

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成26年11月13日 (2014.11.13)

【公開番号】特開2014-185269(P2014-185269A)

【公開日】平成26年10月2日 (2014.10.2)

【年通号数】公開・登録公報2014-054

【出願番号】特願2013-62033(P2013-62033)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/22 (2006.01)

C 0 8 K 3/36 (2006.01)

C 0 8 L 75/04 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 18/22

C 0 8 K 3/36

C 0 8 L 75/04

【手続補正書】

【提出日】平成26年9月5日 (2014.9.5)

【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】

触媒 (a)、1 分子中に 2 個以上の水酸基を有するポリオール (b)、1 分子中に 2 個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネート (c)、及びシリカ粒子を含有するウレタン硬化性組成物であって、

前記触媒 (a) が、式 (1) で表されるカルボン酸金属塩であり、

$M (O C O R) n \quad \cdots (1)$

(式中、M は L i、N a、K、R b 又は C s であり、R は炭素数 1 ~ 2 0 の飽和炭化水素基、鎖式不飽和炭化水素基、脂環式炭化水素基、芳香族炭化水素基のいずれかである。n は M の原子価と同じ数である。)

前記 (b) ~ (d) 成分の合計重量に対し、前記ポリオール (b) を 5 ~ 9 0 重量 %、前記シリカ粒子 (d) を 5 ~ 8 5 重量 % 含有すると共に、

前記ポリイソシアネート (c) は、ポリイソシアネート (c) のイソシアネート基とポリオール (b) の水酸基の当量比 (N C O / O H) が 0 . 2 5 ~ 5 . 0 の割合で配合されており、

前記触媒 (a) を前記シリカ粒子 (d) に対して 0 . 1 ~ 2 . 0 重量 % とすることを特徴とする、ウレタン硬化性組成物。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

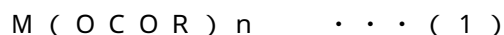
【 0 0 1 0 】

すなわち、本発明の上記目的は、以下の手段により解決できる。

[1] 触媒 (a)、1 分子中に 2 個以上の水酸基を有するポリオール (b)、1 分子中に 2 個以上のイソシアネート基を有するポリイソシアネート (c)、及びシリカ粒子 (d)

を含有するウレタン硬化性組成物であって、

前記触媒 (a) が、式 (1) で表されるカルボン酸金属塩であり、



(式中、MはLi、Na、K、Rb又はCsであり、Rは炭素数1～20の飽和炭化水素基、鎖式不飽和炭化水素基、脂環式炭化水素基、芳香族炭化水素基のいずれかである。nはMの原子価と同じ数である。)

前記(b)～(d)成分の合計重量に対し、前記ポリオール(b)を5～90重量%、前記シリカ粒子(d)を5～85重量%含有すると共に、

前記ポリイソシアネート(c)は、ポリイソシアネート(c)のイソシアネート基とポリオール(b)の水酸基の当量比(NCO/OH)が0.25～5.0の割合で配合されており、

前記触媒(a)をシリカ粒子(d)に対して0.1～2.0重量%とすることを特徴とする、ウレタン硬化性組成物。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

(実施例1～15、比較例1～21、参考例1～13の配合)

上記(a)、(b)、(d)成分および希釈溶媒を表1に示す割合で配合し、十分攪拌し、下記の方法にしたがって触媒の溶解性について目視にて評価した。その後、上記(c)成分を表1に示す割合で加え、十分に攪拌した後、イソシアネート基の消費率及び触媒能を下記方法に従って評価した。各試験の結果は表2に記載する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

【表1】

配合成分			実施例										参考例	比較例	
			1～7	8	9	10	11	12	13	14	15	1～13	1, 2	3～21	
(b)ポリオール (g)	b-1	固形分	26.6					35.9	12.2	26.6	26.8	26.6	26.6	26.6	
		溶媒	62.2					83.8	28.5	62.2	62.6	62.2	62.2	62.2	
(c)ポリイソシアネート (g)	c-1	固形分	13.4	15.0	11.7	6.7	3.3	4.1	27.8	13.4		13.4	13.4	13.4	
		固形分									13.2				
(d)シリカ粒子 (g)	d-1	固形分	60.0	10.0	30.0	60.0	80.0	60.0	60.0		60.0	60.0	60.0	60.0	
		溶媒	140.0	23.3	70.0	140.0	186.7	140.0	140.0		140.0	140.0	140.0	140.0	
	d-2	固形分								60.0					
		溶媒								140.0					
(b)+(c)+(d)の固形分の合計 (g)			100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	
希釈溶媒 (g)			31.2	210.0	163.3	93.3	46.7	9.5	64.9	31.2	30.7	31.2	31.2	31.2	
小計 (g)			333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	333.3	
(1)ポリオール(b)のOH (mmol)			66.5	74.8	58.2	33.3	16.6	89.6	30.4	66.5	67.0	66.5	66.5	66.5	
(2)ポリイソシアネート(c)のNCO (mmol)			73.1	82.3	64.0	36.6	18.3	22.4	152.2	73.1	73.7	73.1	73.1	73.1	
(2)/(1)			1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	0.3	5.0	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	
(a)触媒 (g)															
(a)の固形分/(d)の固形分 (重量%)			0.33	0.17	0.18	0.33	0.47	0.33	0.33	0.13	0.99	0.33	0.00	0.33	
(a)～(d)+希釈溶媒の合計 (g)			333.7	333.5	333.5	333.7	333.8	333.7	333.7	333.5	334.3	333.7	333.3	333.7	

