法では、表面コーティング皮膜に表面滑性や撥水性がないので、利用分野が限られる。

また、化粧品分野では、前記紫外線吸収剤が皮膚刺激性を有すること、及び化粧品の成分であるシリコンオイルやスクアラン等の油剤に前記紫外線吸収剤が難溶であることから、紫外線吸収剤をシリコン変性することにより、皮膚刺激性、溶解性を改良する方法が提案されている（例えば、特許文献 2、特許文献 3 参照）。その他、ラジカル重合性基を有するシリコンマクロモノマーと、ラジカル重合性基を有する紫外線吸収剤と、ラジ

50

カル重合性モノマーとの共重合体からなるコーティング剤が提案されている（特許文献4参照）。

【0003】

【特許文献1】特開平4-106161号公報

【特許文献2】特公平5-5856号公報

【特許文献3】特開平2-75634号公報

【特許文献4】特許第3186574号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、上記のシリコーン変性紫外線吸収剤は、柔軟性に乏しく、特に繊維のように風合いの要求される用途には不向きであった。

また、繊維用撥水剤の分野では、シリコーン系のものがよく用いられているが、それらの紫外線吸収性の改善が求められている。

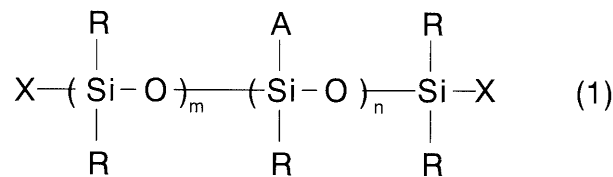
このような状況に鑑み、本発明は、前記した従来技術が有する問題点を解決し、長期にわたる紫外線吸収性（耐紫外線性の付与）、表面滑性、撥水性、柔軟性、及び溶剤に対する溶解性の全てを兼備したオルガノポリシロキサンを提供しようとしてなされたものである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明者らは、上記の問題を解決すべく、鋭意検討を重ねた結果、所定の構造を有するアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、（メタ）アクリロキシ基を含有する紫外線吸収化合物であるベンゾトリアゾール誘導体、ベンゾフェノン誘導体又はフェニルベンゾエート誘導体との付加反応物が、長期にわたる紫外線吸収性、表面滑性、撥水性、柔軟性、及び溶剤に対する溶解性の全てを兼備することを知見して、本発明に至った。

すなわち、本発明は、一般式（1）で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式（2）～（4）で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上との付加化合物からなることを特徴とする紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンである。

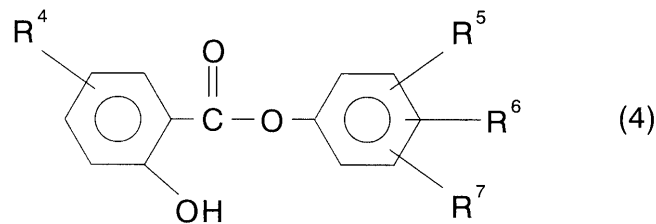
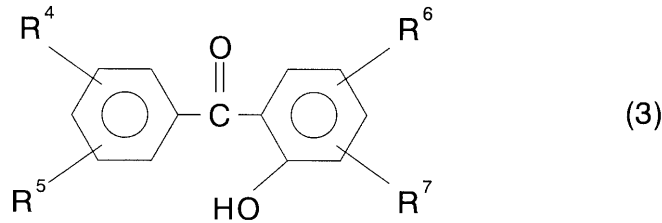
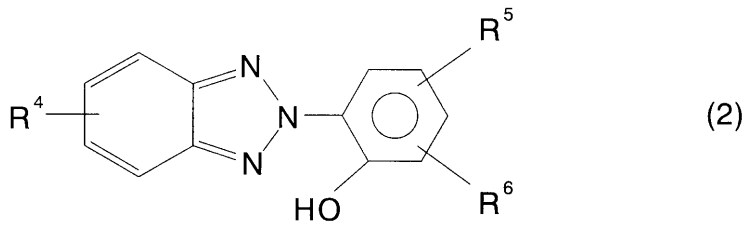


[式（1）中、Rは炭素数1～20の1価炭化水素基であり、

Aは $-\text{R}^1-(\text{NH}-\text{R}^2)_a-\text{NH}_2$ （ R^1 は炭素数1～8の2価炭化水素基であり、 R^2 は炭素数1～4の2価炭化水素基であり、 a は0～4の整数である。）で示される1価の基であり、

