### (19) **日本国特許庁(JP)**

(51) Int. Cl.

# (12) 特 許 公 報(B2)

FL

(11)特許番号

特許第5955805号 (P5955805)

(45) 発行日 平成28年7月20日(2016.7.20)

(24) 登録日 平成28年6月24日 (2016.6.24)

(51) 1111. 61.	Г 1				
BO5D 7/24	( <b>2006.01</b> ) BO5D	7/24	302Y		
BO5D 7/14	(2006.01) BO5D	7/24	301F		
CO9D 7/12	(2006.01) BO5D	7/14	L		
CO9D 5/16	( <b>2006.01</b> ) CO9D	7/12			
CO9D 5/02	(2006.01) CO9D	5/16			
		•	請求項の数 12	(全 12 頁)	最終頁に続く
(21) 出願番号	特願2013-88560 (P2013-88560)	(73) 特許権	<b>著</b> 397016828		
(22) 出願日	平成25年4月19日 (2013.4.19)		KeePer#	<b>5研株式会社</b>	
(65) 公開番号	特開2014-210240 (P2014-210240A)		愛知県大府市吉	川町四丁目1	7番地
(43) 公開日	平成26年11月13日 (2014.11.13)	(74) 代理人	100076473		
審査請求日	平成27年10月20日 (2015.10.20)		弁理士 飯田	昭夫	
		(74) 代理人	100112900		
			弁理士 江間	路子	
		(74) 代理人	100136995		
			弁理士 上田	千織	
		(74) 代理人	100163164		
			弁理士 安藤	敏之	
		(72) 発明者	谷 好通		
			愛知県大府市月	見町六丁目1	45番地
		審査官	増田 亮子	_	
				最	終頁に続く

(54) 【発明の名称】ガラス系被膜の表面改質方法、表面改質剤および表面改質構造

### (57)【特許請求の範囲】

# 【請求項1】

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の上に、表面改質剤を用いて、前記ガラス系被膜の表面改質をする方法であって、

前記表面改質剤として、シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする水エマルション系を用い、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者/後者=95/5~70/30であることを特徴とするガラス系被膜の表面改質方法。

### 【請求項2】

前記ジメチルシリコーンオイルの配合量が前記シリコーンレジン(固形分)100質量部に対して2~8質量部であることを特徴とする請求項1記載のガラス系被膜の表面改質方法。

# 【請求項3】

前記 M Q レジンが、デカメチルシクロペンタシロキサンの 5 0 質量 % 溶液において動粘度 (25 ) 5 0 ~ 1 3 0 mm²/sを、前記 D T レジンが芳香族炭化水素系溶剤の 5 0 質量 % 溶液において、動粘度 (25 ) 8 ~ 8 0 mm²/sをそれぞれ示すものであるとともに、前記ジメチルシリコーンオイルが動粘度 (25 ) 5 ~ 4 0 mm²/sを示すものであることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のガラス系被膜の表面改質方法。

### 【請求項4】

前記ガラス系被膜が、動粘度(25 ) 2 2 ~ 2 0 0 mm²/sのシリコーンアルコキシオリゴマーを必須成分とし、加水分解触媒で加水分解速度が調整されてなる湿気硬化性であって、前記シリコーンアルコキシオリゴマーが、アルコキシ基(RO)含量 1 0 ~ 3 5 質量% および SiO<sub>2</sub>分含量 3 5 質量%以上であるガラス系コーティング剤で形成されたものであることを特徴とする請求項 1 、 2 又は 3 記載のガラス系被膜の表面改質方法。

### 【請求項5】

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の表面改質剤であって、

シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする水 エマルション系であって、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者/後者=95/5~70/30であることを特徴とするガラス系被膜の表面改質剤。

### 【請求項6】

前記ジメチルシリコーンオイルの配合量が前記シリコーンレジン(固形分) 1 0 0 質量部に対して 2 ~ 8 質量部であることを特徴とする請求項 5 記載のガラス系被膜の表面改質剤。

