

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6869337号
(P6869337)

(45) 発行日 令和3年5月12日(2021.5.12)

(24) 登録日 令和3年4月15日(2021.4.15)

(51) Int. Cl.		F I
C09D 175/04	(2006.01)	C09D 175/04
C09D 5/02	(2006.01)	C09D 5/02
C09D 175/14	(2006.01)	C09D 175/14
C09D 7/20	(2018.01)	C09D 7/20
C09D 167/00	(2006.01)	C09D 167/00

請求項の数 13 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2019-515979 (P2019-515979)
(86) (22) 出願日	平成29年9月13日 (2017.9.13)
(65) 公表番号	特表2019-534913 (P2019-534913A)
(43) 公表日	令和1年12月5日 (2019.12.5)
(86) 国際出願番号	PCT/EP2017/072950
(87) 国際公開番号	W02018/054726
(87) 国際公開日	平成30年3月29日 (2018.3.29)
審査請求日	令和1年5月23日 (2019.5.23)
(31) 優先権主張番号	16190067.5
(32) 優先日	平成28年9月22日 (2016.9.22)
(33) 優先権主張国・地域又は機関	欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者	390008981 ビーエーエスエフ コーティングス ゲゼル ルシャフト ミット ベシュレンクテル ハフツング BASF Coatings GmbH ドイツ連邦共和国 ミュンスター グラス ーリットシュトラッセ 1 Glaseritstrasse 1, D-48165 Muenster, Ge rmany
(74) 代理人	100100354 弁理士 江藤 聡明
(72) 発明者	シュタインメッツ, ベルンハルト ドイツ, 48165 ミュンスター, グラ ズーリットシュトラッセ 1 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 循環ライン安定性を高めた水性ベースコート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- (A) バインダー成分としての少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリマー、
- (B) 成分(A)とは異なる、
 - (B1) 少なくとも1種のカルボニル基含有ポリウレタンポリ(メタ)アクリレート
及び
 - (B2) 少なくとも2個のヒドラジン基、ヒドラジド基及び/又はヒドラゾン基を有する少なくとも1種の有機化合物
を含む、少なくとも1種のバインダー成分、
及び
 - (C) 少なくとも4個の炭素原子を有する少なくとも1種の分岐及び/又は第二級脂肪族モノアルコール
を含み、
前記バインダー成分(A)が、少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリウレタンを含む、水性ベースコート材料。

【請求項 2】

前記バインダー成分(A)の前記少なくとも1種のポリマーが、5~200mg KOH/gのヒドロキシル価を有する、請求項1に記載のベースコート材料。

【請求項 3】

前記バインダー成分(A)が、少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリエステルを含む、請求項1又は2に記載のベースコート材料。

【請求項4】

使用する成分(B2)が、2~12個のC原子を有する少なくとも1種のジカルボン酸のビスヒドラジドを含む、請求項1から3のいずれか1項に記載のベースコート材料。

【請求項5】

前記バインダー成分(A)の前記ポリマー及び前記バインダー成分(B)の前記ポリマー(B1)が、水性分散液の形態で調製される、請求項1から4のいずれか1項に記載のベースコート材料。

【請求項6】

前記少なくとも1種のモノアルコール(C)が、少なくとも6個の炭素原子を有する、請求項1から5のいずれか1項に記載のベースコート材料。

【請求項7】

前記少なくとも1種のモノアルコール(C)が、6~12個の炭素原子を有する、請求項1から5のいずれか1項に記載のベースコート材料。

【請求項8】

前記少なくとも1種のモノアルコール(C)が、7または8個の炭素原子を有する、請求項7に記載のベースコート材料。

【請求項9】

前記少なくとも1種のモノアルコールが、3-ブトキシ-2-プロパノール、1-プロポキシ-2-プロパノール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、2-エチルヘキサノール、及び2-エチルヘキシルグリコールからなる群から選択される、請求項1から5のいずれか1項に記載のベースコート材料。

【請求項10】

前記少なくとも1種のモノアルコールが、3-ブトキシ-2-プロパノール及び2-エチルヘキサノールからなる群から選択される、請求項1から5に記載のベースコート材料。

【請求項11】

(1)顔料入り水性ベースコート材料の基材への塗布、
 (2)段階(1)で塗布した前記コーティング材料からのポリマー膜の形成、
 (3)得られたベースコート膜へのクリアコート材料の塗布、及び続いて
 (4)前記クリアコート膜と一緒に前記ベースコート膜の硬化、
 によるマルチコート塗装系を製造する方法であって、
 段階(1)における請求項1から10のいずれか1項に記載の水性ベースコート材料の使用、及び該方法の間中、前記ベースコート材料を循環ライン系を介して通過させることを含む、方法。

【請求項12】

基材と、
前記基材上に設けられた、請求項1から10のいずれか1項に記載の前記水性ベースコート材料および顔料から得られるポリマーから構成されたベースコート膜と、
前記ベースコート膜上に設けられた、クリアコート材料から得られるクリアコート膜を含み、
前記ベースコート膜と前記クリアコート膜とが一緒に硬化されたものである、
 マルチコート塗装系。

【請求項13】

(A) バインダー成分としての少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリマー、
 (B) 成分(A)とは異なる、
 (B1) 少なくとも1種のカルボニル基含有ポリウレタンポリ(メタ)アクリレート
 及び

10

20

30

40

50

(B2) 少なくとも2個のヒドラジン基、ヒドラジド基及び/又はヒドラゾン基を有する少なくとも1種の有機化合物

を含む、少なくとも1種のバインダー成分、及び

(C) 少なくとも4個の炭素原子を有する少なくとも1種の分岐及び/又は第二級脂肪族モノアルコール

の組み合わせを含み、

前記バインダー成分(A)が、少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリウレタンを含む水性ベースコート材料における、これらベースコート材料の循環ライン安定性を改善するための使用方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、優れた循環ライン安定性を持つ革新的な水性ベースコート材料に関する。本発明はまた、その水性ベースコート材料を使用してマルチコート塗装系を製造する方法、及び前記方法によって製造可能なマルチコート塗装系に関する。その傑出した循環ライン安定性により、ベースコート材料は産業的コーティングの、特に自動車の仕上げの分野において、最適に利用することが可能である。

【背景技術】

【0002】

水性ベースコート材料、及びそのようなベースコート材料が使用されるマルチコート着色及び/又は効果塗装系(マルチコートコーティング又は多層コーティングとも呼ばれる)を製造するための方法は、多様であることが知られている。従来技術から既知(例えば、ドイツ特許出願DE19948004A1、第17頁、第37行~第19頁、第22行、又はドイツ特許DE10043405C1、第3欄、段落[0018]、及び第8欄、段落[0052]~第9欄、段落[0057]を、第6欄、段落[0039]~第8欄、段落[0050]と併せて参照のこと)であるのは、例えば以下の方法である。

【0003】

- (1) 顔料入り水性ベースコート材料を基材に塗布し、
- (2) 段階(1)で塗布したコーティング材料からポリマー膜を形成し、
- (3) 結果として得られるベースコート膜にクリアコート材料を塗布した後、続いて、
- (4) 前記クリアコート膜と一緒に前記ベースコート膜を硬化させる。

