

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2014-520008

(P2014-520008A)

(43) 公表日 平成26年8月21日(2014.8.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 3 2 B 27/30 (2006.01)	B 3 2 B 27/30	A 4 D 0 7 5
C 0 9 D 133/00 (2006.01)	C 0 9 D 133/00	4 F 1 0 0
C 0 9 D 7/12 (2006.01)	C 0 9 D 7/12	4 J 0 3 8
B 0 5 D 5/08 (2006.01)	B 0 5 D 5/08	Z
B 3 2 B 27/26 (2006.01)	B 3 2 B 27/26	

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願2014-514918 (P2014-514918)
 (86) (22) 出願日 平成24年6月10日 (2012.6.10)
 (85) 翻訳文提出日 平成25年12月20日 (2013.12.20)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2012/041805
 (87) 国際公開番号 W02012/170978
 (87) 国際公開日 平成24年12月13日 (2012.12.13)
 (31) 優先権主張番号 61/495,736
 (32) 優先日 平成23年6月10日 (2011.6.10)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 513307427
 フェリス、クリストファー、エム。
 アメリカ合衆国 4 8 3 9 0 ミシガン州
 、ウォルバリーン レイク サウス コマ
 ース ロード 2 1 3 9
 (71) 出願人 513307438
 エマーソン、アダム、ダブリュー。
 アメリカ合衆国 4 8 1 1 1 ミシガン州
 、ベルヴィル ダン ロード 4 5 1 7 1
 (74) 代理人 110000877
 龍華国際特許業務法人
 (72) 発明者 フェリス、クリストファー、エム。
 アメリカ合衆国 4 8 3 9 0 ミシガン州
 、ウォルバリーン レイク サウス コマ
 ース ロード 2 1 3 9

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明アクリルコーティング

(57) 【要約】

本願において開示及び請求される発明の概念は、概して、書込 - 消去可能な表面用の液体コーティング、そのようなコーティングを含む生成物、及び、これを形成する方法並びに使用する方法に関する。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上に広げられ、表面を有する硬化透明アクリルコーティングを備え、前記コーティングは、任意にコーティング硬化剤を有する担体中の基材から形成されるコーティング生成物。

【請求項 2】

前記コーティングは環境条件下で硬化される請求項 1 に記載のコーティング生成物。

【請求項 3】

前記表面がマーキング材料によって書き込まれた後、前記マーキング材料が実質的に視認できないように前記表面から消去される請求項 1 または 2 に記載のコーティング生成物。

10

【請求項 4】

前記基材は、ヒドロキシル基含有アクリル樹脂、アルコール、シラン化合物、水、及び、酸触媒を反応させることにより生成される請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

【請求項 5】

前記ヒドロキシル基含有アクリル樹脂は、ヒドロキシル基含有アクリルモノマーと他のエチレン性不飽和基含有モノマーとを共重合することにより生成される請求項 4 に記載のコーティング生成物。

【請求項 6】

前記アルコールは、メタノール、エタノール、2 - プロパノール、ブタノール、イソブタノール、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される請求項 4 または 5 に記載のコーティング生成物。

20

【請求項 7】

前記シラン化合物は、一般化学式 $R_n Si(OR')_{4-n}$ を有し、R 及び R' はそれぞれ独立な炭化水素基を表し、n は $0 < n < 4$ である請求項 4 から 6 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

【請求項 8】

前記酸触媒は、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される請求項 4 から 7 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

30

【請求項 9】

前記担体は、水性溶剤、非水性溶剤、又は、これらの組み合わせである請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

【請求項 10】

前記マーキング材料は顔料及び溶剤を含む請求項 3 に記載のコーティング生成物。

【請求項 11】

担体中の基材及びコーティング硬化剤から形成され、環境条件下で硬化可能なコーティングを基板に塗布する段階を備えるコーティング生成物の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

[関連出願] 本出願は、米国特許法第 119 (e) 条の下で 2011 年 6 月 10 日に
出願された米国特許仮出願第 61 / 495 , 736 号からの優先権を主張し、上記出願の
開示内容全体を参照により本明細書に組み込む。

【0002】

本願において開示及び請求される発明の概念は、概して、書込 - 消去可能な表面用の液体コーティング、そのようなコーティングを含む生成物、及び、これを形成する方法並びに使用する方法に関する。

【背景技術】

【0003】

50

ホワイトボードはよく知られた技術であり、(黒板の代わりとして)教室や(しばしばフリップチャートの代わりとして)重役会議室に備えられている。より小型のホワイトボードは、住宅、寮、レストラン、及びその他の様々な場所のドア、壁、及びロッカー等、人々が手早くメモを書き留めたいような場所に使用されている。ユーザは、ホワイトボードマーカーでホワイトボードに書き込み、布やホワイトボードイレーザで書き込みを拭き取るだけでよい。

【0004】

ホワイトボードは、紙又は板のような基板、及び、基板上に広がったラッカーコーティングのようなコーティングを通常含んでいる。コーティングは、ホワイトボード用マーカーペンを用いて書き込まれる書き込み面を提供する。ホワイトボード用マーカーペンは、通常、先端がフェルトの書き込み用具であり、含有されるインクは、こうした表面への書き込みができるだけでなく、例えばホワイトボードイレーザ、布、又はティッシュペーパー等を用いて最小限の労力で消去することもできる。

10

【0005】

ホワイトボード書き込み面からのホワイトボード用インクの消去性は時間が経つに連れて低下し、その結果、除去できない「ゴースト像」が形成される。さらに、そのような表面はある種のホワイトボードマーカーと相性が悪い場合がある。また、うっかりと油性マジックペンで書かれた場合には、恒久的に書き込みが残ることがある。

【0006】

例えば、公衆トイレや簡易トイレの壁、又は地下鉄の駅の壁のように、大衆がアクセスできる場所にとって、落書きは共通の問題である。さらに、一般的に言って、表面への望ましくない書き込みは、ほとんどあらゆる場所で起こり得る。落書きはスプレー塗料のような塗料によって行われることが多いものの、マーカーペンやクレヨン、その他の筆記用液体によって落書きやその他の書き込みが行われることもある。ここで用いているように、「落書き」とは、塗料、その他の液体、又は他の望ましくない書き込み、擦り傷等何でできていようと、望ましくない書き込みに対して広く用いられる言葉である。

20

【0007】

そのような書き込みは、書き込まれた表面から除去することが非常に困難なことが多いので、特に厄介である。従って、書き込みを覆い隠すために、塗料が塗られた表面を再塗装しなくてはならないことも多く、時には、表面を剥いだ後に再塗装しなくてはならないことさえもある。例えば、表面の塗料と似たような塗料によって落書きが書き込まれることが多い。従って、こすったり溶剤を用いたりして落書きされた塗料を除去することは、概して下層の塗料の少なくとも一部分を除去することにつながるもので、現実的ではない。時には、塗装されていない表面をサンドブラスト処理して書き込みを除去しなくてはならない。