### 【請求項7】

前記 M Q レジンがデカメチルシクロペンタシロキサンの 5 0 質量%溶液において動粘度 (25 ) 5 0 ~ 1 3 0 mm²/sを示すものであり、かつ、前記 D T レジンが芳香族炭化水素 系溶剤の 5 0 質量%溶液において動粘度 (25 ) 8 ~ 8 0 mm²/sを示すものであるととも に、前記ジメチルシリコーンオイルが動粘度 (25 ) 5 ~ 4 0 mm²/sを示すものであることを特徴とする請求項 5 又は 6 記載のガラス系被膜の表面改質剤。

### 【請求項8】

前記ガラス系被膜が、動粘度(25 ) 2 2 ~ 2 0 0 mm²/sのシリコーンアルコキシオリゴマーを必須成分とし、加水分解触媒で加水分解速度が調整されてなる湿気硬化性であって、前記シリコーンアルコキシオリゴマーが、アルコキシ基(RO)含量 1 0 ~ 3 5 質量% および S i O  $_2$  分含量 3 5 質量%以上であるガラス系コーティング剤で形成されたものであることを特徴とする請求項 5 、 6 又は 7 記載のガラス系被膜の表面改質剤。

### 【請求項9】

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の上に表面改質被膜を備えた表面改質構造であって、

前記表面改質被膜は、シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイル を被膜副要素とするとともに、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者 / 後者 = 9 5 / 5 ~ 7 0 / 3 0 である表面改質剤で形成されていることを特徴とするガラス系被膜の表面改質構造。

# 【請求項10】

前記ジメチルシリコーンオイルの配合量が前記シリコーンレジン(固形分)100質量部に対して2~8質量部であることを特徴とする請求項9記載のガラス系被膜の表面改質構造。

# 【請求項11】

前記 M Q レジンがデカメチルシクロペンタシロキサンの 5 0 質量%溶液において動粘度 (25 ) 5 0 ~ 1 3 0 mm²/sを、前記 D T レジンが芳香族炭化水素系溶剤の 5 0 %溶液において、動粘度 (25 ) 8 ~ 8 0 mm²/sをそれぞれ示すものであるとともに、前記ジメチルシリコーンオイルが動粘度 (25 ) 5 ~ 4 0 mm²/sを示すものであることを特徴とする請求項 9 又は 1 0 記載のガラス系被膜の表面改質構造。

### 【請求項12】

前記ガラス系被膜が、動粘度(25 )22~200mm²/sのシリコーンアルコキシオリゴマーを必須成分とし、加水分解触媒で加水分解速度が調整されてなる湿気硬化性であって、前記シリコーンアルコキシオリゴマーが、アルコキシ基(RO)含量10~35質量

10

20

30

40

10

20

30

40

50

% および S i O  $_2$  分含量 3 5 質量 % 以上であるシリコーン系保護塗料で形成されたものであることを特徴とする請求項 9 、 1 0 又は 1 1 記載のガラス系被膜の表面改質構造。

### 【発明の詳細な説明】

### 【技術分野】

### [0001]

本発明は自動車等の乗り物塗装面に形成されたガラス系被膜の表面改質方法、表面改質剤および表面改質構造に関する。特に、光沢性、撥水性および水シミ抑制の各持続度向上に効果的な発明に係るものである。

#### [00002]

本明細書、図面および特許請求の範囲におけるシリコーンレジンに係る各技術用語の意味は下記のとおりである(図 1 参照)。

### [0003]

MQVジン・・・一般式 $M_xQ_y$ :  $(R_3SiO_{1/2})_x$ (SiO<sub>4/2</sub>) $_y$ で示されるもので、Rはメチル基又はメチル基の一部がフェニル基で置換されたものである。

### [0004]

 $DT レジン・・・一般式 D_x T_y: (R_2 SiO_{2/2})_x (RSiO_{3/2})_y$ で示されるもので、 R はメチル基又はメチル基の一部がフェニル基で置換されたものである。

### [00005]

また、動粘性率(動粘度) は、粘性率(静粘度) を密度 で割った値 = /のことであり、動粘度と静粘度との新旧換算式を下記に示す。なお、水(20 )の静粘度は1.0mPa・sであり、動粘度は1.0mm²/sである。