【0004】

この方法は広く使用されており、例えば、自動車の最初の(OEM)仕上げ、及び自動車中に又は自動車上に取り付けられる金属及びプラスチック部分の塗装の両方に使用される。

【0005】

そのような塗装系(コーティング)の技術的及び審美的特性に関する今日の要件は非常に大きい。ここで極めて重要なことは、使用されるコーティング組成物が原則として適切に良好な特性を有することだけでなく、産業的処理分野でコーティング材料に対して不可避免的に応力が生じた後でさえ、これらの特性が保持されることである。例えば、コーティング材料は貯蔵において安定でなければならない。しかしながら同じように、コーティング材料は、産業的塗装設備では避けることができない循環ライン系の結果としてコーティング材料が受ける、機械的応力に耐えることが要求される。このような循環ライン系では、塗料は繰り返し及び交互に、塗料循環ポンプの使用によって、10バールを超える圧力をかけられ、数百メートルに至る長さのパイプラインを通過し、それから貯留槽に戻る。従って、レオロジー要件のプロファイルは並はずれて高い。

【0006】

特に水性ベースコート材料の分野(それらが含有する着色顔料及び主溶媒としての水が理由で、レオロジー安定性に関して大きな課題である)では、不十分な循環ライン安定性が、よくある問題である。これは、塗料がポンプで繰り返し循環ライン系を介して通され

10

20

30

40

50

るので、塗料のレオロジー特性が悪影響を受け、それ故、それらから製造される塗装系が同様に、より劣った性能特性、特に、より劣った審美的特性を有することを意味する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】ドイツ特許出願DE 19948004A1、第17頁、第37行～第19頁、第22行

【特許文献2】ドイツ特許DE 10043405C1、第3欄、段落[0018]、及び第8欄、段落[0052]～第9欄、段落[0057]、第6欄、段落[0039]～第8欄、段落[0050]

10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

そこで、本発明が解決しようとする課題は、優れた循環ライン安定性を示し、その結果、そのような循環ライン系を使用する産業系で処理した場合でさえも、非常に良好な特性を有する塗装が得られる水性ベースコート材料を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上述の課題は、

(A) バインダー成分としての少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリマー、

20

(B) 成分(A)とは異なる、

(B1) 少なくとも1種のカルボニル基含有ポリウレタンポリ(メタ)アクリレート

及び

(B2) 少なくとも2個のヒドラジン基、ヒドラジド基及び/又はヒドラゾン基を有する少なくとも1種の有機化合物

を含む、少なくとも1種のバインダー成分、

及び

(C) 少なくとも4個の炭素原子を有する少なくとも1種の分岐及び/又は第二級脂肪族モノアルコール

30

を含む、水性ベースコート材料によって解決することが可能であった。

【0010】

この新規ベースコート材料は、以下に本発明のベースコート材料とも称する。本発明のベースコート材料の好ましい実施形態は、以下の明細から、及び従属請求項からも明らかになるであろう。

【0011】

本発明によって同様に提供するのは、本発明のベースコート材料を使用し、そのベースコート材料を循環ライン系を介して通過させる、基材上にマルチコート塗装系を製造する方法である。本発明はさらに、前記方法によって製造されるマルチコート塗装系を提供する。

40

【0012】

その水性ベースコート材料は、傑出した循環ライン安定性を持ち、結果として、そのような循環ライン系を使用する産業系における処理に、傑出して適している。従って、塗料をポンプで繰り返し循環ライン系を介して通過させても、得られる塗装系は傑出した特性の、特に傑出した審美的特性のプロファイルを有する。

【発明を実施するための形態】

【0013】

本発明の水性ベースコート材料は、(A)バインダー成分として少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリマーを含む。

【0014】

50

本発明におけるバインダー又はバインダー成分は、関連するD I N E N I S O 4 6 1 8 に従い、顔料及び充填剤を伴わない、コーティング組成物の不揮発性画分を指す。よって特定のバインダーの例は、典型的なコーティング添加剤、又は以下に後述する典型的な架橋剤（その表現は以下で特に物理的及び/又は熱的に硬化可能なポリマーに関して主に使用される）を含み、例として成分（A）のポリマー又は成分（B）の構成成分が挙げられる。

【0015】

バインダー成分（A）のためのポリマーとして原則的に適しているのは、これに関して当業者に既知のすべてのポリマーである。ポリウレタン、ポリエステル、ポリ（メタ）アクリレート及び/又は上述のポリマーのコポリマー、例えばポリウレタン - ポリ（メタ）アクリレート（ポリウレタン - ポリ（メタ）アクリレートコポリマーとも呼ばれる）からなる群から選択される少なくとも1種のポリマーを使用することが好ましい。「メタ（アクリレート）」という用語は、そのようなポリマー中にアクリルモノマーとメタクリルモノマーの両方が存在し得ることを明白にする。これに関わらず、当業者は、そのようなポリマーが、他のオレフィン性不飽和モノマー、例えば典型的なビニルモノマー、例えば塩化ビニル及びスチレンなども含み得ることを承知している。そのようなポリマー及びその調製、及び対応する出発材料は、いずれにせよ当業者に既知であり、さらなる基本的な説明を必要としない。好ましいポリウレタンは、例えばドイツ特許出願D E 1 9 9 4 8 0 0 4 A 1、第4頁、第19行～第11頁、第29行（当該出願中ポリウレタンプレポリマーB 1と称される）、あるいは国際出願W O 9 2 / 1 5 4 0 5、第2頁、第35行～第10頁、第32行に記載されている。好ましいポリエステルは、例えばD E 4 0 0 9 8 5 8 A 1の第6欄、第53行～第7欄、第61行及び第10欄、第24行～第13欄、第3行、あるいはW O 2 0 1 4 / 0 3 3 1 3 5 A 2、第2頁、第24行～第7頁、第10行に記載されている。好ましいポリウレタン - ポリ（メタ）アクリレートコポリマー及びそれらの調製は、例えばW O 9 1 / 1 5 5 2 8 A 1、第3頁、21行～第20頁、第33行、D E 4 4 3 7 5 3 5 A 1、第2頁、第27行～第6頁、第22行、あるいはW O 2 0 1 5 / 0 0 7 4 2 7 A 1、第3頁、29行～第16頁、第17行に記載されている。

【0016】

上述のバインダーとしてのポリマーは、ヒドロキシル官能性である。好ましくは、それらは5 ~ 2 0 0 m g K O H / g、より好ましくは1 5 ~ 1 5 0 m g K O H / gのヒドロキシル価を有する。

【0017】

本発明におけるヒドロキシル価はD I N 5 3 2 4 0 に従って決定され、いずれの場合もポリマー自体に、換言すれば固形分含量に対する（固形分含量測定方法については、以下後述参照）。

