

(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2013-523972

(P2013-523972A)

(43) 公表日 平成25年6月17日(2013.6.17)

(51) Int.Cl.

C08G 18/42 (2006.01)
C08G 18/73 (2006.01)
C08G 18/75 (2006.01)

F 1

C08G 18/42
C08G 18/73
C08G 18/75

テーマコード(参考)

4 J 0 3 4

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 39 頁)

(21) 出願番号 特願2013-503742 (P2013-503742)
(86) (22) 出願日 平成23年4月5日 (2011.4.5)
(85) 翻訳文提出日 平成24年12月7日 (2012.12.7)
(86) 国際出願番号 PCT/US2011/000609
(87) 国際公開番号 WO2011/126562
(87) 国際公開日 平成23年10月13日 (2011.10.13)
(31) 優先権主張番号 61/322,421
(32) 優先日 平成22年4月9日 (2010.4.9)
(33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 503349707
バイエル・マテリアルサイエンス・リミテッド・ライアビリティ・カンパニー
Bayer MaterialScience LLC
アメリカ合衆国15205-9741ペンシルベニア州ピッツバーグ、バイエル・ロード100番
(74) 代理人 100081422
弁理士 田中 光雄
(74) 代理人 100101454
弁理士 山田 卓二
(74) 代理人 100104592
弁理士 森住 憲一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ポリアスパラギン酸2成分被覆組成物

(57) 【要約】

a) 脂肪族イソシアネート官能性物質およびb) 脂環式イソシアネート官能性物質を含むイソシアネート官能性成分(A)、および少なくとも1つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分(B)の反応生成物を含むポリウレア被覆組成物。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および

b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも 1 つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分 (B)

の反応生成物を含むポリウレア被覆組成物。

【請求項 2】

脂肪族イソシアネート官能性物質は、ヘキサメチレンジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性エーテル化合物の反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。 10

【請求項 3】

脂肪族イソシアネート官能性物質は、ヘキサメチレンジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性エーテル化合物のアロファネート反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 4】

脂肪族イソシアネート官能性物質は、ヘキサメチレンジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性ポリエーテルのアロファネート反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 5】

脂肪族イソシアネート官能性物質は、ヘキサメチレンジイソシアネートおよび DMC 触媒作用を用いて製造されたヒドロキシ官能性ポリエーテルのアロファネート反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。 20

【請求項 6】

脂肪族イソシアネート官能性物質は、ヘキサメチレンジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性エーテル化合物、少なくとも 4 のイソシアネート官能価、-40 未満のガラス転移温度および 10 % 未満の % NCO を有する脂肪族イソシアネート官能性物質のアロファネート反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 7】

脂環式イソシアネート官能性物質は、イソホロンジイソシアネートおよび单官能性アルコールの反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。 30

【請求項 8】

脂環式イソシアネート官能性物質は、イソホロンジイソシアネートおよび单官能性アルコールのアロファネート変性イソシアヌレートトリマー反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 9】

脂環式イソシアネート官能性物質は、イソホロンジイソシアネートおよびメタノール、エタノール、n - プロパノール、イソプロパノール、ブタノール異性体、ペンタノール異性体、ヘキサノール異性体、ヘプタノール異性体、オクタノール異性体、ノナノール異性体、デカノール異性体、2 - エチルヘキサノール、トリメチルヘキサノール、シクロヘキサノール、11 ~ 20 個の炭素原子を有する脂肪アルコール、ビニルアルコール、アリルアルコールおよび任意のこれらの組み合わせからなる群から選択される单官能性アルコールのアロファネート変性イソシアヌレートトリマー反応生成物を含む、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。 40

【請求項 10】

脂環式イソシアネート官能性物質は、イソホロンジイソシアネートおよび单官能性アルコールの反応生成物を含み、該脂環式イソシアネート官能性物質は、少なくとも 2 . 3 のイソシアネート官能価および 25 および 65 の間のガラス転移温度を有する、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 11】

10

20

30

40

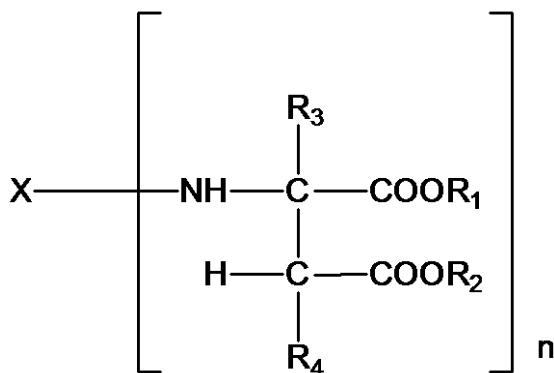
50

脂環式イソシアネート官能性物質と脂肪族イソシアネート官能性物質の重量比は、約 95 : 5 ~ 約 50 : 50 である、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 1 2】

ポリアスパラギン酸エステルは、式：

【化 1】



10

[式中、X は、n の値数を有し、および 100 以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基、好ましくは脂肪族、芳香脂肪族または脂環式ポリアミン、より好ましくはジアミンからアミノ基を除去することにより得られた基、より好ましくは炭化水素基を表し、および

R₁ および R₂ は、同一または異なっていてよく、100 以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基、好ましくは 1 ~ 9 個の炭素を含有するアルキル基、より好ましくはメチル基、エチル基またはブチル基を表し、または R₁ および R₂ は、-炭素原子と共に脂環式またはヘテロ環式環を形成し、

R₃ および R₄ は、同一または異なっていてよく、水素または 100 以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基を表し、および

n は、少なくとも 2、好ましくは 2 ~ 6、より好ましくは 2 ~ 4、最も好ましくは 2 の値を有する]

で示される、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 1 3】

X は、アミノ基を脂肪族、芳香脂肪族または脂環式ジアミンから除去することにより得られた炭化水素基を表し、

R₁ および R₂ は、同一または異なっていてよく、およびメチル基、エチル基またはブチル基を表し、

R₃ および R₄ は、水素を表し、および

n は、2 の値を有する、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

30

【請求項 1 4】

a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および

b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも 1 つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分 (B)

40

の反応生成物から実質的に構成される、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 1 5】

a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および

b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも 1 つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分 (B)

40

の反応生成物からなる、請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項 1 6】

50

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約20:1~1:20である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項17】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約10:1~1:10である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項18】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約5:1~1:5である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項19】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約3:1~1:3である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項20】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約2:1~1:2である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項21】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約1.5:1~1:1.5である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項22】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約1.2:1~1:1.2である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項23】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、約1.1:1~1:1.1である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項24】

イソシアネート(A)のNCO基とイソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基の当量比は、1:1である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項25】

イソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基は、-OH基および-NH基である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項26】

イソシアネート反応性基成分(B)のイソシアネート反応性基は、専ら-NH基である、請求項1に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項27】

ポリアスパラギン酸エステルは、-NHのみの官能性化合物である、請求項22に記載のポリウレア被覆組成物。

【請求項28】

請求項1に記載のポリウレア被覆組成物を金属基材へ直接塗布する工程およびポリウレア被覆組成物を硬化する工程を含んでなる、金属基材を被覆する方法。

【請求項29】

金属基材は、新しいまたは風化した亜鉛めっき鋼である、請求項24に記載の方法。

【請求項30】

金属基材は、処理または未処理鋼である、請求項24に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 3 1】

金属基材は、アルミニウムである、請求項 2 4 に記載の方法。

【請求項 3 2】

金属基材は、金属合金である、請求項 2 4 に記載の方法。

【請求項 3 3】

請求項 1 に記載のポリウレア被覆組成物で被覆された基材。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0 0 0 1】**

イソシアネート化学に基づく組成物は、例えば塗料、プライマー等の被覆物における成分として有用性を見出す。イソシアネート系被覆組成物としては、例えばジイソシアネート、ポリイソシアネートおよび / またはイソシアネート反応生成物のような成分を含む樹脂から形成されたポリウレタンまたはポリウレア被覆物が挙げられる。これらの樹脂は、種々の機構により硬化し得、共有結合が樹脂成分の間で形成され、これにより架橋ポリマー・ネットワークが生じる。

10

【背景技術】**【0 0 0 2】**

良好な接着性および性能特性を有する直接金属周囲急速硬化被覆物は、被覆物工業において常に課題であった。硬化速度と組み合わせた高いスループット速度は、素早くかつ適時に行われた部品を得る金属塗布装置について最重要である。

20

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0 0 0 3】**

ポリアスパラギン酸エステルに基づくポリウレア被覆物は、かなりの成功裏に使用されている。しかしながら、このような被覆物での一論点は、許容できる速度にて硬化し、および金属基材へ良好な接着性を示す被覆組成物を提供することである。本発明の目的は、上記課題を解消することができる被覆法を提供することである。

【課題を解決するための手段】**【0 0 0 4】**

一実施態様では、本発明は、

30

- a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および
- b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも 1 つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分 (B)

の反応生成物を含むポリウレア被覆組成物を対象とする。

【発明を実施するための形態】**【0 0 0 5】**

他の実施態様では、本発明は、

40

- a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および
- b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも 1 つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分 (B)