30

【0008】

その他の解決法としては、そうした書き込みを簡単に除去できるバリアとして作用するコーティングを物品の表面に塗布することや、落書きに耐性のあるコーティングを表面に塗布することが挙げられる。しかし、そのような解決法は高価であり、多大な労力を要する。さらに、全ての表面が、落書き耐性のあるコーティングを塗布可能なわけではない。

40

【発明の概要】

【0009】

本願において請求及び開示される発明の概念は、書込 - 消去可能な表面を有するコーティング、そのようなコーティングを含む生成物、及び、これを形成する方法並びに使用する方法を提供する。書込 - 消去可能な表面を有するコーティングは、概して、任意に担体中に含まれる基材及びコーティング硬化剤から環境条件下で生成される。水性又は溶剤型マーキング材料のようなマーキング材料によって書き込み表面に書き込んだ場合、長期間にわたって繰り返し使用した後であっても、マーキング材料は実質的に視認できないほどに消去され、ほとんど、あるいは全くゴーストが残らない。コーティングを用いて商業ビルを覆うこともできるので、落書きを容易に除去することができる。

50

【 0 0 1 0 】

コーティングは、表面粗さが小さいこと及び空隙率が低いことを含め、多くの望ましい特質を有している。いかなる理論によっても限定するものではないが、一般的に言えば、コーティングの空隙率が低いと、マーキング材料に対してコーティングは実質的に不浸透性になり、表面粗さが小さいと、レーザーが実効的に届く範囲を越えた表面にマーキング材料がトラップされることが防止されると考えられている。

【 0 0 1 1 】

本願において請求及び開示される発明概念の1つの側面におけるコーティング生成物は、基板上に広がっており、書込 - 消去可能な表面を有する（架橋等によって）硬化されたコーティングを含む。コーティングは環境条件下で硬化可能であり、基材から形成される。硬化過程においてコーティング硬化剤を任意に使用してもよい。基材は、ヒドロキシル基含有アクリル樹脂、アルコール、シラン化合物、水、及び酸触媒を反応させることによって生成することができる。

10

【 0 0 1 2 】

上述のヒドロキシル基含有アクリル樹脂は、ヒドロキシル基含有アクリルモノマーを他のエチレン性不飽和基含有モノマーと従来の方法で共重合することにより得ることができる。上述のヒドロキシル基含有アクリルモノマーとしては、以下のものに限定されるわけではないが、(メタ)アクリル酸2-メトキシエチル、(メタ)アクリル酸3-メトキシブチル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、及び、(メタ)アクリル酸4-ヒドロキシブチル等の(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキル、Placel FM1 ((メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチル-カプロラクトン付加物 : Daicel Chemical Industriesの製品)、モノ(メタ)アクリル酸ポリアルキレングリコール等が含まれる。これらを単独で使用してもよいし、あるいは、これらの2つ以上を組み合わせ使用してもよい。本明細書における「(メタ)アクリル酸」という表記は、「アクリル酸及び/又はメタクリル酸」を意味する。

20

【 0 0 1 3 】

上述の他のエチレン性不飽和基含有モノマーとしては、以下のものに限定されるわけではないが、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸n-プロピル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、(メタ)アクリル酸n-ブチル、(メタ)アクリル酸i-ブチル、(メタ)アクリル酸t-ブチル、(メタ)アクリル酸n-ペンチル、(メタ)アクリル酸n-ヘキシル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸n-ヘプチル、(メタ)アクリル酸n-オクチル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸ノニル、(メタ)アクリル酸デシル、(メタ)アクリル酸ドデシル、(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)アクリル酸トリル、(メタ)アクリル酸ベンジル、及び(メタ)アクリル酸ラウリル等の(メタ)アクリル酸アルキル、スチレン及びビニルトルエン等の芳香族ビニルモノマー、(メタ)アクリル酸グリシジル等のエポキシ含有モノマー、(メタ)アクリル酸ジメチルアミノエチル及び(メタ)アクリル酸ジエチルアミノエチル等のアミノ基含有モノマー、(メタ)アクリル酸アミド、N-エチル(メタ)アクリル酸アミド、N,N-ブトキシメチル(メタ)アクリル酸アミド、及びN-メチルアクリル酸アミド等のアクリル酸アミドモノマー、アクリロニトリル、酢酸ビニル、アクリル酸、メタクリル酸等が含まれる。これらを単独で使用してもよいし、あるいは、これらの2つ以上を組み合わせ使用してもよい。

30

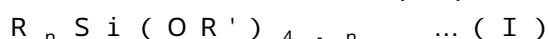
40

【 0 0 1 4 】

1つの実施形態においては、アルコールは任意の低分子量アルコールであってよく、以下のものに限定されるわけではないが、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、ブタノール、及びイソブタノール等の単独のもの又は組み合わせたものが含まれる。

【 0 0 1 5 】

シラン化合物は下記化学式 (I) で表されるものであってよい。



50

ここでR及びR'はそれぞれ独立な炭化水素基を示し、nは0 $n < 4$ である。シラン化合物は、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン(TEOS)、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、テトラアセトキシシラン、メトキシエチルトリエトキシシラン、ジエトキシエチルジメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、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、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、アセトキシエチルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ - γ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、n-プロピルトリエトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、デシルトリエトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、t-ブチルトリエトキシシラン、n-ブチルトリエトキシシラン、イソブチルトリエトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、エチルトリオプロポキシシラン、ビニルトリブトキシシラン、シクロヘキシルトリメトキシシラン、シクロヘキシルトリエトキシシラン、2-ノルボルナントリメトキシシラン、2-ノルボルナントリエトキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、メチルトリアリルオキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ジイソプロピルジメトキシシラン、ジイソブチルジメトキシシラン、メチルエチルジエトキシシラン、t-ブチルメチルジメトキシシラン、t-ブチルメチルジエトキシシラン、t-アミルメチルジエトキシシラン、ジシクロペンチルジメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、フェニルメチルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ビス(o-トリル)ジメトキシシラン、ビス(m-トリル)ジメトキシシラン、ビス(p-トリル)ジメトキシシラン、ビス(p-トリル)ジエトキシシラン、ビスエチルフェニルジメトキシシラン、ジシクロヘキシルジメトキシシラン、シクロヘキシルメチルジメトキシシラン、シクロヘキシルメチルジエトキシシラン、2-ノルボルナンメチルジメトキシシラン、テトラキス(2-メトキシエトキシ)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、トリメチルフェノキシシラン、及びこれらの組み合わせから成るグループから選択される。

【0016】

1つの実施形態においては、シラン化合物を使用せずに金属アルコキッドを使用して基材を形成することができる。別の実施形態においては、シラン化合物に加えて金属アルコキッドを使用することもできる。金属アルコキッドの1つの例はチタン酸テトライソプロピルである。

【0017】

酸触媒は、鉱酸又は低分子量の有機酸のいずれかであってよい。1つの実施形態においては、酸触媒は、塩酸、硫酸、硝酸、又はリン酸であってよい。別の実施形態においては、酸触媒は、蟻酸、酢酸、又はプロピオン酸、あるいは、これらの官能基化されたものであってよい。