XはR、A又は $-\text{OR}^3$ （R、Aは前記どおりであり、 R^3 は水素原子又は炭素数1～8の1価炭化水素基である。）で示される1価の基であり、

m は5～500の整数、 n は0～100の整数を表す。但し、 $n=0$ の場合、2個のXのうち、少なくとも1個はAである。]



[式 (2) ~ (4) 中、 $R^4 \sim R^7$ (但し、式 (2) では $R^4 \sim R^6$) のうち、少なくとも 1 個はアクリロキシ基又はメタクリロキシ基を含有する有機基、その他は水素原子、炭素数 1 ~ 8 のアルキル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基、アラルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、ハロゲン基、スルホン酸基、スルホン酸エステル基、カルボキシ基、カルボン酸エステル基、リン酸基及びリン酸エステル基から選ばれる同種もしくは異種の原子又は基である。]

【 発明の 効果 】

【 0 0 0 6 】

本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンは、長期にわたる紫外線吸収性、表面滑性、撥水性、柔軟性、及び溶剤に対する溶解性の全てを兼備するものであり、処理剤として使用することにより、これらの特性をプラスチック、繊維などの各種基材に付与することができ、特に各種繊維製品の繊維処理剤として好適である。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 0 7 】

本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンは、前記したように、一般式 (1) で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式 (2) ~ (4) で示される紫外線吸収剤の 1 種もしくは 2 種以上との付加化合物からなる。

前記一般式 (1) において、R は炭素数 1 ~ 20 の 1 価炭化水素基であり、R の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、デシル基等のアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基、トリル基、ナフチル基等のアリール基、又はこれらの基の炭素原子に結合した水素原子が部分的にハロゲン原子で置換された基を挙げることができる。これらの中では、特にメチル基が、撥水性、平滑性、柔軟性の面から好ましい。

【 0 0 0 8 】

前記一般式 (1) において、A は $-R^1 - (NH - R^2)_a - NH_2$ (R^1 は炭素数 1 ~ 8 の 2 価炭化水素基であり、 R^2 は炭素数 1 ~ 4 の 2 価炭化水素基であり、a は 0 ~ 4 の整数である。) で示される 1 価の基である。

10

20

30

40

50

R¹の具体例としては、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、テトラメチレン基等が挙げられ、中でもトリメチレン基が好ましい。

また、R²の具体例としては、メチレン基、ジメチレン基、トリメチレン基、テトラメチレン基等が挙げられ、中でもジメチレン基が好ましい。

【0009】

前記一般式(1)において、XはR、A又は-OR³(R、Aは前記と同じであり、R³は水素原子又は炭素数1~8の1価炭化水素基である。)で示される1価の基であり、R³の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、フェニル基等が挙げられる。Xのうち、特にメチル基、メトキシ基が好ましい。

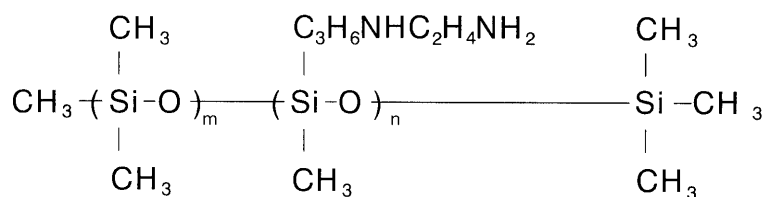
10

【0010】

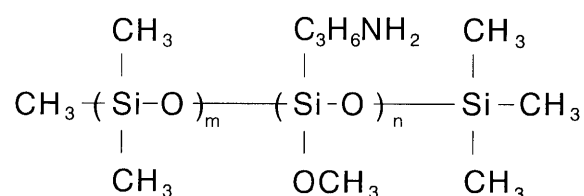
前記一般式(1)において、mは5~500の整数である。mが5より小さいと、平面滑性、撥水性が乏しくなり、500より大きいと、高粘性で反応性が低下する。好ましいmの範囲は10~200である。