の反応生成物から本質的に構成されるポリウレア被覆組成物を対象とする。

【0 0 0 6】

他の実施態様では、本発明は、

50

- a) 脂肪族イソシアネート官能性物質、および
- b) 脂環式イソシアネート官能性物質

を含むイソシアネート官能性成分 (A)、および

少なくとも1つのポリアスパラギン酸エステル成分を含むイソシアネート反応性成分(B)

の反応生成物からなるポリウレア被覆組成物を対象とする。

【 0 0 0 7 】

本発明は、本概要に開示される実施態様に限定されないと理解される。本発明は、請求項によってのみ定義される発明の範囲内にある変形を覆うと意図される。

【 0 0 0 8 】

開示実施態様の特定の記載は、開示実施態様の明確な理解に関する要素、特徴および態様のみを例示するために、他の要素、特徴および態様を明確性のために排除して簡易化されていると理解されるべきである。当業者は、開示実施態様の本記載を考慮することにより、他の要素および/または特徴が、開示の実施態様の特定の実施または用途に望ましいことであり得ることを理解する。しかしながら、このような他の要素および/または特徴は、開示実施態様の本記載を考慮することにより容易に確認され、開示実施態様の完全な理解について必要ではないので、該要素および/または特徴の記載は、本明細書に与えられない。このように、本明細書に示される記載は、開示の実施態様の単なる例示および説明であり、特許請求の範囲によってのみ定義される本発明の範囲を制限するものではない。

【 0 0 0 9 】

特許請求の範囲を含む本開示では、特記のない限り、量または特性を表す全ての数字は、全ての場合において用語「約」により前置および修飾されると理解される。従って、特記のない限り、以下の記載に示された任意の数値パラメーターは、本開示に従う組成物および方法により得ようとする所望の特性に応じて変化し得る。少なくとも、特許請求の範囲への均等論の適用を制限しようとする試みではなく、本明細書に記載の各数値パラメーターは少なくとも、多くの公表有効数字を考慮して、および通常、四捨五入法を適用することにより解釈されるべきである。

【 0 0 1 0 】

また、本明細書に記載の任意の数値範囲は、それに包含される全ての副範囲を含むものである。例えば「1～10」の範囲は、記載最小値の1および記載最大値の10(これらの値を含む)の間で、すなわち、1以上の最小値および10以下の最大値を有する、全ての副範囲を含むものとする。本明細書に記載の任意の最大数値限定は、それに包含される全てのより低い数値限定を含むものであり、本明細書に記載の任意の最小数値限定は、それに包含される全てのより大きい数値限定を含むものである。従って、出願人は、そこに明確に記載の範囲内に包含される任意の副範囲を明確に記載するために、特許請求の範囲を含む本明細書の開示を補正する権利を保有する。全てのこのような範囲は、本明細書に本質的に開示され、任意のこのような副範囲を明確に記載する補正是、35U.S.C. § 112、第1段落および35U.S.C. § 132(a)の要件に適合するものである。

【 0 0 1 1 】

文法的記述「1つの(one)」、「1つの(a)」、「1つの(an)」および「その(the)」は、本発明では、特記のない限り「少なくとも1つの(at least one)」または「1以上の(one or more)」を含むものである。従って、該記述は、記述の文法的物体の1以上を称するために本明細書に用いる。例えば「1つの(a)成分」は、1以上の成分のことであり、従って場合により、1以上の成分が考慮され、および採用または使用され得る。

【 0 0 1 2 】

全体的または部分的に、参照により本明細書に組み込まれると記載される任意の特許、刊行物または他の開示材料は、その全体において本明細書に組み込まれるが、存在する定義、記載またはこの開示に明らかに記載される他の開示材料と競合しない程度にのみ本明細書に組み込まれる。このように、必要な程度にまで、本明細書に記載の表現開示は、参照により本明細書に組み込まれる任意の競合する材料に代替される。存在する定義、記載

10

20

30

40

50

または本明細書に記載の他の開示材料と競合する、本明細書に参照により組み込まれると記載される任意の材料またはその一部は、組み込まれた材料および存在する開示の材料の間で競合が生じない程度に単に組み込まれるだけである。

【0013】

本発明では、用語「脂肪族」は、構成物質炭素原子の置換または非置換の直鎖、分枝鎖および／または環式鎖を特徴とする有機化合物のことである。脂肪族化合物は、化合物の分子構造の一部として芳香族環を含まない。本発明では、用語「脂環式」とは、閉環構造における炭素原子の配置を特徴とする有機化合物のことである。脂環式化合物は、化合物の分子構造の一部として芳香族環を含まない。従って、脂環式化合物は、脂肪族化合物の一部である。従って、脂肪族組成物は、脂肪族化合物および／または脂環式化合物を含み得る。

10

【0014】

本発明では、用語「ジイソシアネート」とは、2つのイソシアネート基を含有する化合物のことである。本発明では、用語「ポリイソシアネート」とは、2以上のイソシアネート基を含有する化合物のことである。従って、ジイソシアネートは、ポリイソシアネートの一部である。

【0015】

イソシアネート成分(A)は、脂肪族イソシアネート官能性物質および脂環式イソシアネート官能性物質の組み合わせを含み得る。脂肪族イソシアネート官能性物質は、脂肪族ジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性エーテル化合物の反応生成物を含み得る。脂環式イソシアネート官能性物質は、脂環式ジイソシアネートおよび単官能性アルコールの反応生成物を含み得る。脂肪族イソシアネート官能性物質および脂環式イソシアネート官能性物質はそれぞれ、イソシアヌレート、イミノオキサジアジン、ウレットジオン、アロファネート、ビウレットおよび任意のこれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つの官能性基を含み得る。脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質は、2を越えるイソシアネート官能性を有するポリイソシアネートから製造され得、および／またはこれを含み得る。

20

【0016】

イソシアヌレートは、ポリイソシアネートの環式三量化により製造し得る。三量化は、例えば3当量のポリイソシアネートを反応させて1当量のイソシアヌレート環を製造することにより行い得る。3当量のポリイソシアネートは、3当量の同じポリイソシアネート化合物、または2または3の異なったポリイソシアネート化合物の種々の混合物を含み得る。例えばホスフィン、マンニッヒ塩基および第3級アミン、例えば1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン、ジアルキルピペラジン等のような化合物を、三量化触媒として用い得る。イミノオキサジアジンは、ポリイソシアネートの非対称環式三量化により製造し得る。ウレットジオンは、ポリイソシアネートの二量化により製造し得る。アロファネートは、ポリイソシアネートとウレタンとの反応により製造し得る。ビウレットは、少量の水および2当量のポリイソシアネートの添加、およびわずかに高温にてビウレット触媒の存在下で反応させることにより製造し得る。ビウレットは、ポリイソシアネートとウレアとの反応により製造し得る。

30

【0017】

イソシアヌレート、イミノオキサジアジン、ビウレット、ウレットジオンおよびアロファネートの製造に有用性を見出し得る、および開示工学的樹脂における使用のための脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得るポリイソシアネートとしては、脂肪族および脂環式ジイソシアネート、例えば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、1,6-ヘキサメチレンジイソシアネート(「HDI」)、2,2,4-トリメチル-1,6-ヘキサメチレンジイソシアネート、1,12-ドデカメチレンジイソシアネート、1-イソシアナト-3-イソシアナトメチル-3,5,5-トリメチル-シクロヘキサン(イソホロンジイソシアネートまたは「IPDI」)、ビス-(4-イソシアナトシクロヘキシル)メタン(「H_{1,2}MDI」)、ビ

40

50

ス - (4 - イソシアナト - 3 - メチル - シクロヘキシリ) メタンおよび任意のこれらの組み合わせ等が挙げられる。また、脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得る更なるポリイソシアネート(種々のジイソシアネートを含む)としては、米国特許第4810820号、同第5208334号、同第5124427号、同第5235018号、同第5444146号および同第7038003号(それぞれ、参照により本明細書に組み込まれる)に記載のポリイソシアネートが挙げられる。また、上に示した、および組み込まれたポリイソシアネートの任意の組み合わせを用いて脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質を製造し得る。

【0018】

種々の実施態様では、ポリイソシアネートおよびヒドロキシ官能性化合物の付加物を含むイソシアネート官能性物質は、イソシアネート成分(A)に有用性を見出し得る。イソシアネート官能性物質は、例えば脂肪族または脂環式ポリイソシアネートとヒドロキシ官能性化合物、例えば単官能性アルコール(「モノアルコール」または「モノオール」)、多官能性アルコール(「ポリオール」)、モノオールの混合物、ポリオールの混合物またはモノオールおよびポリオールの混合物等とを反応させることにより形成し得る。ポリイソシアネートは、ヒドロキシ官能性化合物と反応させて、ウレタン基および/またはアロファネート基を含むポリイソシアネート-ヒドロキシ化合物付加物を製造し得る。特定の実施態様では、ポリイソシアネートは、ヒドロキシ官能性化合物と1:1.5~1:20のOH:NCOモル比にて反応させ得る。他の実施態様では、ポリイソシアネートは、ヒドロキシ官能性化合物と1:2~1:15または1:5~1:15のOH:NCOモル比において反応させ得る。