【0018】

基材は下記のようにして調製できる。

【0019】

ヒドロキシル基含有アクリル樹脂、アルコール、及び酸触媒を容器に加え、かき混ぜて混合物を形成する。樹脂が完全にアルコールに可溶化するまで、混合物を約20 から約90 で加熱する。1つの実施形態においては、混合物を約30 から約70 で加熱する。この混合物にシラン化合物を加え、容器を約65 \pm 5 に加熱する。酸触媒を含有する水を容器に加えて最終混合物を形成する。最終混合物を約1時間還流し、次いで室温まで冷却して基材を形成する。

【0020】

担体中において任意にコーティング硬化剤を有する基材から、コーティングを形成することができる。担体は水性溶剤、非水性溶剤、及びこれらの組み合わせであってよい。理論によって制限されることは意図しないが、溶剤は、硬化前のコーティング配合材料中の

樹脂に対する分散媒体として効果的であると考えられている。配合材料を塗布する間に配合材料の適切な粘度が実現されることを溶剤は支援する。溶剤としては、これらのものに限られるわけではないが、2-ブトキシエタノール、エチレングリコール、ジアセトンアルコール、エチルベンゼン、キシレン、メチルアミルケトン、イソプロピルアルコール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ブタノール、パラフィン、アルカン、ポリプロピレングリコール、ストダード溶剤、トルエン、エトキシ化アルキルフェノール、1-メチル-2-ピロリドン、又は、1-エチルピロリドン-2-オンが挙げられる。

【0021】

コーティング硬化剤を使用する場合であれば、特にこれらのものに限られるわけではないが、ラウリン酸ジブチルスズ、オクタン酸ジブチルスズ、ジブチルスズジアセタート等の有機スズ化合物、並びに、トリス(アセチルアセトン酸)アルミニウム、テトラキス(アセチルアセトン酸)チタニウム、ビス(アセチルアセトン酸)チタニウム、ビス(ブトキシ)-ビス(アセチルアセトン酸)チタニウム、ビス(イソプロポキシ)-ビス(アセチルアセトン酸)チタニウム、ビス(ブトキシ)-ビス(アセチルアセトン酸)ジルコニウム、及び、ビス(イソプロポキシ)-ビス(アセチルアセトン酸)ジルコニウム等の金属キレート化合物が挙げられる。これらを単独で使用してもよいし、あるいは、これらの2つ以上を組み合わせ使用してもよい。これらの中でも、有機スズ化合物が一般的に使用されている。

10

【0022】

コーティング硬化剤はスルホン酸であってよい。スルホン酸の例としては、これらに限られるわけではないが、ベンゼンスルホン酸、パラトルエンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、及び、ナフタレンスルホン酸が挙げられる。

20

【0023】

任意にコーティング硬化剤を有する基材のコーティング混合物に、コロイド状シリカのようなフィラーを添加してよい。コロイド状シリカとは、単一溶剤又は複数溶剤中に分散されたシリカであって、特に、コーティングの耐摩耗性を高める効果を有する。シリカは、直径が約1 nmから約200 nmの小さな球形の粒子であってよい。1つの実施形態においては、小さな球形の粒子は、直径が約10 nmから約100 nmであってよい。そのようなナノサイズのシリカ粒子は、特に透明コーティング用として屈折率が適している。これらの粒子は、光の透過に対して散乱又は干渉を制限する。シリカ粒子は、一連の真珠状の形状や、細長い粒子形状のように、他の形状をしたものであってもよい。水希釈性のコーティング系においては、溶剤は水であってよい。適切なコロイド状シリカは、処理シリカ又は表面処理シリカである。コーティング混合物中に存在するコロイド状シリカの量は、約0.01から約50重量パーセントとすることができる。1つの実施形態においては、コーティング混合物中に存在するコロイド状シリカの量は、約0.1から約2重量パーセントとすることができる。

30

【0024】

コーティング生成物は、基板と、基板上に広がった硬化されたコーティングとを含む。コーティングは、書込-消去可能な表面を有する。書込-消去可能な表面にマーキング材料によって書き込んだ場合、マーキング材料は、実質的に視認されないように書込-消去可能な表面から消去される。その結果、長期間にわたって通常の使用を行った後でも、ほとんど、あるいは全くゴースト像が生じない。

40

【0025】

マーキング材料は着色剤(例えば顔料)と溶剤とを含んでよい。溶剤は、水、アルコール、アルコキシアアルコール、ケトン、ケトンアルコール、エステル、石油スピリット、又はこれらの混合物等であってよい。マーキング材料は、業界標準のホワイトボードマーカから任意に選択することができる。

【0026】

コーティングを形成する材料は、多孔質性基板(例えば紙)及び非多孔質性基板(例え

50

ば高密度化されたセラミック)を含め、多くの異なるタイプの基板に適用することができる。基板は、軟質性フィルム、又は固い可動構造物あるいは非可動構造物であってよい。こうした基板の例としては、これらに限定されるわけではないが、(ポリエステル又はポリアミド等の)ポリマー性材料、(紙等の)セルロース系材料、ガラス、木材、(石膏又は塗装されたような)壁、(ファイバーボード上に硬化されたコーティングが広がったホワイトボード等の)ファイバーボード、(黒板等の)パーティクルボード、石膏ボード、高密度化されたセラミック、(花崗岩等の)石、及び、(アルミニウム又はステンレス鋼等の)金属等が含まれる。基板は、新たに建造された構造物であってよいし、あるいは、使い古された黒板又はホワイトボードであってよい。場合によっては、コーティングの塗布に先立って、基板の表面を表面研磨及び下塗りによってきれいにしてもよい。場合によっては、表面に対するコーティングの接着性を向上させるために、(例えば弱酸性の)洗剤を用いて表面を洗浄してもよい。

10

20

30

40

50

【0027】

コーティングを形成する材料は、基板に塗布されると、通常は環境条件下で硬化する。硬化するとは、コーティングを形成する材料が基板上で固まっていく過程をここでは意味する。これは、コーティングを形成する材料から溶剤が単に蒸発する過程を意味することがある。あるいは、これらに限定するわけではないが、酸化架橋及び触媒重合を含め、コーティングを形成する材料間の様々な架橋方式を意味することもある。ポリマー鎖間の架橋は、化学的であろうと物理的であろうと、コーティングが持つある種の特異的な性質に影響を及ぼし得る。いくつかの任意の実施形態においては、UV光、熱的手段、開始剤、又は電子ビームによって硬化を促進してもよい。環境条件下においてコーティングは、約4時間から約1週間の間に硬化することができる。

【0028】

一般的には、塗布されたコーティングが塗布後直ちに又は硬化中に流れないように、十分な粘性を有し、水性の担体中に材料を溶解させた溶液を、例えばロール塗布、塗料による塗布、スプレー塗布により塗布することによって、コーティングを形成することができる。これに加えて、溶液の粘性は、容易な塗布を十分可能とする程度でなくてはならない。