【0011】

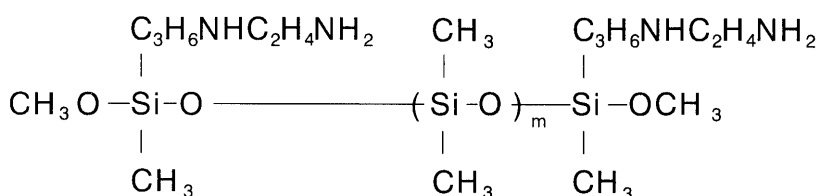
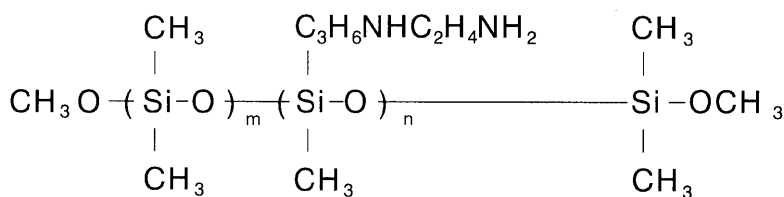
本発明で使用する前記一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンとしては、下記のもの具体例として挙げられるが、これらに限定されるものではない。なお、下記の式中、m、nは前記と同じである。



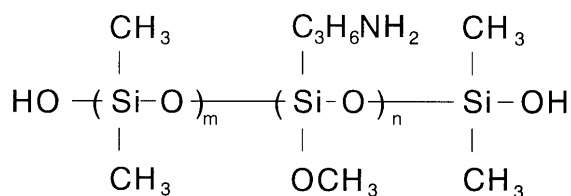
20

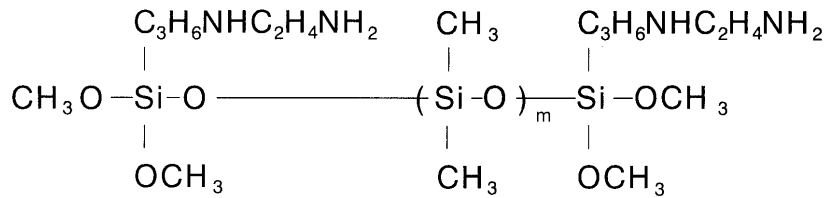
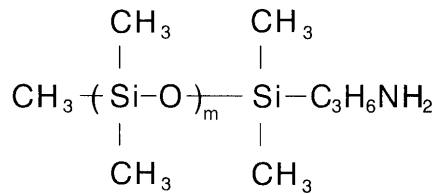


30

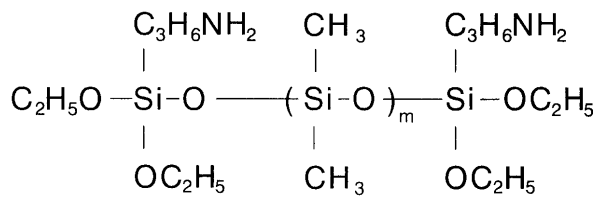


40





10



20

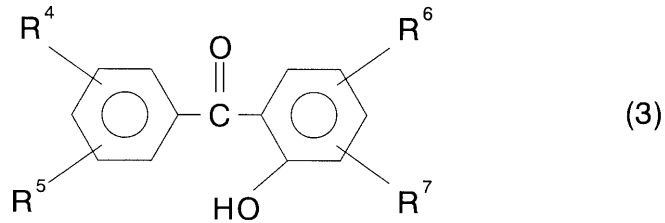
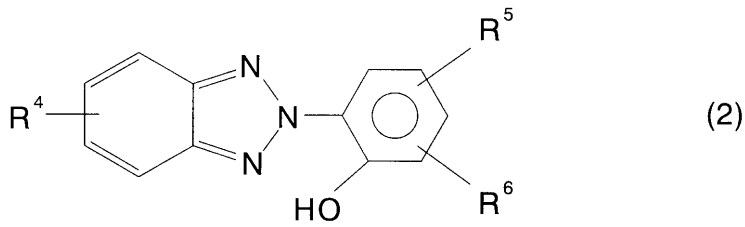
【 0 0 1 2 】

一般式(1)において、nは0~100の整数であり、好ましくは0~50の整数である。nが100を超えるとアミノ基が多すぎて、べたつきが多くなったり、撥水性が失われるので好ましくない。一般式(1)において、n=0の場合、2個のXのうち、少なくとも1個はAとなるように調節される。

