

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5434789号
(P5434789)

(45) 発行日 平成26年3月5日(2014.3.5)

(24) 登録日 平成25年12月20日(2013.12.20)

(51) Int. Cl.		F I
CO8L 83/07	(2006.01)	CO8L 83/07
CO8L 83/05	(2006.01)	CO8L 83/05
CO8L 29/04	(2006.01)	CO8L 29/04

請求項の数 4 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2010-115359 (P2010-115359)	(73) 特許権者	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22年5月19日(2010.5.19)	(74) 代理人	100080089 弁理士 牛木 護
(65) 公開番号	特開2011-6661 (P2011-6661A)	(72) 発明者	入船 真治 群馬県安中市松井田町人見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
(43) 公開日	平成23年1月13日(2011.1.13)	(72) 発明者	中島 勉 群馬県安中市松井田町人見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
審査請求日	平成24年5月25日(2012.5.25)		
(31) 優先権主張番号	特願2009-131476 (P2009-131476)		
(32) 優先日	平成21年5月29日(2009.5.29)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 付加硬化型シリコンエマルジョン組成物

(57) 【特許請求の範囲】

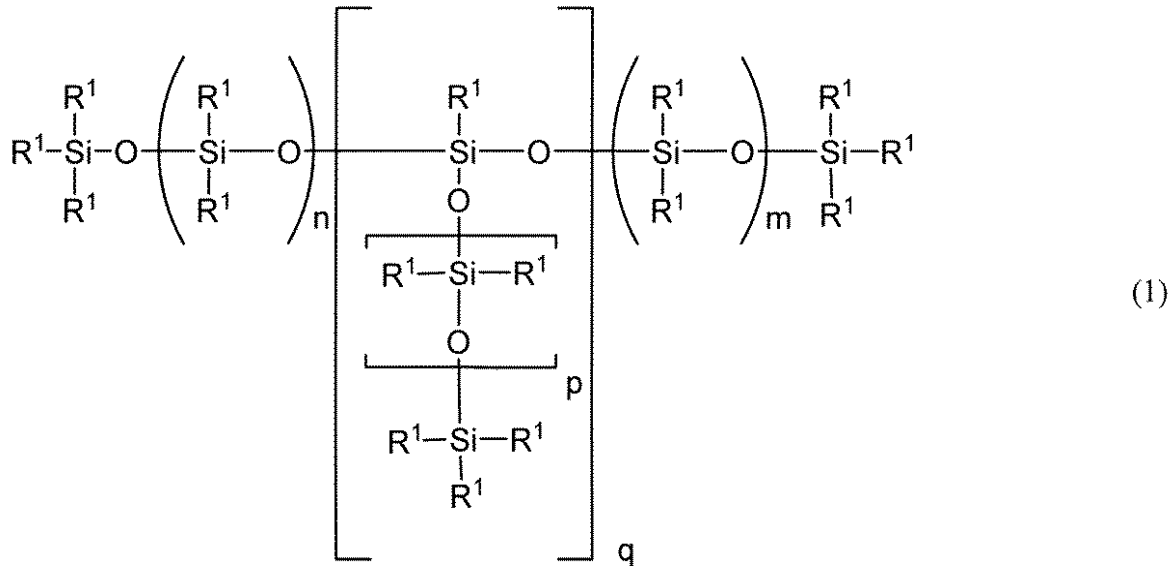
【請求項1】

使用に際して混合される下記のエマルジョンAとエマルジョンBとからなり、〔エマルジョンAの分散粒子の数平均粒子径〕/〔エマルジョンBの分散粒子の数平均粒子径〕の比が0.4~2.0である硬化型エマルジョン組成物。

〔エマルジョンA〕

下記の成分(a)~(e)を含み、動的光散乱法により測定される数平均粒子径が300~1000nmであるシリコンエマルジョンA 30~70質量部

(a) 下記式(1)で表されるオルガノポリシロキサンI : 100質量部、

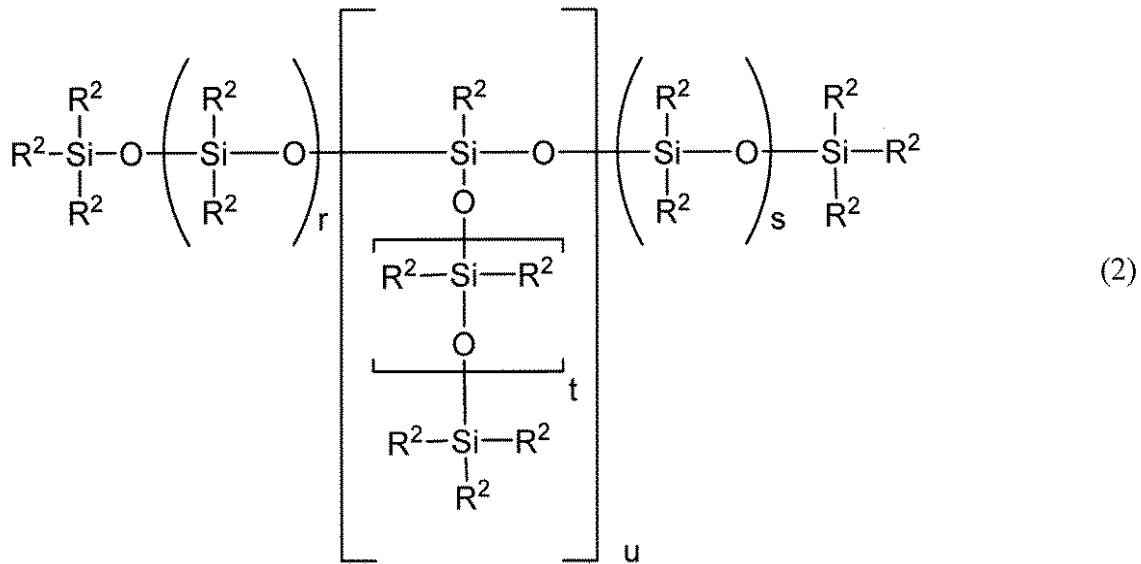


10

ここで、 R^1 は独立に非置換または置換の炭素原子数1～10の1価炭化水素基であり、少なくとも2個はアルケニル基である。また、 n 、 m および p は正数であり、 q は0～10の範囲の数であり、但し n 、 m 、 p および q は該オルガノポリシロキサンIの25における粘度が30～10000mPa・sとなる数である。