10

20

30

40

50

【0019】

脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得るポリイソシアネートとしては、例えば上記の脂肪族および脂環式ジイソシアネートが挙げられる。また、イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得るポリイソシアネートとしては、例えば上記ジイソシアネートから製造されおよびイソシアヌレート基、イミノオキサジアジン基、ウレットジオン基、アロファネート基、ビウレット基および任意のこれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つの官能性基を含む化合物が挙げられる。

【0020】

脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得るヒドロキシ官能性化合物としては、例えば低分子量一価または多価脂肪族アルコール(必要に応じてエーテル基を含有し得る)、一価または多価脂環式アルコール(必要に応じてエーテル基を含有し得る)、ポリチオエーテル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリエーテルおよび任意のこれらの組み合わせが挙げられる。また、脂肪族および脂環式イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得るヒドロキシ官能性としては、例えば米国特許第4810820号、同第5208334号、同第5124427号、同第5235018号、同第5444146号および同第7038003号(それぞれ、参照により本明細書に組み込まれる)に記載のヒドロキシ含有化合物が挙げられる。

【0021】

種々の実施態様では、ヒドロキシ官能性ポリマーおよび/またはオリゴマー・ポリエーテルを用いて脂肪族イソシアネート官能性物質を製造し得る。本発明では、用語「ポリエーテル」とは、エーテル基を含有するポリマー化合物およびオリゴマー化合物のことである。脂肪族イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得るポリエーテルとしては、1~4個の遊離ヒドロキシリ基を有するポリエーテルが挙げられる。ポリエーテルは、例えばエポキシドのオリゴマー化または重合により製造し得る。このようなエポキシドとしては、例えばエチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブチレンオキシド、テトラヒドロフラン、スチレンオキシドまたはエピクロロヒドロリンが挙げられる。各エポキシドは、単独で(例えば三フッ化ホウ素の存在下で)、反応性水素原子を有する出発成分との混合物として、または反応性水素原子を有する出発成分へのエポキシドの連続付加により反応させ得る。ポリエーテルの製造に有用性を見出し得る出発成分としては、例えば水、アル

コールおよびフェノールが挙げられる。適当な出発成分としては、例えばエチレングリコール、(1,3)-および(1,2)-プロブレンジコールおよびトリメチロールプロパンが挙げられる。

【0022】

種々の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、ジイソシアネートおよびヒドロキシ官能性ポリエーテルの反応生成物を含む脂肪族イソシアネート官能性物質を含む。脂肪族イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得るヒドロキシ官能性ポリエーテルとしては、例えばヒドロキシ官能性アルキレンエーテルポリオール、例えばヒドロキシ官能性ポリ(テトラ-メチレングリコール)、ポリ(プロピレンオキシド)、ポリ(エチレンオキシド)およびポリ(エチレン-コ-プロピレンオキシド)等が挙げられる。脂肪族イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得るポリエーテルポリオールとしては、例えばポリオールのエチレンオキシドおよび/またはプロピレンオキシド付加物、例えばエチレングリコールまたはブチレングリコールのエチレンオキシドおよび/またはプロピレンオキシド付加物等が挙げられる。特定の実施態様では、ポリカプロラクトンは、ヒドロキシ官能性ポリエーテルと同様に働き得るが、脂肪族イソシアネート官能性物質の製造に有用性を見出し得る。

【0023】

種々の実施態様では、b)脂環式イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得るヒドロキシ官能性化合物としては、例えば1以上の単官能性アルコール、例えばメタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、ブタノール異性体、ペンタノール異性体、ヘキサノール異性体、ヘプタノール異性体、オクタノール異性体、ノナノール異性体、デカノール異性体、2-エチルヘキサノール、トリメチルヘキサノール、シクロヘキサノール、11~20個の炭素原子を有する脂肪アルコール、ビニルアルコール、アリルアルコールおよび任意のこれらの組み合わせ等が挙げられる。特定の実施態様では、脂環式イソシアネート官能性物質を製造するのに用い得る単官能性アルコールとしては、6~9個の炭素原子を含有する直鎖、分枝または環式アルコールが挙げられる。特定の実施態様では、単官能性アルコールは、エーテル基を含み得る。

【0024】

特定の実施態様では、a)脂肪族イソシアネート官能性物質は、HDI系脂肪族イソシアネート官能性物質を含み得る。HDI系脂肪族イソシアネート官能性物質は、例えば少なくとも1つのアロファネート基を含み得る。HDI系脂肪族イソシアネート官能性物質は、例えばヒドロキシ官能性エーテル化合物およびHDIの反応生成物を含み得る。エーテル化合物は、例えばヒドロキシ官能性ポリエーテルを含み得る。ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、例えば米国特許第7038003号(参照により本明細書に組み込む)に記載のポリエーテルポリオールを含み得る。

【0025】

種々の実施態様では、ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、300~20000g/モルの数平均分子量(M_n)を有し得る。特定の実施態様では、ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、1000~12000g/モル、他の実施態様では1000~4000g/モルの数平均分子量(M_n)を有し得る。

【0026】

さらに、ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、ポリオール1グラム当たり0.02ミリグラム当量(meq/g)以下、幾つかの実施態様では0.015meq/g以下、他の実施態様では0.01meq/g以下の不飽和末端基を含有し得る(参照により本明細書に組み込まれるASTM D 2849-69により決定)。さらに、ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、比較的狭い分子量分布(例えば1.0~1.5の多分散度(M_w/M_n))および/または1.9のOH官能価を有し得る。特定の実施態様では、ヒドロキシ官能性ポリエーテルは、例えば6未満または4未満のOH官能価を有し得る。

【0027】

開示工学的樹脂に有用性を見出し得るヒドロキシ官能性ポリエーテルは、適当な出発分

子を、例えば米国特許第 5 1 5 8 9 2 2 号および欧洲特許出願公開第 A 0 6 5 4 3 0 2 号（それぞれ、参照により本明細書に組み込む）に記載の複金属シアン化物触媒（D M C 触媒作用）を用いてアルコキシル化することにより製造し得る。

【 0 0 2 8 】

種々の実施態様では、H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質は、H D I とD M C 触媒作用を用いて製造されたポリエーテルとを反応させることにより製造し得る。特定の実施態様では、H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質は、H D I およびポリプロピレンジリコールの反応生成物を含み、該反応生成物はアロファネート基を含むことを特徴とする。

【 0 0 2 9 】

H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質は、少なくとも 4 の平均イソシアネート官能価、- 4 0 未満のガラス転移温度および/または 1 0 % 未満の% N C O を含み得る。H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質は、H D I イソシアヌレートトリマーを本質的に含まなくてよい。

【 0 0 3 0 】

ヒドロキシ官能性化合物およびH D I の反応生成物を含み、および少なくとも 1 つのアロファネート基を有するH D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質は、例えば米国特許第 7 0 3 8 0 0 3 号に記載の方法により製造し得る。

【 0 0 3 1 】

特定の実施態様では、b) 脂環式イソシアネート官能性物質は、I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質を含み得る。I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質は、例えば少なくとも 1 つのアロファネート基および少なくとも 1 つのイソシアヌレートトリマー基を含み得る。I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質は、例えば単官能性アルコールおよびI P D I の反応生成物を含み得る。単官能性アルコールは、米国特許第 5 1 2 4 4 2 7 号、同第 5 2 3 5 0 1 8 号、同第 5 2 0 8 3 3 4 号および同第 5 4 4 4 1 4 6 号（参照により本明細書に組み込む）に記載のモノアルコールを含み得る。

【 0 0 3 2 】

種々の実施態様では、I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質は、I P D I とモノアルコールを反応させて 1 0 重量% ~ 4 7 重量% の N C O 含有量、1 0 0 0 0 m P a s 未満の粘度を有し、イソシアヌレート基およびアロファネート基を 1 0 : 1 ~ 1 : 5 のモノイソシアヌレートとモノアロファネートとのモル比で含有するポリイソシアネート混合物を製造することにより製造し得る。特定の実施態様では、I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質は、I P D I およびメタノール、エタノール、n - プロパノール、イソプロパノール、ブタノール異性体、ペンタノール異性体、ヘキサノール異性体、ヘプタノール異性体、オクタノール異性体、ノナノール異性体、デカノール異性体、2 - エチルヘキサノール、トリメチルヘキサノール、シクロヘキサノール、1 1 ~ 2 0 個の炭素原子を有する脂肪アルコール、ビニルアルコール、アリルアルコールおよび任意のこれらの組み合わせからなる群から選択されるモノアルコールの反応生成物を含む。他の実施態様では、モノアルコールは、メタノール、エタノール、1 - ブタノール、2 - ブタノール、エチレングリコールモノメチルエーテル、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、i s o セチルアルコール、1 - ドデカノールおよびモノヒドロキシポリ（エチレンオキシド）からなる群から選択され、該I P D I 反応生成物は、イソシアヌレートおよびアロファネート基を 1 0 : 1 ~ 1 : 5 のモノイソシアヌレートとモノアロファネートのモル比で含むことを特徴とする。