### [0006]

静粘度... 1 mPa・s = 1 cP(センチポアズ) 動粘度... 1 mm²/s = 1 cSt(センチストークス)

### 【背景技術】

## [0007]

自動車等の乗り物の塗装面美観を維持するためには、初期の撥水性や光沢を持続させる必要がある。このため、自動車保持者は、乗り物塗装面の定期的な洗浄や保守が重要であり、塗装面へのワックス掛けを定期的に行うことが必要となる。

### [0008]

しかし、ワックス被膜は洗車や雨水によって被膜中のワックス成分が溶出し、撥水性、 光沢付与効果は比較的短期間で低下してしまう。このため、頻繁にワックス掛けを行わな いと塗装面が侵されて光沢が失われるおそれがある。

### [0009]

このような問題を解決するため、ワックス被膜よりも強固なガラス系コーティング剤による被膜(ガラス系被膜)を形成することが提案されており、このようなガラス系被膜を形成する方法として、シラン化合物と触媒を含むガラス系コーティング剤を自動車塗装面に塗布して被膜を形成する方法が知られている(特許文献1、2)。

### [ 0 0 1 0 ]

上記特許文献1、2に記載されているようなガラス系コーティング剤による被膜は、ワックス系やポリマー系コーティング剤による被膜に比べ、撥水性、光沢が優れるとともに、その優れた撥水性、光沢を長期間保持できるという利点を有する。しかし、反面、雨水に晒されたり洗浄したりした後に、ウォータースポットと呼ばれる「水シミ」が発生し易く、放置すると水シミが強固に固着して除去が困難となるという問題がある。

### [0011]

「水シミ」は、雨水や水道水中に含まれるカルシウム塩、マグネシウム塩、シリカ、ケイ酸塩等が濃縮されてガラス系コーティング剤の被膜(ガラス系被膜)の表面に付着堆積することにより形成される。そして、該水シミが、大陽光線(特に紫外線)や熱によりガラス系被膜中のシロキサン結合と局部的に反応すると、強固な固着物が形成される。このため、ガラス系被膜に付着した水シミの固着物を除去するのは容易ではないとともに、水

シミを除去する際にガラス系被膜も一緒に剥がされるおそれがあった。そして、ガラス系 被膜がはがされると、ガラス系被膜をガラス系コーティング剤により再度形成する必要があり、余分な手間とコストを要した。なお、水シミの発生は乗り物塗装面の美観を損ねる ためガラス系被膜を施工後における苦情発生の大きな要因となっていた。

### [0012]

本願出願人は、このような問題を解決するための乗り物塗装面の保護方法(ガラス系被膜の表面改質方法)を特願2007-289383号(特開2009-112952号: 特許文献3)で提案し、当該特許出願について、下記構成の特許第5203679号を取得している。

### [0013]

「塗装表面に、ガラス系コーティング剤の被膜を形成した後、更にこのガラス系コーティング剤の被膜の表面に、ジメチルポリシロキサン 5 0 ~ 5 重量%、アミノ変性シリコーン 5 0 ~ 9 5 質量%の割合のシリコーンオイル類を必須成分とするポリマー系コーティング剤(表面改質剤)による被膜を形成し、ガラス系コーティング剤の被膜の上への水シミの付着を防止する乗り物塗装面の保護方法であって、前記ジメチルポリシロキサンを、粘度 1 0 0 ~ 5 , 0 0 0 cSt であるものとするとともに、前記アミノ変性シリコーンを、両末端がメチル基で側鎖にモノアミンを有するアミノ当量 1 , 5 0 0 ~ 2 , 0 0 0 であるものとする、ことを特徴とする。」

### [0014]

上記特許におけるアミノ変性シリコーン(オイル)を主体とする表面改質剤で形成された表面改質被膜(保護被膜)では、良好な光沢性・撥水性向上や水シミ抑制の効果が得られる。ところが、昨今、乗り物塗装面の表面改質施工のスパン長期化の観点から、表面改質処理後におけるそれらの効果の持続度のさらなる向上が要請されるようになってきている。