【0029】

水、アルコール、アルコキシアルコール、ケトン、ケトンアルコール、エステル、酢酸塩、又は石油スピリットの1つ以上を含む溶剤と着色剤とを含むマーキング材料によって書込・消去可能な表面に書き込んだ際に、実質的に視認できない程度に、書込・消去可能な表面からマーキング材料を消去できるという利点を有する。上記した溶剤の任意の混合物を使用することができる。例えば、上記の又はその他の溶剤の2種、3種、4種、あるいはそれ以上から成る混合物を使用してもよい。

【0030】

いくつかの実施形態においては、繊維状の材料を含むイレーザーによって書き込みを拭き取ることにより、マーキング材料を、書込・消去可能な表面から実質的に視認できないほどに消去することができる。イレーザーは、例えば、使い捨てのワイプ、又は(例えば木、プラスチックにより)支持されたフェルトであってよい。イレーザーはまた、例えば、水、アルコール、アルコキシアルコール、ケトン、ケトンアルコール、エステル、酢酸塩、又は石油スピリットの1つ以上を含んでもよい。これらの溶剤を任意に2種以上組み合わせ合わせた混合物を使用してもよい。

【0031】

アルコールの例としては、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、及びベンジルアルコールが含まれる。これらの溶剤の2種以上を任意に組み合わせ合わせた混合物もアルコールの代表例である。アルコキシアルコールの例としては、2-(n-プロポキシ)エタノール、2-(n-ブトキシ)エタノール、及び2-(n-プロポキシ)エタノールが含まれる。これらの溶剤の2種以上を任意に組み合わせ合わせた混合物もアルコキシアルコールの代表例である。ケトンの例としては、アセトン、

メチルエチルケトン、及びメチル n - ブチルケトンが含まれる。これらの溶剤の 2 種以上を任意に組み合わせた混合物も利用することができる。酢酸塩の例としては、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸 n - ブチル、及び酢酸 t - ブチルが含まれる。これらの溶剤の 2 種以上を任意に組み合わせた混合物も利用することができる。

【 0 0 3 2 】

以下に記載する実施例は、ここに開示及び請求される発明概念の特定の実施形態を例示するものである。これらの実施例は、ここに開示及び請求される発明概念の範囲を制限することを意図するものではない。

【 0 0 3 3 】

実施例

実施例 1 X 9 0 - 1 0 7 2 - 5 9 - 2 6

10

【 0 0 3 4 】

1 6 4 g の調剤 2 (2 0 % I B M A / 2 0 % M M A / 5 0 % H E M A / 1 0 % B A)、2 0 0 g のアルコール試薬 (約 9 0 重量 % のエタノール、3 . 5 - 5 . 5 重量 % のメタノール、及び、4 - 6 重量 % の 2 - プロパノール)、及び濃硫酸 2 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポット内容物の温度とヘッドスペースの温度とを個別に測定可能な温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。T E O S / オクチルトリエトキシシラン / ジメチルジメトキシシランの混合物 (3 9 6 g の T E O S、2 5 g のオクチルトリエトキシシラン、及び、1 . 2 g のジメチルジメトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、濃硫酸 2 滴を含有する 6 4 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

20

【 0 0 3 5 】

実施例 2 X 9 0 - 1 0 7 2 - 2 7 - 1 8

【 0 0 3 6 】

4 5 g の調剤 1 (3 5 % M M A / 3 5 % I B M A / 3 0 % H E M A)、1 5 0 g のアルコール試薬、0 . 5 2 g のプロピレングリコール (総シラン重量に基づいて 0 . 5 重量 %)、及び濃硫酸 1 滴を、5 0 0 m L の一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、磁気攪拌子、2 つのクライゼンアダプタ、濃縮器、添加漏斗、及び、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。T E O S / ジメチルジメトキシシランの混合物 (1 0 3 g の T E O S、及び、0 . 7 g のジメチルジメトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、濃硫酸 1 滴を含有する 1 6 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流した。約 5 0 g のアリコートを取り出し、ポット中に残った物質を濃縮し、アセトンで希釈した。

30

【 0 0 3 7 】

実施例 3 X 9 0 - 1 0 7 2 - 3 1 - 1 9

1 0 2 g の調剤 1 (3 5 % M M A / 3 5 % I B M A / 3 0 % H E M A)、2 0 0 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。4 1 7 g の T E O S を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、濃硫酸 2 滴を含有する 6 5 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

40

【 0 0 3 8 】

実施例 4 X 9 0 - 1 0 7 2 - 3 6 - 2 1

【 0 0 3 9 】

1 0 2 g の調剤 2 (2 0 % I B M A / 2 0 % M M A / 5 0 % H E M A / 1 0 % B A)、

50

200 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。TEOS / イソブチルトリメトキシシランの混合物 (396 g の TEOS、及び、18 g のイソブチルトリメトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、濃硫酸 2 滴を含有する 64 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

【0040】

実施例 5 X90 - 1072 - 38 - 22

10

【0041】

102 g の調剤 2 (20% IBMA / 20% MMA / 50% HEMA / 10% BA)、200 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。TEOS / オクチルトリエトキシシランの混合物 (396 g の TEOS、及び、28 g のオクチルトリエトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、濃硫酸 2 滴を含有する 64 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

20

【0042】

実施例 6 X90 - 1072 - 42 - 23

【0043】

164 g の調剤 2 (20% IBMA / 20% MMA / 50% HEMA / 10% BA)、200 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。TEOS / オクチルトリエトキシシランの混合物 (396 g の TEOS、及び、28 g のオクチルトリエトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、濃硫酸 2 滴を含有する 64 g の水を、1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

30

【0044】

実施例 7 X90 - 1072 - 43 - 24

【0045】

164 g の調剤 2 (20% IBMA / 20% MMA / 50% HEMA / 10% BA)、200 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 5 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。TEOS / オクチルトリエトキシシランの混合物 (396 g の TEOS、及び、28 g のオクチルトリエトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、64 g の水を 1 - 2 時間にわたって滴下した。続いて混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

40

【0046】

実施例 8 X90 - 1072 - 51 - 25

【0047】

180 g の調剤 1 (35% MMA / 35% IBMA / 30% HEMA)、200 g のアルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ

50

、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30 - 70 に加熱した。417 gのTEOS / オクチルトリエトキシシランの混合物 (396 gのTEOS、及び、28 gのオクチルトリエトキシシラン) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、濃硫酸2滴を含有する65 gの水を、1 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

【0048】

実施例9 X90 - 1067 - 99 - 11

【0049】

180 gの調剤1 (35% MMA / 35% IBMA / 30% HEMA)、200 gのエタノール、及び濃硫酸2滴を、1000 mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。ポットの内容物を、70 まで、又は、混合物が完全に可溶化するまで加熱した。ポットの温度が50 を下回らないように、417 gのTEOSをゆっくり加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、濃硫酸2滴を含有する65 gの水を、0.5 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

