

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6513034号
(P6513034)

(45) 発行日 令和1年5月15日(2019.5.15)

(24) 登録日 平成31年4月19日(2019.4.19)

(51) Int. Cl.		F I	
CO8L 75/04	(2006.01)	CO8L 75/04	
CO8K 5/521	(2006.01)	CO8K 5/521	
CO8G 18/08	(2006.01)	CO8G 18/08	O 3 8
B29C 39/18	(2006.01)	B29C 39/18	
B29C 70/48	(2006.01)	B29C 70/48	

請求項の数 16 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2015-558094 (P2015-558094)
(86) (22) 出願日	平成26年2月12日 (2014.2.12)
(65) 公表番号	特表2016-507000 (P2016-507000A)
(43) 公表日	平成28年3月7日 (2016.3.7)
(86) 国際出願番号	PCT/US2014/015954
(87) 国際公開番号	W02014/130312
(87) 国際公開日	平成26年8月28日 (2014.8.28)
審査請求日	平成29年2月10日 (2017.2.10)
(31) 優先権主張番号	13/770,295
(32) 優先日	平成25年2月19日 (2013.2.19)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者 514056229

ヘンケル アイピー アンド ホールディ
ング ゲゼルシャフト ミット ベシュレ
ンクテル ハフツング
ドイツ連邦共和国 40589 デュッセ
ルドルフ ヘンケルシュトラッセ 67

最終頁に続く

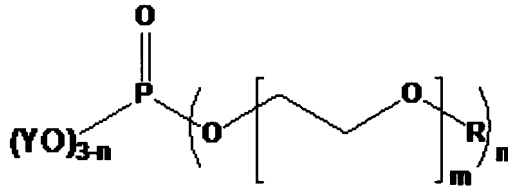
(54) 【発明の名称】 ポリウレタン材料用内部離型剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

繊維または織物のプリフォームが配置されたモールドキャビティ内に注入する成形プロセスに用いるポリウレタン成形組成物であって、1または2以上のポリオールを含むポリオール成分、1または2以上のイソシアネートを含むイソシアネート成分および1または2以上の内部離型剤を含み、内部離型剤が、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、またはポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルとシロキサン、脂肪酸誘導体、フッ素系化学物質、および亜鉛塩から選択される1または2以上の化合物とのブレンドまたはポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルとシロキサン、脂肪酸誘導体およびフッ素系化学物質から選択される1または2以上の化合物との反応生成物であり、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルが、以下の構造を含むポリウレタン成形組成物。

【化1】



(式中、

Rはそれぞれ独立して、水素、1～20個の炭素原子を有するアルキル、6～30個の炭素原子を有するアリールまたは1～20個の炭素原子を有するアルキルで置換された6～30個の炭素原子を有するアリールであり、

Yはそれぞれ独立して、水素、または1～20個の炭素原子を有するアルキルであり、

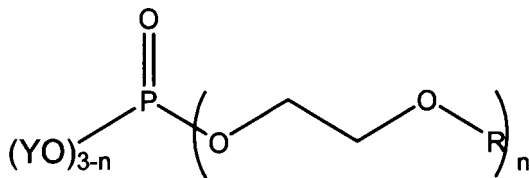
mはそれぞれ独立して、1～500の整数であり、

nは、1または2である。)

【請求項2】

ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルが、以下の構造を含む、請求項1に記載のポリウレタン成形組成物。

【化2】



(式中、

Rはそれぞれ独立して、水素、1～20個の炭素原子を有するアルキル、6～30個の炭素原子を有するアリールまたは1～20個の炭素原子を有するアルキルで置換された6～30個の炭素原子を有するアリールであり、

Yはそれぞれ独立して、水素または1～20個の炭素原子を有するアルキルであり、

nは、1または2である。)

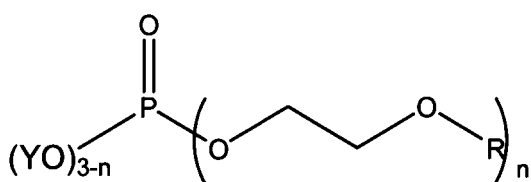
【請求項3】

Rは、1～20個の炭素原子を有するアルキルであり、Yは、水素である、請求項1または2に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項4】

ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルが、以下の構造を含む、請求項1に記載のポリウレタン成形組成物。

【化3】



(式中、Rは水素であり、Yは1～20個の炭素原子を有するアルキルであり、nは1または2である。)

【請求項5】

分離したポリオール成分またはイソシアネート成分の少なくとも一方が、内部離型剤を含む、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 6】

ポリオール成分が内部離型剤を含む、請求項 5 に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 7】

ポリウレタン成形組成物に基づき、0.1 重量パーセント ~ 30 重量パーセントの内部離型剤を含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 8】

ポリウレタン成形組成物に基づき、0.5 重量パーセント ~ 15 重量パーセントの内部離型剤を含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

10

【請求項 9】

ポリオール成分が、ポリエーテルポリオールを含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 10】

イソシアネート成分が、ポリメリックジフェニルメタンジイソシアネートを含む、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 11】

樹脂トランスファー成形 (RTM) または反応射出成形 (RIM) の成形プロセスに用いる、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物。

【請求項 12】

ポリウレタン成形組成物の硬化反応生成物の金属の型への付着を減少させる方法であって、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載のポリウレタン成形組成物を硬化させて硬化反応生成物を形成する前に内部離型剤をポリウレタン成形組成物に加えることを含む、方法。

20

【請求項 13】

成形ポリウレタン物品を製造するためのプロセスであって、
 モールドキャビティを画定する型を提供すること、
 請求項 1 に記載のポリウレタン成形組成物を提供すること、
 モールドキャビティ内に繊維または織物のプリフォームを配置すること、
 ポリウレタン成形組成物をモールドキャビティ内に配置すること、
 ポリウレタン成形組成物を硬化させて、モールドキャビティ内に硬化反応生成物を形成すること
 を含み、硬化反応生成物が、有効量の内部離型剤を含まないポリウレタン成形組成物から形成される硬化反応生成物と比較して、減少した型への付着を有する、プロセス。