【 0 0 3 3 】

I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質は、少なくとも 2 . 3 の平均イソシアネート官能価、2 5 および 6 5 の間のガラス転移温度および/または 1 0 重量% ~ 4 7 重量% の% N C O を含み得る。

【 0 0 3 4 】

種々の実施態様では、b) 脂環式イソシアネート官能性物質（例えばI P D I 系脂環式

10

20

30

40

50

イソシアネート官能性物質) および a) 脂肪族イソシアネート官能性物質(例えば H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質) は、 1 : 9 9 ~ 9 9 : 1 の範囲の脂環式イソシアネート官能性物質と脂肪族イソシアネート官能性物質との重量比により組み合わせ得る。特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、重量により 9 5 : 5 ~ 5 0 : 5 0 の脂環式イソシアネート官能性物質と脂肪族イソシアネート官能性物質とを含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、重量により 7 5 : 2 5 ~ 6 5 : 3 5 の脂環式イソシアネート官能性物質と脂肪族イソシアネート官能性物質を含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、重量により 7 3 : 2 7 ~ 6 9 : 3 1 の脂環式イソシアネート官能性物質と脂肪族イソシアネート官能性物質とを含み得る。

【 0 0 3 5 】

特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、5 0 重量% ~ 1 0 0 重量% の b) 脂環式イソシアネート官能性物質(例えば I P D I 系脂環式イソシアネート官能性物質) を含み得る。イソシアネート成分(A)は、0 重量% ~ 5 0 重量% の a) 脂肪族イソシアネート官能性物質(例えば H D I 系脂肪族イソシアネート官能性物質) を含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、b) 脂環式イソシアネート官能性物質を 5 0 重量% ~ 9 9 重量% 、 5 0 重量% ~ 9 5 重量% 、 5 0 重量% ~ 9 0 重量% 、 5 0 重量% ~ 8 0 重量% 、 5 0 重量% ~ 7 0 重量% または 5 0 重量% ~ 6 0 重量% 含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート官能性物質(A)は、a) 脂肪族イソシアネート官能性物質を 1 重量% ~ 5 0 重量% 、 5 重量% ~ 5 0 重量% 、 1 0 重量% ~ 5 0 重量% 、 2 0 重量% ~ 5 0 重量% 、 3 0 重量% ~ 5 0 重量% または 4 0 重量% ~ 5 0 重量% 含み得る。

【 0 0 3 6 】

特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、b) 脂環式イソシアネート官能性物質を 6 0 重量% ~ 9 9 重量% 、 6 0 重量% ~ 9 5 重量% 、 6 0 重量% ~ 9 0 重量% 、 6 0 重量% ~ 8 0 重量% または 6 0 重量% ~ 7 0 重量% 含み得る。特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、b) 脂環式イソシアネート官能性物質を 7 0 重量% ~ 9 9 重量% 、 7 0 重量% ~ 9 5 重量% 、 7 0 重量% ~ 9 0 重量% または 7 0 重量% ~ 8 0 重量% 含み得る。特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、b) 脂環式イソシアネート官能性物質を 6 5 重量% ~ 7 5 重量% 含み得る。

【 0 0 3 7 】

特定の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、a) 脂肪族イソシアネート官能性物質を 1 重量% ~ 4 0 重量% 、 5 重量% ~ 4 0 重量% 、 1 0 重量% ~ 4 0 重量% 、 2 0 重量% ~ 4 0 重量% または 3 0 重量% ~ 4 0 重量% 含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、a) 脂肪族イソシアネート官能性物質を 1 重量% ~ 3 0 重量% 、 5 重量% ~ 3 0 重量% 、 1 0 重量% ~ 3 0 重量% または 2 0 重量% ~ 3 0 重量% 含み得る。特定の他の実施態様では、イソシアネート成分(A)は、a) 脂肪族イソシアネート官能性物質を 2 5 重量% ~ 3 5 重量% 含み得る。

【 0 0 3 8 】

特定の実施態様では、イソシアネート反応性成分(B)は、米国特許第 5 8 2 1 3 2 6 号、同第 5 2 3 6 7 4 1 号、同第 6 1 6 9 1 4 1 号、同第 6 9 1 1 5 0 1 号および同第 7 2 7 6 5 7 2 号(これらのそれぞれの全開示を参照により組み込む) に従って製造されたポリアスパラギン酸エステルを含み得る。

【 0 0 3 9 】

本発明に従う使用のために適當なポリアスパラギン酸エステルは、式 :

【 0 0 4 0 】

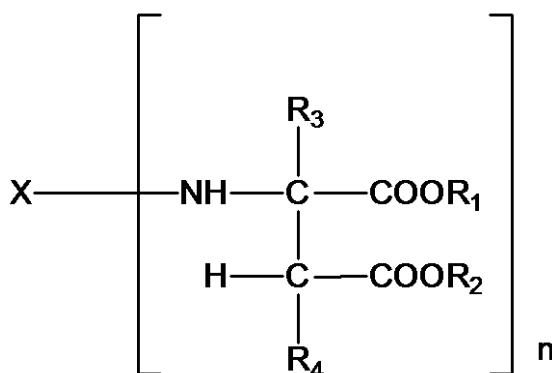
10

20

30

40

【化1】



10

〔式中、Xは、nの値数を有し、100以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基、好ましくは脂肪族、芳香脂肪族または脂環式ポリアミン、より好ましくはジアミンからアミノ基を除去することにより得られた基、より好ましくは炭化水素基を表し、および

R₁およびR₂は、同一または異なっていてよく、100以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基、好ましくは1～9個の炭素を含有するアルキル基、より好ましくはメチル基、エチル基またはブチル基を表し、またはR₁およびR₂は、-炭素原子と共に脂環式またはヘテロ環式環を形成し、

R₃およびR₄は、同一または異なっていてよく、水素または100以下の温度にてイソシアネート基に対して不活性である有機基を表し、および

nは、少なくとも2、好ましくは2～6、より好ましくは2～4、最も好ましくは2の値を有する〕

で示されるポリアスパラギン酸エステルが挙げられる。

【0041】

これらのポリアスパラギン酸エステルは、必要に応じて置換されたマレイン酸またはフマル酸エステルとポリアミンとを反応させることにより製造し得る。適当な必要に応じて置換されたマレイン酸またはフマル酸エステルは、式：

【0042】

【化2】



30

〔式中、R₁、R₂、R₃およびR₄は、上で定義される通りである〕
で示されるマレイン酸またはフマル酸エステルである。

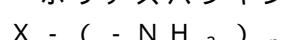
【0043】

ポリアスパルテートの製造に適当な必要に応じて置換されたマレイン酸またはフマル酸エステルの例としては、マレイン酸およびフマル酸のジメチル、ジエチルおよびジブチル（例えばジ-n-ブチル）エステルおよび対応するメチルにより2位および/または3位において置換されたマレイン酸またはフマル酸エステルが挙げられる。

【0044】

40

ポリアスパラギン酸エステルを製造するための適当なポリアミンとしては、式：



〔式中、Xおよびnは、先に定義した通りである〕

で示されるポリアミンが挙げられる。

【0045】

ポリアミンとしては、400～約10000、好ましくは400～約6000の分子量を有する高分子量アミンおよび400未満の分子量を有する低分子量アミンが挙げられる。分子量は、数平均分子量(M_n)であり、末端基分析(NH数)により決定される。これらのポリアミンの例は、アミノ基が脂肪族、脂環式、芳香脂肪族および/または芳香族炭素原子へ結合したポリアミンである。

50

【0046】

適当な低分子量ポリアミンとしては、エチレンジアミン、1,2-および1,3-プロパンジアミン、2-メチル-1,2-プロパンジアミン、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジアミン、1,3-および1,4-ブタンジアミン、1,3-および1,5-ペンタンジアミン、2-メチル-1,5-ペンタンジアミン、1,6-ヘキサンジアミン、2,5-ジメチル-2,5-ヘキサンジアミン、2,2,4-および/または2,4,4-トリメチル-1,6-ヘキサンジアミン、1,7-ヘプタンジアミン、1,8-オクタンジアミン、1,9-ノナンジアミン、トリアミノノナン、1,10-デカンジアミン、1,11-ウンデカンジアミン、1,12-ドデカンジアミン、1-アミノ-3-アミノメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキサン、2,4-および/または2,6-ヘキサヒドロトルイレンジアミン、2,4'-および/または4,4'-ジアミノ-ジシクロヘキシルメタン、3,3'-ジアルキル-4,4'-ジアミノ-ジシクロヘキシルメタン(例えば3,3'-ジメチル-4,4'-ジアミノ-ジシクロヘキシルメタンおよび3,3'-ジエチル-4,4'-ジアミノ-ジシクロヘキシルメタン)、1,3-および/または1,4-シクロヘキサンジアミン、1,3-ビス(メチルアミノ)-シクロヘキサン、1,8-p-メンタンジアミン、ヒドラジン、セミカルバジドカルボン酸のヒドラジド、ビス-ヒドラジド、ビス-セミカルバジド、フェニレンジアミン、2,4-および2,6-トルイレンジアミン、2,3-および3,4-トルイレンジアミン、2,4'-および/または4,4'-ジアミノジフェニルメタン、アニリン/ホルムアルデヒド縮合反応によって得られる高官能性ポリフェニレンポリメチレンポリアミン、N,N,N-トリス-(2-アミノ-エチル)-アミン、グアニジン、メラミン、N-(2-アミノエチル)-1,3-プロパンジアミン、3,3'-ジアミノ-ベンジジン、ポリオキシプロピレンアミン、ポリオキシエチレンアミン、2,4-ビス-(4'-アミノベンジル)-アニリンおよびこれらの混合物が挙げられる。
10

