

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5453118号
(P5453118)

(45) 発行日 平成26年3月26日 (2014. 3. 26)

(24) 登録日 平成26年1月10日 (2014. 1. 10)

(51) Int. Cl.

F I

B05D 7/14 (2006.01)

B05D 7/14 S

B05D 7/24 (2006.01)

B05D 7/24 303L

C09D 201/00 (2006.01)

C09D 201/00

C09D 5/34 (2006.01)

C09D 5/34

C09D 7/12 (2006.01)

C09D 7/12

請求項の数 5 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2009-554612 (P2009-554612)
 (86) (22) 出願日 平成20年2月20日 (2008. 2. 20)
 (65) 公表番号 特表2010-522261 (P2010-522261A)
 (43) 公表日 平成22年7月1日 (2010. 7. 1)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2008/054349
 (87) 国際公開番号 W02008/115648
 (87) 国際公開日 平成20年9月25日 (2008. 9. 25)
 審査請求日 平成23年2月18日 (2011. 2. 18)
 (31) 優先権主張番号 11/688, 004
 (32) 優先日 平成19年3月19日 (2007. 3. 19)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133
 -3427, セント ポール, ポスト オ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100111903
 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 中空要素が充填された硬化性本体修復化合物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

車体を修復する方法であって、

損傷した車体基材上に硬化性車体修復物質を適用する工程であって、前記硬化性車体修復物質が、硬化性ポリマー樹脂と、100マイクロメートル未満の平均直径を有する複数の中空要素と、を含み、前記硬化性車体修復物質が、100マイクロメートルを超える直径を有する3数量%未満の中空要素を含む、工程と、

前記硬化性車体修復物質を硬化して、固体車体修復物質を形成する工程と、

前記固体車体修復物質をサンディングして、前記固体車体修復物質内の中空要素のピンホールを露出させる工程と、を含み、

前記中空要素が、窒素均衡粉砕力試験方法により測定して13.8MPa未満の粉砕力を有する、方法。

【請求項 2】

前記固体車体修復物質にポリマー層を適用して、前記中空要素のピンホールを実質的に充填する工程を更に含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記硬化性車体修復物質を適用する工程が、基材上に硬化性車体修復物質を適用することを含み、前記硬化性車体修復物質が、前記中空要素内に収容された空気又は気体を除いて、0.5体積%未満の空気又は気体を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 4】

前記硬化性車体修復物質を適用する工程が、基材上に硬化性車体修復物質を適用することを含み、前記硬化性車体修復物質が、45マイクロメートルを超える直径を有する3数量%未満の中空要素を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

前記ポリマー層を適用する工程が、ポリマー下塗り又は塗装層を適用して、前記中空要素のピンホールを実質的に充填することを含み、前記下塗り又は塗装層が、1~100マイクロメートルの範囲の乾燥厚さを有する、請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

本開示は、硬化性修復化合物及び、具体的には直径分布の制御された中空要素を含む硬化性車体修復化合物に関する。

【背景技術】

【0002】

自動車の車体の修復は、損傷部位に車体修復化合物を充填することを必要とする場合が多い。充填化合物は、ペルオキシドと混合されて室温での架橋を促進するガラス泡充填ポリエステル樹脂である場合がある。混合後、技術者はスキージを用いて車両の表面上に修復化合物を延展し、表面の外形に大まかに一致させる。技術者は、研磨物品を用いて車体修復物質を形成及び成形し、元の車両の外形に、より密接に一致させる。このプロセスを、車両の損傷部位が十分充填され、元の車体の外形に一致するまで、2回以上繰り返すことができる。