【0018】

上述のバインダーとしてのポリマー（A）は、ベースコート材料中で、好ましくは水性分散液、より具体的には二次分散液の形態で使用される。水性分散液中に効果的に分散させることができるようにするため、ポリマーを、既知の手段でイオンの及び/又は非イオンの、親水的に修飾することが好ましい。それらポリマーをアニオンの修飾し、従ってそれらポリマーが好ましくはカルボキシ官能性であることが特に好ましい。

【0019】

固形分含量に対して、ポリマーは、好ましくは0 ~ 5 0 m g K O H / gの、より具体的には2 ~ 4 5 m g K O H / g（D I N 5 3 4 0 2 に従って測定）の酸価を持つ。

【0020】

特に好ましくは、本発明において、バインダー成分（A）は、少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリウレタン - ポリ（メタ）アクリレートコポリマーと少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリエステルとの組み合わせを含む。さらに好ましくは、バインダー成分（A）は、少なくとも1種のヒドロキシル官能性ポリウレタンも含む。

【0021】

バインダー成分としての全ヒドロキシル官能性ポリマー（Ａ）の、顔料入り水性ベースコート材料の膜形成性固形分に対する質量パーセント画分の総合計は、好ましくは２～９５質量％、より好ましくは５～９５質量％、及び非常に好ましくは１０～９０質量％である。

【 0 0 2 2 】

膜形成性固形分（最終的にバインダー画分に対応する）とは、顔料、及び適宜に、充填剤を伴わないベースコート材料の不揮発性質量画分を意味する。膜形成性固形分は、次のように決定することができる：顔料入り水性ベースコート材料の試料（約１ｇ）を５０～１００倍量のテトラヒドロフランと混合し、次いで約１０分間攪拌する。次いで、不溶性顔料及び任意の充填剤を濾過により除去し、残渣を少量のＴＨＦですすぎ、結果として得られた濾液からそのＴＨＦを回転式蒸発装置で除去する。濾液の残渣を１２０℃で２時間乾燥し、結果として得られる膜形成性固形分を秤量することによって得る。

10

【 0 0 2 3 】

好ましいポリマー（Ａ）を特定の比例範囲で含むベースコート材料に対する特定化が可能な場合、以下が適用される：好ましい群に入らないポリマー（Ａ）は、無論ベースコート材料中になお存在してもよい。その場合、特定の比例範囲は、ポリマー（Ａ）の好ましい群にのみ適用される。それでもなお、特定の比例範囲は、好ましい群からのポリマー（Ａ）及び好ましい群に入らないポリマー（Ａ）からなるポリマーの総画分に同様に適用されることが好ましい。

【 0 0 2 4 】

20

従って、２～９５質量％の比例範囲及びポリマー（Ａ）の好ましい群に制限する場合、この比例範囲は明らかに、まず第一にポリマー（Ａ）の好ましい群にのみ適用される。そしてしかしながら、好ましい群からのポリマー（Ａ）及び好ましい群に入らないポリマー（Ａ）からなる、最初から包含されている全ポリマー（Ａ）が、同様に全体として２～９５質量％あることが好ましい。従って、好ましい群のポリマー（Ａ）を８０質量％使用する場合には、好ましくない群のポリマー（Ａ）は最大で１５質量％使用し得る。

【 0 0 2 5 】

本発明において、上述の原則は、上述のベースコート材料の全成分及びそれらの比例範囲に有効であり、例としては以下に後述する成分（Ｂ）及び（Ｃ）が挙げられる。

【 0 0 2 6 】

30

水性ベースコート材料は、成分（Ａ）とは異なる特定のバインダー成分（Ｂ）をさらに含む。

【 0 0 2 7 】

バインダー成分（Ｂ）は、まず第一に、（Ｂ１）少なくとも１種のカルボニル基含有ポリウレタン-ポリ（メタ）アクリレートを含む。

【 0 0 2 8 】

そのようなポリマー及びその調製は、やはり当業者に既知である。これに関連して、ポリウレタン-ポリ（メタ）アクリレートがカルボニル基を含有することが重要である。本発明におけるカルボニル基は、ケト基及びアルデヒド基であり、好ましくはケト基である。これらカルボニル基を介して、及び以下に後述する成分（Ｂ２）の存在によって、イミンの形成を伴う架橋反応が可能である。従ってバインダー成分（Ｂ）は、自己架橋性である。

40

【 0 0 2 9 】

述べたように、ポリウレタン-ポリ（メタ）アクリレートの調製のための対応する反応条件は既知である。そのようなポリマーにカルボニル基を導入するために、対応する官能化モノマーが共重合によってポリマー骨格に組み込まれる。これは、カルボニル基をさらに含有するビニル基を含有するモノマーを使用して好ましくは行われる。例えば、メチルビニルケトン、（メタ）アクロレイン、クロトンアルデヒド又はジアセトン（メタ）アクリルアミドなどのモノマーが使用し得る。ジアセトンアクリルアミドが好ましい。調製に使用するためのカルボニル基を含有するモノマーの画分は、問題のポリマーの調製に使用

50

する出発物質の総質量に対して、例えば5～70質量%である。

【0030】

上述のポリマー(B1)は、好ましくは水性分散液の形態で調製され、次いで成分(B2)と混合される。水性分散液中に効果的に分散させることができるようにするため、ポリマー(B1)を、既知の手段で親水的に、イオンの及び/又は非イオンのに修飾することが好ましい。それらポリマー(B1)をアニオンのに修飾し、従ってそれらポリマー(B1)が好ましくはカルボキシ官能性であることがより特に好ましい。

【0031】

成分(B2)は、少なくとも2個のヒドラジン基、ヒドラジド基及び/又はヒドラゾン基を含有する有機化合物である。好ましい化合物は、1000g/mol未満の分子量を有する低分子量のものである。そのような化合物は同様に既知である。例として、2～12個のC原子を有するジカルボン酸のビスヒドラジド、例えばシュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸又は異性体フタル酸のビスヒドラジド；カルボニックビスヒドラジド(carbonic bishydrazide)、アルキレン-又はシクロアルキレン-ビス-セミカルバジド、N,N'-ジアミノグアニジン、アルキレンビスヒドラジン、例えばN,N'-ジアミノピペラジン、アリーレンビスヒドラジン、例えばフェニレン-又はナフチレンビスヒドラジン、アルキレンビスセミカルバジド、ジアルデヒド及びジケトンのビスヒドラジドが挙げられる。より高い官能価を有する成分(B2)の例は、ニトリロ三酢酸又はエチレンジアミン四酢酸のヒドラジドである。

10

20

【0032】

2～12個のC原子を有するジカルボン酸のビスヒドラジド、より具体的にはアジピン酸のビスヒドラジドを使用することが好ましい。

【0033】

既に上述したように、成分(B)は、好ましくはベースコート材料中に水性分散液の形態で使用する。ここで、成分(B1)中のカルボニル基の、成分(B2)中のヒドラジン基、ヒドラジド基及び/又はヒドラゾン基に対する化学量論比が、40:1～1:2、より好ましくは20:1～1:2であることが好ましい。