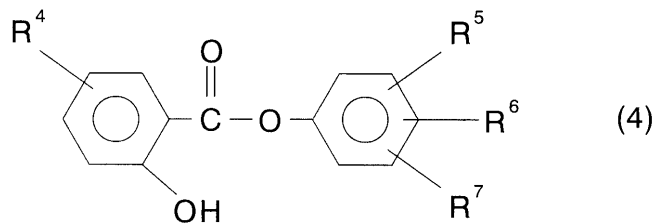
【 0 0 1 3 】

前記一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと付加させる紫外線吸収剤は、下記一般式(2)~(4)で示される。

30



10



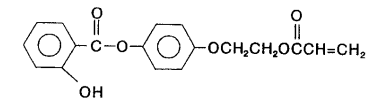
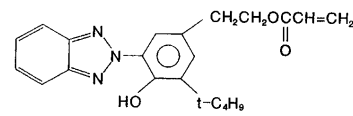
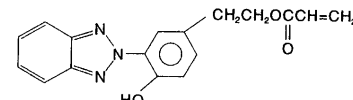
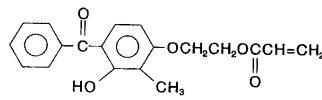
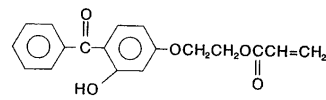
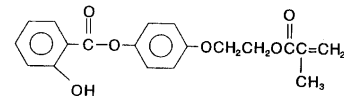
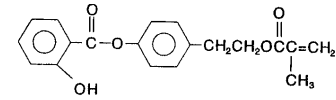
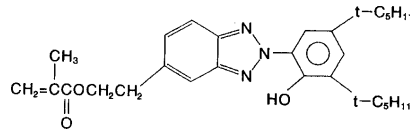
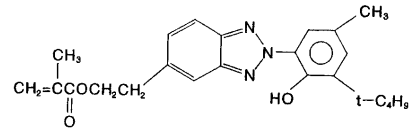
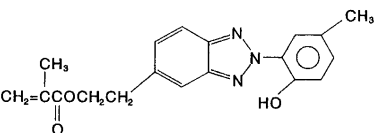
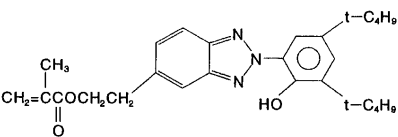
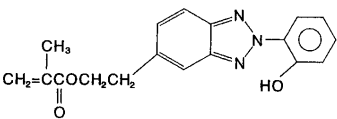
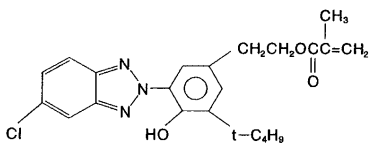
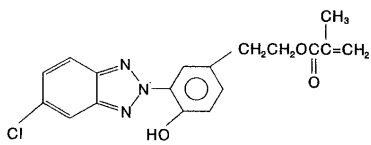
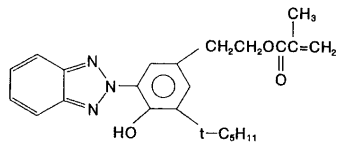
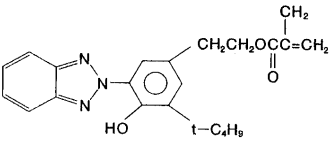
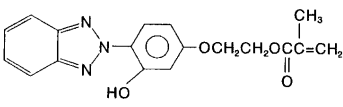
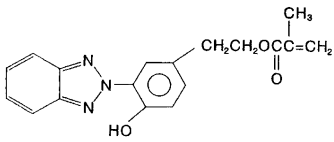
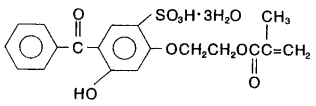
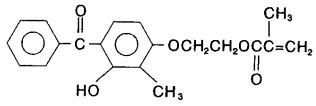
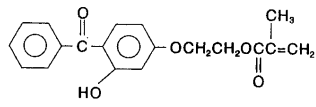
20

一般式(2)~(4)中、 $R^4 \sim R^7$ (但し、一般式(2)では $R^4 \sim R^6$)のうち、少なくとも1個はアクリロキシ基又はメクリロキシ基を含有する有機基、その他は水素原子、炭素数1~8のアルキル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基、アラルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、ハロゲン基、スルホン酸基、スルホン酸エステル基、カルボキシ基、カルボン酸エステル基、リン酸基及びリン酸エステル基から選ばれる同種又は異種の原子又は基である。