【0047】

好ましいポリアミンは、1-アミノ-3-アミノメチル-3,5,5-トリメチル-シクロヘキサン(イソホロンジアミンまたはIPDA)、ビス-(4-アミノシクロヘキシル)-メタン、ビス-(4-アミノ-3-メチルシクロヘキシル)-メタン、1,6-ジアミノ-ヘキサン、2-メチルペンタメチレンジアミン、エチレンジアミン、トリアミノノナン、2,4-および/または2,6-トルイレンジアミンおよび4,4'-および/または2,4'-ジアミン-ジフェニルメタンである。
20

【0048】

適当な高分子量ポリアミンとしては、既知のポリウレタンのポリヒドロキシ化合物、特にポリエーテルから製造された高分子量ポリアミンが挙げられる。ポリアミンは、ポリヒドロキシ化合物と過剰の前記ポリイソシアネートとを反応させてNCOプレポリマーを形成し、次いで末端イソシアネート基をアミノ基へ加水分解することにより製造し得る。好ましくは、ポリアミンは、ポリヒドロキシ化合物の末端ヒドロキシ基をアミノ基へ変換することにより、例えばアミン化により製造する。好ましい高分子量ポリアミンは、Huntsman International, LLCから市販のJeffamine(登録商標)樹脂のようなアミン末端ポリエーテルである。
30

【0049】

前記出発物質からのポリアスパラギン酸エステルの製造は、0~100の温度にて、出発物質を、各第1級アミノ基について、少なくとも1個、好ましくは1個のオレフィン二重結合が存在するような割合で用いて行い得る。過剰の出発物質は、反応後に蒸留により除去し得る。反応は、溶媒不含または適当な溶媒、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、ジオキサン等およびそのような溶媒の混合物の存在下で行い得る。
40

【0050】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート(A)およびポリアスパラギン酸エステル(B)を、20:1~1:20、幾つかの実施態様では約10:1~1:10、幾つかの実施態様では約5:1~1:5、幾つかの実施態様では約3:1~1
50

：3、幾つかの実施態様では約2：1～1：2、幾つかの実施態様では約1.5：1～1：1.5、幾つかの実施態様では約1.2：1～1：1.2、幾つかの実施態様では約1.1：1～1：1.1、および幾つかの実施態様では1：1のNCO：NH比において混合することにより製造し得る。

【0051】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および米国特許第6164141号および同第5623045号(これはその全体において参照によりここに組み込む)に開示の1以上のアルジミンまたはケチミンを含み得る。好ましくは、ポリウレア被覆組成物は、アルジミンまたはケチミンを含まない。

10

【0052】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および米国特許第5580945号(これらのそれぞれを参照によりここに組み込む)に開示の1以上の有機酸を含み得る。好ましくは、ポリウレア被覆組成物は、任意のこのような有機酸を含まない。

【0053】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および米国特許第6444325号および同第6887964(これらのそれぞれを参照によりここに組み込む)にそれぞれ開示の1以上のシラン接着促進剤を含み得る。好ましくは、ポリウレア被覆組成物は、このようなシラン接着促進剤を含まない。

20

【0054】

ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および更なる成分を含み得る。種々の実施態様では、湿気硬化性被覆組成物は、例えばイソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)、付加的樹脂、顔料、着色ペースト、顔料湿潤剤、顔料分散剤、光安定剤、紫外線吸収剤、レオロジー調節剤、消泡剤、脱水剤、溶媒、触媒または例えば基材湿潤性、フィルムレベリング性、被覆表面張力、顔料粉碎性、顔料解膠または光沢に影響を与える添加剤を含み得る。

【0055】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の付加的樹脂、例えばJoncryl(登録商標)611(BASF Corporation)および/またはNeocryl B-734(商標)(DSM N.V.)を含み得る。Joncryl(登録商標)611は、スチレンアクリル酸コポリマー樹脂である。Joncryl(登録商標)611は、例えば顔料分散およびフィルム形成性特性に影響を与えるポリウレア被覆組成物中の添加剤樹脂として用い得る。Neocryl B-734(商標)は、メチルメタクリレート、n-ブチルメタクリレートコポリマー樹脂である。Neocryl B-734(商標)は、例えば顔料分散および皮膜形成性特性に影響を与える付加的樹脂として用い得る。

30

【0056】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の顔料、例えば二酸化チタン等を含み得る。開示のポリウレア被覆組成物に有用性を見出しえる顔料としては、例えばKronos(商標)2310(Kronos Worldwide, Inc.)および/またはTi-Pure(登録商標)R-706(DuPont)が挙げられる。特定の実施態様では、開示ポリウレア被覆組成物は、1以上の充填剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出しえるフィラーとしては、例えばImasil(登録商標)A-10(Union Corporation)および/またはNyatal(登録商標)3300(R.T.Vanderbilt Company)が挙げられる。

40

【0057】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアス

50

パラギン酸エステル(B)および1以上の顔料湿潤剤または分散剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る顔料湿潤剤および分散剤としては、例えば Disperbyk (登録商標) - 110 (BYK-Chemie GmbH)、Disperbyk (登録商標) - 192 (BYK-Chemie GmbH) および / または Anti-Terra U (BYK-Chemie GmbH) が挙げられる。

【0058】

ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上のレオロジー調節剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得るレオロジー調節剤としては、例えば Byk (登録商標) 430、Byk (登録商標) 431 (BYK-Chemie GmbH)、ペントナイト粘度および / またはヒマシ油誘導体が挙げられる。特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、開示工学的樹脂および1以上の消泡剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る消泡剤としては、例えば Byk (登録商標) 077 (BYK-Chemie GmbH) が挙げられる。

10

【0059】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の光安定剤および / または紫外線吸収剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る光安定剤としては、例えば Tinuvin (登録商標) 292 (Ciba / BASF) が挙げられる。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得るUV吸収剤としては、例えば Tinuvin (登録商標) 1130 (Ciba / BASF) が挙げられる。特定の他の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の脱水剤を含み得る。ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る脱水剤としては、例えば p-トルエンスルホニルイソシアネート、イソホロンジイソシアネートおよび / またはヘキサメチレンジイソシアネートが挙げられる。

20

【0060】

他の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の触媒、例えばジブチル錫ジラウレートまたは第3級アミン等を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る触媒としては、例えば Dabco (登録商標) T-12 (Air Products and Chemicals, Inc.) および / または 1,4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタンが挙げられる。

30

【0061】

ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の付加的添加剤を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る付加的添加剤としては、例えば Byk (登録商標) 358 および / または Byk (登録商標) 306 (BYK-Chemie GmbH) が挙げられる。

【0062】

特定の実施態様では、ポリウレア被覆組成物は、イソシアネート成分(A)、ポリアスパラギン酸エステル(B)および1以上の溶媒を含み得る。開示ポリウレア被覆組成物に有用性を見出し得る溶媒としては、例えばメチルn-アミルケトン(「MAK」)、Aromatic (商標) 100 (ExxonMobile Chemical)、Aromatic (商標) 150 (ExxonMobile Chemical)、キシレン、メチルイソブチルケトン(「MIBK」)、エチル3-エトキシプロピオネート(Eastman (商標) EEP溶媒、Eastman Chemical Company) および / またはメチルエチルケトン(「MEK」)が挙げられる。

40

【0063】

本発明のポリウレア被覆組成物の被覆すべき基材への塗布は、被覆技術において従来既知の手段、例えば噴霧、ナイフ塗布、カーテン被覆、真空被覆、回転、注入、浸漬、スピン被覆、スキージ、刷毛またはスパッタ等により、または印刷技術、例えばスクリーン、

50

グラビア、フレキソ印刷またはオフセット印刷等により、および転写法により行う。

【0064】

本発明のポリウレア被覆組成物は、特に金属基材の被覆物に有用性を見出す。とりわけ、ポリウレア被覆組成物は、新しいまたは風化した亜鉛メッキ鋼、処理または未処理鋼、処理または未処理アルミニウムおよび金属合金に対して既知の被覆組成物を超える向上した接着性を示す。