【0034】

この種のバインダー成分(B)は、例えばEP0649865A1、第3頁、第1行～第9頁、第46行及び関連実施例2、4、6及び7～9に記載されている。そのような成分は、Daotan(Allnex社製)の商品名で、水性分散液の形態で市販されている。

30

【0035】

全バインダー成分(B)の、顔料入り水性ベースコート材料の膜形成性固形分に対する質量パーセンテージ画分の合計は、好ましくは2～95質量%、より好ましくは5～95質量%、及び非常に好ましくは10～90質量%である。

【0036】

水性ベースコート材料は、溶媒として少なくとも1種の特定のアルコール(C)をさらに含む。これは、少なくとも4個の炭素原子を有する分岐及び/又は第二級脂肪族モノアルコールである。

40

【0037】

脂肪族化合物は、通常の見解と一致して、芳香族ではない又は芳香族基を含有しない全有機化合物である。よって、脂肪族モノアルコールは、ヒドロキシル基とは別に、専ら炭素及び水素からなる分子であり得る。しかしながら、さらなるヘテロ原子が、ヒドロキシル基の酸素原子と同様に、より具体的には架橋基、例えばエーテル基、エステル基、アミド基及び/又はウレタン基、特にエーテル基などの形態で存在することも、同じように可能である。

【0038】

好ましくは、アルコール(C)は、1個のヒドロキシル基とは別に、ヘテロ原子を含有

50

する他の末端官能基を含有しない。

【0039】

アルコール(C)は、第二級、分岐、又は第二級と分岐の両方である。

【0040】

脂肪族第二級アルコールは、その中でヒドロキシル基が、水素原子1個のみが結合している炭素原子に結合しているものである。そしてこの第1の炭素原子上のラジカルのうち2個は脂肪族ラジカルであり、各々炭素原子を介して第1の炭素原子に結合している。

【0041】

アルコールが第二級である場合、モノアルコールの脂肪族ラジカルは直鎖状、分岐状又は環状であり得る。

10

【0042】

ここで直鎖状とは、既知であるように、問題のラジカルが主炭素鎖に関して分岐する例がなく、代わりに炭素原子が鎖内で専ら直鎖状に連続で配置されることを意味する。しかしながら、主炭素鎖がエーテル基などの架橋基を含有することが可能であり、よって炭素原子の直接連続が中断されることを意味する。

【0043】

従って、分岐状又は非直鎖は、本発明において、考慮下のラジカルが、直鎖状ラジカルとは違って、主炭素鎖中に分岐を有することを意味する。換言すれば、直鎖ラジカルの場合とは対照的に、問題のラジカルは少なくとも1個の炭素原子は、第三級又は第四級炭素原子である。上述のように、主鎖中の炭素原子の直接連続の中断は、無論やはり可能である。

20

【0044】

環式又は脂環式と定義されるラジカルは、その中に存在する炭素原子の少なくともいくつか、1つ以上の環を形成するように結合しているものである。1つ以上の環の他に、無論、脂環式ラジカル中に存在する他の非環式直鎖基又は分岐脂肪族基もあり得る。

【0045】

アルコールが分岐鎖である場合、それは第一級、第二級又は第三級ヒドロキシル基、好ましくは第一級又は第二級ヒドロキシル基を含有し得る。

【0046】

アルコール(C)は、好ましくは少なくとも6個の、より好ましくは少なくとも7個の炭素原子を有する。好ましい範囲は、6~12個、より好ましくは7又は8個の炭素原子である。

30

【0047】

例としては、3-ブトキシ-2-プロパノール、1-プロポキシ-2-プロパノール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、2-エチルヘキサノール、及び2-エチルヘキシルグリコールが挙げられる。3-ブトキシ-2-プロパノール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、及び2-エチルヘキサノールが好ましく、3-ブトキシ-2-プロパノール及び2-エチルヘキサノール、特に3-ブトキシ-2-プロパノールがさらに好ましい。

【0048】

全モノアルコール(C)の、顔料入り水性ベースコート材料の総質量に対する質量パーセント画分の合計は、好ましくは1~10質量%、より好ましくは2~10質量%、及び非常に好ましくは3~10質量%である。

40

【0049】

本発明のベースコート材料は、着色及び/又は効果顔料を含む。そのような着色顔料及び効果顔料は当業者に既知であり、例えばRoempp-Lexikon Lacke und Druckfarben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York, 1998年、第176頁及び第451頁に記載されている。顔料の画分は、顔料入り水性ベースコート材料の総質量に対して、例えば1~40質量%、好ましくは2~30質量%、より好ましくは3~25質量%の範囲に位置し得る。

50

【 0 0 5 0 】

ベースコート材料は、それ自体既知の典型的な架橋剤、特にアミノプラスチック樹脂及びノ又はブロック化及びノ又は非ブロック化ポリイソシアネート、特に好ましくはメラミン樹脂も含み得る。好ましくは、ベースコート材料はそのような架橋剤をまさに含む。全架橋剤の、顔料入り水性ベースコート材料の膜形成性固形分に対する質量パーセント画分の合計は、好ましくは1～40質量%、より好ましくは5～35質量%、及び非常に好ましくは7.5～30質量%、又は10～30質量%でさえある。

【 0 0 5 1 】

以上のことから、ベースコート材料はいずれにせよ熱硬化が可能であり、換言すれば、熱硬化が可能な成分を含む。これはいずれにせよ自己架橋性成分(B)に当てはまる。これは、メラミン樹脂などの可能な架橋剤の存在下でヒドロキシル官能性成分(A)にも同じように当てはまる。

10

【 0 0 5 2 】

一般的な定義に沿って、実際に、用語「熱硬化」は、バインダー及び別個に存在する架橋剤、及びノ又は自己架橋バインダーが親コーティング材料中に用いられる、コーティング膜の熱開始化学架橋を意味する。特定の反応性官能基、例えばヒドロキシル基又はカルボニル基、及びそれらに相補的な反応性官能基、例えばメチロール基又はヒドラジド基も存在し、互いに架橋することができる。適した相補的な反応性官能基及び自己反応性官能基の例は、ドイツ特許出願DE 19930665 A1、第7頁、第28行～第9頁、第24行から既知である。

20

【 0 0 5 3 】

このようなコーティング材料の硬化においては、無論、比例した物理的硬化が常にあり、これはポリマー溶液又はポリマー分散液からの溶媒の損失及びポリマーの相互ループ(interlooping)による膜の形成である。その場合、それでもなお、コーティング材料は熱硬化性と称される。

【 0 0 5 4 】

さらに、好ましくは、本発明のベースコート材料中には増粘剤がある。適した増粘剤は、フィロシリケートの群からの無機増粘剤である。しかしながら、無機増粘剤の他に、1種以上の有機増粘剤も使用され得る。これらは、好ましくは、(メタ)アクリル酸-(メタ)-アクリレートコポリマー増粘剤、例えば市販品 Rheovis AS 1130 (BASF社)、及びポリウレタン増粘剤、例えば市販品 Rheovis PU 1250 (BASF社)からなる群から選択される。使用する増粘剤は、使用するバインダーとは異なる。