20

(b) 下記式(2)で表される、一分子中にケイ素原子に直結する水素原子を少なくとも3個有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンI：1～50質量部、



30

40

ここで、 R^2 はおのこの独立に非置換もしくは置換の炭素原子数1～10の1価炭化水素基または水素原子であり、少なくとも3個は水素原子である。また、 r 、 s および t は正数であって、 u は0～10の範囲の数であり、但し r 、 s 、 t および u は該オルガノハイドロジェンポリシロキサンIの25における粘度が5～2000mPa・sとなる数である。

(c) ノニオン系界面活性剤

0.5～10質量部、

(d) ポリビニルアルコール

1～20質量部、および

(e) 水、

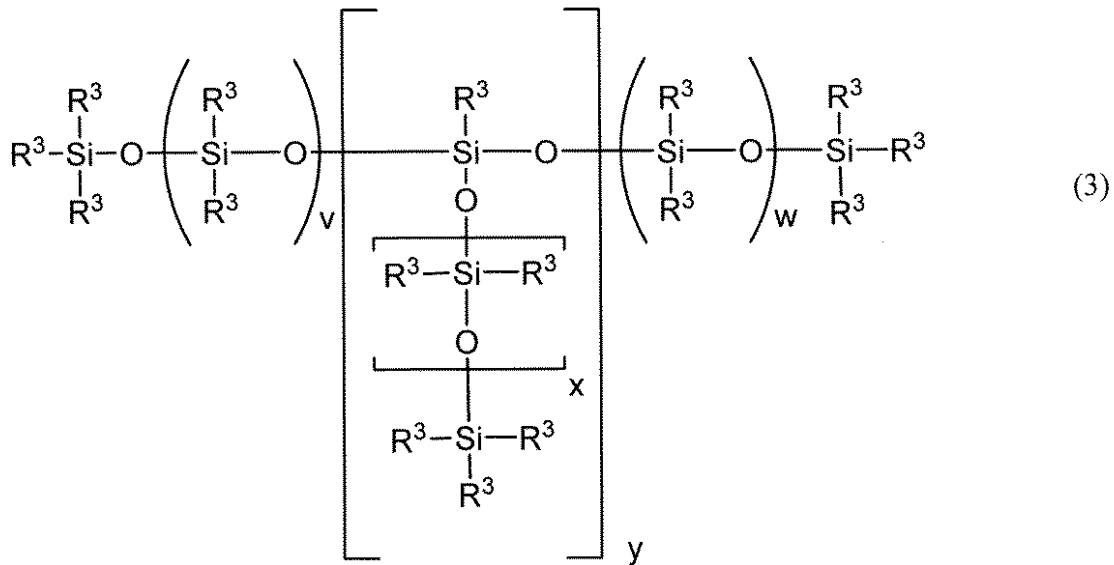
[エマルジョンB]

下記の成分(f)～(j)を含み、動的光散乱法により測定される数平均粒子径が300～1000nmであるシリコーンエマルジョンB

30～70質量部

50

(f) 下記式(3)で表されるオルガノポリシロキサン I I : 100質量部、



10

ここで、 R^3 はおのこの独立に非置換もしくは置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基であり、少なくとも2個はアルケニル基である。また、 v 、 w 、および x は正数であり、 y は0~10の範囲の数であり、但し v 、 w 、 x 、および y は該オルガノポリシロキサン I I の25における粘度が30~10000mPa·sとなる数である。

20

- (g)白金系錯体 白金元素として0.001~0.05質量部、
 (h)ノニオン系界面活性剤 0.5~10質量部、
 (i)ポリビニルアルコール 1~20質量部、および
 (j)水。

【請求項2】

成分(c)及び(h)成分のどちらか一方または両方が、HLB10~15、pH6.5以下、かつイオン電導度30 μ S/cm以下であるノニオン系界面活性剤である請求項1に係る硬化型エマルジョン組成物。

30

【請求項3】

成分(d)及び(i)成分のどちらか一方または両方が、ケン化度70~95モル%で4質量%水溶液の20における粘度が4~100mPa·sであるポリビニルアルコールである請求項1または2に係る硬化型エマルジョン組成物。

【請求項4】

成分(g)の白金元素として量が本組成物中のシリコン成分全量に対して100ppm以下である請求項1、2または3に係る硬化型エマルジョン組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は、硬化型シリコンエマルジョン組成物に関し、特に、低白金量での硬化性に優れる、付加反応型の離型用シリコンエマルジョン組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

紙、プラスチックフィルムなどの基材と粘着性物質との間の粘着や固着を防止するために、従来、離型用シリコン組成物が使用されてきた。その一つの形態としてエマルジョンタイプのシリコン組成物が知られており、このシリコン組成物の硬化型としては、縮合反応型と付加反応型が知られている。

【0003】

50

このようなエマルジョンタイプのシリコーン組成物のうち、縮合反応型のシリコーン組成物は、ポットライフがきわめて短いという欠点があり、ごく特殊な用途にのみ使用されている。一方、付加反応型のシリコーン組成物としては、2種類のエマルジョンを混合して離型用シリコーン組成物を製造するもの（特許文献1）、乳化重合法により離型紙用組成物を製造するもの（特許文献2）、および、2液タイプの触媒を使用するもの（特許文献3）等が提案されている。

【0004】

しかしながら、これらの特許にも問題点があり、2種類のエマルジョンを混合して離型用シリコーン組成物を製造するものは、混合して製造するものであるため、混合して得られる組成物の硬化速度が遅いという欠点がある。

10

【0005】

前記乳化重合法により離型紙用組成物を製造するものは、得られる特性が未だ機械的乳化法の場合に及ばない上、剥離力が相対的に重くなるという欠点があった。

【0006】

さらに、前記2液タイプの触媒を用いて製造したエマルジョンの場合には、2種類の触媒を、使用時に予め攪拌して自己乳化させなければならない上、可使用時間も短いという欠点があった。更に、この場合には、全体としては3液構成となるために、主エマルジョンへの触媒の分散性が、得られる組成物の特性に大きく影響を与えるという欠点があった。

【0007】

20

これらの問題点を解決する方法として、特許文献4では、特定の乳化剤を用いた白金系触媒の乳化物をシリコーンエマルジョンの触媒として用いることが提案されているが、Ptの使用量が多いときは問題ないが全シリコーン量に対する白金元素としての白金量が100ppm以下と少ないとき、特に80ppm以下では硬化性が安定しないとの問題があった。