### 【先行技術文献】

### 【特許文献】

## [0015]

【特許文献 1 】特開 2 0 0 1 - 1 0 6 9 7 2 号公報

【特許文献2】特開2006-77071号公報

【特許文献3】特開2009-112952号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

### [0016]

本発明は、上記にかんがみて、光沢性・撥水性向上および水シミ抑制の各効果が得られるとともに、それらの効果の持続度がさらに向上できる乗り物塗装面に形成されたガラス系被膜の表面改質方法、表面改質剤および表面改質構造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】

### [0017]

本発明者は、上記課題を解決するために、鋭意開発に努力をした結果、下記構成のガラス系被膜の表面改質方法に想到した。

# [0018]

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の上に、さらに、表面改質剤を用いて、前記ガラス系被膜の表面改質をする方法であって、

前記表面改質剤として、シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする水エマルション系を用い、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者/後者=95/5~70/30であることを特徴とする。

### [0019]

また、本発明をガラス系被膜の表面改質剤として表現すると下記の如くになる。

# [0020]

40

10

20

30

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の表面改質剤であって、

シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする水 エマルション系であって、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者 / 後者 = 9 5 / 5 ~ 7 0 / 3 0 であることを特徴とする。

### [0021]

さらに、本発明をガラス系被膜の表面改質構造として表現すると下記の如くになる。

### [0022]

車両塗装面に形成されたガラス系被膜の表面改質構造であって、

前記ガラス系被膜の上にシリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする表面改質被膜を備え、

前記シリコーンレジンがMQレジンとDTレジンとの混合物からなり、両者の質量混合比が前者 / 後者 = 9 5 / 5 ~ 7 0 / 3 0 であることを特徴とする。

【図面の簡単な説明】

### [0023]

- 【図1】シリコーンの基本構成単位説明図である。
- 【図2】本発明のガラス系被膜の表面改質構造を示す断面図である。
- 【図3】本発明の実施例で使用するDTレジンの特性関係図である。

【発明を実施するための形態】

# [0024]

以下、本発明について、詳細に説明する。以下の説明で、組成を示す「部」、「混合比」および「%」は、特に断らない限り、質量単位である。

### [0025]

本発明は、車両塗装面11に形成されたガラス系被膜13の上に、さらに、表面改質剤を用いて、ガラス系被膜13の表面改質をする方法を前提とする。すなわち、車両塗装面11に形成されたガラス系被膜13の上に表面改質被膜15を備えた表面改質構造を提供するものである。なお、図例中、17は車体板金である。

### [0026]

上記ガラス系被膜13には、ポリシラザン系被膜(シリカ)とともに架橋構造のシリコーン系被膜(オルガノポリシロキサン)が含まれる。

### [0027]

市販のガラス系コーティング剤としては、ソフト99社製の「Gゾックス」、オアシス 社製の「クォーツ」、ダイヤモンドメイク社製の「エレメン」、等を挙げることができる (いずれも登録商標)。

### [0028]

なお、車両塗装面に付着している油分はガラス系コーティング剤の被膜を車両塗装面に定着させる上での邪魔になる。このため、ガラス系コーティング剤を塗布するに際し油分を除去することが必要である。また、経年車等の車体の汚れが激しい場合には、ガラス系コーティング剤を塗布する前に、必要により研磨等を行う。ガラス系コーティング剤は、塗装面にスプレーしたり、スポンジ等を用いて塗装面に塗り広げるようにしたりして塗布する。そして、塗布したガラス系コーティング剤が乾く前にマイクロファイバークロス等を用いて余分なコーティング剤を拭き取ることが好ましい。塗布したガラス系コーティング剤中のシラン化合物がシロキサン結合により架橋して安定なガラス系被膜が形成されるまでの時間は、ガラス系コーティング剤の種類によっても異なるが、通常、1~24時間程度である。

# [0029]

本発明では必然的ではないが、「ガラス系被膜」を、本願出願人が先に行った特願20 12-04172(出願時未公開)で提案した下記保護処理方法(請求項1)で形成した 「硬化保護膜」とすることもできる。