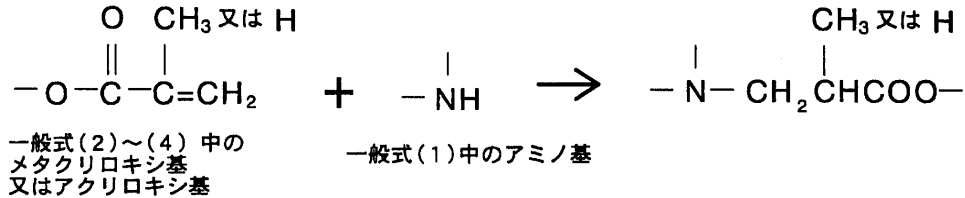
【0014】

本発明で使用する前記一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の具体例としては、下記のもものが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

30



本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンは、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上に、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンを付加することにより合成される。その際の付加反応は、下記の反応式に示すとおりであり、したがって、本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンは、下記の反応式の結果生じる構造部分を有する。なお、下記の反応式において、一般式(1)中のアミノ基は、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンのA中の末端にある1級アミノ基、あるいはA中の繰り返し単位中の2級アミノ基である。



10

【0016】

上記付加反応において、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の使用割合については、得られるオルガノポリシロキサンの長期にわたる紫外線吸収性、表面滑性、撥水性、柔軟性、及び溶剤に対する溶解性を向上させるために、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基の全モル数に対して、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤の1種もしくは2種以上に含有されるアクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基の全モル数を30~70モル%、特に50~70モル%とすることが好ましい。アクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基の全モル数がアミノ基の全モル数の30%未満、すなわち、アクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基によるアミノ基の封鎖が30%未満の場合には、得られるオルガノポリシロキサンの紫外線吸収性が不十分となる。また、アクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基の全モル数がアミノ基の全モル数の70モル%を超える場合、すなわち、アクリロキシ基及び/又はメタクリロキシ基によるアミノ基の封鎖が70%を超えると、残存のアミノ基が少ないために、アミノ基による撥水性が低下し、また、トルエン、キシレン等の溶剤への溶解性が低下する。

20

【0017】

本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンを調製する場合、一般式(1)で示されるアミノ基含有オルガノポリシロキサンと、一般式(2)~(4)で示される紫外線吸収剤との付加反応は、トルエン、キシレンなどの溶剤中において、80~140℃で2~10時間行えば十分である。80℃未満では付加反応速度が遅くなり、140℃を超えると付加物の着色が発生しやすくなる。

30

【0018】

本発明の処理剤は、上記オルガノポリシロキサンを配合してなるものであり、該オルガノポリシロキサンの単独物のほか、他のシリコーン系処理剤等とブレンドした混合物も含む。本発明の処理剤は、耐紫外線性、表面滑性、撥水性、柔軟性を付与する必要がある各種物品の処理剤として使用することができ、例えば、繊維処理剤、各種プラスチック表面の保護コーティング剤、ワックス用添加剤等として、繊維、成型用プラスチック、プラスチックシート、カーワックス等に使用することができる。特に繊維製品や各種織物に対して、風合(柔軟性、表面滑性)を付与する繊維処理剤として有効である。

40

【0019】

本発明の処理剤を使用する場合は、例えば、トルエン溶液やキシレン溶液など、適当な溶剤に溶解させて使用することができ、あるいは、汎用のアミノ基含有オルガノポリシロキサンの乳化と同様にして、例えば、非イオン性界面活性剤にて水中に均一分散して、安定性に優れたエマルジョンとして使用することができる。その場合に使用する非イオン性界面活性剤としては、エトキシ化高級アルコール、多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化脂肪酸、エトキシ化脂肪酸アミド、ソ

50

ルピトール、ソルビタン脂肪酸エステル、エトキシ化ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等が挙げられ、そのHLBは5～20の範囲内にあることが好ましく、特に10～16の範囲内であることが好ましい。

その他、各種紫外線遮蔽剤の粉体の表面を本発明の紫外線吸収性基含有オルガノポリシロキサンで被覆し、耐候性、潤滑性、撥水性の高い粉体にすることができる。これらの処理粉体は、化粧品用や塗料用の顔料として利用できる。