【0008】

一方、付加反応で使用される触媒としては各種金属が提案されているが、実用性の面からは白金が最も優れており、現時点でこれに変わるものはない。ところが、近年白金を初めとして希少金属の各工業製品への需要が増しているが、省資源の要請上効率的な使用が求められている。この需要の増加は経済面では希少金属の価格の高騰をもたらし、特に白金でのこの傾向が著しい。そのため、必要な白金量を極力減らしても硬化性が安定した付

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開昭50-094082号

【特許文献2】特開昭54-52160号

【特許文献3】特公平6-47624号

【特許文献4】特開平8-245887号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

40

【0010】

そこで本発明の課題は、低白金量でも硬化性が安定した付加硬化型のシリコーンエマルジョンを提供することにある。

【0011】

本発明者らは鋭意検討を重ねた結果、アルケニル基含有オルガノポリシロキサン/オルガノハイドロジェンポリシロキサン/反応制御剤を主成分としてなるエマルジョンAと、アルケニル基含有オルガノポリシロキサン/白金触媒を主成分としてなるエマルジョンBを混合して使用する硬化タイプのエマルジョン型シリコーンにおいて、シリコーンエマルジョンAおよびB中の分散粒子の数平均粒子径の比：〔エマルジョンAの分散粒子の数平均粒子径〕/〔エマルジョンBの分散粒子の数平均粒子径〕を0.4~2.0にすることによ

50

り、Pt含有量が100ppm以下でも硬化性の優れた硬化型シリコーンエマルジョンとなることを見出し、本発明をなすに至った。

【課題を解決するための手段】

【0012】

すなわち、本発明は、上記の課題を解決する手段として、

使用に際して混合される下記のエマルジョンAとエマルジョンBとからなり、〔エマルジョンAの分散粒子の数平均粒子径〕/〔エマルジョンBの分散粒子の数平均粒子径〕の比が0.4~2.0である硬化型エマルジョン組成物。

【0013】

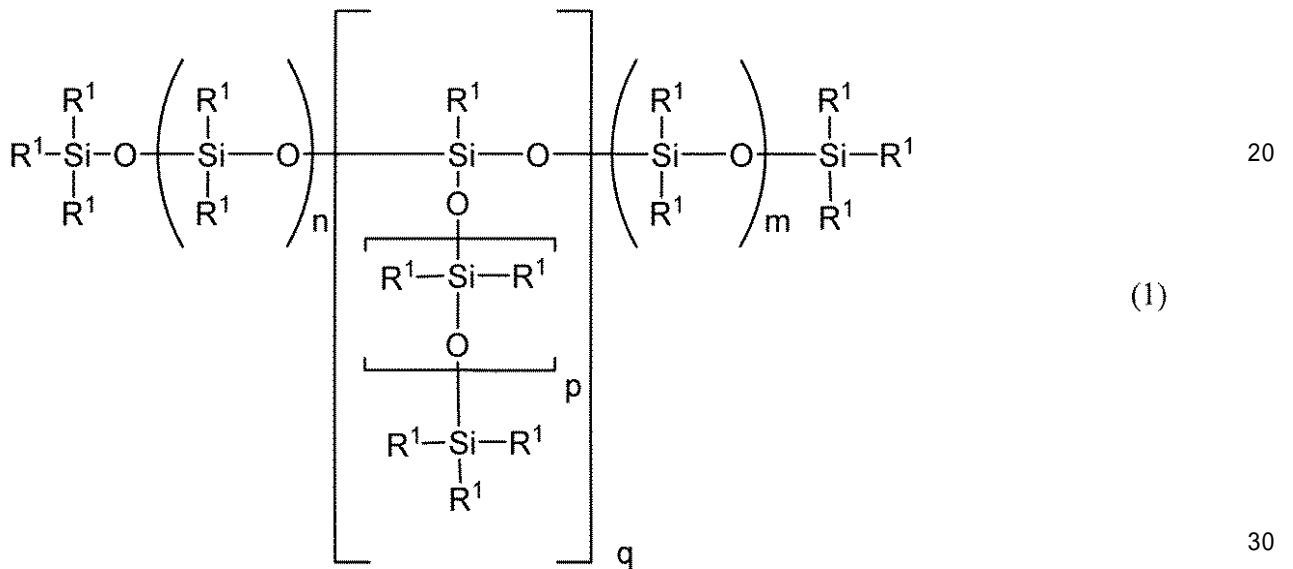
〔エマルジョンA〕

下記の成分(a)~(e)を含み、動的光散乱法により測定される数平均粒子径が300~1000nmであるシリコーンエマルジョンA 30~70質量部

(a) 下記式(1)で表されるオルガノポリシロキサンI : 100質量部、

【0014】

【化1】



【0015】

ここで、R¹は独立に非置換または置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基であり、少なくとも2個はアルケニル基である。また、n、m、pは正数であり、qは0~10の範囲の数であり、但しn、m、p、qは該オルガノポリシロキサンIの25における粘度が30~10000 mPa・sとなる数である。