30

【請求項 14】

内部離型剤を、ポリオール成分およびイソシアネート成分の混合後に、ポリウレタン成形組成物に添加する、請求項 13 に記載のプロセス。

【請求項 15】

分離したポリオール成分またはイソシアネート成分の少なくとも一方に、内部離型剤を添加する、請求項 13 に記載のプロセス。

40

【請求項 16】

内部離型剤をポリオール成分に加える、請求項 15 に記載のプロセス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は全体として、硬化させたポリウレタン (PUR: polyurethane) 材料を、効果的に型から離型させる内部離型剤 (IMRA: internal mold release agent) に関する。

【背景技術】

【0002】

50

樹脂トランスファー成形（「RTM」：Resin transfer molding）は、従来、主に、エポキシ系樹脂またはマレイミド系樹脂である樹脂を、低粘度かつ圧力下で、乾燥した繊維または布のプリフォームを含む閉じた型に注入するプロセスである。樹脂はプリフォームに浸透して、繊維強化複合物品を形成する。RTMプロセスは、形状の複雑な複合物品を低コストで製造するために使用できる。これらの部品は通常、内側モールドラインおよび外側モールドライン制御表面に併せて、連続した繊維強化が必要とされる。RTMおよびVaRTMの高度なプロセスで使用されるマトリックス樹脂は、望ましくは低い射出粘度を有するべきであり、これによりプリフォームが完全に濡れ、浸透が可能になる。2成分型エポキシ樹脂組成物が使用されており、エポキシ樹脂と硬化剤成分は使用直前に混合される。1成分型エポキシ樹脂組成物は、早すぎる架橋反応を防ぎ、保管寿命を延ばすために、制御された低温下で保管しなければならない場合が多い。そうでなければ、このような1成分型エポキシ樹脂組成物の粘度があまりにも速く増大することにより、商業的立場から、実用寿命が不適切になる（または少なくとも望ましくなくなる）。更に最近では、ポリウレタンが、樹脂トランスファー成形（RTM）および反応射出成形（RIM：Reaction Injection Molding）用のマトリックス樹脂として使用されている。

10

【0003】

RTMおよびRIMプロセスの1つの重大な要求事項は、成形物品が型に付着することなく、型から容易に取り出されるべきであるということである。硬化させた物品の型への付着は、物品に損傷を与えるであろう。離型を容易にする1つの方法は、型に「表面用離型剤」（EMRA：external mold release agent）を塗布することである。EMRAは、型内に樹脂を配置する前に、型表面に塗布される。しかし、EMRAの使用は、例えば、時間の消費、バッチ間での塗布の繰り返し、および環境への悪影響などの不利益を有する。

20

【0004】

離型を容易にする別の方法は、「内部離型剤」（IMRA）を使用することである。IMRAは通常、樹脂配合物中の界面活性添加剤であり、樹脂バルクから樹脂/型界面に移動できる。IMRAが配合物中に導入されているため、離型剤を型表面に繰り返し塗布する必要はない。成形後、IMRAは成形物品の型からの付着を減少させるので、成形物品を型から分離することが容易になる。

30

【0005】

数十年間、ポリウレタン用の効果的なIMRAを見出だす研究が行われている。以前には、脂肪酸誘導体、エステル、金属石鹸、有機塩、およびシロキサン/シリコンが、ポリウレタンIMRAとして試されている。これらの候補は、効果的なIMRAを提供しない。ここで効果的なIMRAとは、ポリウレタンマトリックス樹脂に導入でき、RTMプロセスにおいて、例えばスチールなどの金属の型から成形体を離型させることを容易にするものである。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

これらのIMRAの候補は、ポリウレタンマトリックス樹脂と相溶しないため、樹脂から分離し、使用前または使用中に混合を必要とする。ポリウレタンマトリックス樹脂と相溶し、数日間または数週間の保管後でも樹脂から分離しないポリウレタンIMRAを提供することは有益であろう。

40

【0007】

これらのポリウレタンマトリックス樹脂用IMRA候補は、型からの成形物品の有用な離型を提供するために、120以上の成形温度を必要とする。例えば約90などの低温で、型からの成形物品の有用な離型を提供するポリウレタンIMRAを提供することは有益であろう。

【0008】

50

これらのポリウレタンマトリックス樹脂用 I M R A 候補は、濁った不透明なポリウレタンマトリックス樹脂をもたらしている。ポリウレタンマトリックス樹脂と混合される際に、透明な組成物を与えるポリウレタン I M R A を提供することは有益であろう。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

一実施形態は、ポリウレタンマトリックス樹脂への導入に適した I M R A を提供する。I M R A は、成形プロセスにおいて、例えばスチールなどの金属の型から成形体を離型させることを容易にするであろう。有利には、成形プロセスは R T M または R I M である。

【 0 0 1 0 】

一態様において、I M R A は、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、そのブレンドまたは反応生成物を含む。

10

【 0 0 1 1 】

一実施形態は、I M R A を含むポリウレタン成形組成物を提供する。一実施形態において、I M R A は、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、そのブレンドまたは反応生成物を含む。

【 0 0 1 2 】

一実施形態は、ポリウレタン組成物の硬化反応生成物の金属の型への付着を減少させる方法を提供し、この方法は、成形前に有効量の内部離型剤をポリウレタン組成物に加えることを含む。一態様において、内部離型剤は、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルまたはポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルの反応生成物を含む。

20

【 0 0 1 3 】

一実施形態は、I M R A を含むポリウレタン組成物を使用して、物品を成形するためのプロセスを提供する。一態様において、I M R A は、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルまたはその反応生成物を含む。

【 0 0 1 4 】

開示される化合物は、あらゆる異性体および立体異性体を含む。一般に、特に明記されていない限り、開示される材料およびプロセスは、代わりに、本明細書で開示される、任意の適切な成分、部分、または工程を含むか、これらからなるか、または本質的にこれらからなるように構成してもよい。開示される材料およびプロセスは、加えて、または代わりに、先行技術の組成物で使用されるか、またはその反対に本開示の機能および/または目的の達成に必要でない、任意の成分、材料、構成成分、補助剤、部分、種類、および工程が欠けているか、または実質的にこれらを含まないように構成してもよい。

30

【 0 0 1 5 】

単語「約」が本明細書で使用される場合、本開示の機能および/または目的が実現される限り、「約」が修飾する量または条件を、記載される量の範囲を多少超えて変えることができることを意味する。当業者は、任意の領域の範囲を完全に調査する時間はめったにないということを理解し、かつ開示される結果が、開示される限界の1つまたは複数の範囲を少なくともいくらかは超えて拡大し得ることを予期する。また、当業者は、この開示の利益を有し、かつ本明細書で開示される概念および実施形態を理解するので、独創的な努力をすることなく、開示される限界を超えて調査でき、実施形態が予期しない特性を何も有しないことがわかる場合には、これらの実施形態は、本明細書で使用される用語「約」の意味の範囲内にある。