【実施例】

【0020】

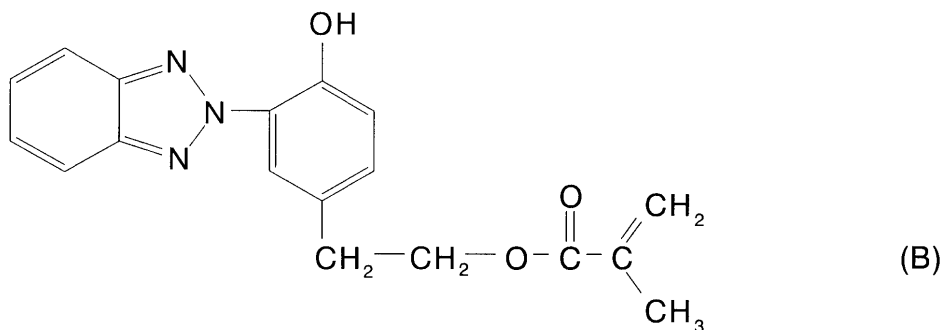
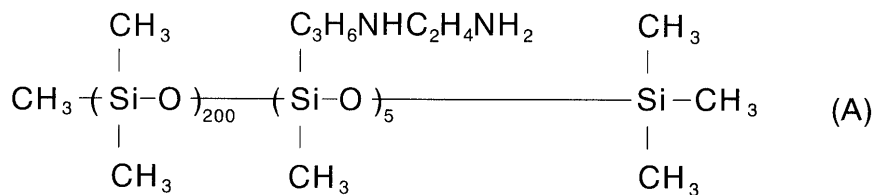
以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明する。

【0021】

[実施例1]

冷却管、窒素導入管、温度計、攪拌装置を備えた容量500mlの四つ口セパラブルフラスコに、下記式(A)で示されるアミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン(アミン当量1,500g/モル)100g、下記式(B)で示される2-(2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル)-2H-ベンゾトリアゾール(分子量323)10g(アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して31モル%)及びトルエンを100g仕込み、窒素ガスを導入した後に密閉して、110℃で8時間反応を行った。反応終了後、10mmHg減圧下、80℃で1時間低沸点留分の除去を行い、淡黄色でアミン当量1,710g/モルのオイル状物(C)106gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法(¹H-NMR)、ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)、フーリエ赤外分光法(FT-IR)により、該オイル状物(C)の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-(2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル)-2H-ベンゾトリアゾールのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

得られた淡黄色オイル状物をクロロホルムに溶解して(濃度50mg/100mlクロロホルム)、紫外線吸収スペクトルを測定した結果を図1に示した。また、下記に示す方法により、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を測定し、結果を表1に示した。



【0022】

[実施例2]

実施例1において、2-(2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル)-2H-ベンゾトリアゾールの配合量を20g(アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して62モル%)とした以外は、全て実施例1と同様にして、淡黄色でアミン当量1,800g/モルのオイル状物(D)115gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法(¹H-NMR)、ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)、フーリエ赤外分光法(FT-IR)に

10

20

30

40

50

より、該オイル状物（D）の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

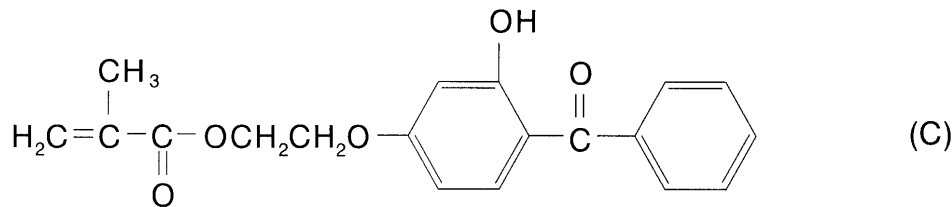
実施例1と同様に、得られた淡黄色オイル状物をクロロホルムに溶解して（濃度50mg/100mlクロロホルム）、紫外線吸収スペクトルを測定した結果を図2に示した。また、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を実施例1と同様に測定し、結果を表1に示した。

【0023】

[実施例3]