【0016】

(b) 下記式(2)で表される、一分子中にケイ素原子に直結する水素原子を少なくとも3個有するオルガノヒドロジェンポリシロキサンI : 1~50質量部、

【0017】

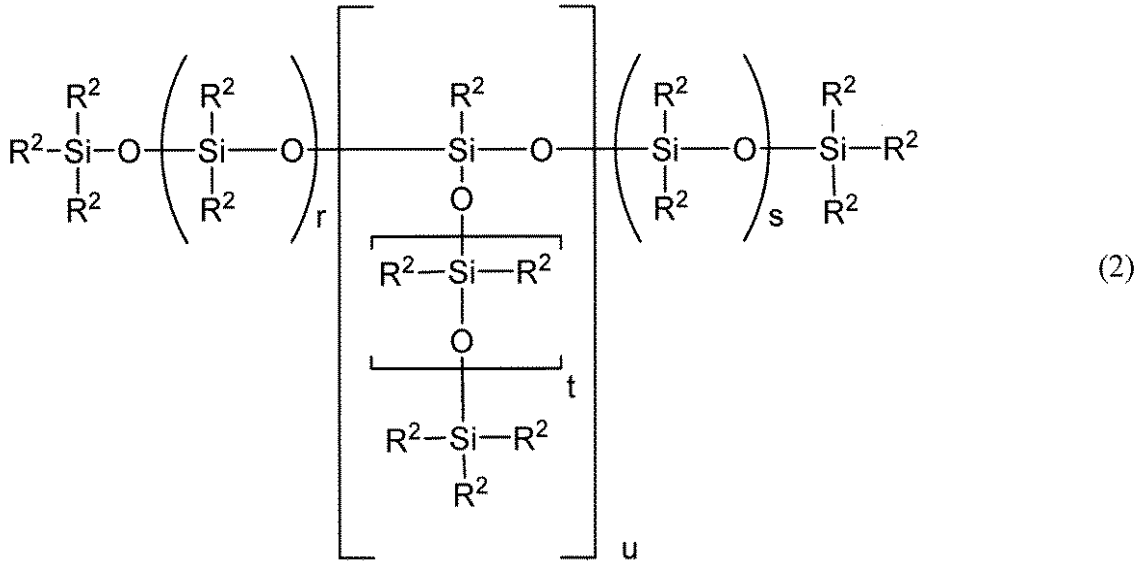
10

20

30

40

【化2】



10

【0018】

ここで、 R^2 はおのこの独立に非置換もしくは置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基または水素原子であり、少なくとも3個は水素原子である。また、 r 、 s および t は正数であって、 u は0~10の範囲の数であり、但し r 、 s 、 t および u は該オルガノヒドロジェンポリシロキサンIの25における粘度が5~2000mPa·sとなる数である。

20

【0019】

(c) ノニオン系界面活性剤

0.5~10質量部、

(d) ポリビニルアルコール

1~20質量部、および

(e) 水、

【0020】

〔エマルジョンB〕

下記の成分(f)~(j)を含み、動的光散乱法により測定される数平均粒子径が300~1000nmであるシリコーンエマルジョンB

30~70質量部

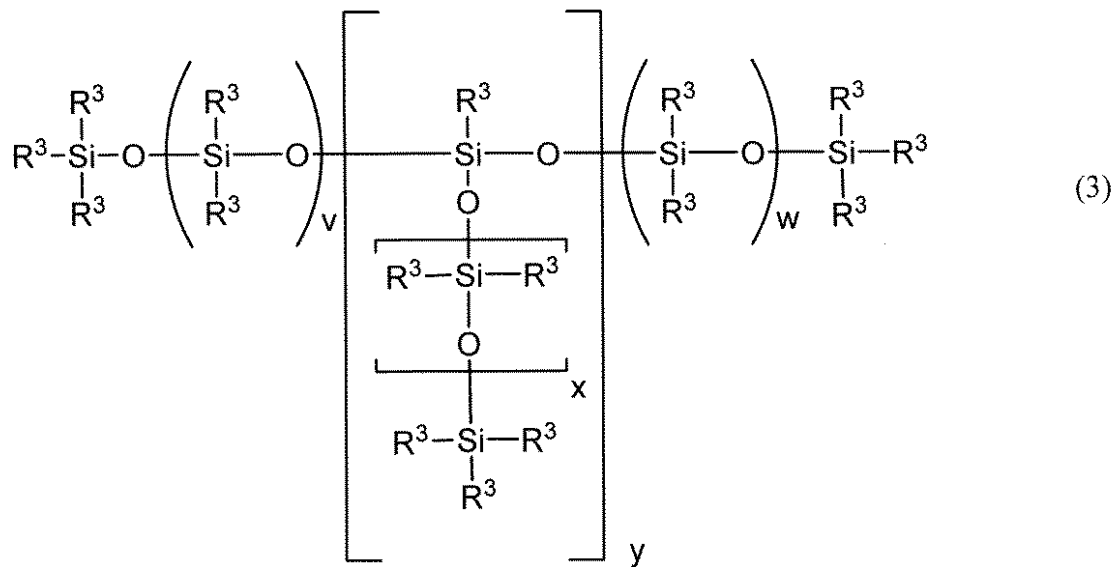
30

【0021】

(f) 下記式(3)で表されるオルガノポリシロキサンII:100質量部、

【0022】

【化3】



10

【0023】

ここで、 R^3 はおのこの独立に非置換もしくは置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基であり、少なくとも2個はアルケニル基である。また、 v 、 w 、および x は正数であり、 y は0~10の範囲の数であり、但し v 、 w 、 x 、および y は該オルガノポリシロキサンIIの25における粘度が30~10000mPa·sとなる数である。