30

【 0 0 5 5 】

全増粘剤の、顔料入り水性ベースコート材料の総質量に対する質量パーセント画分の合計は、好ましくは0.1～2.5質量%、より好ましくは0.15～2.0質量%、及び非常に好ましくは0.2～2.0質量%である。

【 0 0 5 6 】

顔料入り水性ベースコート材料は、少なくとも1種の添加剤をさらに含み得る。そのような添加剤の例は、残渣を伴わないか、又は残渣を実質的に伴わない、熱的に分解することが可能な塩、上記のポリマーとは異なる、物理的に、熱的に、及びノ又は化学線により硬化することができるバインダー樹脂、例えば、WO 2016/091539 A1、第9頁、第30行～第33頁、第2行に記載のポリマー、さらなる架橋剤、有機溶媒、反応性希釈剤、透明顔料、充填剤、分子的に分散して溶解する染料、ナノ粒子、光安定剤、抗酸化剤、脱気剤、乳化剤、スリップ添加剤、重合抑制剤、ラジカル重合開始剤、接着促進剤、流れ調整剤、膜形成助剤、垂れ抑制剤(SCA)、難燃剤、腐食防止剤、ワックス、乾燥剤、殺生物剤、及びつや消し剤である。

40

【 0 0 5 7 】

前述の種の適した添加剤は、例えば、

- ドイツ特許出願DE 19948004 A1、第14頁、第4行～第17頁、第5行、

50

- ドイツ特許 DE 1 0 0 4 3 4 0 5 C 1、第 5 欄、段落 [0 0 3 1] ~ [0 0 3 3] から既知である。それらは、慣例且つ既知の量で使用される。

【 0 0 5 8 】

本発明のベースコート材料の固形分含量は、手持ちの事例の要件に応じて変化し得る。固形分含量は、塗布、より具体的にはスプレー塗布に必要な粘度によって主に左右され、当業者の一般的な技術的知識に基づき、任意に 2 ~ 3 の探索的試験からの補助を用いて、調整され得る。

【 0 0 5 9 】

ベースコート材料の固形分含量は、好ましくは 5 ~ 7 0 質量%、より好ましくは 8 ~ 6 0 質量%、及び非常に好ましくは 1 2 ~ 5 5 質量%である。

10

【 0 0 6 0 】

固形分（不揮発性画分）とは、特定条件下での蒸発時に残渣として残留する質量画分を意味する。本出願において、固形分は、他に明確に示さない限り、D I N E N I S O 3 2 5 1 に従って決定する。これは、ベースコート材料を 1 3 0 で 6 0 分間蒸発させることにより行われる。

【 0 0 6 1 】

他に示さない限り、この試験方法は、例えば、ベースコート材料の様々な成分の画分をベースコート材料の総質量の割合として決定するために、同様に用いられる。よって、例えば、ベースコート材料に添加されるべきポリウレタン樹脂の分散液の固形分は、このポリウレタン樹脂の画分を組成物全体の割合として確認するために対応して決定され得る。

20

【 0 0 6 2 】

本発明のベースコート材料は、水性である。「水性」という表現は、これに関連して、当業者に既知である。その言い回しは原則として、専ら有機溶媒をベースとするのではない、すなわち、その溶媒として専ら有機系溶媒を含有しないが、代わりに、対照的に、溶媒として著しい画分の水を含むベースコート材料を指す。本発明における「水性」は、好ましくは、問題のコーティング組成物、より具体的にはベースコート材料が、いずれの場合も存在する溶媒（すなわち、水、及び有機溶媒）の総量に対して、少なくとも 4 0 質量%、好ましくは少なくとも 5 0 質量%、非常に好ましくは 6 0 質量%の水画分を有することを意味すると理解されるべきである。次いで好ましくは、水画分は、いずれの場合も存在する溶媒の総量に対して、4 0 ~ 9 0 質量%、より具体的には 5 0 ~ 8 0 質量%、非常に好ましくは 6 0 ~ 7 5 質量%である。

30

【 0 0 6 3 】

本発明に従って用いられるベースコート材料は、ベースコート材料を製造するための慣例且つ既知の混合部品（assemblies）、及び混合技術を使用して製造され得る。

【 0 0 6 4 】

好ましい一実施形態では、
バインダー成分としての全ヒドロキシル官能性ポリマー（A）の、顔料入り水性ベースコート材料の膜形成性固形分に対する質量パーセンテージ画分の合計は、2 ~ 9 5 質量%であり、

全バインダー成分（B）の、顔料入り水性ベースコート材料の膜形成性固形分に対する質量パーセンテージ画分の合計は、2 ~ 9 5 質量%であり、及び

40

全モノアルコール（C）の、顔料入り水性ベースコート材料の総質量に対する質量パーセンテージ画分の合計は、1 ~ 1 0 質量%である。

【 0 0 6 5 】

本発明のさらなる態様は、

- (1) 顔料入り水性ベースコート材料の基材への塗布、
- (2) 段階 (1) で塗布したコーティング材料からのポリマー膜の形成、
- (3) 得られたベースコート膜へのクリアコート材料の塗布、
- (4) クリアコート膜と一緒にベースコート膜の硬化、

によるマルチコート塗装系を製造する方法であり、

50

この方法は、段階(1)での本発明の水性ベースコート材料の使用、及び本方法の間中、ベースコート材料を循環ライン系を介して通過させることを含む。

【0066】

本発明の水性ベースコート材料に関する上記所見のすべては、本発明の方法に関しても有効である。これはより具体的には、すべての好ましい、非常に好ましい、及び特に好ましい特徴についても当てはまる。

【0067】

前記方法は、マルチコート着色塗装系、効果塗装系、及び着色及び効果塗装系の製造に好ましく使用される。

【0068】

本発明に従って使用する顔料入り水性ベースコート材料は、一般的に、サーフェーサー又はプライマーサーフェーサーによって前処理された金属又はプラスチック基材に塗布される。前記ベースコート材料は、任意にプラスチック基材に直接塗布し得る。

【0069】

金属基材がコーティングされる場合、その金属基材は、サーフェーサー又はプライマーサーフェーサーが塗布される前に、電着コート系でさらにコーティングされることが好ましい。

【0070】

プラスチック基材がコーティングされる場合、そのプラスチック基材も、サーフェーサー又はプライマーサーフェーサーが塗布される前に、前処理されることが好ましい。このような前処理に最もよく用いられる技術は、火炎処理、プラズマ処理及びコロナ放電のものである。火炎処理が好ましく使用される。

【0071】

本発明の顔料入り水性ベースコート材料の塗布は、硬化した電着コート系及び/又はサーフェーサーを有する上記のような既にコーティングされた金属基材に対し、自動車産業において慣例の膜厚で、例えば5~100マイクロメートル、好ましくは5~60マイクロメートルの範囲で、行われ得る。これは、スプレー塗布方法、例えば、圧縮空気スプレー塗り、エアレススプレー塗り、高速回転、静電スプレー塗布(ESTA)などを、単独で、又は例えば熱気スプレー塗りなどの熱スプレー塗布と併せて使用し、行われる。