40

【 0 0 1 6 】

他に定義されない限り、本明細書で使用される全ての技術的および科学的用語は、当業者が一般に理解する意味と同じ意味を有する。様々な実施形態のそれぞれについて、本明細書で使用される際、以下の定義を適用する。

【 0 0 1 7 】

「アルキル」または「アルカン」は、単結合のみを含む炭化水素鎖または基を意味する。アルカンは直鎖の炭化水素鎖または分岐した炭化水素基であってもよい。アルカンは環状であってもよい。アルカンは、1~20個の炭素原子、有利には、1~10個の炭素原

50

子、更に有利には、1～6個の炭素原子を含んでもよい。いくつかの実施形態において、アルカンは置換されていてもよい。例示的なアルカンとしては、メチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、イソブチル、n-ブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、イソペンチル、ネオペンチル、tert-ペンチル、イソヘキシル、およびデシルが挙げられる。

【0018】

「アルケニル」または「アルケン」は、1つまたは複数の二重結合を含む炭化水素鎖または基を意味する。アルケニルは直鎖の炭化水素鎖または分岐した炭化水素基であってもよい。アルケンは環状であってもよい。アルケンは、1～20個の炭素原子、有利には、1～10個の炭素原子、更に有利には、1～6個の炭素原子を含んでもよい。アルケンはアリル基であってもよい。アルケンは、共役した1つまたは複数の二重結合を含んでもよい。いくつかの実施形態において、アルケンは置換されていてもよい。

10

【0019】

「アルコキシ」は、構造-O R（式中、Rはヒドロカルビルである）を意味する。

【0020】

「アルキン」または「アルキニル」は、1つまたは複数の三重結合を含む炭化水素鎖または基を意味する。アルキンは直鎖の炭化水素鎖または分岐した炭化水素基であってもよい。アルキンは環状であってもよい。アルキンは、1～20個の炭素原子、有利には、1～10個の炭素原子、更に有利には、1～6個の炭素原子を含んでもよい。アルキンは、共役した1つまたは複数の三重結合を含んでもよい。いくつかの実施形態において、アルキンは置換されていてもよい。

20

【0021】

「アリール」または「Ar」は、単環式または多環式の芳香族基を意味する。環は、結合により連結されるか、または縮合していてもよい。アリールは、6～約30個の炭素原子、有利には、6～12個の炭素原子、いくつかの実施形態では、6個の炭素原子を含んでもよい。例示的なアリールとしては、フェニル、ビフェニル、およびナフチルが挙げられる。いくつかの実施形態において、アリールは置換されている。

【0022】

「有効量」は、2成分の反応性ポリウレタン成形組成物の1成分に添加できるIMRAの量であり、ポリウレタン成形組成物の硬化反応生成物の金属の型への付着を減少させるが、商業的な保管中に、ポリウレタン成形組成物から分離しない量である。

30

【0023】

「エステル」は、構造R-C(O)-O-R'（式中、RおよびR'は独立して選択されるヒドロカルビル基である）を意味する。ヒドロカルビル基は、置換されているか、または無置換であってもよい。

【0024】

「ハロゲン」または「ハライド」は、フッ素、塩素、臭素、およびヨウ素から選択される原子を意味する。

【0025】

「ヘテロ」は、構造内の1つまたは複数のヘテロ原子を意味する。例示的なヘテロ原子は、N、OおよびSから独立して選択される。

40

【0026】

「ヒドロカルビル」は、炭素および水素原子を含む基を意味する。ヒドロカルビルは、直鎖、分岐、または環状の基であってもよい。ヒドロカルビルは、アルキル、アルケニル、アルキニル、またはアリールであってもよい。いくつかの実施形態において、ヒドロカルビルは置換されている。

【0027】

「置換された」は、分子上の任意の可能な位置に、1つまたは複数の置換基が存在することを意味する。有用な置換基は、開示される反応スキームを大幅に損なうことのない基である。例示的な置換基としては、例えば、H、ハロゲン、(メタ)アクリレート、エポ

50

キシ、オキセタン、尿素、ウレタン、 N_3 、 NCS 、 CN 、 NCO 、 NO_2 、 NX^1X^2 、 OX^1 、 $C(X^1)_3$ 、 $C(\text{ハロゲン})_3$ 、 $COOX^1$ 、 SX^1 、 $Si(OX^1)_iX^2_{3-i}$ 、アルキル、アルコール、アルコキシ(式中、 X^1 および X^2 は、それぞれ独立して、 H 、アルキル、アルケニル、アルキニル、またはアリールを含み、 i は $0 \sim 3$ の整数である)が挙げられる。

【0028】

以下、図面を参照するが、いくつかの図において、同様の要素には同様の番号を付している。

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】引張試験で使用される小型モールド(mini-mold)の概略図である。

【図2】剪断試験で使用される小型モールドの概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0030】

内部離型剤(IMRA)は、1または2成分のポリウレタン組成物と共に使用できる。有利には、ポリウレタン組成物は、成形物品に適した特性を有するであろう。より有利には、ポリウレタン組成物は、例えばスチールなどの金属の型を利用する、樹脂トランスファー成形(RTM)および反応射出成形(RIM)プロセスのためのマトリックス樹脂として使用するのに適した特性を有するであろう。

【0031】

適切な2成分ポリウレタン接着組成物は、第1成分としての1つまたは複数のポリオールと、第2成分としての1つまたは複数のイソシアネートとを含む。完全に硬化したネットワークを得るために、 $NCO:OH$ の当量比は一般に、 $0.5(NCO):1(OH) \sim 10(NCO):1(OH)$ 、好ましくは、 $0.9(NCO):1(OH) \sim 5(NCO):1(OH)$ 、最も好ましくは、 $1(NCO):1(OH) \sim 2(NCO):1(OH)$ である。過剰のイソシアネートは、ポリオールを確実に完全に反応させる。過剰のイソシアネートは、通常、大気中または基材の水分との反応を通じて、最終的なネットワークの一部になるであろう。

【0032】

接着剤を効果的かつ効率的に混合するためには、2成分が同様の粘度を有し、かつ混合される2成分の体積がおおよそ等しいことが望ましい。2成分の密度は通常同様であるため、等しい体積は、2成分のおおよそ等しい重量と一致する。