20

【0024】

(g)白金系錯体

白金元素として0.001~0.05質量部、

(h) ノニオン系界面活性剤

0.5~10質量部、

(i) ポリビニルアルコール

1~20質量部、および

(j) 水。

【発明の効果】

【0025】

本発明のシリコーンエマルジョン組成物は、低白金量であっても、硬化性に優れなおかつその硬化性が安定している。

30

【発明を実施するための形態】

【0026】

以下、本発明のシリコーンエマルジョン組成物について具体的に説明する。

【0027】

初めに該組成物を構成する各成分について詳しく説明する。

【0028】

- シリコーンエマルジョンA -

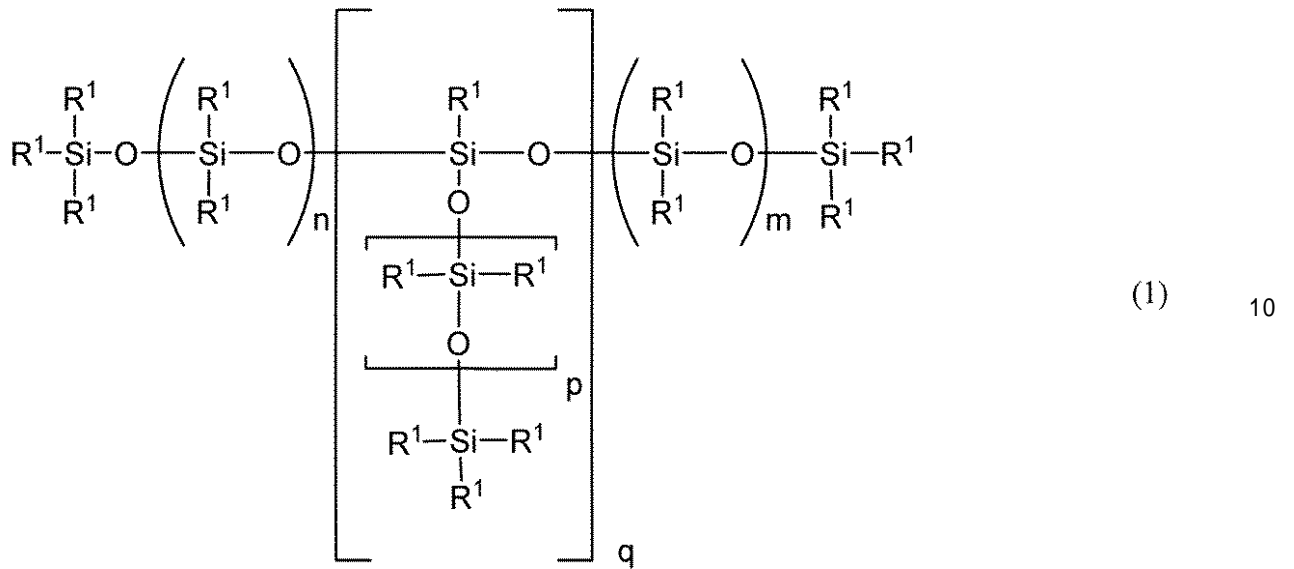
< (a) オルガノポリシロキサンI >

40

まず、本発明のシリコーンエマルジョンAの成分(a)のオルガノポリシロキサンIは下記式(1)で示される。

【0029】

【化4】



【0030】

式中、R¹は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基などのアルケニル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、またはこれらの基の炭素原子に結合している水素原子の一部または全部をヒドロキシル基、シアノ基、ハロゲン原子などで置換したヒドロキシプロピル基、シアノエチル基、1-クロロプロピル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などから選択される非置換または置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基であり、それぞれは異なっても良いが、少なくとも2個はアルケニル基である。該アルケニル基としては、炭素原子数2-8のものが好ましく、特にビニル基、アリル基、ヘキセニル基である。また、アルケニル基以外の一価炭化水素基としては硬化性および剥離性の点からアルキル基、アリール基であることが望ましく、特にメチル基が好ましい。また、n、m、p、qは該オルガノポリシロキサンIの25における粘度が30~10000mPa·sとなる数であり、0$q \le 10$の範囲にある。

【0031】

またこのオルガノポリシロキサンIの配合量は、シリコーンエマルジョンAのほかの成分の基準となるため100質量部とする。

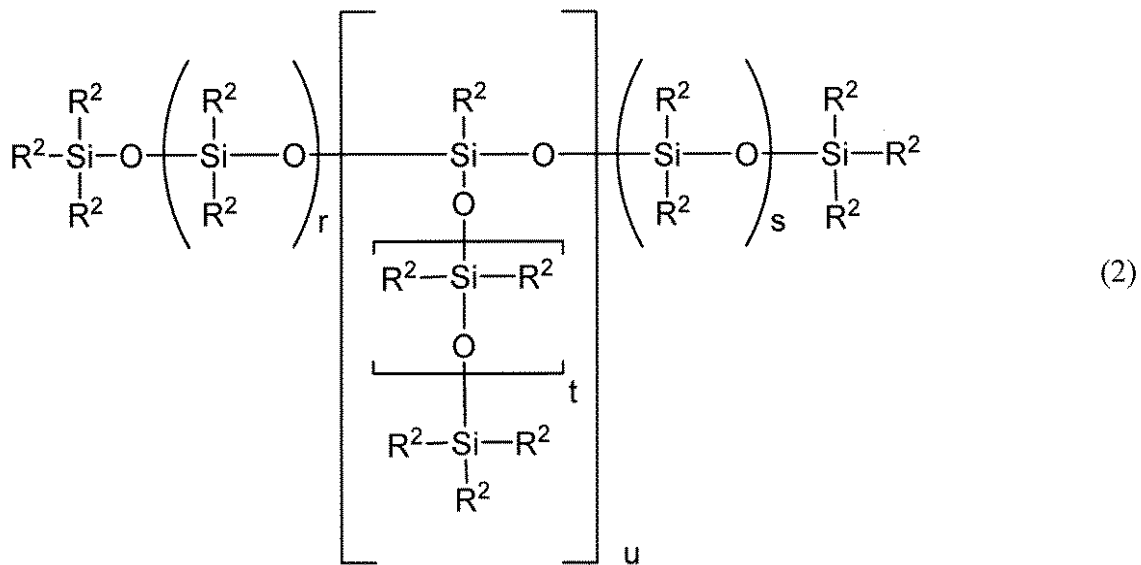
【0032】

<(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンI>

(b)成分のオルガノハイドロジェンポリシロキサンIは下記式(2)で示される。

【0033】

【化5】



10

【0034】

式中、 R^2 はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリアル基、またはこれらの基の炭素原子に結合している水素原子の一部または全部をヒドロキシル基、シアノ基、ハロゲン原子などで置換したヒドロキシプロピル基、シアノエチル基、1-クロロプロピル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などから選択される非置換または置換の炭素原子数1~10の1価炭化水素基（好ましくは、メチル基である。）、または水素原子であり、それぞれは異なっても良いが少なくとも3個は水素原子である。また、 r 、 s 、 t 、 u は25における粘度が5~2000mPa·sとなる正数であり、 $0 < u < 10$ の範囲にある。またこのオルガノハイドロジェンポリシロキサンIの配合量は1~50質量部であり、好ましくは1~30質量部である。

20

【0035】

<(c)ノニオン系界面活性剤>

30

(c)成分としては、ノニオン系界面活性剤であればよく、また、シリコーンエマルジョンBの成分(h)も実質的にこの(c)成分と同一のものである。このものは、前記した成分(a)、(b)および水との混合物を乳化するために使用される。

【0036】

本発明で使用されるノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンノルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル等のアルキルアリルエーテル型のもの、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレントリデシルエーテル等のアルキルエーテル型のもの、ポリオキシエチレンオレエート、ポリオキシエチレンラウレート等のアルキルエステル型のもの等が挙げられるが、乳化性や安全性の観点からはポリオキシエチレンアルキルエーテルが好ましい。さらに、このノニオン系界面活性剤はHLBが10~15でpHが6.5以下、特に4.5~6.5、且つイオン電導度が $30 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以下、特に $1 \sim 30 \mu\text{S}/\text{cm}$ であることが望ましい。HLBが10~15、およびpHが6.5以下で、かつイオン電導度が $30 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以下のものでない界面活性剤を使用した場合には、エマルジョン組成物は時間の経過により変質しやすくなる。なお、カチオン系やアニオン系界面活性剤も本発明のエマルジョン組成物の効果に悪影響を及ぼさない範囲で併用することができ、濡れ性、レベリング性の向上が期待できる。

40

【0037】

<(d)ポリビニルアルコール>

(d)成分としては、ポリビニルアルコール（以下PVAと略記）であればよく、このPVAは(c)成分の界面活性剤とともに乳化を促進し形成されたエマルジョンの状態を安定化させる