10

【0050】

実施例10 X90 - 1067 - 55 - 7

20

【0051】

180 gの調剤1 (35% MMA / 35% IBMA / 30% HEMA)、833 gのTEOS、411 gのエタノール、及び濃硫酸3滴を、2000 mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、濃硫酸3滴を含有する130 gの水を、0.5 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。上記のようにして得られた物質50 mL、50 gのイソプロピルアルコール、及び5 gのチタン酸テトライソプロピルを、250 mLのガラス瓶に投入して溶液を形成した。次いで溶液をアルミプレート上に引き延ばし、環境下で硬化させてコーティングを形成した。

30

【0052】

実施例11 X90 - 1078 - 2 - 39 (10% OTEOSを有する25% アクリル系)

【0053】

100 gの調剤3 (34% MMA / 46% BA / 30% HEMA)、150 gのアルコール試薬、及び濃硫酸2滴を、1000 mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30 - 70 に加熱した。TEOS / OTEOS (オクチルトリエトキシシラン) の混合物 (375 gのTEOS、及び、55.3 gのOTEOS) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、濃硫酸2滴を含有する63 gの水を1 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

40

【0054】

実施例12 X90 - 1078 - 3 - 40 (10% OTEOSを有する25% アクリル系)

【0055】

97.7 gの調剤4 (10% MMA / 27% MA / 30% HEMA / 33% BA)、153 gのアルコール試薬、及び濃硫酸2滴を、1000 mLの四口丸底フラスコに投入し

50

た。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30 - 70 に加熱した。TEOS / OTEOS (オクチルトリエトキシシラン) の混合物 (380 g のTEOS、及び、55.3 g のOTEOS) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、濃硫酸2滴を含有する63 gの水を1 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

【0056】

実施例13 X90 - 1078 - 6 - 41 (20% OTEOSを有する45%アクリル系)

10

【0057】

40.9 gの調剤3 (34% MMA / 46% BA / 30% HEMA)、25 gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250 mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30 - 70 に加熱した。TEOS / OTEOS (オクチルトリエトキシシラン) の混合物 (55.5 g のTEOS、及び、18.4 g のOTEOS) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.2 gの水を0.5 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

20

【0058】

実施例14 X90 - 1078 - 7 - 42 (20% OTEOSを有する45%アクリル系)

【0059】

40.9 gの調剤4 (10% MMA / 27% MA / 30% HEMA / 33% BA)、25 gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250 mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30 - 70 に加熱した。TEOS / OTEOS (オクチルトリエトキシシラン) の混合物 (55.5 g のTEOS、及び、18.4 g のOTEOS) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.3 gの水を0.5 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

30

【0060】

実施例15 X90 - 1078 - 10 - 43 (20% OTEOSを有し除去された45%アクリル系)

【0061】

41.6 gの調剤2 (20% MMA / 20% IBMA / 50% HEMA / 10% BA)、33.3 gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250 mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポット及びヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30 - 70 に加熱した。TEOS / OTEOS (オクチルトリエトキシシラン) の混合物 (52.1 g のTEOS、及び、23 g のOTEOS) を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.1 gの水を0.5 - 2時間にわたって滴下した。次に混合物を1時間還流し、濃縮して大部分のエタノールを除去し、アセトン中で混合物を再構成した。続いて生成物を室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

40

【0062】

実施例16 X90 - 1078 - 20 - 45 (5% OTEOS / 20% IBTMOsを

50

有する45%アクリル系)

【0063】

45.6gの調剤1(35%IBMA/35%MMA/20%HEMA)、25gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30-70に加熱した。TEOS/OTEOS(オクチルトリエトキシシラン)/IBTMOS(イソブチルトリメトキシシラン)の混合物(52.1gのTEOS、4.61gのOTEOS、及び、11.9gのIBTMOS)を加えた。次いで、ポットの内容物を65±5に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.1gの水を0.5-2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

10

【0064】

実施例17 X90-1078-20-46(25%IBTMOSを有する45%アクリル系)

【0065】

45.6gの調剤1(35%IBMA/35%MMA/20%HEMA)、25gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30-70に加熱した。TEOS/IBTMOS(イソブチルトリメトキシシラン)の混合物(53.2gのTEOS、及び、14.8gのIBTMOS)を加えた。次いで、ポットの内容物を65±5に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.1gの水を0.5-2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

20

【0066】

実施例18 X90-1072-64-27(5%OTEOS/5%IBTMOSを有する35%アクリル系)

【0067】

30gの調剤1(35%IBMA/35%MMA/20%HEMA)、36gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30-70に加熱した。TEOS/OTEOS(オクチルトリエトキシシラン)/IBTMOS(イソブチルトリメトキシシラン)の混合物(62.5gのTEOS、4.61gのOTEOS、及び、3.0gのIBTMOS)を加えた。次いで、ポットの内容物を65±5に加熱し、理論上90%の加水分解に要する、10.5gの水を0.5-2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

30

【0068】

実施例19 X90-1072-73-32(25%OTEOSを有する45%アクリル樹脂)

40

【0069】

41.6gの調剤2(20%MMA/20%IBMA/50%HEMA/10%BA)、33.5gのアルコール試薬、及び濃硫酸1滴を、250mLの一口丸底フラスコに投入した。フラスコには、マグネティックスターラー、ホットプレート、2つのクライゼンアダプタ、ポットの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を約30-70に加熱した。TEOS/OTEOS(オクチルトリエトキシシラン)の混合物(52.1gのTEOS、及び、23.0gのOTEOS)を加えた。次いで、ポットの内容物を65±5に加熱し、理論上90%の加水

50

分解に要する、10.1gの水を0.5 - 2時間にわたって滴下した。続いて混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、必要に応じて濾過した。

【0070】

実施例20 X90-1072-73-32を用いた透明コーティング及び評価

【0071】

実施例19によって得られたX90-1072-73-32を用い、表1に示すように、コーティング硬化剤有り又は無しの透明コーティングを調製した。実施例で使用したコーティング硬化剤としては、イソプロピルアルコール (IPA) 中10%のジラウリン酸ジブチルスズ (DBTDL)、IPA中10%のチタン酸テトライソプロピル (TIPT)、及び、オクタン酸亜鉛源としてAir Products社から得たZinc-Hexが含まれる。

10

【表1】

表1 コーティング混合物

サンプル	X90-1072-73-32, g	硬化剤
コントロール	10	なし
F-1072-91-DBTDL	10	10% DBTDL 1滴
F-1072-91-TIPT	10	10% TIPT 1滴
F-1072-91-ZincHex	10	8% ZincHex 1滴

20

【0072】

表1に示す各コーティング混合物を、Zinsser BINで下塗りした乾式壁上に5milに引き伸ばした。コーティングを環境条件下で硬化させ、温度約60℃及び相対湿度約50%において、約44時間から約48時間熱老化させた。