【0065】

また、適当な基材としては、例えば木材、プラスチック（フィルムの形態でのプラスチックを含む）、特にABS、AMMA、ASA、CA、CAB、EP、UF、CF、MF、MPF、PF、PAN、PA、PE、HDPE、LDPE、LLDPE、UHMWPE、PET、PMMA、PP、PS、SB、PUR、PVC、RF、SAN、PBT、PP-E、POM、PUR-RIM、SMC、BMC、PP-EPPDMおよびUP（DIN 7728T1に従った略語）、紙、皮革、繊維製品、フェルト、ガラス、木材、木質材料、コルク、無機結合基材、例えば木質ボードおよび繊維セメントスラブ、電子組立部品または鉱物基材が挙げられる。また、種々の上記物質からなる基材を被覆することも、既に被覆された基材、例えば車両、航空機またはボートならびにそれらの部品、特に車体または外装部材のための部品を被覆することもできる。また、例えば、フィルムを製造するために、被覆組成物を基材へ一時的に塗布し、次いで、それらを部分的または完全に硬化させて、場合によりそれらを再び引き離すこともできる。

【0066】

以下の例示的かつ非制限的実施例は、本明細書に記載の実施態様を、その範囲を制限することなく記載する。実施例の変形が、特許請求の範囲によってのみ定義される本発明の範囲内で可能であることは、当業者に理解される。全ての部およびパーセントは、特記のない限り重量による。

【実施例】

【0067】

実施例に用いた物質

[Desmophen（登録商標）NH 1420]

Bayer Material Science LLC から市販のビス-（4-アミノヘキシル）-メタンから製造されたポリアスパラギン酸エステル（195～205のアミン価）。

【0068】

[Desmophen（登録商標）N-75 BA]

Bayer Material Science LLC から市販の、16.5重量%のNCO含有量を有する、ヘキサメチレンジイソシアネート（HDI）に基づくn-ブチル酢酸およびキシレン（1:1）に溶解した脂肪族ポリイソシアネート。

【0069】

[Desmophen（登録商標）XP 2714]

Bayer Material Science LLC から市販の、15.9重量%のNCO含有量を有する、ヘキサメチレンジイソシアネートに基づくシラン官能性脂肪族ポリイソシアネート。

【0070】

実施例1

イソシアネート官能性物質を、一実施態様に従って製造した。イソシアネート官能性物質は、30重量%のHDI系脂肪族イソシアネート官能性物質（「HDI系物質」）および70重量%のIPDI系脂環式イソシアネート官能性物質（「IPDI系物質」）を含有した。

【0071】

HDI系物質は、HDIおよびDMC触媒作用を用いて製造されたヒドロキシ官能性ポリエーテルのアロファネート反応生成物を含有した。HDIは、米国特許第703801

10

20

30

40

50

8号に記載の方法を用いてポリエーテルと反応させた。HDI系物質は、4以上の平均イソシアネート官能価、-40未満のガラス転移温度および10重量%未満のNCO含有量を有した。HDI系物質は、本質的に、HDIイソシアヌレートトリマーを含まなかつた。

【0072】

IPDI系物質は、IPDIおよびモノオールのアロファネート変性イソシアヌレートトリマー反応生成物を含有した。IPDIは、米国特許第5124427号および同第5235018号に記載の方法を用いてモノオールと反応させた。IPDI系物質は、2.3以上の平均イソシアネート官能価、25および65の間のガラス転移温度および10重量%~20重量%の%NCOを有した。

10

【0073】

実施例2~9の手順

被覆組成物は、実施例2の手順に従って、各実施例に挙げた特定の処方で製造した。

【0074】

Desmophen NH-1420、Byk 307およびKronos 2310は、高速粉碎容器中へ投入し、Hegmann 6.5へ粉碎した。Tinuvin 292および1130は、DBE-9と共に降下に添加する。被覆組成物は、更に10分間混合した。ポリオールを塗布する際に、ポリオール部を、ポリイソシアネート部と完全に混合し、塗布する。

20

【0075】

B952(亜鉛リン酸塩化予備処理鋼)、B1000(鉄リン酸塩化予備処理鋼)、冷延鋼板、ミル仕上げアルミニウムおよびクロメート処理アルミニウムパネルを、各実施例の被覆組成物で1.5~2ミルのDFTにて噴霧した。パネルは、恒温室(72°F/50%RH)において、Thermatron中で77°F/78%RHにて硬化した。硬化後、各硬化条件からのパネルの1セットを、湿潤キャビネット('CC')中に4日間置いた。クロスハッチ接着試験は、ASTM法D3359-02法Bに従って行った。

【0076】

実施例2

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
成分 I				
Desmophen NH 1420	76.80	8.73	76.80	8.73
Byk-307 (溶媒中で10%カット)	3.40	0.46	0.34	0.04
Kronos 2310	110.39	3.31	110.39	3.31

6.5 Hegmanへ粉碎

Tinuvin 292	1.36	0.16	1.36	0.16	10
Tinuvin 1130	2.72	0.28	2.72	0.28	
DBE-9	71.34	7.80	0	0	
準合計 I	266.01	20.74	191.61	12.52	
成分 II					
実施例1からのイソシアネート官能性物質	124.63	14.13	107.18	11.77	
酢酸アミル	9.36	1.28	0	0	
準合計 II	133.99	15.41	107.18	11.77	20
合計	400.00	36.15	298.79	24.29	

【0077】

理論的結果

重量固体	74.70	Wt/Gal	11.07
体積固体	67.19	混合比(体積)	1.35 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	1.10
PVC	13.91	理論VOC	2.80

【0078】

【表1】

乾燥時間:

4.63 g/w

指触までの硬化	25分
タックフリー	50分
硬化乾燥	70分

【0079】

【表2】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w
B952	1日カット		5B	3B
	7日カット		5B	1B
	14日カット		5B	0B
	28日カット		5B	1B
B1000	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	4B
	28日カット		5B	4B
冷延鋼	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
未処理アルミニウム	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
処理アルミニウム	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
B1000 Parcloeneなし	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	4B
	14日カット		3B	2B
	28日カット		5B	5B

10

20

30

【0080】

【表3】

湿潤乾燥:

40

		4.63 g/w	10.77 g/w
		クロスハッチ	クロスハッチ
B952	CC中に4日	NA	0B
B1000	CC中に4日	4B	5B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B
B1000 Parcloeneなし	CC中に4日	0B	0B

【0081】

実施例3

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
----	----	----	------	------

成分 I

Desmophen NH 1420	72.94	8.29	72.94	8.29
Byk-307 (溶媒中で10%カット)	3.40	0.46	0.34	0.04
Kronos 2310	110.39	3.31	110.39	3.31

6.5 Hegmanへ粉碎

Tinuvin 292	1.36	0.16	1.36	0.16
Tinuvin 1130	2.72	0.28	2.72	0.28
DBE-9	70.78	7.74	0	0
準合計 I	261.59	20.24	187.74	12.08

10

成分 II

実施例1からのイソシアネート官能性物質	129.12	14.64	111.05	12.19
酢酸アミル	9.29	1.27	0	0
準合計 I	138.41	15.91	111.05	12.19

20

合計	400.00	36.15	298.79	24.27
----	--------	-------	--------	-------

【0082】

理論的結果

重量固体	74.70	Wt/Gal	11.07
体積固体	67.15	混合比(体積)	1.27 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	1.20
PVC	13.92	理論VOC	2.80

30

【0083】

【表4】

乾燥時間:

4.63 g/w

指触までの硬化	50 分
タックフリー	85 分
硬化乾燥	145 分

40

【0084】

【表5】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w
B952	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	2B
	14日カット		5B	2B
	28日カット		5B	2B
B1000	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	3B
	28日カット		5B	5B
冷延鋼	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
未処理アルミニウム	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
処理アルミニウム	1日カット		0B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
B1000 Parcloeneなし	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	3B
	14日カット		5B	2B
	28日カット		5B	4B

10

20

30

【0085】

湿潤乾燥:

		4.63 g/w	10.77 g/w
B952	CC中に4日	0B	0B
B1000	CC中に4日	5B	4B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B
B1000 Parcloeneなし	CC中に4日	0B	0B

40

【0086】

実施例4

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
----	----	----	------	------

成分 I

Desmophen NH 1420	173.94	19.77	173.94	19.77
Byk-307(溶媒中で10%カット)	9.63	1.30	0.96	0.11
Kronos 2310	315.31	9.46	315.31	9.46

6.5 Hegmanへ粉碎

Tinuvin 292	3.85	0.47	3.85	0.47
Tinuvin 1130	7.71	0.79	7.71	0.79
DBE-9	227.21	24.83	0	0
準合計 I	737.65	56.61	501.77	30.59

10

成分 II

Desmodur XP 2714	263.68	27.73	263.68	27.73
実施例1からのイソシアネート官能性物質	102.20	11.59	87.89	9.65
酢酸アミル	29.81	4.08	0	0
準合計 II	395.70	43.39	351.58	37.37

20

合計	1133.35	100.00	853.35	67.96
----	---------	--------	--------	-------

30

理論的結果

重量固体	75.29	Wt/Gal	11.33
体積固体	67.96	混合比(体積)	1.30 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	2.00
PVC	14.20	理論VOC	2.80

【0087】

【表6】

乾燥時間:

4.63 g/w

40

指触までの硬化	45 分
タックフリー	75 分
硬化乾燥	125 分

【0088】

【表7】

乾燥接着:

		4.63 g/w	10.77 g/w
	DFT	クロスハッチ	クロスハッチ
B952			
	1日カット	5B	5B
	7日カット	5B	5B
	14日カット	5B	5B
	28日カット	5B	5B
B1000			
	1日カット	5B	5B
	7日カット	5B	5B
	14日カット	5B	5B
	28日カット	5B	5B
冷延鋼			
	1日カット	5B	5B
	7日カット	3B	0B
	14日カット	4B	0B
	28日カット	2B	0B
未処理アルミニウム			
	1日カット	5B	5B
	7日カット	5B	3B
	14日カット	3B	2B
	28日カット	3B	0B
処理アルミニウム			
	1日カット	3B	5B
	7日カット	3B	0B
	14日カット	3B	0B
	28日カット	2B	0B

10

20

【0090】

【表8】

湿润乾燥:

		4.63 g/w	10.77 g/w
	CC中に4日	クロスハッチ	クロスハッチ
B952	CC中に4日	2B	2B
B1000	CC中に4日	3B	1B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	5B	5B
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	5B

30

【0091】

実施例5

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
成分 I				
Desmophen NH 1420	145.32	16.51	145.32	16.51
Byk-307(溶媒中で10%カット)	9.48	1.28	0.95	0.11
Kronos 2310	308.45	9.25	308.45	9.25
6.5Hegmanへ粉碎				
Tinuvin 292	3.79	0.46	3.79	0.46
Tinuvin 1130	7.58	0.78	7.58	0.78
DBE-9	211.44	23.11	0	0
準合計 I	686.06	51.38	466.09	27.11
成分 II				
実施例1からのイソシアネート官能性物質	428.79	48.62	368.76	40.48
準合計 II	428.79	48.62	368.76	40.48
合計	1114.85	100.00	834.85	67.59

【 0 0 9 2 】

理論的結果

重量固体	74.88	Wt/Gal	11.15
体積固体	67.59	混合比(体積)	1.06 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	2.00
PVC	13.97	理論VOC	2.80

【 0 0 9 3 】

【表 9】

乾燥時間:

4.63 g/w	
指触までの硬化	25分
タックフリー	60分
硬化乾燥	120分

【 0 0 9 4 】

10

20

30

40

【表10】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w	13.26 g/w
B952		1.6	クロスハッチ	クロスハッチ	クロスハッチ
	1日カット		5B	5B	5B
	7日カット		5B	4B	3B
	14日カット		5B	3B	0B
	28日カット		5B	1B	0B
B1000		1.4			
	1日カット		5B	5B	4B
	7日カット		5B	5B	2B
	14日カット		5B	4B	0B
	28日カット		5B	2B	2B
冷延鋼		1.55			
	1日カット		5B	0B	0B
	7日カット		4B	0B	0B
	14日カット		3B	0B	0B
	28日カット		4B	0B	0B
未処理アルミニウム		1.6			
	1日カット		5B	0B	0B
	7日カット		4B	0B	0B
	14日カット		3B	0B	0B
	28日カット		3B	0B	0B
処理アルミニウム		1.2			
	1日カット		5B	2B	2B
	7日カット		5B	0B	0B
	14日カット		5B	0B	0B
	28日カット		4B	0B	0B

10

20

30

【0095】

【表11】

潤湿乾燥:

		4.63 g/w	10.77 g/w	13.26 g/w
B952	CC中に4日	4B	0B	0B
B1000	CC中に4日	4B	4B	0B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B	0B
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B	0B

40

【0096】

実施例6

1:1のNCO:NH比にて指標付けされたDesmophen NH 1420およびDesmodur N-75 BA/Xを用いる市販の系を、実施例2~5に従って試験した。

【0097】

理論的結果

重量固体	63.82	Wt/Gal	9.53
体積固体	52.82	混合比(体積)	0.78 : 1
P/B	0.42	NCO:NH	1.10
PVC	10.24	理論VOC	3.45

【0098】

【表12】

10

乾燥時間:

4.63 g/w

指触までの硬化	5分
タックフリー	10分
硬化乾燥	20分

【0099】

【表13】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w	13.26 g/w
B952		2.25			
	1日カット		5B	5B	4B
	7日カット		4B	2B	1B
	14日カット		4B	0B	0B
	28日カット		3B	0B	0B
B1000		2.35			
	1日カット		5B	4B	4B
	7日カット		5B	4B	4B
	14日カット		4B	4B	4B
	28日カット		5B	2B	3B
冷延鋼		2.35			
	1日カット		0B	0B	0B
	7日カット		0B	0B	0B*
	14日カット		0B	0B	NA
	28日カット		0B	0B	NA
未処理アルミニウム		1.73			
	1日カット		0B	0B	0B
	7日カット		0B	0B	0B
	14日カット		0B	0B	0B
	28日カット		0B	0B	0B
処理アルミニウム		1.7			
	1日カット		0B	0B	0B
	7日カット		0B	0B	0B
	14日カット		0B	0B	0B
	28日カット		0B	0B	0B

* 被覆物は基材から剥がれた。

【0100】

湿潤乾燥:

		4.63 g/w	10.77 g/w	13.26 g/w
B952	CC中に4日	0B	0B	NA
B1000	CC中に4日	0B	1B	NA
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B	NA
未処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B	NA
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B	NA

【0101】

実施例7

1:7のNCO:NH比にて指標付けされたDesmophen NH 1420およびDesmodur N-75 BA/Xを用いる市販の系を、上の実施例2~5に従つて試験した。

10

20

30

40

50

【 0 1 0 2 】

理論的結果

重量固体	64.00	Wt/Gal	9.57
体積固体	52.82	混合比 (体積)	0.62 : 1
P/B	0.42	NCO:NH	1.70
PVC	10.32	理論VOC	3.45

【 0 1 0 3 】

10

【 表 1 4 】

乾燥時間:

4.63 g/w

指触までの硬化	10分
タックフリー	15分
硬化乾燥	25分

【 0 1 0 4 】

20

【 表 1 5 】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w
B952		2.57		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	5B
B1000		2.4		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	5B
冷延鋼		2.55		
	1日カット		1B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
未処理アルミニウム		2.23		
	1日カット		5B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B
処理アルミニウム		2.15		
	1日カット		3B	0B
	7日カット		0B	0B
	14日カット		0B	0B
	28日カット		0B	0B

【 0 1 0 5 】

40

【表16】

湿润乾燥:

		4.63 g/w クロスハッチ	10.77 g/w クロスハッチ
B952	CC中に4日	5B	1B
B1000	CC中に4日	0B	4B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	1B	0B
処理アルミニウム	CC中に4日	0B	0B

10

【0106】

実施例8

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
成分I				
Desmophen NH 1420	257.57	29.27	257.57	29.27
Byk-307(溶媒中で10%カット)	9.64	1.30	0.96	0.11
Kronos 2310	315.44	9.46	315.44	9.46

6.5 Hegmanへ粉碎

20

Tinuvin 292	3.85	0.47	3.85	0.47
Tinuvin 1130	7.71	0.79	7.71	0.79
DBE-9	239.85	26.21	0	0
準合計 I	834.06	67.50	585.54	40.10

成分II

Desmodur XP 2714	268.15	28.20	268.15	28.20
酢酸アミル	31.47	4.31	0	0
準合計 II	299.63	32.50	268.15	28.20

合計	1133.69	100.00	853.69	68.29
----	---------	--------	--------	-------

30

【0107】

理論的結果

重量固体	75.30	Wt/Gal	11.34
体積固体	68.29	混合比(体積)	2.08 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	1.10
PVC	14.14	理論VOC	2.80

40

【0108】

【表17】

乾燥時間:

4.63 g/w

指触までの硬化	15分
タックフリー	40分
硬化乾燥	50分

【0109】

【表18】

乾燥接着:

4.63 g/w

10.77 g/w

		DFT	クロスハッチ	クロスハッチ
B952		1.59		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	3B
	28日カット		5B	2B
B1000		1.61		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	1B
冷延鋼		1.81		
	1日カット		3B	2B
	7日カット		0B	5B
	14日カット		0B	3B
	28日カット		0B	0B
未処理アルミニウム		1.83		
	1日カット		5B	1B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		4B	5B
処理アルミニウム		1.97		
	1日カット		5B	0B
	7日カット		5B	0B
	14日カット		5B	0B
	28日カット		5B	0B

10

20

30

40

【0110】

【表19】

湿潤乾燥:

		4.63 g/w クロスハッチ	10.77 g/w クロスハッチ
B952	CC中に4日	5B	0B
B1000	CC中に4日	4B	0B
冷延鋼	CC中に4日	0B	0B
未処理アルミニウム	CC中に4日	5B	1B
処理アルミニウム	CC中に4日	5B	0B

【0111】

【表20】

塩水噴霧:

(B952)

パネル1

	114時間	200時間	300時間	500時間
けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	6D	6D	4D	2D
けがき上に錆	8	3	3	0
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

(B1000)

	114時間	200時間	300時間	500時間
けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	なし	4F	4D	2D
けがき上に錆	10	10	3	0
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

(CRS)