【0033】

接着組成物のポリオール成分は、様々なポリオールのうちの1つまたは複数を含んでもよい。好ましくは、利用されるポリオールは、少なくとも2のヒドロキシル官能価、および約500~約5000の範囲の分子量を有し、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリオレフィンポリオール、ポリカーボネートポリオール、およびこれらの混合物を含む。利用できるポリオールとしては、ポリヒドロキシポリエーテル(置換または無置換のポリアルキレンエーテルグリコールまたはポリヒドロキシポリアルキレンエーテル)、ポリヒドロキシポリエステル、ポリオールのエチレンまたはプロピレンオキシド付加物およびグリセロールの一置換エステル、ポリブタジエンポリオール、ポリイソブチレンポリオール、天然由来ポリオール、ならびにこれらの混合物が挙げられる。「ポリマーポリオール」、すなわち、インサイチュで重合したビニルモノマーの割合を含むグラフトポリオールも適切であり、例えば、Dow Chemical Companyから商業的に入手可能なNiax 34-28などがある。追加のポリオールとしては、ポリカプロラクトンポリオールおよびポリカーボネートポリオールが挙げられる。ポリオール成分は通常、組成物全体の約25重量パーセント~約75重量パーセントの間の量で使

【0034】

ポリエーテルポリオールの例は、ヒドロキシル基を有する直鎖および/または分岐ポリ

10

20

30

40

50

エーテルを含み、かつ実質的にヒドロキシル基以外の官能基を含まない。ポリエーテルポリオールは、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール、およびこれに類するものなどの、ポリオキシアルキレンポリオールを含んでもよい。更に、ポリオキシアルキレンポリオールのホモポリマーおよびコポリマーも用いてもよい。ポリオキシアルキレンポリオールのコポリマーは、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリエチレングリコール、2-エチルヘキサジオール-1,3,グリセリン、1,2,6-ヘキサントリオール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、トリス(ヒドロキシフェニル)プロパン、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン、エチレンジアミンおよびエタノールアミンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物の、エチレンオキシド、プロピレンオキシドおよびブチレンオキシドからなる群から選択される少なくとも1つの化合物との付加物を含んでもよい。

10

【0035】

ポリエステルポリオールの例としては、1分子当たり少なくとも1つのエチレン性不飽和基と、主にヒドロキシル末端基とを有し、好ましくは5未満の酸価を有する不飽和ポリエステルポリオールが挙げられる。ポリエステルポリオールは、1つまたは複数の飽和ジ-またはポリカルボン酸または無水物と、過剰のグリコールまたは多価アルコールとの縮合反応により得られる、アルファ、ベータ-エチレン性不飽和ジカルボン酸化合物のオリゴマーから調製してもよい。不飽和ポリエステルポリオールは、不飽和ジ-またはポリカルボン酸または無水物と、過剰のグリコールおよび/または多価アルコールとからも調製

20

【0036】

飽和ジ-またはポリカルボン酸の例としては、イソフタル酸、オルトフタル酸、テレフタル酸、アジピン酸、コハク酸、セバシン酸およびこれらの混合物が挙げられ、アジピン酸が好ましい。典型的な不飽和カルボン酸または無水物としては、マレイン酸、フマル酸、シタコン酸、クロロマレイン酸、アリルコハク酸、イタコン酸、メサコン酸、これらの無水物およびこれらの組み合わせが挙げられ、マレイン酸無水物が好ましい選択である。本発明で有用なグリコールおよび多価アルコールの例としては、ネオペンチルグリコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、ポリエチレングリコール、グリセロール、マンニトール、1,プロパンジオール、ペンタエリスリトール、1,6-ヘキサジオール、1,3-ブタンジオールおよびこれらの組み合わせが挙げられる。例示的なポリエステルポリオールは、アジピン酸を過剰のジエチレングリコールと反応させることで得られるポリエステルである。

30

【0037】

いくつかの適切なポリオールが商業的に入手可能である。限定されない例としては、ARCOL PPG (Bayer)、MULTRANOL (Bayer)、PolyG (Arch) および Pluracol (BASF) などのポリエーテル; Dynacoll (Degussa)、Fomrez (Crompton)、Rucoflex (Bayer) および Stepanpol (Stepan) などのポリエステル; ならびに PolyBD (Sartomer) などのポリブタジエンが挙げられる。

40

【0038】

イソシアネート成分は通常、組成物全体の約25重量パーセント~約75重量パーセントの間の量で使用される。接着組成物のイソシアネート成分は、様々な適切なポリマーの、モノマーの、またはプレポリマーのイソシアネートの1つまたは複数を含む。適切なジイソシアネートとしては、エチレンジイソシアネート; 1,4-テトラメチレンジイソシアネート; 1,4および/または1,6-ヘキサメチレンジイソシアネート; 1,12-ドデカンジイソシアネート; シクロブタン-1,3-ジイソシアネート; シクロヘキサン-1,3-および1,4-ジイソシアネートならびにこれらの異性体の混合物; 1-イソ

50

シアナト - 3, 3, 5 - トリメチル - 5 - イソシアナトメチルシクロヘキサシ ; 2, 4 - および 2, 6 - ヘキサヒドロトリレンジイソシアネートならびにこれらの異性体の混合物 ; ヘキサヒドロ - 1, 3 - および / または 1, 4 - フェニレンジイソシアネート ; ペルヒドロ - 2, 4' - および / または 4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート ; 1, 3 - および 1, 4 - フェニレンジイソシアネート ; 2, 4 - および 2, 6 - トルエンジイソシアネートならびにこれらの異性体の混合物 ; ジフェニルメタン - 2, 4' - および / または 4, 4' - ジイソシアネート ; ナフチレン - 1, 5 - ジイソシアネート ; 1, 3 - および 1, 4 - キシリレンジイソシアネート、4, 4' - メチレン - ビス (シクロヘキシルイソシアネート)、4, 4' - イソプロピル - ビス (シクロヘキシルイソシアネート)、1, 4 - シクロヘキシルジイソシアネートおよび 3 - イソシアナトメチル - 3, 5, 5 - トリメチルシクロヘキシルイソシアネート (IPDI) ; 2, 4 - および 2, 6 - トルエンジイソシアネート ; ジフェニルメタンジイソシアネート ; ヘキサメチレンジイソシアネート ; ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート ; イソホロンジイソシアネート ; 1 - メチオキシ - 2, 4 - フェニレンジイソシアネート ; 1 - クロロフェニル - 2, 4 - ジイソシアネート ; p - (1 - イソシアナトエチル) - フェニルイソシアネート ; m - (3 - イソシアナトブチル) - フェニルイソシアネートおよび 4 - (2 - イソシアネート - シクロヘキシル - メチル) - フェニルイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トルエンジイソシアネートならびにこれらの混合物が挙げられる。