50

助剤として必須の成分である。また、シリコーンエマルジョン B の成分 (i) も実質的にこの (d) 成分と同一のものである。

【 0 0 3 8 】

このPVAとしては、種々のPVAが使用できるが、好ましくはケン化度70～95モル%、特に85～95モル%、4質量%水溶液の20における粘度が4～100mP・s、特に10～100mP・sであるものがよい。ケン化度が70モル%未満でも96モル%を超えても乳化安定化効果が不足しやくなる。また、4質量%水溶液の20における粘度が4 mPa・s未満ではエマルジョンの安定化効果が小さくなりやすく、100mPa・sを超えると塗工性を低下させるため、PVAとしては、これらの範囲に選択することが望ましい。

【 0 0 3 9 】

< (e) 水 >

(e)成分の水は分散媒となる。水は適量使用される。具体的には、エマルジョン A の固形分濃度が1～70質量%となるような量の水が用いられる。

【 0 0 4 0 】

以上成分 (a) ～ (e) を乳化して得られるシリコーンエマルジョンは動的光散乱法により測定される分散粒子の数平均粒子径が300～1000nmであることが必要であり、好ましくは300～800nmである。300nmより小さい粒子径は成分 (c) や (d) を用いた乳化では実質的に達成は難しく、また1000nmを越えるとシリコーンエマルジョンの安定性が低下する。

【 0 0 4 1 】

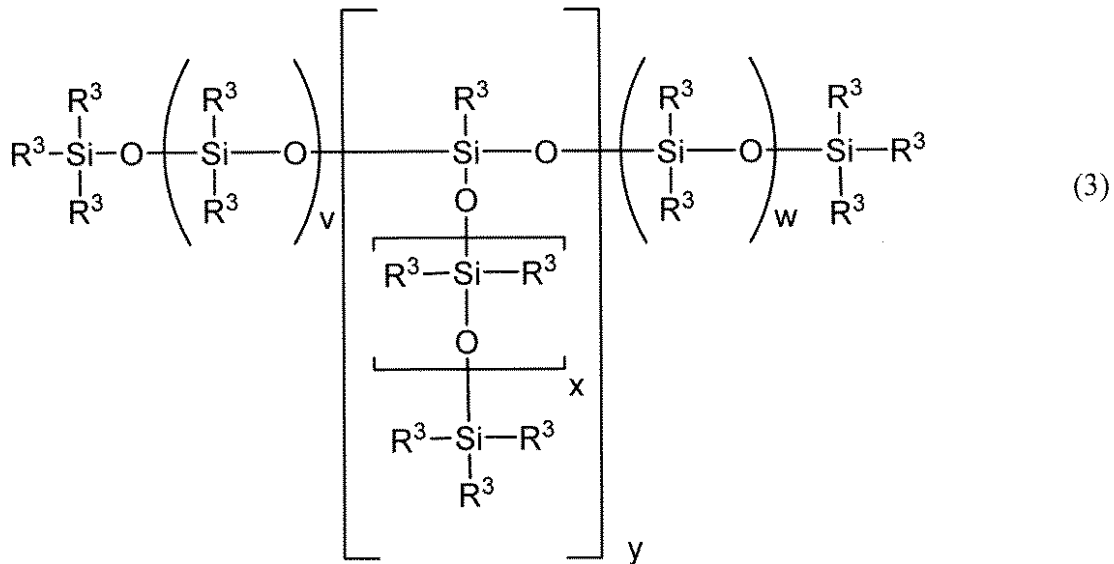
- シリコーンエマルジョン B -

< (f) オルガノポリシロキサン I I >

シリコーンエマルジョン B の成分 (f) であるオルガノポリシロキサン I I は下記式 (3) で表される。

【 0 0 4 2 】

【 化 6 】



【 0 0 4 3 】

式中、R³は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基などのアルケニル基、フェニル基、トリル基などのアリアル基、またはこれらの基の炭素原子に結合している水素原子の一部または全部をヒドロキシル基、シアノ基、ハロゲン原子などで置換したヒドロキシプロピル基、シアノエチル基、1-クロロプロピル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などから選択される非置換もしくは置換の炭素原子数1～10の1価炭化水素基であり、それぞれは異なっても良いが、少なくとも2個はアルケ

ニル基である。該アルケニル基としては、炭素原子数 2 - 8 のものが好ましく、特にビニル基、アリル基、ヘキセニル基である。また、アルケニル基以外の一価炭化水素基としては硬化性および剥離性の点からアルキル基、アリール基であることが望ましく、特にメチル基が好ましい。また、v、w、x、y は 25 における該オルガノポリシロキサン I I の粘度が 30 ~ 10000 mPa · s となる数であり、0 ~ y 10 の範囲にある。

【 0 0 4 4 】

またこのオルガノポリシロキサン I I の配合量はシリコーンエマルジョン B のほかの成分の基準となるため 100 質量部とする。

【 0 0 4 5 】

< (g) 白金系錯体 >

(g) 成分としては、白金系錯体（特に、ポリシロキサンと白金または白金系化合物との錯体、塩化白金酸と各種オレフィン類との錯塩等）が使用される。特にポリシロキサンを含む白金系錯体の場合は 25 における粘度が 10 ~ 500 mPa · s であることが好ましい。

【 0 0 4 6 】

また、この成分の使用量としては使用の硬化条件で硬化可能な白金量となるように調整することが可能であるが、省資源の要請面から白金元素としての量が本組成物中の全シリコーン量に対して 100 ppm 以下であればよく、より経済的な点から 80 ppm 以下であればよい。

【 0 0 4 7 】

< (h) ノニオン系界面活性剤 >

(h) 成分としては成分 (c) について上述したノニオン系界面活性剤を同様に使用することができる。

【 0 0 4 8 】

< (i) ポリビニルアルコール >

(i) 成分としては成分 (d) について上述したポリビニルアルコールを同様に使用することができる。

【 0 0 4 9 】

< (j) 水 >

(j) 成分の水は分散媒となる。水は適量使用される。具体的には、エマルジョン B の固形分濃度が 1 ~ 70 質量% となるような量の水が用いられる。

【 0 0 5 0 】

以上成分 (f) ~ (j) を含み、乳化して得られるシリコーンエマルジョンは動的光散乱法により測定される分散粒子の数平均粒子径が 300 ~ 1000 nm であることが必要であり、好ましくは 300 ~ 800 nm である。300 nm より小さい粒子径は成分 (h) や (i) を用いた乳化では実質的に達成は難しく、また 1000 nm を越えるとシリコーンエマルジョンの安定性が低下する。