	114時間	200時間	300時間	500時間
けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	なし	2M	4D	2D
けがき上に錆	8	5	3	0
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

(ミル仕上げ)

	114時間	200時間	300時間	500時間
けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に錆	10	10	10	10
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

(クロメート仕上げ)

	114時間	200時間	300時間	500時間
けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に錆	10	10	10	10
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

	114時間	200時間	300時間	500時間
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし
6D	6D	4D	2D	
8	3	3	0	
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし

	114時間	200時間	300時間	500時間
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし
なし	なし	4D	2D	
10	10	3	0	
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし

	114時間	200時間	300時間	500時間
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし
なし	なし	4D	2D	
8	8	3	0	
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし

	114時間	200時間	300時間	500時間
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし
なし	なし	なし	なし	なし
10	10	10	10	10
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし

	114時間	200時間	300時間	500時間
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし
なし	なし	なし	なし	なし
10	10	10	10	10
10	10	10	10	10
なし	なし	なし	なし	なし

【0112】

実施例9

40

10

20

30

原料	重量	体積	重量固体	体積固体
成分 I				
Desmophen NH 1420	183.46	20.85	183.46	20.85
Byk-307(溶媒中で10%カット)	9.71	1.31	0.97	0.11
Kronos 2310	318.44	9.55	318.44	9.55

6.5 Hegmanへ粉碎

Tinuvin 292	3.88	0.47	3.88	0.47	10
Tinuvin 1130	7.76	0.79	7.76	0.79	
DBE-9	239.80	26.21	0	0	
準合計 I	763.06	59.18	514.53	31.78	
成分 II					
Desmodur XP 2714	347.27	36.52	347.27	36.52	
酢酸アミル	31.47	4.30	0	0	
準合計 II	378.74	40.82	347.27	36.52	20
合計	1141.80	100.00	861.80	68.29	

【 0 1 1 3 】**理論的結果**

重量固体	75.48	Wt/Gal	11.42
体積固体	68.29	混合比(体積)	1.45 : 1
P/B	0.60	NCO:NH	2.00
PVC	14.27	理論VOC	2.80

【 0 1 1 4 】**【 表 2 1 】****乾燥時間:****4.63 g/w**

指触までの硬化	150分
タックフリー	225分
硬化乾燥	>360分

【 0 1 1 5 】

【表22】

乾燥接着:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w
B952		1.68		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	5B
B1000		1.6		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	4B
冷延鋼		1.65		
	1日カット		5B	2B
	7日カット		0B	5B
	14日カット		0B	5B
	28日カット		0B	4B
未処理アルミニウム		1.38		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		4B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	5B
処理アルミニウム		1.45		
	1日カット		5B	5B
	7日カット		5B	5B
	14日カット		5B	5B
	28日カット		5B	5B

【0116】

【表23】

湿潤乾燥:

		DFT	4.63 g/w	10.77 g/w
B952	CC中に4日	4B	0B	
B1000	CC中に4日	4B	3B	
冷延鋼	CC中に4日	1B	0B	
未処理アルミニウム	CC中に4日	5B	5B	
処理アルミニウム	CC中に4日	5B	5B	

【0117】

10

20

30

40

【表24】

塩水噴霧:

(B952)

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

けがきあり:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし
けがき上に膨れ	8D	4M	4D	2D
けがき上に錆	10	6	3	0
けがきなし:				
フィールドにおいて錆	10	10	10	10
フィールドにおいて膨れ	なし	なし	なし	なし

(B1000)

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

10	10	10	10
なし	なし	なし	なし
8D	4M	4D	2D
10	6	3	0
10	10	10	10
なし	なし	なし	なし

10

(CRS)

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

10	10	10	10
なし	なし	なし	なし
8F	4M	4D	2D
10	6	3	2
10	10	10	10
なし	なし	なし	なし

20

(ミル仕上げ)

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

10	10	10	10
なし	なし	なし	なし
4D	2M	4D	2D
5	4	2	0
10	10	10	10
なし	なし	なし	なし

30

(クロメート仕上げ)

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

10	10	10	10
なし	なし	なし	なし
なし	なし	なし	なし
10	10	10	10
10	10	10	10
なし	なし	なし	なし

40

けがきあり:

パネル1

114時間 200時間 300時間 500時間

パネル2

10	10	10	10
なし	なし	なし	なし
なし	なし	なし	なし
10	10	10	10
10	10	10	10
なし	なし	なし	なし

50

【0118】

本開示を、特定の例、説明および非限定的実施態様への参照により記載した。しかしながら、当業者により、種々の開示態様（またはその一部）の任意の置換、変形または組み合わせを、専ら特許請求の範囲によって定義される発明の範囲から逸脱することなくしないことは理解されるであろう。従って、本開示が本明細書に明確に記載されてない他の実施態様を含むことは考慮および理解される。このような実施態様は、例えば本明細書に記載の実施態様の開示工程、原料、構成成分、成分、要素、特徴、態様等を、当業者が有用性を見出す任意の方法により組み合わせ、変形または再編成することにより得られる。

従つて、この開示は、例示および説明的な実施態様の記載ではなく、専ら特許請求の範囲により限定される。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2011/000609
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
C09D 175/02(2006.01); C08G 18/38(2006.01); H05K 3/00(2006.01); C23C 28/00(2006.01);		
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; C08K; B05D; C08G; F21V; C08J; H05K; C23C		
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: polyurea, aliphatic isocyanate, cycloaliphatic isocyanate, polyaspartic acid ester		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 05736604 A (SANJAY LUTHRA) 07 April 1998 See abstract and claims 1-20.	1-33
A	US 05126170 A (CHRISTIAN ZWIBNER et al.) 30 June 1992 See abstract and claims 1-6.	1-33
A	US 7342056 B2 (SUMAN K. PATEL) 11 March 2008 See abstract and claims 1-25.	1-33
A	US 2008-0139755 A1 (RICHARD HENDRIKUS GERRIT BRINKHUIS) 12 June 2008 See abstract and claims 1-32.	1-33
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
<p>* 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</p> <p>"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</p>		
Date of the actual completion of the international search 30 NOVEMBER 2011 (30.11.2011)		Date of mailing of the international search report 15 DECEMBER 2011 (15.12.2011)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 189 Cheongsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer Kim, Kwang Chul Telephone No. 82-42-481-8293 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/US2011/000609

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 05736604 A	07.04.1998	CA 2222481 C EP 0849301 A1 EP 0849301 B1 JP 03910708 B2 JP 10-176138 A	27.09.2005 24.06.1998 05.11.2003 25.04.2007 30.06.1998
US 05126170 A	30.06.1992	CA 2018803 C EP 0403921 A2 EP 0403921 A3 EP 0403921 B1 JP 03-043472 A JP 06053871 B2 US 05126170 A US 05236741 A	15.05.2001 27.12.1990 20.03.1991 02.11.1994 25.02.1991 20.07.1994 30.06.1992 17.08.1993
US 7342056 B2	11.03.2008	CN 1968982 A CN 1968982 C0 EP 1776403 A1 JP 2008-502773 A KR 10-2007-0020328 A US 2005-0282933 A1 WO 2006-007087 A1	23.05.2007 23.05.2007 25.04.2007 31.01.2008 20.02.2007 22.12.2005 19.01.2006
US 2008-0139755 A1	12.06.2008	CN 101103060 A CN 101103061 A CN 101103061 B EP 1679326 A1 EP 1838747 A1 EP 1846469 A1 JP 2008-526922 A JP 2008-527126 A KR 10-2007-0097079 A KR 10-2007-0100947 A RU 2007130730 A US 2008-0146720 A1 US 7799858 B2 WO 2006-074895 A1 WO 2006-075000 A1	09.01.2008 09.01.2008 02.03.2011 12.07.2006 03.10.2007 24.10.2007 24.07.2008 24.07.2008 02.10.2007 15.10.2007 20.02.2009 19.06.2008 21.09.2010 20.07.2006 20.07.2006

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,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,R,S,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,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100162710

弁理士 梶田 真理奈

(72)発明者 カート・イー・ベスト

アメリカ合衆国 1 5 1 4 3 ペンシルベニア州セウィックリー、ノーマン・ドライブ 1 6 4 1 番

(72)発明者 ジョン・ピー・フォーサイス

アメリカ合衆国 1 5 1 0 1 - 1 9 3 8 ペンシルベニア州アリソン・パーク、スプリングフィールド
・ドライブ 9 5 1 5 番

(72)発明者 ジョセフ・アール・クリア

アメリカ合衆国 1 5 0 4 6 - 4 9 0 9 ペンシルベニア州クレセント、クレセント・ブルバード・
エクステンション 4 5 5 番

(72)発明者 マイケル・ケイ・ジェフリーズ

アメリカ合衆国 2 6 0 3 7 - 1 1 0 6 ウエストバージニア州フォランズビー、ウォーカー・ドライ
プ 2 0 6 番

F ターム(参考) 4J034 CA14 CA15 CA17 CB02 CB03 CB07 CC01 CD06 HA01 HA07
HA14 HC03 HC17 HC22 HC46 HC52 HC61 HC71 HC73 QD06
RA07