# [0030]

50

10

20

30

10

20

30

40

50

「シリコーンアルコキシオリゴマーを必須成分とし、加水分解触媒で加水分解速度が調整されてなる湿気硬化性のシリコーン系保護剤(ガラス系コーティング剤)を用いて、車両塗装面に硬化保護膜(ガラス系被膜)を形成する保護処理方法であって、前記シリコーン系保護剤を、動粘度(25 ) 2 2 ~ 2 0 0 mm²/sのシリコーンアルコキシオリゴマーが、水混和性溶剤を主体とし水難溶性極性溶剤を添加した混合溶剤で希釈されたものとし、前記車両塗装面上に、前記シリコーン系保護剤(ガラス系コーティング剤)を補給水でさらに希釈して引き伸ばしながら塗布する区画塗布工程を経て前記硬化保護膜の形成を行なう、ことを特徴とする。」

### [0031]

そして、この保護処理方法に使用するガラス系コーティング剤(シリコーン系保護剤)は、通常、シリコーンアルコキシオリゴマーが、アルコキシ基(RO)含量 10~35% および SiO<sub>2</sub>分含量 35%以上であるものとする(請求項3)。

### [0032]

本発明は、ガラス系被膜の上に、表面改質剤として、シリコーンレジンを被膜形成要素としジメチルシリコーンオイルを被膜副要素とする水エマルション系を用いる。水エマルション系とするのは、作業安全性および環境保護の見地からである。さらに、水エマルション系とした場合は、溶剤系の場合と異なりガラス系被膜(シリコーン系)が損傷を受けるおそれがない。

### [0033]

本発明の第一の特徴は、表面改質剤として、シリコーンレジンを被膜形成要素としジメ チルシリコーンオイル(DMオイル)を被膜副要素とすることである。

#### [0034]

上記シリコーンレジンを、MQレジンを主成分としDTレジンを副成分とする。MQレジンの比率が高くなることにより、相対的にR/Siが1に近づいて(SiO<sub>2</sub>比率が高くなる。)表面硬さが増大する。

# [0035]

MQレジンは、前記の如く、一般式( $R_3SiO_{1/2}$ ) $_x$ ( $SiO_{4/2}$ ) $_y$ で示されるものである。有機置換基Rの比率が相対的に低く、 $SiO_2$ 比率が高い、すなわちR/Siが低くなる(1に近づく)ことにより、高硬度の表面改質被膜を得やすい。したがって、耐擦傷性や耐摩耗性が向上して、光沢性・撥水性・水シミ抑制の効果の持続度のさらなる向上に寄与する。

# [0036]

好適なMQレジンの平均分子量の範囲は、デカメチルシクロペンタシロキサン(DMPS)の50%溶液における動粘度が、50~130 $mm^2/s$ 、さらには、55~125 $mm^2/s$ 、を示すものとする。

### [0037]

DTレジンは、前記の如く、一般式  $D_x T_y$ :  $(R_2 SiO_{2/2})_x (RSiO_{3/2})_y$ で示されるものである。有機置換基 R の比率が相対的に高い、すなわち R / S i が高いことにより、非極性置換基であるメチル基が多くなり、光沢性樹脂状の被膜となり、光沢性・撥水性向上の効果に寄与する。さらには、水シミ発生の原因である水中の無機成分(金属塩)との被膜親和性が低くなって、無機成分が付着し難くなり、水シミ抑制の効果がさらに増大する。特に、有機置換基 R が全てメチル基である場合、 R の一部がフェニル基である場合に比して、 S P 値(溶解度パラメータ)がより低くなり易く、光沢性・撥水性さらには水シミ抑制性の各効果がさらに増大する。

### [0038]

好適なDTレジンの平均分子量の範囲は、芳香族炭化水素系溶剤の 5 0 %溶液において、動粘度 (25 ) 8 ~ 8 0 mm<sup>2</sup>/s、さらには、1 0 ~ 7 0 mm<sup>2</sup>/s、を示すものとする。

### [0039]

そして、両者の混合比は、MQレジン / DTレジン = 95 / 5 ~ 70 / 30、さらには 90 / 10 ~ 75 / 25 とすることが望ましい。DTレジンの比率が低くすぎると、光沢