実施例1において、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールを、下記式（C）で示される2-ヒドロキシ-4-（2-メタクリロイルオキシエトキシ）ベンゾフェノン（分子量326）に変更し、その配合量を20g（アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して62モル%）とした以外は、全て実施例1と同様にして、淡黄色でアミン当量1,800g/モルのオイル状物（E）110gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法（¹H-NMR）、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）、フーリエ赤外分光法（FT-IR）により、該オイル状物（E）の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-ヒドロキシ-4-（2-メタクリロイルオキシエトキシ）ベンゾフェノンのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

実施例1と同様に、得られた淡黄色オイル状物をクロロホルムに溶解して（濃度50mg/100mlクロロホルム）、紫外線吸収スペクトルを測定した結果を図3に示した。また、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を実施例1と同様に測定し、結果を表1に示した。



【0024】

[比較例1]

実施例1において、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールの配合量を32g（アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して100モル%）とした以外は、全て実施例1と同様にして、淡黄色でアミン当量2,110g/モルのオイル状物（F）126gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法（¹H-NMR）、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）、フーリエ赤外分光法（FT-IR）により、該オイル状物（F）の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

実施例1と同様に、得られた淡黄色オイル状物をクロロホルムに溶解し（濃度50mg/100mlクロロホルム）、紫外線吸収スペクトルを測定した結果を図4に示した。また、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を実施例1と同様に測定し、結果を表1に示した

【0025】

[比較例2]

実施例1において、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールの配合量を26g（アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して80モル%）とした以外は、全て実施例1と同様にして、淡黄色でアミン当量2,050g/モルのオイル状物（G）116gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法（¹H-NMR）、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）、フーリエ赤外分光法（FT-IR）に

より、該オイル状物（G）の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

実施例1と同様に、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を測定し、結果を表1に示した

【0026】

[比較例3]

実施例1において、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールの配合量を6.4g（アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサン中の全アミノ基に対して20モル%）とした以外は、全て実施例1と同様にして、淡黄色でアミン当量1,600g/モルのオイル状物（H）116gを得た。その後、核磁気共鳴吸収法（¹H-NMR）、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）、フーリエ赤外分光法（FT-IR）により、該オイル状物（H）の構造を調べたところ、上記アミノアルキル基含有オルガノポリシロキサンのアミノ基が、2-（2-ヒドロキシ-5-メタクリロキシエチルフェニル）-2H-ベンゾトリアゾールのメタクリロキシ基の二重結合に付加して生成した付加化合物であることを確認した。

実施例1と同様に、得られた淡黄色オイル状物の皮膜物性を測定し、結果を表1に示した

【0027】

（皮膜物性の評価方法）

実施例1で得られたオイル状物30gをトルエン70gに溶解して原液処理液を調製した。この原液処理液1gをトルエン99gに溶解させ、これにポリエステル/綿混紡（65%/35%）ブロード布を1分間浸漬した後、絞り率100%の条件でロールを用いて絞り、100℃で2分間乾燥した後、さらに150℃で2分間熱処理して、評価用処理布を作製した。

そして、得られた評価用処理布の水接触角（協和界面科学社製、contact angle meter）の測定を行った。

次いで、上記評価用処理布に対し、促進耐候性試験機（岩崎電機社製、スーパー-UV試験機）を用いて、紫外線（UV）照射強度60mW/cm²、1サイクル：照射5時間、休止5時間の条件下で、UV照射を10サイクル繰り返し行った。その後、改めて、UV照射後の評価用処理布の水接触角を測定した。また、UV照射後の該評価用処理布（ブロード布）の特性変化を目視及び手触で観察した。

【0028】

【表1】

	トルエン溶解性 (30%濃度)	UV照射前	UV照射後	
		水接触角(度)	水接触角(度)	ブロード布の外観
実施例1	透明溶解	94	92	変化なし
実施例2	透明溶解	95	91	変化なし
実施例3	透明溶解	94	91	変化なし
比較例1	半透明溶解	75	51	柔軟性低下
比較例2	半透明溶解	81	60	柔軟性低下
比較例3	透明溶解	96	70	黄色に着色

【0029】

（皮膜物性の評価）

表1の結果より、実施例1～3に係る付加化合物は、UV吸収性があり、トルエンに対する溶解性が良好で、ブロード布の柔軟性を低下させることがなく、また、UV照射により撥水性が低下しないことがわかる。