10

【0039】

過剰のジイソシアネートを、ヒドロキシルまたはアミン基を含む多官能性化合物と反応させることにより得られる種類の脂肪族または芳香族のジイソシアネートを使用することも可能であり、これは、実用的なポリウレタン化学において、「修飾イソシアネート」または「イソシアネートプレポリマー」と呼ばれる。

20

【0040】

いくつかの適切なイソシアネートが、商業的に入手可能である。限定されない例としては、ヒマシ油に由来するイソシアネートプレポリマー Vorite 689 (Cascem Company から入手可能)、Mondur シリーズ (例えば、Mondur M) (Bayer)、Desmodur シリーズ (例えば、Desmodur H) (Bayer)、Rubinate シリーズ (例えば、Rubinate M) (Huntsman)、Lupranate シリーズ (例えば、Lupranate MI) (BASF) および Tolonate シリーズ (例えば、Tolonate HDT) (Pershing) が挙げられる。

30

【0041】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は少なくとも 1 つの触媒を含む。いくつかの実施形態において、触媒はスズを含む。いくつかの実施形態において、触媒はオルガノスズ触媒である。触媒は、接着剤の約 0.001 ~ 約 1 重量パーセントを構成してもよく、好ましくは接着剤の約 0.01 ~ 約 0.1 重量パーセントの範囲を構成する。この触媒組成物の一部を構成し得るスズ化合物は、ヒドロキシル含有有機分子とイソシアネートとを反応させて、ウレタン基を形成するための従来の触媒である。このクラスのスズ化合物の代表的なメンバーとしては、カルボン酸の第 1 スズ塩、ブチルスタンノン酸 (butylstannonic acid) などのオルガノスタンノン酸 (organostannonic acid)、オルガノチオスタンノン酸 (organothioannonic acid)、ジブチルスズオキシドなどのジオルガノスズオキシド、ジオルガノスズスルフィド、ジメチルスズジクロリドなどのモノ - およびジオルガノスズハライド、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズアジペートおよびジブチルスズマレエートなどのモノ - およびジオルガノスズカルボキシレート、ジブチルスズビス (ラウリルメルカプチド) などのモノ - およびジオルガノスズメルカプチド、ジブチルスズ - S, S' - ビス (イソオクチルメルカプトアセテート) およびジブチルスズ S, S' - ビス (メルカプトエチルステアレート) などのメルカプトカルボン酸エステルおよびメルカプトアルカノールエステルのモノ - およびジオルガノスズ誘導体、ジブチルスズオキシドなどの

40

50

ジオルガノスズオキシド、ならびにジブチルスズビス - アセチルアセトネートなどのベータ - ジケトンのモノ - およびジオルガノスズ誘導体が挙げられる。

【 0 0 4 2 】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は、追加の触媒、例えば有機金属触媒を含む。適切な有機金属触媒のいくつかの例としては、鉛、鉄、ビスマス、水銀、ジルコニウム、チタン酸エステル、亜鉛、コバルトおよびこれに類するものの有機金属化合物が挙げられる。鉄ペンタンジオンまたはビスマスカルボキシレートなどの、遅延作用触媒 (d e l a y e d a c t i o n c a t a l y s t) の使用も可能であり、これは、参照により本明細書に組み込まれる米国特許第 4 , 6 1 1 , 0 4 4 号に記載されている。

【 0 0 4 3 】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は第三級アミン触媒を含む。第三級アミン触媒の目的は、イソシアネート基を求核置換に対して活性化して、二酸化炭素を生成する水との反応を促進すると共に、ポリヒドロキシル化合物と反応してウレタンを形成することである。第三級アミン触媒の例としては、N , N - ジメチルアミノエタノール、トリス (ジメチルアミノプロピル) アミン、N , N - ジメチルシクロヘキシルアミン、ビス - (2 - メチルアミノエチル) エーテル、N , N - ジメチルベンジルアミン、ジアミノビシクロオクタン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、N - メチルモルホリン、N - エチル - モルホリン、N - ココ - モルホリン、N , N , N ' , N ' ' - テトラメチル - エチレン - ジアミン、1 , 4 - ジアザ - ビシクロ - (2 , 2 , 2) - オクタン、N - メチル - N ' - ジメチル - アミノ - エチルピペラジン、N , N - ジメチルベンジルアミン、ビス - (N , N - ジエチル - アミノエチル) - アジペート、N , N - ジエチルベンジルアミン、ペンタメチル - ジエチレントリアミン、N , N - ジメチル - シクロヘキシルアミン、N , N , N ' , N ' ' - テトラメチル - 1 , 3 - ブタンジアミン、N , N - ジメチル - . . . - フェニルエチルアミン、1 , 2 - ジメチル - イミダゾール、2 - メチルイミダゾールおよびこれらの混合物が挙げられる。W I T C O から入手可能な N i a x A - 1 ; H u n t s m a n から入手可能な T h a n c a t D D ; およびこれに類するものなどの、商業的に入手可能な第三級アミンも有用である。ジメチルアミンなどの第二級アミンおよびアルデヒド、好ましくはホルムアルデヒド、またはアセトン、メチルエチルケトンもしくはシクロヘキサノンなどのケトンおよびフェノールノニルフェノールもしくはビスフェノールなどのフェノールから得られる、それ自体が既知のマンニッヒ塩基、ならびに、例えば、独国特許第 1 , 2 2 9 , 2 9 0 号および米国特許第 3 , 6 2 0 , 9 8 4 号に記載される、炭素 - ケイ素結合を有するシラアミンも、触媒として使用してもよい。例としては、2 , 2 , 4 - トリメチル - 2 - シラモルホリンおよび 1 , 3 - ジエチルアミノ - エチルテトラメチル - ジシロキサンが挙げられる。N I A X グループまたは D A B C O グループなどの遅延作用触媒も使用してもよい。