性・撥水性向上及び水シミ抑制の効果を得難いとともに、塗布作業性(拭き取り作業性を含む。)を得難い。逆に、MQレジンの比率が低すぎると、耐擦傷性や耐摩耗性の向上に必要な硬さを得難く、光沢性・撥水性および水シミ抑制性の各物性の持続度のさらなる向上を期待し難い。

# [0040]

前記 D M オイルは、塗装・塗り作業性および表面硬さ調整作用(可塑剤的効果による)を担うとともに、非極性基であるメチル基の比率がさらに高くなり、光沢性・撥水性向上および水シミ抑制の各効果の増大作用も有する。 D M オイルは、有機機(特にメチル基)の比率が D T よりさらに高い (R / S i = 2 ) ためである。

### [0041]

なお、MQレジンとDMオイルだけでも光沢性・撥水性および水シミ抑制の向上の効果を得ることができるが、DTレジンをDMオイルと併用しないと、光沢性・撥水性および水シミ抑制の維持性のさらなる向上を得難い。DMオイルとMQレジンとの、SP値の差(大きな分子量相違及びR/Siの相違に基づく)により親和性に欠けDMオイルが被膜から離脱(経時的揮発も含む。)し易いものと考えられる。

### [0042]

DMオイルの添加量は、シリコーンレジン(固形分)100部に対して2~8部、さらには3~7部であることが望ましい。DMオイルの添加量が過少では、前記塗布作業性および光沢性・撥水性向上および水シミ抑制の効果を得難い。

### [0043]

また、好適な D M オイルの平均分子量の範囲は、動粘度 (25 ) において、 5 ~ 4 0 mm  $^2/s$ 、さらには 8 ~ 3 5 mm  $^2/s$ を示すものとする。

### [0044]

上記構成の表面改質剤は、前記ガラス系被膜をガラス系コーティング剤で形成する場合と同様に塗布して形成する。なお、塗布量は、固形分換算で、40~80g/m²とする

### [0045]

次に、本発明に使用可能なMQレジン、DTレジンおよび、DMオイルの一覧を表1に示す(「信越シリコーン社」の商品カタログから抜粋)。

# [0046]

# 【表1】

製品番号	組成•含有分%	動粘度(25℃) mm²/ s	希釈剤・溶剤含有分%	フィルム硬度
KF7312J	MQレジン・50%	120	蒸発シリコーンオイル(*1)50%	ハード
X-21-5249	MQレジン・50%	60	蒸発シリコーンオイル(*1)50%	中間
X-21-5250	MQレジン・50%	60	蒸発シリコーンオイル(*1)50%	ソフト
KR242A	DTレジン・50%	11.4	芳香族炭化水素系溶剤50%	ハード
KR282	DTレジン・50%	148	芳香族炭化水素系溶剤50%	ソフト
KR255	DTレジン・50%	86.7	芳香族炭化水素系溶剤50%	中間
KF-96-10cs	DMオイル	10	無し・有効分100%	
KF-96-20cs	DMオイル	20	無し・有効分100%	_
KF-96-30cs	DMオイル	30	無し・有効分100%	

## \*1)環状ジメチルシリコーン:動粘度(25℃)4.0mm<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>

### 【実施例】

# [0047]

本発明の各実施例について、比較例・参照例・従来例とともに評価試験を行ったので、以下に詳細に説明する。

# [0048]

なお、参照例は、市販の汎用車両用ワックスを、従来例は、特許文献3に対応する下記

10

20

30

40

組成の表面改質剤を使用した。

### [0049]

溶剤(イソパラフィン:動粘度(37.8 ) 1.2 8 mm²/s)62 部滑剤(PE樹脂・パラフィンワックス・カルナバロウ)2.5部DMオイル(動粘度(25 ) 3 5 0 mm²/s)8.0部アミノ変性シリコーンオイル(側鎖型)12.0部乳化剤(アニオン系)0.5部水15 部