20

【0003】

このプロセスに関連する1つの問題は、外形に合った車体修復化合物内にピンホールができることである。ピンホールは、いくつかの原因から生じることがある。1つの原因は、ポリマーを触媒と混合するとき又は混合物をスキージのような装置を用いて基材上に延展するとき、捕捉される空気である。物質を折りたたむ又は延展するとき、空気は物質中に捕捉される場合がある。これらのピンホールを克服するために、複数層の車体修復化合物及び低粘度のパテ又はグレーズを適用してピンホールを充填する。これらの予防策を講じたとしても、ピンホールは、サンディング、下塗り及び塗装が完了した後、依然として現れる。下塗り及び塗装プロセス中、露出したピンホールは下塗り又は塗装コーティングにより埋められ、完全には充填されない場合がある。仕上げ塗装のような塗料の次層の適用時又は加熱乾燥後、埋められたコーティングは崩壊し、表面に陥凹をもたらす場合がある。

30

【0004】

ピンホールは、損傷した機材を修復するプロセスにおいて、膨大な廃棄物の発生源である。ピンホールは、ピンホールを充填するために第1車体修復化合物層上に適用される複数層のパテ又は充填剤を必要とする。ピンホールを覆うためには、複数の下塗り層によるコーティングが必要である。パテ層又は下塗り層の適用はそれぞれ、完了するのに10~20分必要である。

【発明の概要】

40

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

したがって、外形の合った車体修復化合物内のピンホールにかかる余分な時間及び費用をなくす又は削減することが望ましい。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本開示は、硬化性修復化合物及び、具体的には直径分布の制御された中空要素を含む硬化性車体修復化合物に関する。

【0007】

第1実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、複数の中空要素と

50

、を含む。硬化性車体修復は、100マイクロメートルを超える直径を有する3数量%未満の中空要素を含む。

【0008】

別の実施形態では、硬化性車体修復物質の製造方法は、硬化性ポリマー樹脂と、直径が制御された複数の中空要素とを組み合わせる硬化性車体修復物質を形成する工程を含む。複数の中空要素は、100マイクロメートル未満の平均直径を有し、硬化性車体修復物質は、100マイクロメートルを超える直径を有する3数量%未満の中空要素を有する。

【0009】

更なる実施形態では、車体を修復する方法は、損傷した車体基材上に硬化性車体修復物質を適用する工程を含む。硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、100マイクロメートル未満の平均直径を有する複数の中空要素と、を含み、硬化性車体修復物質は、100マイクロメートルを超える直径を有する3%数量未満の中空要素を有する。次いで方法は、硬化性車体修復物質を硬化して、固体車体修復物質を形成する工程と、固体車体修復物質をサンディングして、固体車体修復物質内の中空要素のピンホールを露出させる工程と、を含む。

【発明を実施するための形態】

【0010】

次の記述において、本明細書の一部を構成する添付図面を参照し、いくつかの特定の実施形態を実例として示す。本発明の範囲又は趣旨を逸脱することなく、その他の実施形態が考えられ、実施され得ることを理解すべきである。したがって、以下の「発明を実施するための形態」は、限定する意味で理解すべきではない。

【0011】

本明細書で使用する全ての科学用語及び専門用語は、特に指示がない限り、当該技術分野において一般的に使用される意味を有する。本明細書にて提供される定義は、本明細書でしばしば使用される特定の用語の理解を促進しようとするものであり、本開示の範囲を限定するものではない。

【0012】

他に指示がない限り、本明細書及び特許請求の範囲で使用される特徴サイズ、量及び物理的特性を表わす数字は全て、全ての場合において用語「約」によって修飾されるものとして理解されるべきである。したがって、そうでないことが示されない限り、前述の明細書及び添付の特許請求の範囲で記載される数値パラメータは、当業者が本明細書で開示される教示内容を用いて、目標対象とする所望の特性に応じて、変化し得る近似値である。

【0013】

端点による数の範囲の列挙には、その範囲内に包含される全ての数（例えば、1から5には、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4及び5）並びにその範囲内のいかなる範囲も含まれる。