【 0 0 5 1 】

さらに上記した成分よりなるシリコーンエマルジョン A および B 中の分散粒子の数平均粒子径の比、即ち、〔エマルジョン A の分散粒子の数平均粒子径〕 / 〔エマルジョン B の分散粒子の数平均粒子径〕は 0.4 ~ 2.0、好ましくは 0.8 ~ 1.5 であることが必要である。この粒子径比が上記範囲外になると硬化性が著しく低下してしまう。また、これらシリコーンエマルジョン A および B は混合して使用されるが A および B の配合量は A の 30 ~ 70 質量部に対して B の 30 ~ 70 質量部（ただし、合計で 100 質量部）であればよい。

【 0 0 5 2 】

これらシリコーンエマルジョン A および B はそれぞれの構成成分の所定量を均一に混合したのち、ホモキサーやホモジナイザーなどで乳化することによって得られる。このシリコーンエマルジョン A および B の分散粒子の数平均粒子径を所望の範囲とするためには、各成分の配合比や乳化時の温度、時間さらにホモキサー等の攪拌機の回転数等を制御すればよい。

【 0 0 5 3 】

・任意成分：

これらのエマルジョン A および B には、本発明の効果を阻害しない範囲で各種添加剤を配合してもよい。例えば白金系錯体触媒の活性を抑制する目的で、必要に応じてポットライフ延長剤として、各種の有機窒素化合物、有機リン化合物、アセチレン系化合物などの活性抑制剤；防腐を目的として、ソルビン酸、ソルビン酸塩、酢酸等；ポラスな基材への浸透性を防止したり剥離力を重くするために、メチルセルロース、ソジウムカルボキシメチルセルロース等の水溶性樹脂；塗布時のレベリングを改善するためのレベリング剤や少量の溶剤等の他、すべり性付与剤として少量の非反応性オルガノポリシロキサンを加える事は任意とされる。

【0054】

本発明のシリコーンエマルジョン組成物の基材に対する塗布は、任意の方法、例えばロール塗布、グラビア塗布、エアナイフ塗布、ワイヤー塗布、ドクター塗布、ブラシ塗布などで行えばよい。

10

【0055】

本発明のシリコーンエマルジョン組成物を、紙、フィルム等の柔軟な薄膜材料に、固形分で0.1~5.0g/m²の厚さに塗工し、例えば加熱ロール、加熱ドラムまたは循環熱風乾燥機を用いて、80~200 で5秒間~3分間処理することにより所望の離型性を有する硬化皮膜が形成される。

【実施例】

【0056】

次に本発明を実施例によって更に詳述するが、本発明はこれによって限定されるものではない。なお、実施例および比較例中の粘度は、特にことわらない限りBM型回転粘度計を用いて、25 において測定した絶対粘度の測定値を示す。また、実施例および比較例において用いた本発明品および比較品の数平均粒子径、硬化性は、次に示す方法により評価した。結果を表1に示す。

20

【0057】

〔数平均粒子径〕

調製したシリコーンエマルジョンの分散粒子の数平均粒子径を、動的光散乱相関法を測定原理としたBECKMAN COULTER製Submicron Particle Sizer COULTER N4 Plusを用い測定した。

【0058】

〔硬化性〕

シリコーンエマルジョン A と B をそれぞれ50質量部ずつ混合し、シリコーン分の濃度が5質量%となるように水で希釈してシリコーンエマルジョン組成物を調製した。該組成物をグラシン紙（秤量60g/m²）の表面に、シリコーン固形分で約1.0g/m²になるようにワイヤーバーを用いて塗布した後、150 の熱風循環式乾燥炉中で15秒、18秒、20秒または25秒間放置し、その後乾燥機より取り出し、その塗工面（硬化面）を指で10往復擦り塗工面の変化により硬化性を評価した。即ち、擦り跡が残らないものを表1に と示し、わずかに擦り跡が残るものを と示し、脱落や曇りが見られるものを×と示す。

30

【0059】

<シリコーンエマルジョン A の調製例 1 >

40

(a)成分として分子鎖両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位のみからなる、粘度400mPa・sでビニル価が0.018mol/100gのメチルビニルポリシロキサン100質量部、(b)成分として分子鎖両末端がトリメチルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位とメチルヒドロジェンシロキサン単位から成る粘度50mPa・sで、SiH価は1.1mol/100gであるメチルヒドロジェンポリシロキサン5.8質量部、(c)成分としてポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤（HLB13.6、pH5.4、イオン電導度9.8μs/cm）1.1質量部、(d)成分としてケン化度90モル%、4質量%水溶液の20 における粘度が20mPa・sであるポリビニルアルコール8.0質量部、反応抑制剤としてエチニルシクロヘキサノール0.3質量部とを容器に入れた。容器内の混合物を温度10~40 でホモミキサーを用い回転数5000rpmで混合しながら、(e)成分としての水

50

152.0質量部のうち、6.0質量部を添加し、転相(エマルジョン化)を確認した後、続けてホモミキサーで80分間攪拌したあと、残りの水全量を添加し、30MPaの条件でホモジナイザー処理をして均質なシリコーンエマルジョンA-1を得た。このエマルジョンの分散粒子の数平均粒子径は470nmであった。

【0060】

<シリコーンエマルジョンAの調製例2>

(a)成分として分子鎖両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位のみからなる、粘度400mPa・sでビニル価が0.018mol/100gのメチルビニルポリシロキサン100質量部、(b)成分として分子鎖両末端がトリメチルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位とメチルヒドロジェンシロキサン単位から成る粘度50mPa・sで、SiH価は1.1mol/100gであるメチルヒドロジェンポリシロキサン5.8質量部、(c)成分としてポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤(HLB13.6、pH5.4、イオン電導度9.8 μ s/cm)1.1質量部、(d)成分としてケン化度90モル%、4質量%水溶液の20における粘度が20mPa・sであるポリビニルアルコール8.0質量部、反応抑制剤としてエチニルシクロヘキサノール0.3質量部とを容器に入れた。容器内の混合物を温度10~40でホモミキサーを用い回転数5000rpmで混合しながら、(e)成分としての水152.0質量部のうち、12.0質量部を添加し、転相(エマルジョン化)を確認した後、続けてホモミキサーで40分間攪拌したあと、残りの水全量を添加し、30MPaの条件でホモジナイザー処理をして均質なシリコーンエマルジョンA-2を得た。このエマルジョンの分散粒子の数平均粒子径は750nmであった。