また、表面改質剤は、表2~4に示す各組成のものを使用した。なお、表2~4で使用されているDTレジンの相互の特性における相対的位置関係は図3に示す如くである(「信越シリコーン社」の商品カタログから抜粋)。

[0050]

# 【表2】

試験例	実施例1	比較例1-1	比較例1-2
KF7312J	32.00%	40.00%	26.00%
KR282	8.00%	_	14.00%
KF-96-10cs	5.00%	5.00%	5.00%
乳化剤(活性剤)	1.00%	1.00%	1.00%
水	54.00%	54.00%	54.00%

[0051]

### 【表3】

試験例	実施例2	比較例2-1	比較例2-2
X-21-5250	34.00%	40.00%	26.00%
KR242A	6.00%	_	14.00%
KF-96-30cs	3.00%	3.00%	3.00%
乳化剤(活性剤)	1.00%	1.00%	1.00%
水	56.00%	56.00%	56.00%

# [0052]

### 【表4】

試験例	実施例3	比較例3-1	比較例3-2
X-21-5249	33.00%	39.00%	27.00%
KR255	7.00%	1.00%	13.00%
KF-96-20cs	4.00%	4.00%	4.00%
乳化剤(活性剤)	1.00%	1.00%	1.00%
水	55.00%	55.00%	55.00%

### [0053]

### (1)試験片用ブランクの調製

水中に潜らせた直後のJIS-K-2398規定の黒色塗装板(150mm×90mm)の表面に対して、水を含ませた塗布用スポンジ(市販ワックス用スポンジ)に、市販のポリシラザン系のガラス系コーティング剤を所要量取り出し前記黒色塗装板に付着させる。該ガラス系コーティング剤をスポンジで塗り伸ばした後、表面残存水(過剰水)を除去する。その後、「キーパークロス」(アイタック技研社登録商標)で仕上げ拭きをした。こうして、試験片用ブランク24枚を調製した。

### [0054]

### (2)試験片の調製

上記各試験片用ブランクのうちの22枚について、各表面改質剤を、通常のワックス塗布と同様にして、塗布用スポンジに付着させて、塗布し、各実施例・比較例群(合計9)

20

10

30

40

および参照例・従来例(合計 2)の各 2 枚ずつ塗布し、キーパークロスで拭き上げて試験 片を調製した。なお、残りの 2 枚は、未処理(ブランク)のままとした。そして、ブラン ク1枚と、各実施例・比較例群・参照例群の各1枚からなるものを初期評価試験用セット、 残りの各 1 枚からなるものを、経時評価試験用セットとした、

### (3)初期評価試験

初期評価試験用セットに対して、下記各項目について、下記方法および判定基準に基づいて行った。

### [0055]

1)塗布作業性(拭き取り性を含む。):

改質処理剤の塗布、拭き取りの作業性を、軽さ、重さ、スベリ性を感性で総合評価した。評価基準は、 :非常に良好、 :良好、 :普通、とした。

### [0056]

2) 光沢性向上度:

改質剤処理剤の塗布後の光沢性向上度を、各試験片についてブランクを基準として目視 判定した。評価基準は、 :顕著に向上したことが分かる、 :向上したことが通常観察 で分かる、 :向上したことが良く観察しないと分からない、とした。

### [0057]

3) 撥水性向上度:

改質剤処理剤の塗布後の光沢性向上度を、各試験片について、ブランクを基準として目 視判定した。評価基準は、 : 顕著に向上したことが分かる。 : 向上したことが通常観察で分かる。 : 向上したことが良く観察しないと分からない、とした。

[0058]

4) 水シミ抑制効果:

次に硬度50以上の水道水を、各試験片に対して均一にスプレーし水玉を形成する。

[0059]

その後50~60 にて30分間加熱乾燥させ水分中のミネラル分を試験板に固着させる。

[0060]

その後、流水にて充分水洗し、ティッシュを用いて水分を拭き取る。この作業を 5 サイクル行い、最後には水洗時、キーパークロスを用いて水洗し、軽く擦りながら拭き上げる

[0061]

残存した水シミの状態をブランクを基準として、各試験片に発生している水シミの数を数えた。そして、下記評価基準は、水シミの数に応じて、 : 10以下、 : 10超20以下、 : 20超35以下、×:35超、とした。