【 0 0 4 4 】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は鎖延長剤を含む。これらは、エチレングリコール、プロピレングリコール、1 , 4 - ブタンジオール、ジエチレングリコール、ヘキサジオール、トリメチオールプロパン、グリセロール、ヒドロキシル末端ポリエチレンオキシド (ポリエチレングリコール) 、グリセリンおよびこれらの混合物などの、低分子量ジオールおよびポリオールを含む。本発明で有用な 1 つの好ましい鎖延長剤は、エチレングリコールである。本発明で使用できる他の一般的な鎖延長剤としては、ジアミンおよびポリアミンが挙げられ、これは、ポリオール成分と混合され、イソシアネート成分と反応する際に、組成物から相分離しない。このようなアミン化合物の例は、エチレンジアミン、ポリオキシプロピレンジアミン、トランス体、シス体またはこれらの混合物の 1 , 2 - および 1 , 4 - ジアミノシクロヘキサン、ジメチルジアミノジシクロヘキシルメタン、ならびに 1 , 2 - プロパンジアミンである。本発明で使用できる更に他の鎖延長剤としては、アルコールまたは低分子量ポリオールを含むアミンが挙げられる。例は、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、およびトリエタノールアミン、Q u a d r o l ポリオール (B A S F C o r p o r a t i o n) として入手可能なテトラ (2 - ヒド

10

20

30

40

50

ロキシプロピル)エチレンジアミンである。

【0045】

このような鎖延長剤は、本発明の組成物に対して、可撓性、耐衝撃性、および反応速度を改善するイソシアネートとの反応を含む、いくつかの利益を提供する。鎖延長剤は、組成物の約0～約20重量パーセント、好ましくは組成物の約3～約15重量パーセントの範囲で含まれる。

【0046】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は、任意選択により、1つまたは複数のフィラーおよび/または繊維を含む。2成分の反応の発熱の減少、物理的強化、および/またはコストの削減のために、様々な有機または無機のフィラーまたは繊維を添加できる。フィラーとしては、タルク、炭酸カルシウム、シリカビーズ、硫酸カルシウム、アルミニウム三水和物、ポリリン酸アンモニウムなどの材料が挙げられ、本発明では、炭酸カルシウムおよびアルミニウム三水和物ならびにこれらの混合物が好ましい。フィラーまたは他の添加剤の量は、所望の用途によって異なるであろう。

【0047】

いくつかの実施形態において、ポリウレタン組成物は、任意選択により、1つまたは複数の可塑剤、顔料、着色剤、難燃剤、チクソトロピック剤および内部滑剤などの加工助剤を含み、これらは全て、当業者によく知られている。これらの任意の成分は、未硬化の組成物および/または組成物の硬化反応生成物に対して、既知の効果をもたらす既知の範囲で添加される。

【0048】

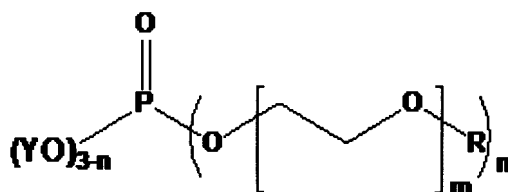
内部離型剤(IMRA)は、界面活性の、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、またはリン酸エステルと他の化学物質との組み合わせ(ブレンドまたは反応生成物)である。一実施形態において、IMRAは、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、またはポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルの反応生成物を含まない材料を排除する。有利には、IMRAは溶媒を含まない液体であろう。IMRAを含むポリウレタン配合物は、高い配合安定性、クリーンな離型、低い離型強度、および生成物の高い透明性を有する。

【0049】

一実施形態において、IMRAは、以下の構造を有するポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルを含む。

【0050】

【化1】



式中、

Rはそれぞれ独立して、水素、ヒドロカルビル、または置換ヒドロカルビルであってよく、

Yはそれぞれ独立して、水素、ヒドロカルビル、または置換ヒドロカルビルであってよく、

mはそれぞれ独立して、1～約500の整数であり、

nは、1～3の整数である。

有利な一実施形態において、Yはそれぞれ水素であり、Rはそれぞれアルキルである。有利な一実施形態において、nは1である。

【0051】

10

20

30

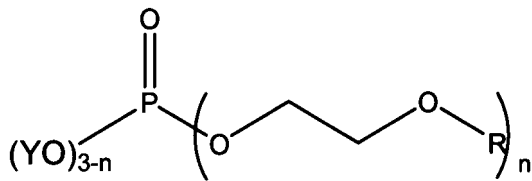
40

50

一実施形態において、IMRAは、以下の構造を有するポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルを含む。

【0052】

【化2】



10

式中、

Rはそれぞれ独立して、水素、ヒドロカルビル、または置換ヒドロカルビルであってよく、

Yはそれぞれ独立して、水素、ヒドロカルビル、または置換ヒドロカルビルであってよく、

nは、1～3の整数である。

有利な一実施形態において、Yはそれぞれ水素であり、Rはそれぞれアルキルである。有利な一実施形態において、nは1である。

20

【0053】

有効量の開示されたIMRAをポリウレタン成形組成物に添加することができる。一実施形態において、有効量のIMRAは、組成物が型へと配置される間に、別の第3成分として、混合されるポリウレタン成形組成物に添加される。別の実施形態において、有効量のIMRAは、2成分型ポリウレタン成形組成物の分離成分のうち的一方に添加される。有利には、有効量のIMRAは、2成分型ポリウレタン成形組成物のポリオール成分に添加される。

【0054】

開示されたIMRAの有効量は、ポリウレタン成形組成物の約0.01重量パーセント～約60重量パーセントの範囲であろう。有利には、開示されたIMRAの有効量は、ポリウレタン成形組成物の約0.1重量パーセント～約30重量パーセントの範囲であろう。典型的には、開示されたIMRAの有効量は、ポリウレタン成形組成物の約0.5重量パーセント～約15重量パーセントの範囲であろう。

30

【0055】

開示されたIMRAの有効量は、ポリウレタン成形組成物の成形および反応を妨げないが、ポリウレタン成形組成物の硬化反応生成物の金属の型への付着を減少させるであろう。いくつかの実施形態において、開示されたIMRAの有効量は、混合されるポリウレタン樹脂成分と相溶し、数日間または数週間の商業的な保管期間の間には、樹脂成分から分離しないであろう。いくつかの実施形態において、開示されたIMRAの有効量は、約90程度の低温で、ポリウレタン成形組成物の硬化反応生成物の金属の型への付着を減少させるであろう。いくつかの実施形態において、開示されたIMRAの有効量は、ポリウレタン成形組成物と混合される場合、光学的に透明な混合物を提供する。