それに対し、比較例 1 に係る付加化合物は、UV吸収性は認められるものの、トルエンに対する溶解性が十分ではなく、ブロード布の柔軟性を低下させ、UV照射により撥水性が低下することが確認された。比較例 2 に係る付加化合物は、トルエンに対する溶解性が十分ではなく、ブロード布の柔軟性を低下させ、UV照射により撥水性が低下することが確認された。比較例 3 に係る付加化合物は、UV吸収性が不十分で、ブロード布を黄色に着色させ、UV照射により撥水性が低下することが確認された。

【図面の簡単な説明】

【0030】

【図 1】実施例 1 で得られたオイル状物のクロロホルム溶液の紫外線吸収スペクトルを示す図である。

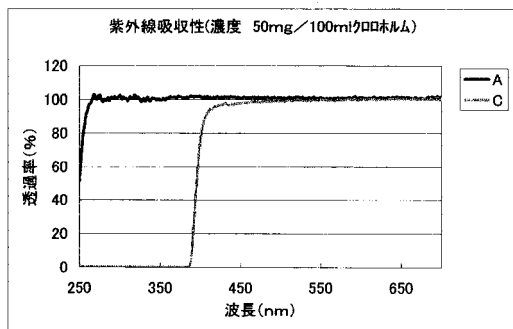
【図 2】実施例 2 で得られたオイル状物のクロロホルム溶液の紫外線吸収スペクトルを示す図である。

【図 3】実施例 3 で得られたオイル状物のクロロホルム溶液の紫外線吸収スペクトルを示す図である。

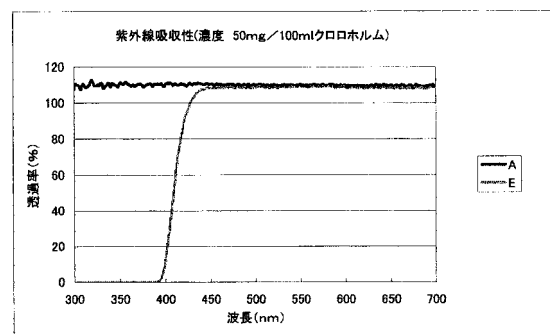
【図 4】比較例 1 で得られたオイル状物のクロロホルム溶液の紫外線吸収スペクトルを示す図である。

10

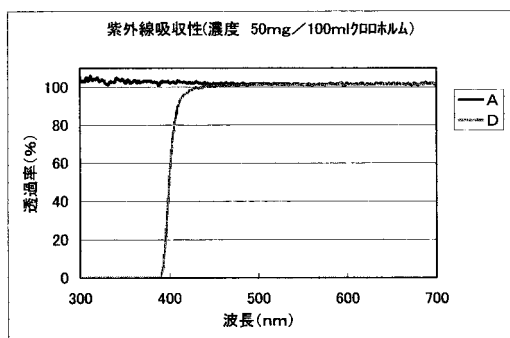
【図 1】



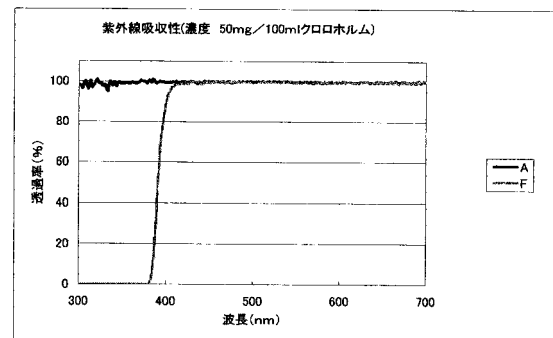
【図 3】



【図 2】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 宝田 充弘

群馬県碓氷郡松井田町人見1-10 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02-243695(JP,A)
特開平04-132736(JP,A)
特開平03-217420(JP,A)
特開平09-012725(JP,A)
特開平11-199278(JP,A)
特開平10-204410(JP,A)
特開平10-008027(JP,A)
特開平02-261823(JP,A)
特開平08-208668(JP,A)
特開2001-026764(JP,A)
特表2004-500458(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08G 77/00 - 77/62
C08L 1/00 - 101/16
C08K 3/00 - 13/08
C09D 1/00 - 201/10
C09K 3/00
D06M 13/00 - 15/72