[0062]

(4)経時評価(表面改質効果持続性)試験

経時評価試験用セット対して、一週間毎に、1回の頻度で、カーシャンプーと専用スポンジにてしっかりと洗浄しながら屋外に3カ月間暴露放置した後、初期評価と同様の各項目について、評価試験を行った。

[0063]

それらの評価試験の結果を、表 5 ~ 7 に示す。なお、水シミ抑制性の評価欄には水シミの発生数を括弧書きで付記した。

[0064]

初期評価試験における、各実施例は、比較例、参照例に比しては勿論、従来例に比して も、撥水性が向上していることが分かる。また、経時評価試験における各実施例は、比較 例、参照例に比しては勿論、従来例に比しても、光沢性、撥水性および水シミ抑制の各持 続度が向上していることが分かる。

[0065]

20

10

30

# 【表5】

試験例	ブランク	実施例 1	比較例 1-1	比較例 1-2	参照例	従来例
塗布作業性		0	Δ	0	0	0
光沢性向上度	0	0	0	0	0	0
光沢性持続度	Δ	0	Δ	0	Δ	Δ
撥水性向上度	0	0	0	0	0	0
撥水性持続度	Δ	0	0	0	Δ	Δ
水シミ抑制性	×	0	Δ	0	0	0
水シミ抑制性持続度	×	0	×	Δ	×	Δ

10

[0066]

【表6】

試験例	ブランク	実施例 2	比較例 2-1	比較例 2-2	参照例	従来例
塗布作業性		0	Δ	0	0	0
光沢性向上度	0	0	0	0	0	0
光沢性持続度	Δ	0	Δ	0	Δ	Δ
撥水性向上度	0	0	0	0	0	0
撥水性持続度	Δ	0	0	Δ	Δ	Δ
水シミ抑制性	×	0	0	0	0	0
水シミ抑制性持続度	×	0	Δ	Δ	×	Δ

20

[0067]

【表7】

試験例	プランク	実施例 3	比較例 3-1	比較例 3-2	参照例	従来例
塗布作業性	_	0	Δ	0	0	0
光沢性向上度	0	0	0	0	0	0
光沢性持続度	Δ	0	0	0	Δ	Δ
撥水性向上度	0	0	0	0	0	0
撥水性持続度	Δ	0	0	Δ	Δ	Δ
水シミ抑制性	×	0	Δ	Δ	0	0
水シミ抑制性持続度	×	0	×	Δ	×	Δ

30

# 【符号の説明】

[0068]

11 車両塗装面

13 ガラス系被膜

15 表面改質被膜

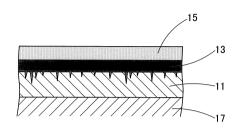
17 車体板金

# 【図1】

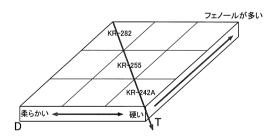
【図2】

シリコーンの基本構成単位

構造	化学式	官能性	記号	R/Si
R—Si—O—	R3SiO1/2	1	М	3
R  -0-Si0-     R	R2SiO2/2	2	D	2
R  -0Si0-       	R SiO <sub>3/2</sub>	3	Т	1
-0-Si0-	SiO4/2	4	Q	0



# 【図3】



# フロントページの続き

(51) Int.CI. F I

 C 0 9 D 183/04
 (2006.01)
 C 0 9 D 5/02

 B 3 2 B 27/00
 (2006.01)
 C 0 9 D 183/04

B 3 2 B 27/00 1 0 1

(56)参考文献 特開平11-92694(JP,A)

特開2005-272835(JP,A)

特開2008-75021(JP,A)

特開2009-112952(JP,A)

(58)調査した分野(Int.CI., DB名)

B 0 5 D 1 / 0 0 - 7 / 2 6

C 0 9 D 5 / 0 2

C 0 9 D 5 / 1 6

C 0 9 D 7 / 1 2

C09D 183/04

B 3 2 B 1 / 0 0 - 4 3 / 0 0