40

【0056】

以下の例は、より容易に開示を理解できるように、例示の目的のために含まれ、特に示さない限り、開示の範囲を限定することを全く意図しない。

【0057】

試験手順

<引張試験>

2枚のTプレート(それぞれ10)を使用して、引張試験用の小型モールドを形成した。Tプレート10はそれぞれ、51mm(長さ)×51mm(幅)×6mm(厚さ)の平

50

らなアルミニウムプレート14の片面に引き手12を取り付け、他方の面にスチールパネル16を取り付けることにより作製した。4本のスチールまたはゴム片18を、一方のTプレート10のスチールパネル16の表面の上部に貼り付け、小型モールドを形成した。最終配合物22を小型モールドに移し、他方のTプレートを蓋として使用して、小型モールドを閉じ、引張試験の試験片を形成した。閉じた小型モールド内の配合物を、90のオープンで30分間硬化させた後、硬化させた配合物が型から剥離するまで、上部のTプレートを上方に引っ張った。硬化させた配合物と接触する小型モールドの剥離表面を直ちに検査し、剥離モードを以下の2つの区分で記録した。すなわち、プレート表面にポリマー残留物が観察されなかった場合は「クリーン」、プレート表面にポリマー残留物が観察された場合は「汚れあり」とした。

10

【0058】

< 剪断試験 >

10cm(長さ)×2.5cm(幅)×2mm(厚さ)の平らなスチールパネル30を、2.5cm離れた厚さ0.13mmの2つのテープ片32、34で覆い、小型モールドを形成した。秤量(0.03±0.01グラム)した組成配合物22を、テープ片32、34の間の小型モールドに移した。第2の平らなスチールパネル36を蓋として使用して、小型モールドを閉じ、ラップ剪断試験の試験片を形成した。閉じた小型モールド内の組成配合物を、90のオープンで30分間硬化させ、スチールパネル30、36に接着させた。硬化させたアSEMBリは、スチールパネル30、36を引くことにより、直ちに剪断強度について試験した。硬化させた組成配合物の計算接着面積の剪断に必要な最大応力(剪断強度)を使用して、剥離強度を調べた。

20

【0059】

配合手順

< 予備混合 - 配合物P01 >

50gのステアリン酸亜鉛(Sigma-Aldrich)と、50gのトリカプリルメチランモニウムクロリド(Alfa Aesar)とを、1パイントのアルミニウム缶に入れた。缶を、加熱および攪拌機能を備える真空系内に置いた。混合物を、200°F(93)、真空下で150分間、高速で攪拌した。生成物を窒素でパージし、デシケータ内で保管した。

30

【0060】

< 予備反応 - 配合物R01 >

50gのTIGOMER(登録商標)H-SI 2311(Evonik Industries AG)と、50gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステル(Rhodia製RHODAFAC__RS-610)とを、1パイントのアルミニウム缶に入れた。缶を、加熱および攪拌機能を備える真空系内に置いた。混合物を、高速攪拌で180°F(82)、真空下で300分間反応させた。生成物を窒素でパージし、デシケータ内で保管した。

【0061】

< 予備反応 - 配合物R02 >

50gのBYK(登録商標)-P 9065(BYK USA Inc.)と、50gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステル(Rhodia製RHODAFAC__RS-610)とを、1パイントのアルミニウム缶に入れた。缶を、加熱および攪拌機能を備える真空系内に置いた。混合物を、高速攪拌で180°F(82)、真空下で300分間反応させた。生成物を窒素でパージし、デシケータ内で保管した。

40

【0062】

< 予備反応 - 配合物R03 >

50gのCapstone(登録商標)FS-3100(DuPont Chemicals & Fluoroproductsにより供給)と、50gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステル(Rhodia製RHODAFAC__RS-610)とを、1パイントのアルミニウム缶に入れた。缶を、加熱および攪拌機能を備える真空系内に置いた

50

。混合物を、高速攪拌で180°F(82℃)、真空下で300分間反応させた。生成物を窒素でパージし、デシケータ内で保管した。

【0063】

<成分A - 比較配合物A11(IMRAなし)>

300gのポリプロピレンオキシド系トリオール(MW300)を、1ポイントのアルミニウム缶に入れた。缶を、加熱および攪拌機能を備える真空系内に置いた。混合物を、200°F(93°C)、真空下で180分間、高速で攪拌した。生成物を窒素でパージし、デシケータ内で保管した。この配合物は、離型添加剤を含まない対照成分A配合物を表す。

【0064】

<成分A - 配合物A12>

10gの配合物A11と、1.2gのCapstone(登録商標)FS-3100(DuPont Chemicals & Fluoroproducts)とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0065】

<成分A - 配合物A13>

10gの配合物A11と、1.2gのTIGOMER(登録商標)H-SI 2311(Evonik Industries AG)とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0066】

<成分A - 配合物A14>

10gの配合物A11と、1.2gのRHODASURF(登録商標)ON-870(Rhodia Inc.)とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0067】

<成分A - 配合物A15>

10gの配合物A11と、1.2gの配合物P01とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0068】

<成分A - 配合物A16>

10gの配合物A11と、1.2gのBYK(登録商標)-P 9065(BYK USA Inc.)とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0069】

<成分A - 配合物A17>

10gの配合物A11と、1.2gのCapstone(登録商標)FS-66(DuPont Chemicals & Fluoroproducts)とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0070】

<成分A - 配合物A18>

10gの配合物A11と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。混合物は、光学的に透明であった。混合物は、3カ月を超えて保管した後も分離しなかった。

【0071】

<成分A - 配合物A21>

10gの配合物A11と、1.2gのRHODASURF(登録商標)ON-870(Rhodia Inc.)と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

10

20

30

40

50

【0072】

<成分A - 配合物A22>

10gの配合物A11と、1.2gのCapstone(登録商標)FS-66(DuPont Chemicals & Fluoroproducts)と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0073】

<成分A - 配合物A23>

10gの配合物A11と、1.2gのBYK(登録商標)-P9065(BYK USA Inc.により供給)と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

10

【0074】

<成分A - 配合物A24>

10gの配合物A11と、1.2gの配合物P01と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0075】

<成分A - 配合物A25>

10gの配合物A11と、1.2gのTIGOMER(登録商標)H-SI2311(Evonik Industries AG)と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