【0073】

このようにして得られたコーティングを、以下に記載するランク付方法及び評価方法によってランク付け及び評価した。得られた結果を表2に示す。

【0074】

コーティングのランク付方法及び評価方法

30

(1) 消去性：試験手順として、0 - 5の等級を用いて、硬化された各コーティングからのホワイトボードマーカーインクの除去を定量化した。下記の基準に従って、目視でそのコーティング表面を評価した。

0：紙のように、本質的にインクは除去されない。

1：拭き取ることで幾分かインクが除去されるが、色は依然としてしっかりと濃い。

2：拭き取ることで大部分のインクが除去されるが、依然として容易に色を視認できる。

3：ほとんど全てのインクが除去されるがゴーストが残る。

4：拭き取った後にかすかなゴーストが残る、あるいは、インクは完全に除去されるものの、許容し難いほどの量こす必要がある。

40

5：ガラスのように、1度か2度通せばインクが完全に除去される。

【0075】

(2) クラック：下記の基準に従ってA - Eの等級を用い、目視によりコーティング表面のクラックを定量化した。

A：いかなるクラックも生じない。

B：コーティングに視認できる微細なクラック、及び/又は端部に小さな剥がれ。

C：容易に視認されるクラック、及び/又は端部に著しい剥がれ。

D：コーティングが小さな粒子に割れるが、ある程度の密着性は残っている。

E：コーティングの完全な失敗、全体に剥がれ、実質的に密着性無し。

50

【 0 0 7 6 】

(3) マーカー摩耗耐性 : Sanford Corporation (Oakbrook, Illinois) の EXPO (登録商標) Original 及び EXPO (登録商標) Low Odor マーカーを使用して、硬化されたコーティングの表面上で約 30 秒間、1 つのスポットでマーカーを完全には損なわないように、(10 セント硬貨ほどの大きさの) 円をできる限り強く、繰り返し描いた。マーキング材料を数秒間乾燥させ、ペーパータオルを用いて拭き取った。拭き取った後、下記の基準に従って、マーカー摩耗耐性を定性的に目視で評価した。

+ : コーティング光沢の著しい変化、残留しみ、基板からのコーティングの剥がれのいずれも見られない。

0 : コーティング光沢に極めてわずかな衰えがあるが、残留しみ及び基板からのコーティングの剥がれは無い。

- : コーティング光沢の著しい衰え、残留インクしみ、及び / 又は基板からのコーティングの剥がれが見られる。

【 表 2 】

表2 コーティングのランク付け及び評価

サンプル	消去性	クラック	マーカー摩耗耐性
コントロール	5	A	+
F-1072-91-DBTDL	5	A	+
F-1072-91-TIPT	5	A	+
F-1072-91-ZincHex	5	A	+

【 0 0 7 7 】

実施例 2 1 X 9 0 - 1 0 7 2 - 5 9 - 2 6 を用いたコーティングに対するコロイド状シリカフィラーの効果

【 0 0 7 8 】

最終的なコーティングの特性におけるコロイド状シリカフィラーの効果を、実施例 1 で得た基材 X 9 0 - 1 0 7 2 - 5 9 - 2 6 を用いて試験した。2 つのコロイド状シリカフィラー、I P A S T 及び I P A S T - U P (日産化学) を使用した。I P A S T は、直径約 1 0 - 1 5 n m の球形粒子を含み、固体含量が約 3 0 - 3 1 重量 % である。I P A S T - U P は、約 1 0 - 1 5 n m x 4 0 - 1 0 0 n m の細長い粒子を含み、固体含量が約 1 5 - 1 6 重量 % である。これら 2 つのコロイド状シリカフィラーは、どちらもイソプロピルアルコール中に存在した。これら 2 つの粒子を様々な重量パーセントで基材 X 9 0 - 1 0 7 2 - 5 9 - 2 6 に加え、表 3 及び表 4 に示す混合物を形成した。混合物は 1 5 x 1 5 0 m m の試験管中で形成し、手で振り混ぜた。次に、5 m i l 引き延ばし棒を用いて、アルミプレート及び Zinsser BIN で下塗りした乾式壁の上に混合物を塗布した。コーティングを環境条件下で硬化させ、温度約 6 0 及び相対湿度約 5 0 % において、約 4 4 時間から約 4 8 時間熱老化させた。実施例 2 0 に記載したランク付け方法及び評価方法によって、こうして得たコーティングをランク付け及び評価した。得られた結果を表 5、表 6、表 7、及び表 8 に示す。

【表 3】

表3 IPA STを有するコーティング混合物

サンプル	X90-1072-59-26, g	IPA ST, wt%
コントロール	10	0
FX-1072-59-26-ST-1	10	0.1
FX-1072-59-26-ST-2	10	0.25
FX-1072-59-26-ST-3	10	0.5
FX-1072-59-26-ST-4	10	1
FX-1072-59-26-ST-5	10	2

10

【表 4】

表4 IPA ST-UPを有するコーティング混合物

サンプル	X90-1072-59-26, g	IPA ST-UP, wt%
コントロール	10	0
FX-1072-59-26-STUP-1	10	0.1
FX-1072-59-26-STUP-2	10	0.25
FX-1072-59-26-STUP-3	10	0.5
FX-1072-59-26-STUP-4	10	1
FX-1072-59-26-STUP-5	10	2

20

【表 5】

表5 乾式壁に対するIPA ST含有コーティングの評価

サンプル	消去性	クラック	マーカー摩耗耐性
コントロール	4	A	+
FX-1072-59-26-ST-1	5	A	+
FX-1072-59-26-ST-2	4	A	+
FX-1072-59-26-ST-3	5	A	+
FX-1072-59-26-ST-4	5	A	+
FX-1072-59-26-ST-5	5	A	+

30

40

【表6】

表6 アルミプレートに対するIPA ST含有コーティングの評価

サンプル	消去性	クラック	マーカー摩耗耐性
コントロール	5	B	+
FX-1072-59-26-ST-1	5	B	+
FX-1072-59-26-ST-2	5	A	+
FX-1072-59-26-ST-3	5	A	+
FX-1072-59-26-ST-4	5	B	+
FX-1072-59-26-ST-5	5	A	+

10

【表7】

表7 乾式壁に対するIPA ST-UP含有コーティングの評価

サンプル	消去性	クラック	マーカー摩耗耐性
コントロール	4	A	+
FX-1072-59-26-STUP-1	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-2	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-3	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-4	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-5	5	A	+

20

30

【表8】

表8 アルミプレートに対するIPA ST-UP含有コーティングの評価

サンプル	消去性	クラック	マーカー摩耗耐性
コントロール	5	B	+
FX-1072-59-26-STUP-1	5	B	+
FX-1072-59-26-STUP-2	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-3	5	A	+
FX-1072-59-26-STUP-4	5	B	+
FX-1072-59-26-STUP-5	5	B	+

40

50

【 0 0 7 9 】

実施例 2 2 X 9 0 - 1 0 7 2 - 9 7 - 3 8

【 0 0 8 0 】

J R E Z 8 4 - 1 3 (1 0 % M M A / 2 7 % M A / 3 0 % H E M A / 3 3 % B A)、アルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、T E O S / O T E O S (オクチルトリエトキシシラン) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、理論上 9 0 % の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 2 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。(端部周辺に容易に視認されるクラック及び薄片。)