【0072】

顔料入り水性ベースコート材料の塗布後、顔料入り水性ベースコート材料は、既知の方法によって乾燥させることができる。例えば、好ましい(1成分)ベースコート材料は、室温で1~60分間フラッシュした後、続いて好ましくは30~90の任意に僅かに高くした温度で乾燥させることが可能である。本発明におけるフラッシュ及び乾燥は、有機溶媒及び/又は水の蒸発を意味し、この結果、塗装はより乾燥するが、それでも硬化しないか、又はそれでも完全に架橋されたコーティング膜は形成されていない。

【0073】

次いで市販のクリアコート材料を、同様に一般的な方法で、やはり慣例の範囲の膜厚、例えば5~100マイクロメートルで塗布する。

【0074】

クリアコート材料を塗布した後、クリアコート材料は、例えば室温で1~60分間フラッシングし、任意に乾燥させることができる。次いでクリアコート材料を、塗布した顔料入りベースコート材料と一緒に硬化させる。この手順の過程で、架橋反応が生じ、例えば、基材上に本発明のマルチコート着色及び/又は効果塗装系が製造される。硬化は、好ましくは熱的に60~200の温度で行う。

【0075】

特定の一実施形態では、マルチコート塗装系を製造する方法は、以下の工程を含む。

【0076】

基材へ電着コート材料を電気泳動塗布し、その後電着コート材料を硬化させることにより、金属基材上に硬化電着コート膜を製造する工程、

10

20

30

40

50

(i) 電着コート膜に直接水性ベースコート材料を塗布すること、又は(i i) 複数のベースコート材料を直接連続的に電着コート膜に塗布することによって、硬化電着コート膜の上に直接、(i) ベースコート膜、又は(i i) 複数のベースコート膜を直接互いに連続して製造する工程、

(i) 1種のベースコート膜又は(i i) 一番上のベースコート膜にクリアコート材料を直接塗布することにより、(i) ベースコート膜又は(i i) 一番上のベースコート膜の上に直接クリアコート膜を製造する工程、

ここで、(i) 1種のベースコート材料、又は(i i) ベースコート材料の少なくとも1種が本発明のベースコート材料であり、

ベースコート膜(i) 又はベースコート膜(i i)、及びクリアコート膜と一緒に硬化させる。

10

【 0 0 7 7 】

そして後者の実施形態では、上述の標準的な方法と比較して、通常のサーフェイサーの塗布及び別個の硬化はない。代わりに、電着コート膜に塗布された膜がすべて一緒に硬化され、それにより操作全体がはるかに経済的となる。

【 0 0 7 8 】

コーティング材料の、基材への直接塗布又は先に製造されたコーティング膜への直接塗布は、以下のように理解される。それぞれのコーティング材料は、そのコーティング材料から製造されたコーティング膜が基材上に(他のコーティング膜上に)配置され、基材と(他のコーティング膜と)直接接触するように塗布される。従って、コーティング膜と基材(他のコーティング膜)との間には、より具体的には他のコーティング膜がない。「直接」の詳細がなければ、塗布されたコーティング膜は、基材(他の膜)上に配置されている一方で、必ずしも直接接触して存在する必要はない。より具体的には、それらの間にさらなるコーティングが配置され得る。従って、本発明においては、以下が事実である：「直接」に関する特定化がない場合、明らかに「直接」に対する制限はない。

20

【 0 0 7 9 】

プラスチック基材は、基本的に金属基材と同じ方法でコーティングされる。しかしながらここで、一般に、硬化は30~90の著しく低い温度で起こる。従って、二成分型クリアコート材料の使用が好ましい。

【 0 0 8 0 】

本発明の方法は、金属及び非金属基材、より具体的にはプラスチック基材、好ましくは自動車の車体又はその構成要素を塗装するために使用することが可能である。

30

【 0 0 8 1 】

本発明の方法はさらに、OEM仕上げにおける二重仕上げに使用することができる。これは、本発明の方法によってコーティングされた基材に、本発明の方法によって同様に、二度目の塗装をすることを意味する。

【 0 0 8 2 】

本発明はさらに、上記の方法によって製造可能なマルチコート塗装系に関する。これらのマルチコート塗装系は、以下に本発明のマルチコート塗装系と称する。

【 0 0 8 3 】

本発明の水性ベースコート材料に関する上記所見のすべては、前記マルチコート塗装系及び本発明の方法に対しても対応して有効である。これは特にすべての好ましい、より好ましい及び最も好ましい特徴についても当てはまる。

40

【 0 0 8 4 】

これらのマルチコート塗装系は、自動車のOEM仕上げの一部として、上記に定義した本発明の方法によって自動車の車体又はその構成要素上に製造されることが好ましい。

【 0 0 8 5 】

本発明のさらなる態様は、これらのベースコート材料の循環ライン安定性を高めるための、水性ベースコート材料における上記成分(A)、(B)、及び(C)の組み合わせの使用方法である。

50

【0086】

本発明を、実施例を参照して以下に説明する。

【実施例】

【0087】

水性ベースコート材料の製造

以下の表に示す配合物構成成分及びその量に関しては、以下を念頭に置くべきである。市販品又は他に記述されている調製プロトコルについて言及する場合、いずれの場合も構成成分について選択された主な呼称に関わらず、その言及は特にその市販品又は特に言及されたプロトコルの場合には調製された製品についてである。

【0088】

従って、配合物構成成分が主な呼称「メラミン - ホルムアルデヒド樹脂」を持つ場合、及び市販品がそれについて特定している場合には、メラミン - ホルムアルデヒド樹脂は厳密にその市販品の形態で使用される。従って、活性物質（メラミン - ホルムアルデヒド樹脂）の量について結論を出す場合は、市販品中に存在する溶媒などの任意のさらなる構成成分を考慮に入れなければならない。そして、配合物構成成分について調製プロトコルが参照される場合、及びこの調製の結果として、例えば規定の固形分を有するポリマー分散液が得られる場合、厳密にその分散液が使用される。選択された主な呼称が「ポリマー分散液」のものであるのか、又は例えば「ポリマー」、「ポリエステル」もしくは「ポリウレタン修飾ポリアクリレート」などの活性物質のみのものであるのかは、重要ではない。活性物質（ポリマー）の量について結論を出す場合は、これを考慮に入れなければならない。

【0089】

銀色の比較例水系ベースコート材料1(C1)の製造

表Aの「水相」の下に列挙した成分を、記載の順序で攪拌しながら混ぜ合わせて水性混合物を形成した。次の工程において、「有機相」の下に列挙した成分から有機混合物を製造した。有機混合物を水性混合物に添加した。結果として得られた混合物を、次いで10分間攪拌し、脱イオン水及びジメチルエタノールアミンを使用してpH8に、及び回転粘度計(Mettler-Toledo社製の機器Retomat RM 180)を用いて測定して1000 s⁻¹の剪断荷重下で80 ± mPasのスプレー粘度に調整した。

【0090】

【表1】

表A:

成分	質量部
水相	
3% Na Mg フィロシリケート溶液	12
脱イオン水	32.4
ブチルグリコール	5.0
Isopar L (ExxonMobil社製)	0.9
ポリウレタン修飾ポリアクリレート(A); DE 4437535 Aの第7頁、第55行~第8頁、第23行により調製)	3.0
Rheovis PU 1250 (BASF社)の50質量%溶液、レオロジー剤	1.9
Rheovis AS 1130 (BASF社)の10質量%溶液、レオロジー剤	3.0
ヒドロキシル官能性ポリエステル(A)、DE 400 98 58 A1の第16欄、第37~59行、実施例Dにより調製	2.0
TMDD 50% BG (BASF社)、ブチルグリコール中2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオールの52%溶液	1.0
メラミン-ホルムアルデヒド樹脂(Luwipal 052、BASF社)	6.4
水中10%のジメチルエタノールアミン	0.5
バインダー成分(B) (Daotan VTW 6462 (Allnex社製))	12.7
Pluriol P 900 (BASF社)	2.4
カーボンブラックペースト	0.4
黄色ペースト	0.4
赤色ペースト	3.5
有機相	
Altana-Eckart社から入手可能な2種の市販のアルミニウム顔料の混合物	5.2
ブチルグリコール	5.2
ヒドロキシル官能性ポリエステル(A)、DE 400 98 58 A1の第16欄、第37~59行、実施例Dにより調製	5

10

20

30

【0091】

カーボンブラックペーストの製造

カーボンブラックペーストは、58.9質量部の、国際特許出願WO92/15405 (ポリマー(A))により調製したポリウレタン分散液、10質量部のカーボンブラック、5質量部の、DE4009858A1 (ポリマー(A))、第16欄、第37~59行、実施例Dにより調製した、ヒドロキシル官能性ポリエステル、7.6質量部のブチルグリコール (BASF SE社)、8.2質量部のジメチルエタノールアミン (脱イオン水中10%)、2.2質量部の市販のポリエーテル (BASF SE社製 Pluriol (登録商標) P900)、及び8.1質量部の脱イオン水から製造した。

40

【0092】

黄色ペーストの製造

黄色ペーストは、43.6質量部の、国際特許出願WO92/15405 (ポリマー(A))により調製したポリウレタン分散液、17.3質量部の市販の黄色顔料 (Sicotrans (登録商標) Yellow; BASF SE社)、18.3質量部の、DE4009858A1 (ポリマー(A))、第16欄、第37~59行、実施例Dにより調製した、ヒドロキシル官能性ポリエステル、4.3質量部のブチルグリコール (BASF SE社)、及び16.5質量部の脱イオン水から製造した。

【0093】

赤色ペーストの製造

50

赤色ペーストは、49.7質量部の、国際特許出願WO91/15528、バインダー分散体A（ポリマー（A））により調製したアクリル化ポリウレタン分散体、12質量部のSicotrans（登録商標）Red（BASF SE社）、3質量部の市販のポリエーテル（BASF SE社製Pluriol（登録商標）P900）、2質量部のブチルグリコール（BASF SE社）、1質量部のジメチルエタノールアミン（DI水中10%）及び32.3質量部の脱イオン水から製造した。

【0094】

本発明の水系ベースコート材料I1の製造

水系ベースコート材料I1を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部の3-ブトキシ-2-プロパノール（BASF SE社）（モノアルコール（C））に置き換えた。

10

【0095】

本発明の水系ベースコート材料I2の製造

水系ベースコート材料I2を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部の2-エチルヘキサノール（BASF SE社）（モノアルコール（C））に置き換えた。

【0096】

本発明の水系ベースコート材料I3の製造

水系ベースコート材料I3を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部の1-プロポキシ-2-プロパノール（BASF SE社）（モノアルコール（C））に置き換えた。

20

【0097】

本発明の水系ベースコート材料I4の製造

水系ベースコート材料I4を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部のジプロピレングリコールモノメチルエーテル（BASF SE社）（モノアルコール（C））に置き換えた。

【0098】

本発明の水系ベースコート材料I5の製造

水系ベースコート材料I5を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部の2-エチルヘキシルグリコール（Eastman Chemical社）（モノアルコール（C））に置き換えた。

30

【0099】

比較例の水系ベースコート材料2（C2）の製造

水系ベースコート材料C2を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部のイソプロパノール（BASF SE社）に置き換えた。

【0100】

比較例の水系ベースコート材料3（C3）の製造

水系ベースコート材料C3を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部のN-エチルピロリドン（BASF SE社）に置き換えた。

40

【0101】

比較例の水系ベースコート材料4（C4）の製造

水系ベースコート材料C4を表Aに従って製造したが、水相中の5質量部のブチルグリコール（BASF SE社）を、5質量部のn-ブタノール（BASF SE社）に置き換えた。

【0102】

表Bに、製造したすべてのベースコート材料を再度要約する。

【0103】

【表 2】

表 B :

	溶媒
水系ベースコート材料C1	ブチルグリコール
水系ベースコート材料C2	イソプロパノール
水系ベースコート材料C3	N-エチルピロリドン
水系ベースコート材料C4	n-ブタノール
水系ベースコート材料I1	3-プトキシ-2-プロパノール
水系ベースコート材料I2	2-エチルヘキサノール
水系ベースコート材料I3	1-プロポキシ-2-プロパノール
水系ベースコート材料I4	ジプロピレングリコールモノメチルエーテル
水系ベースコート材料I5	2-エチルヘキシルグリコール

10

【0104】

ベースコート材料の循環ライン安定性についての比較調査

循環ライン暴露に対して関連するコーティング材料の色調 (shade) 安定性を決定するために、20リットルの各コーティング材料を以下のように処理した。

【0105】

コーティング材料を循環ライン系に導入した。次いで、コーティング材料を、10バールの系運転圧力及び 21 ± 2 の温度で77.1分間循環ポンプで送った。この時間の後、50ターンオーバー (turnover) (1ターンオーバー (TO) = 循環ラインにおける材料の循環1回) の暴露に対応して、1.5リットルのコーティング材料をコーティングの目的で除去した。各サンプリングで材料の容量が減少するので、循環ライン系内の時間を表Cに従って適合させて、コーティング材料暴露2000TOまでこの手順を繰り返した。

20

【0106】

表C：循環ライン系におけるサンプリングと対応するターンオーバー対滞留時間

【0107】

【表 3】

試料No.	TO	サンプリング前の残留体積 [l]	時間差 (試料X-試料(X+1)) [分]	試料体積 [l]
0	0	20	0	1.5
1	50	18.5	77.1	1.5
2	250	17.0	283.3	1.5
3	500	15.5	322.9	1.5
4	1000	14.0	583.3	1.5
5	1250	12.5	302.1	1.5
6	1500	11.0	229.2	1.5
7	1750	9.5	197.9	1.5
8	2000	8.0	166.7	1.5

30

40

【0108】

その後続いて、得られたコーティング材料試料を標準的な手順に従ってコーティングし、得られた色調を測定に供した。

【0109】

コーティング：

使用した基材は、10cm×20cmの寸法を有する金属パネルで、 $30 \pm 3 \mu\text{m}$ の膜厚で市販のプライマー-サーフェーサーから製造された硬化したプライマー-サーフェーサ