20

【0076】

<成分A - 配合物A26>

10gの配合物A11と、1.2gのCapstone(登録商標)FS-3100(DuPont Chemicals & Fluoroproducts)と、1.2gのポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0077】

<成分A - 配合物A31>

10gの配合物A11と、1.2gの配合物R01とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

30

【0078】

<成分A - 配合物A32>

10gの配合物A11と、1.2gの配合物R02とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

【0079】

<成分A - 配合物A33>

10gの配合物A11と、1.2gの配合物R03とを、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を2分間激しく攪拌した。生成物は、直ちに使用した。

40

【0080】

<成分B>

それぞれの例の成分Bは、ポリマーのジフェニルメタンジイソシアネート([NCO]32%)であり、これはPMDIまたはポリマーのMDIとして知られている。

【0081】

<最終配合物F11~18、F21~26、F31~33>

それぞれの最終配合物のために、ある量の成分A配合物と、ある量の成分Bとを、ある一定の重量比で、1-ozのガラスの広口瓶に入れた。混合物を、30秒間、ステンレススチールのスパチュラで激しく攪拌した。生成物は、引張および剪断剥離試験に直ちに使

50

用した。具体的な配合物およびそれらの試験結果は、表1、表2、および表3に与えられている。

【0082】

【表1】

表1 単一のIMRAに基づく最終配合物および試験結果

配合物	F11	F12	F13	F14	F15	F16	F17	F18
A11 (pbw) ¹	1.1							
A12 (pbw)		1.1						
A13 (pbw)			1.1					
A14 (pbw)				1.1				
A15 (pbw)					1.1			
A16 (pbw)						1.1		
A17 (pbw)							1.1	
A18 (pbw)								1.1
成分 B (pbw)	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
剥離モード	汚れ	汚れ	汚れ	汚れ	汚れ	クリーン	クリーン	クリーン
剥離強度 (MPa)	9.27	6.72	6.10	5.13	0.62	1.14	0.15	0.08

¹ pbwは重量部である。

【0083】

【表2】

表2 IMRA混合物に基づく最終配合物および試験結果

配合物	F21	F22	F23	F24	F25	F26
A21 (pbw)	1.2					
A22 (pbw)		1.2				
A23 (pbw)			1.2			
A24 (pbw)				1.2		
A25 (pbw)					1.2	
A26 (pbw)						1.2
成分 B (pbw)	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
剥離モード	汚れ	汚れ	クリーン	クリーン	クリーン	クリーン
剥離強度 (MPa)	0.14	0.11	0.15	0.13	0.11	0.10

【0084】

【表 3】

表 3 I M R A 反応生成物に基づく最終配合物および試験結果

配合物	F31	F32	F33
A31 (pbw)	1.1		
A32 (pbw)		1.1	
A33 (pbw)			1.1
成分 B (pbw)	1.3	1.3	1.3
剥離モード	クリーン	クリーン	クリーン
剥離強度 (MPa)	1.64	0.17	0.14

10

【 0 0 8 5 】

データは、ポリウレタン成形プロセスにおいて、ポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルがそれ自体で（配合物 F 1 8 ）、90 まで低い温度でも、良好な離型性能、すなわち、クリーンな離型および低い剥離強度をもたらすことを示す。ポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルとポリオールとの混合物は安定であり、分離せず、かつ室温で透明であった。

【 0 0 8 6 】

ポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルと、例えばシロキサン、脂肪酸誘導体、フッ素系化学物質、および亜鉛塩などの、他の化学物質とのブレンドは、良好な離型性能、すなわち、クリーンな離型および低い剥離強度をもたらす（表 2 ）。

20

【 0 0 8 7 】

ポリオキシエチレントリデシルリン酸エステルと、例えばシロキサン、脂肪酸誘導体、およびフッ素系化学物質などの、他の化学物質との反応生成物は、良好な離型性能 - クリーンな離型および低い剥離強度 - をもたらす（表 3 ）。

【 0 0 8 8 】

好ましい実施形態は、例示の目的のために明記されているが、前述の説明は本明細書の開示の限定であると見なされるべきではない。したがって、様々な変更、翻案、代案が、本開示の趣旨および範囲を逸脱することなく、当業者に生じ得る。

30

【 図 1 】

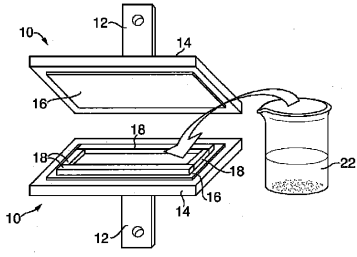


FIG. 1

【 図 2 】

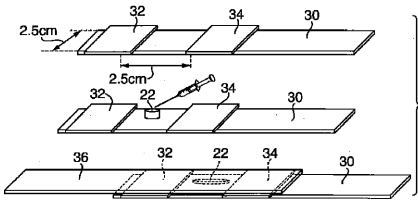


FIG. 2

フロントページの続き

(73)特許権者 391008825

ヘンケル・アクチェンゲゼルシャフト・ウント・コムパニー・コマンディットゲゼルシャフト・ア
ウフ・アクチェン

Henkel AG & Co. KGaA

ドイツ連邦共和国 デュッセルドルフ ヘンケルシュトラッセ 67

Henkelstrasse 67, D-40589 Duesseldorf, Germany

(74)代理人 100106297

弁理士 伊藤 克博

(72)発明者 ハン、 ビクター チーウエン

アメリカ合衆国 08816 ニュー ジャージー州 イースト ブランズウィック デヴォン
ドライブ 54

(72)発明者 フェレンツ、 アンドレアス

ドイツ連邦共和国 40223 デュッセルドルフ コペルニクスシュトラッセ 42

(72)発明者 ランマーショープ、 オーラフ

ドイツ連邦共和国 47802 クレーフェルト エン デ シェブ 93

(72)発明者 ワン、 ヨンシア

アメリカ合衆国 08807 ニュー ジャージー州 ブリッジウォーター ハントリー ウエイ
24

審査官 今井 督

(56)参考文献 特開平03-287641(JP,A)

特開2001-200022(JP,A)

特開平03-281312(JP,A)

再公表特許第2007/105355(JP,A1)

特開2002-348348(JP,A)

特開2000-086470(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C08L 75/00 - 75/16

C08K 3/00 - 13/08

C08G 18/00 - 18/87

B29C 31/00 - 73/00