10

【 0 0 8 1 】

実施例 2 3 X 9 0 - 1 0 8 4 - 8 3 - 7 0

【 0 0 8 2 】

アクリル系 1 0 8 8 - 3 - A (3 7 % のスチレン、1 3 % のアクリル酸 2 - エチルヘキシル、及び 5 0 % の H E M A)、アルコール試薬、及び濃硫酸 3 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、T E O S / オクチルトリメトキシシラン (O T M O S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、理論上 9 0 % の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 3 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。(変色したコーティング、マーカーによるコーティングの穴、ワックス状の薄片が観測された。)

20

【 0 0 8 3 】

実施例 2 4 X 9 0 - 1 0 8 4 - 8 6 - 7 1

【 0 0 8 4 】

J R E Z 8 4 - 1 1 (2 0 % I B M A / 2 0 % M M A / 5 0 % H E M A / 1 0 % B A)、アルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、T E O S / オクチルトリメトキシシラン (O T M O S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 6 5 ± 5 に加熱し、理論上 9 0 % の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 2 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。わずかに性能劣る。(特に摩耗試験において、マーカーのわずかな残留。)

30

40

【 0 0 8 5 】

実施例 2 5 X 9 0 - 1 0 8 4 - 8 1 - 6 9

【 0 0 8 6 】

J R E Z 8 4 - 1 1 (2 0 % I B M A / 2 0 % M M A / 5 0 % H E M A / 1 0 % B A)、アルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1 0 0 0 m L の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、ガラスビーズを充填したカラム、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 3 0 - 7 0 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、T E O S / オクチルトリメトキシシラン (O T M O S) の混合物を加えた

50

。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流した。還流後に、ポット中の物質を除去した。ポットに酢酸tert-ブチルを加えて除去された物質と置換した。エタノールを可能な限り除去した後、内容物を室温まで冷却し、ビンに詰めた。性能劣る。（マーカー摩耗試験において。）

【0087】

実施例26 1084-67-67

【0088】

アクリル系F-1084-61-3（30%のメタクリル酸2-ヒドロキシエチル、30%のアクリル酸2-ヒドロキシエチル、30%のメタクリル酸メチル、及び、10%のアクリル酸tert-ブチル）、アルコール試薬、及び濃硫酸4滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/オクチルトリメトキシシラン（OTMOS）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。（マーカー色の残留、摩耗試験で欠陥、光沢の消失。）

10

【0089】

実施例27 1084-66-66

20

【0090】

アクリル系F-1084-59-2（50%のメタクリル酸2-ヒドロキシエチル、40%のメタクリル酸メチル、及び10%のアクリル酸tert-ブチル）、アルコール試薬、及び濃硫酸4滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/オクチルトリメトキシシラン（OTMOS）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。（拭き取り消去性試験でマーカー残留、摩耗試験でコーティングの変形、オープン中で15日後にわずかなクラック発生。）

30

【0091】

実施例28 1084-64-65

【0092】

アクリル系F-1084-61-3（30%のメタクリル酸2-ヒドロキシエチル、30%のアクリル酸2-ヒドロキシエチル、30%のメタクリル酸メチル、及び、10%のアクリル酸tert-ブチル）、アルコール試薬、及び濃硫酸4滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/イソブチルトリメトキシシラン（IBTMOS）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。（摩耗試験において、全てではないが、いくつかの基板の表面に穴が発生。30日後にクラックが発生するまでは良好な性能。）

40

【0093】

50

実施例 29 1084 - 63 - 64

【0094】

アクリル系 F - 1084 - 59 - 2 (50%のメタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル、40%のメタクリル酸メチル、及び10%のアクリル酸 tert - ブチル)、アルコール試薬、及び濃硫酸 4 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS / イソブチルトリメトキシシラン (IBTMO S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上 90% の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 2 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。(硬化の 5 日後にクラック発生。)

10

【0095】

実施例 30 1084 - 55 - 63

【0096】

アクリル系 F - 1084 - 51 - 1 (50%のアクリル酸 2 - ヒドロキシエチル、40%のメタクリル酸メチル、及び10%のアクリル酸 tert - ブチル)、アルコール試薬、及び濃硫酸 4 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS / イソブチルトリメトキシシラン (IBTMO S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上 90% の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 2 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。(クラック発生、摩耗試験不合格。)

20

【0097】

実施例 31 1084 - 54 - 62

【0098】

JREZ 84 - 11 (20% IBMA / 20% MMA / 50% HEMA / 10% BA)、アルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS / イソブチルトリメトキシシラン (IBTMO S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を 65 ± 5 に加熱し、理論上 90% の加水分解に要する十分な水 (濃硫酸 2 滴含有) を 1 - 2 時間にわたって滴下した。混合物を 1 時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。(軽い消去性試験不合格。摩耗試験でコーティングにマーカーが吸収された。)

30

40

【0099】

実施例 32 1084 - 46 - 61

【0100】

JREZ 84 - 11 (20% IBMA / 20% MMA / 50% HEMA / 10% BA)、アルコール試薬、及び濃硫酸 2 滴を、1000 mL の四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を 30 - 70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS / イソブチルトリメトキシシラン (IBTMO S) の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を

50

65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。わずかに性能劣る。（ほんのわずかなクラック。最小限度のマーカ-残留物で拭き取り消去性及び摩耗試験を合格することが多い。）

【0101】

実施例33 1084-34-58

【0102】

JREZ84-11（20%IBMA/20%MMA/50%HEMA/10%BA）、アルコール試薬、及び濃硫酸2滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/イソブチルトリメトキシシラン（IBTMO S）/オクチルトリエトキシシラン（OTEO S）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。良好な性能。（いくつかの基板上でわずかなクラックが観測された。）

10

【0103】

実施例34 1084-33-57

20

【0104】

JREZ84-11（20%IBMA/20%MMA/50%HEMA/10%BA）、アルコール試薬、及び濃硫酸2滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/イソブチルトリメトキシシラン（IBTMO S）/イソブチルトリエトキシシラン（IBTEO S）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸2滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。性能劣る。（全ての基板上でクラック。拭き取り消去性及び摩耗試験のいくつかは合格した。）

30

【0105】

実施例35 1084-6-53

【0106】

JREZ84-11（20%IBMA/20%MMA/50%HEMA/10%BA）、アルコール試薬、及び濃硫酸10滴を、1000mLの四口丸底フラスコに投入した。フラスコには、オーバーヘッドメカニカルスターラー、濃縮器、添加漏斗、クライゼンアダプタ、及び、ポットとヘッドスペースの温度を測定する温度プローブが備えられている。混合物が完全に可溶化するまで、ポットの内容物を30-70 に加熱した。接触点不相溶性又は温度が下がったことによる不相溶性を誘発しない最高速度で、TEOS/イソブチルトリメトキシシラン（IBTMO S）の混合物を加えた。次いで、ポットの内容物を65 ± 5 に加熱し、理論上90%の加水分解に要する十分な水（濃硫酸9滴含有）を1-2時間にわたって滴下した。混合物を1時間還流し、室温まで冷却し、濾過した。アルミ基板上で試験した場合に性能が優れていた。（良好な性能。）