【0061】

<シリコーンエマルジョンAの調製例3>

(a)成分として分子鎖両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位のみからなる、粘度400mPa・sでビニル価が0.018mol/100gのメチルビニルポリシロキサン100質量部、(b)成分として分子鎖両末端がトリメチルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位とメチルヒドロジェンシロキサン単位から成る粘度50mPa・sで、SiH価は1.1mol/100gであるメチルヒドロジェンポリシロキサン5.8質量部、(c)成分としてポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤(HLB13.6、pH5.4、イオン電導度9.8 μ s/cm)1.1質量部、(d)成分としてケン化度90モル%、4質量%水溶液の20における粘度が20mPa・sであるポリビニルアルコール8.0質量部、反応抑制剤としてエチニルシクロヘキサノール0.3質量部とを容器に入れた。容器内の混合物を温度10~40でホモミキサーを用い回転数5000rpmで混合しながら、(e)成分としての水152.0質量部のうち、15.0質量部を添加し、転相(エマルジョン化)を確認した後、続けてホモミキサーで10分間攪拌をしたあと、残りの水全量を添加し、30MPaの条件でホモジナイザー処理をして均質なシリコーンエマルジョンA-3を得た。このエマルジョンの分散粒子の数平均粒子径は1200nmであった。

【0062】

<シリコーンエマルジョンBの調製例1>

(f)成分として分子鎖両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位のみからなる、粘度400mPa・sでビニル価が0.018mol/100gのメチルビニルポリシロキサン100質量部、(g)成分として白金-ビニルシロキサンの錯塩(白金含有量は白金換算5000ppm)2.1質量部、(h)成分としてポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤(HLB13.6、pH5.4、イオン電導度9.8 μ s/cm)1.1質量部、(i)成分としてケン化度90モル%、4質量%水溶液の20における粘度が20mPa・sであるポリビニルアルコール8.0質量部を容器に入れた。容器内の混合物をホモミキサーで混合しながら、温度10~40でホモミキサーを用い回転数5000rpmで混合しながら、(j)成分としての水146.0質量部のうち、6.0質量部を添加し、転相(エマルジョン化)を確認した後、続けてホモミキサーで80分間攪拌をしたあと、残りの水全量を添加し、30MPaの条件でホモジナイザー処理をして均質なシリコーンエマルジョンB-1を得た。このエマルジョンのシリコーン量に対する白金含有量は約103ppmであり、分散粒子の数平均粒子径は490nmであった。

【 0 0 6 3 】

< シリコンエマルジョン B の調製例 2 >

(f)成分として分子鎖両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖されている以外、主鎖がジメチルシロキサン単位のみからなる、粘度400mPa・sでビニル価が0.018mol/100gのメチルビニルポリシロキサン100質量部、(g)成分として白金 - ビニルシロキサンの錯塩（白金含有量は白金換算5000ppm）2.1質量部、(h)成分としてポリオキシエチレンアルキルエーテル界面活性剤（HLB13.6、pH5.4、イオン電導度9.8 μ s/cm）1.1質量部、(i)成分としてケン化度90モル%、4質量%水溶液の20 における粘度が20mPa・sであるポリビニルアルコール8.0質量部を容器に入れた。容器内の混合物を温度10~40 でホモミキサーを用い回転数5000rpmで混合しながら、(j)成分としての水146.0質量部のうち、12.0質量部を添加し、転相(エマルジョン化)を確認した後、続けてホモミキサーで40分間攪拌したあと、残りの水全量を添加し、30MPaの条件でホモジナイザー処理をして均質なシリコンエマルジョンB - 2を得た。このエマルジョンのシリコン量に対する白金含有量は約103 p p mであり、分散粒子の数平均粒子径は800nmであった。

10

【 0 0 6 4 】

・実施例 1

シリコンエマルジョン A - 1 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 1 : 50質量部を混合して本発明のシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を上記の方法で行った。その結果を表1に示す。

20

【 0 0 6 5 】

・実施例 2

シリコンエマルジョン A - 1 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 2 : 50質量部を混合して本発明のシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を上記の方法で行った。その結果を表1に示す。

【 0 0 6 6 】

・実施例 3

シリコンエマルジョン A - 2 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 1 : 50質量部を混合して本発明のシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を行った。その結果を表1に示す。

30

【 0 0 6 7 】

・実施例 4

シリコンエマルジョン A - 2 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 2 : 50質量部を混合して本発明のシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を上記の方法で行った。その結果を表1に示す。

【 0 0 6 8 】

・比較例 1

シリコンエマルジョン A - 3 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 1 : 50質量部を混合してシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を上記の方法で行った。その結果を表1に示す。

40

【 0 0 6 9 】

・比較例 2

シリコンエマルジョン A - 3 : 50質量部とシリコンエマルジョン B - 2 : 50質量部を混合してシリコンエマルジョン組成物を調製した。該組成物のシリコン量に対する白金含有量は約51 p p m。該組成物の硬化性の評価を上記の方法で行った。その結果を表1に示す。

50

【 0 0 7 0 】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2
シリコーン エマルジョンAお よび分散粒子の粒 子径	A-1, 470	A-1, 470	A-2, 750	A-2, 750	A-3, 1200	A-3, 1200
シリコーン エマルジョンBお よび分散粒子の粒 子径	B-1, 490	B-2, 800	B-1, 490	B-2, 800	B-1, 490	B-2, 800
粒子径比	0.96	0.59	1.53	0.94	2.44	1.50
エマルジョン組成 物中の白金含有量 (ppm)	51	51	51	51	51	51
硬化性	15秒	△	×	×	×	×
	18秒	○	△	△	×	×
	20秒	—	○	○	×	△
	25秒	—	—	—	—	△

10

20

【産業上の利用可能性】

【 0 0 7 1 】

本発明の硬化型シリコーンエマルジョン組成物は、紙、プラスチックフィルムなどの基材の表面に離型性皮膜を形成するのに有用で、こうした基材と粘着性物質との間の粘着や接着を防止することができる。

30

フロントページの続き

(72)発明者 山本 謙児

群馬県安中市松井田町人見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 安田 周史

(56)参考文献 特開平07 - 097521 (JP, A)

特開平08 - 245887 (JP, A)

特開2010 - 180347 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L 83/07

C08L 83/05