50

一系を有していた。この基材の上いずれの場合もまず第一に、水系ベースコート材料（コーティング材料試料）を、 $13 \sim 18 \mu\text{m}$ の乾燥膜厚で空気圧で塗布した。室温で1分間フラッシュオフした後、水系ベースコート材料を強制空気オープン中 70°C で10分間の中間乾燥に供した。その後、BASF Coatings GmbH社から市販されている2成分クリアコート材料ProGloss（登録商標）（FF99-0345）を、再度空気圧で、乾燥膜厚 $40 \pm 5 \mu\text{m}$ で塗布し、室温で20分間フラッシュオフした後、ベースコート及びクリアコートを、強制空気オープン中 140°C で20分間一緒に焼き付けた。

【0110】

色調（shade）測定：

色調測定は、X-Rite社製のMA68II分光光度計を使用して行った。

10

【0111】

表1は、循環ラインにおける暴露に対する様々な試料についての色調測定値の明度値を示す。各場合ともここで報告するのは、暴露されていないベースコート材料を用いたコーティング系の測定に対する差の値である。

【0112】

【表 4】

表 1 :

	試料	TO	L (25°)	L (45°)	L (75°)
水系ベースコート材料 1	0	0	0	0	0
	1	50	-0.13	-0.03	0.01
	2	250	-0.24	0.75	0.61
	3	500	-1.00	0.89	0.95
	4	1000	-0.98	1.74	1.65
	5	1250	-1.36	2.20	2.06
	6	1500	-1.53	2.10	2.13
	7	1750	-1.68	2.61	2.55
	8	2000	-2.07	2.76	2.74
水系ベースコート材料2	0	0	0	0	0
	1	50	-0.07	0.29	0.35
	2	250	-0.05	1.09	0.88
	3	500	-0.57	1.47	1.46
	4	1000	-1.12	2.14	2.10
	5	1250	-1.16	2.98	2.85
	6	1500	-1.63	3.22	3.08
	7	1750	-1.75	3.00	3.03
	8	2000	-2.13	2.97	3.12
水系ベースコート材料3	0	0	0	0	0
	1	50	-0.35	0.60	0.52
	2	250	-0.59	1.15	1.05
	3	500	-0.77	1.86	1.60
	4	1000	-1.20	2.85	2.45
	5	1250	-1.09	2.89	2.61
	6	1500	-1.42	2.80	2.71
	7	1750	-1.38	3.31	3.04
	8	2000	-1.92	3.50	3.39
水系ベースコート材料4	0	0	0	0	0
	1	50	-0.11	0.34	0.39
	2	250	-0.17	1.02	0.96
	3	500	-0.63	1.48	1.52
	4	1000	-1.19	2.08	2.21
	5	1250	-1.27	2.89	2.93
	6	1500	-1.59	3.08	3.01
	7	1750	-1.79	3.14	3.21
	8	2000	-2.25	3.28	3.31
水系ベースコート材料11	0	0	0	0	0
	1	50	-0.16	0.04	0.12
	2	250	-0.01	0.25	0.34
	3	500	-0.30	0.26	0.40
	4	1000	-0.16	0.90	0.81
	5	1250	-0.16	1.00	0.98
	6	1500	-0.46	1.30	1.15
	7	1750	-0.57	1.48	1.27
	8	2000	-0.59	1.37	1.32
水系ベースコート材料12	0	0	0	0	0
	1	50	1.31	-0.63	-0.74

10

20

30

40

50

	2	250	1.34	-0.81	-0.55
	3	500	1.41	-0.81	-0.52
	4	1000	1.10	-0.84	-0.46
	5	1250	1.13	-0.60	-0.14
	6	1500	0.65	-0.94	-0.16
	7	1750	1.35	-0.79	-0.51
	8	2000	1.39	-0.81	-0.58
水系ベースコート材料I3	0	0	0	0	0
	1	50	-0.27	0.08	0.17
	2	250	-0.18	0.32	0.24
	3	500	-0.24	0.39	0.45
	4	1000	-0.21	0.95	0.91
	5	1250	-0.29	1.10	1.23
	6	1500	-0.62	1.46	1.39
	7	1750	-0.71	1.58	1.61
	8	2000	-0.75	1.42	1.38
水系ベースコート材料I4	0	0	0	0	0
	1	50	1.21	-0.91	-0.87
	2	250	1.14	-0.87	-1.04
	3	500	1.29	-1.06	-0.75
	4	1000	1.38	-1.15	-0.93
	5	1250	1.45	-1.25	-1.01
	6	1500	1.35	-1.09	-0.83
	7	1750	1.30	-1.03	-0.79
	8	2000	1.41	-1.39	-1.21
水系ベースコート材料I5	0	0	0	0	0
	1	50	0.89	-0.67	-0.95
	2	250	0.91	-0.78	-1.14
	3	500	1.21	-0.95	-1.28
	4	1000	1.39	-0.71	-1.01
	5	1250	1.25	-1.24	-1.05
	6	1500	1.17	-1.09	-1.36
	7	1750	1.38	-1.28	-1.11
	8	2000	1.31	-1.32	-1.13

10

20

30

【 0 1 1 3 】

結果は、本発明のベースコート材料のはるかに大きい循環ライン抵抗性を強調している。よって、得られた塗装系の色調（ここでは明度値により表す）は、比較例の水系ベースコート材料C1～C4を使用して製造した塗装系と比較して、増加する循環ライン暴露下で、よりさらなる安定性を保つ。

40

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
<i>C 0 9 D</i>	<i>5/00</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 0 9 D</i>	<i>5/00</i>	<i>D</i>
<i>B 0 5 D</i>	<i>7/24</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>B 0 5 D</i>	<i>7/24</i>	<i>3 0 3 A</i>
<i>B 0 5 D</i>	<i>1/36</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>B 0 5 D</i>	<i>1/36</i>	<i>B</i>
<i>B 0 5 D</i>	<i>3/00</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>B 0 5 D</i>	<i>3/00</i>	<i>A</i>
			<i>B 0 5 D</i>	<i>7/24</i>	<i>3 0 2 T</i>
			<i>B 0 5 D</i>	<i>7/24</i>	<i>3 0 2 P</i>
			<i>B 0 5 D</i>	<i>7/24</i>	<i>3 0 3 E</i>

(72)発明者 レヴ, ノルベルト
ドイツ、97080 ヴェルツブルク、パラディースシュトラッセ 18-22

審査官 仁科 努

(56)参考文献 特開平10-259356(JP,A)
特開平07-113061(JP,A)
米国特許第05614582(US,A)
特開2000-351908(JP,A)
特開平04-081406(JP,A)
特開平04-372674(JP,A)
特表2011-525415(JP,A)
特開平07-011193(JP,A)
中国特許出願公開第1637087(CN,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 9 D 1 7 5 / 0 4
C 0 9 D 5 / 0 2
C 0 9 D 1 7 5 / 1 4
B 0 5 D 7 / 2 4