40

【手続補正書】

【提出日】平成26年1月6日(2014.1.6)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上に広げられ、表面を有する硬化透明アクリルコーティングを備え、前記コーティングは、任意にコーティング硬化剤を有する担体中の基材から形成され、

前記基材は、ヒドロキシル基含有アクリル樹脂、アルコール、シラン化合物、水、及び、酸触媒を反応させることにより生成されるコーティング生成物。

【請求項 2】

前記ヒドロキシル基含有アクリル樹脂は、ヒドロキシル基含有アクリルモノマーと他のエチレン性不飽和基含有モノマーとを共重合することにより生成される請求項 1 に記載のコーティング生成物。

【請求項 3】

前記アルコールは、メタノール、エタノール、2 - プロパノール、ブタノール、イソブタノール、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される請求項 1 または 2 に記載のコーティング生成物。

【請求項 4】

前記シラン化合物は、一般化学式 $R_n Si(OR')_{4-n}$ を有し、R 及び R' はそれぞれ独立な炭化水素基を表し、n は $0 < n < 4$ である請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

【請求項 5】

前記酸触媒は、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

本明細書によれば、以下の項目 1 から 11 の構成もまた開示される。

[項目 1] 基板上に広げられ、表面を有する硬化透明アクリルコーティングを備え、前記コーティングは、任意にコーティング硬化剤を有する担体中の基材から形成されるコーティング生成物。

[項目 2] 前記コーティングは環境条件下で硬化される項目 1 に記載のコーティング生成物。

[項目 3] 前記表面がマーキング材料によって書き込まれた後、前記マーキング材料が実質的に視認できないように前記表面から消去される項目 1 または 2 に記載のコーティング生成物。

[項目 4] 前記基材は、ヒドロキシル基含有アクリル樹脂、アルコール、シラン化合物、水、及び、酸触媒を反応させることにより生成される項目 1 から 3 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

[項目 5] 前記ヒドロキシル基含有アクリル樹脂は、ヒドロキシル基含有アクリルモノマーと他のエチレン性不飽和基含有モノマーとを共重合することにより生成される項目 4 に記載のコーティング生成物。

[項目 6] 前記アルコールは、メタノール、エタノール、2 - プロパノール、ブタノール、イソブタノール、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される項目 4 または 5 に記載のコーティング生成物。

[項目 7] 前記シラン化合物は、一般化学式 $R_n Si(OR')_{4-n}$ を有し、R 及び R' はそれぞれ独立な炭化水素基を表し、n は $0 < n < 4$ である項目 4 から 6 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

[項目 8] 前記酸触媒は、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、及び、これらの組み合わせから成るグループから選択される項目 4 から 7 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。



[項目 9] 前記担体は、水性溶剤、非水性溶剤、又は、これらの組み合わせである項目 1 から 8 のいずれか 1 項に記載のコーティング生成物。

[項目 10] 前記マーキング材料は顔料及び溶剤を含む項目 3 に記載のコーティング生成物。

[項目 11] 担体中の基材及びコーティング硬化剤から形成され、環境条件下で硬化可能なコーティングを基板に塗布する段階を備えるコーティング生成物の形成方法。

以下に記載する実施例は、ここに開示及び請求される発明概念の特定の実施形態を例示するものである。これらの実施例は、ここに開示及び請求される発明概念の範囲を制限することを意図するものではない。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2012/041805
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C09D 133/04(2006.01); C09D 7/12(2006.01); C09D 4/02(2006.01)</i>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09D 133/04; B05D 5/00; C08F 220/34; B32B 3/26; C09J 7/02; C09D 175/04; C09J 11/00; C08F 220/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: "coating", "acrylic resin", "carrier", "silane", "acid catalyst", "methanol", "colorant", "marking material"		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2010-0092671 A1 (GOSCHA JOHN et al.) 15 April 2010 See abstract, claims 1,2,4,16-19,28,34,37,40,53,55, paras.[0064],[0094],[0095], [0104],[0122]-[0126].	1-3,9-11 4-8
A		
X	KR 10-2010-0082734 A (IDEAPAIN, INC.) 19 July 2010 See abstract, paras.[0009],[0010],[0018],[0031],[0038],[0046],[0111],[0113],[0139]-[0146].	1-3,9-11 4-8
A		
A	KR 10-2000-0021808 A (SKC CO., LTD.) 25 April 2000 See abstract, pages 3,4.	1-11
A	KR 10-2001-0058978 A (KOREA CHEMICAL CO., LTD.) 06 July 2001 See abstract, pages 5,6.	1-11
A	KR 10-0808208 B1 (HI-CO CO., LTD.) 29 February 2008 See abstract, claims 1,4,7,8.	1-11
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 30 JANUARY 2013 (30.01.2013)		Date of mailing of the international search report 31 JANUARY 2013 (31.01.2013)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office 189 Cheongsu-ro, Seo-gu, Daejeon Metropolitan City, 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer CHOI, Chun Sic Telephone No. 82-42-481-5563 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2012/041805

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2010-0092671 A1	15.04.2010	AU 2009-270809 A1	21.01.2010
		CA 2731219 A1	21.01.2010
		CN 102159331 A	17.08.2011
		EP 2313209 A1	27.04.2011
		JP 2011-528612 A	24.11.2011
		KR 10-2011-0033267 A	30.03.2011
		MX 2011000710 A	21.03.2011
		WO 2010-009384 A1	21.01.2010
KR 10-2010-0082734 A	19.07.2010	AU 2010-200029 A1	29.07.2010
		CA 2689732 A1	09.07.2010
		CN 101818014 A	01.09.2010
		EP 2208766 A2	21.07.2010
		EP 2208766 A3	25.04.2012
		JP 2010-158892 A	22.07.2010
		US 2009-0148603 A1	11.06.2009
		US 8309653 B2	13.11.2012
WO 2009-011694 A1	22.01.2009		
KR 10-2000-0021808 A	25.04.2000	None	
KR 10-2001-0058978 A	06.07.2001	None	
KR 10-0808208 B1	29.02.2008	None	

 フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA

(72)発明者 エマーソン、アダム、ダブリュー。

アメリカ合衆国 4 8 1 1 1 ミシガン州、ベルヴィル ダン ロード 4 5 1 7 1

Fターム(参考) 4D075 CA15 CA31 DA06 DC27 EB22 EB43 EC30 EC37 EC60

4F100 AK25B AK52B AT00A BA02 BA03 CA02B CA13B CA30B EH46B HB31C

JB12B JN01B

4J038 CG001 GA03 HA096 HA336 HA376 HA406 JA17 JC30 KA03 KA04

KA06 MA07 MA08 NA01 PA07 PA18 PB05 PB06 PC08