【手続補正5】

【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】

【 0 0 3 8 】

【 表 2 】

	触媒種	組成式	触媒の溶解性	加熱条件	NCO基消費率	触媒能	ポットライフ
実施例1	安息香酸リチウム	C6H5COOLi	◎	A	91.7%	◎	◎
実施例2	酢酸ナトリウム	CH3COONa	◎	A	99.7%	◎	◎
実施例3	オクタン酸ナトリウム	C7H15COONa	◎	A	98.2%	◎	◎
実施例4	ラウリン酸ナトリウム	C11H23COONa	◎	A	88.1%	◎	◎
実施例5	オレイン酸カリウム	C17H33COOK	◎	A	83.7%	◎	◎
実施例6	酢酸ルビジウム	CH3COORb	◎	A	96.8%	◎	◎
実施例7	酢酸セシウム	CH3COOCs	◎	A	84.7%	◎	◎
参考例1	酢酸マグネシウム・四水和物	Mg(CH3COO)2・4H2O	◎	A	71.4%	○	◎
参考例2	オクタン酸カルシウム	Ca(C7H15COO)2	○	A	58.0%	○	◎
参考例3				B	87.0%		◎
参考例4	オクタン酸ストロンチウム	Sr(C7H15COO)2	○	A	61.6%	○	◎
参考例5				B	87.7%		◎
参考例6	オレイン酸バリウム	Ba(C17H33COO)2	◎	A	75.4%	○	◎
参考例7	オクタン酸マンガン(II)	Mn(C7H15COO)2	◎	A	88.5%	◎	△
参考例8	ラウリン酸鉄(III)	Fe(C11H23COO)3	◎	A	89.2%	◎	○
参考例9	オレイン酸コバルト(II)	Co(C17H33COO)2	◎	A	97.7%	◎	△
参考例10	オレイン酸ニッケル(II)	Ni(C17H33COO)2	◎	A	90.3%	◎	△
参考例11	ラウリン銅(II)	Cu(C11H23COO)2	◎	A	98.8%	◎	△
参考例12	オレイン酸亜鉛(II)	Zn(C17H33COO)2	◎	A	88.9%	◎	△
参考例13	オレイン酸鉛(II)	Pb(C17H33COO)2	◎	A	99.0%	◎	△
実施例8	酢酸ナトリウム	CH3COONa	◎	A	90.1%	◎	◎
実施例9			◎	A	99.1%	◎	◎
実施例10			◎	A	95.2%	◎	◎
実施例11			◎	A	83.2%	◎	◎
実施例12			◎	A	99.7%	◎	◎
実施例13			◎	A	98.3%	◎	◎
実施例14			◎	A	98.3%	◎	◎
実施例15			◎	A	99.7%	◎	◎
比較例1	なし	—	—	A	8.6%	—	◎
比較例2				B	12.9%		◎
比較例3	ラウリン酸アルミニウム(III)	Al(C11H23COO)3	○	A	14.2%	×	◎
比較例4				B	52.9%		◎
比較例5	オレイン酸アルミニウム(III)	Al(C17H33COO)3	○	A	25.0%	×	◎
比較例6				B	42.6%		◎
比較例7	オクタン酸イットリウム(III)	Y(C7H15COO)3	◎	A	43.7%	×	◎
比較例8				B	75.5%		◎
比較例9	オクタン酸ジルコニウム(IV)	Zr(C7H15COO)4	◎	A	27.1%	×	◎
比較例10				B	58.6%		◎
比較例11	ラウリン酸酸化ジルコニウム(IV)	Zr(C11H23COO)2O	○	A	17.7%	×	◎
比較例12				B	57.1%		◎
比較例13	オクチル酸スズ(II)	Sn(C7H15COO)2	○	A	27.4%	×	△
比較例14				B	77.4%		△
比較例15	ラウリン酸スズ(IV)	Sn(C11H23COO)4	◎	A	29.6%	×	◎
比較例16				B	73.5%		◎
比較例17	ジラウリン酸ジブチルスズ(IV)	(C4H9)2Sn(C11H23COO)2	◎	A	42.8%	×	◎
比較例18				B	77.8%		◎
比較例19	ジラウリン酸ジメチルスズ(IV)	(CH3)2Sn(C11H23COO)2	◎	A	44.6%	×	◎
比較例20				B	79.8%		◎
比較例21	1,4-ジアザビシクロ[2,2,2]オクタン	N1(CC2)CGN2CC1	×	—	—	—	—