【0014】

本明細書及び添付の特許請求の範囲において使用されるとき、単数形「ある(a及びan)」及び「その(the)」は、別段の明確な指示がない限り、複数の指示対象を有する実施形態を包含する。本明細書及び添付の特許請求の範囲において使用されるとき、用語「又は」は、別段の明確な指示がない限り、一般的に「及び/又は」を含む意味で用いられる。

【0015】

「ポリマー又はポリマーの」という用語は、ポリマー、コポリマー（例えば、2種以上の異なるモノマーを用いて形成されたポリマー）、ポリマーを形成することができるオリゴマー又はモノマー及びこれらの組み合わせ、並びにブレンドすることができるポリマー、オリゴマー、モノマー又はコポリマーを含むと理解される。

【0016】

「中空要素のピンホール」とは、別の連続な固体表面における切断された又は欠けている中空要素により形成される孔隙を指す。中空要素のピンホールは、任意の断面形状又は

10

20

30

40

50

輪郭を有することができる。

【 0 0 1 7 】

「直径」という用語は、車体又は要素の中心を通過し、車体又は要素の周辺部で終点とする直線部の距離を指す。車体又は要素は、任意の規則正しい形状又は不規則な形状を有することができる。直径は、車体若しくは要素の長さ又は幅を指すことができる。直径は、車体又は要素の中心を通過し、車体又は要素の周辺部で終点とする直線部の最大距離を指す。

【 0 0 1 8 】

本開示は、硬化性修復化合物及び、具体的には硬化された修復化合物中に形成される中空要素のピンホールの影響を低減する、直径分布の制御された中空要素を含む硬化性車体修復化合物に関する。従来、硬化性車体修復化合物の混合及び延展プロセスから生じるピンホールは、大抵存在していた。同時係属中の米国特許仮出願第 6 0 / 8 7 0 2 6 4 号明細書（2006 年 1 2 月 1 5 日出願）に記載されているように、混合及び延展プロセスから生じる、硬化性修復化合物内に混入する空気を低減する場合、混合及び延展プロセスに起因するピンホールは著しく低減されるか、実質的になくなる。上記のように注意深く混合及び延展した後、任意の中空ガラス泡に付随するピンホール（すなわち、中空要素のピンホール）が現れることを、出願人は発見した。硬化性樹脂中のガラス泡の最大寸法を制御することにより、中空ガラス泡に付随するピンホールを消すか、実質的になくせることを、出願人は更に発見した。

【 0 0 1 9 】

硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、複数の中空要素と、を含む。多くの実施形態では、複数の中空要素は、ガラス泡のようなガラス要素を含む。硬化性車体修復物質は、100 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、100 マイクロメートルを超える直径を有する 3 %（数量基準）未満の中空要素、100 マイクロメートルを超える直径を有する 1 %（数量基準）未満の中空要素、100 マイクロメートルを超える直径を有する 0.5 %（数量基準）未満の中空要素又は 100 マイクロメートルを超える直径を有する 0.1 %（数量基準）未満の中空要素を有する。他の実施形態では、硬化性車体修復物質は、100 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を含まない。

【 0 0 2 0 】

多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、90 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない複数の中空要素と、を含み、複数の中空要素を形成している各中空要素は、90 マイクロメートル未満の直径を有する。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、90 マイクロメートルを超える直径を有する 3 %（数量基準）未満の中空要素、90 マイクロメートルを超える直径を有する 1 %（数量基準）未満の中空要素、90 マイクロメートルを超える直径を有する 0.5 %（数量基準）未満の中空要素又は 90 マイクロメートルを超える直径を有する 0.1 %（数量基準）未満の中空要素を有する。他の実施形態では、硬化性車体修復物質は、90 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を含まない。

【 0 0 2 1 】

いくつかの実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、75 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない複数の中空要素と、を含み、複数の中空要素を形成している各中空要素は、75 マイクロメートル未満の直径を有する。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、100 マイクロメートルを超える直径を有する 3 %（数量基準）未満の中空要素、75 マイクロメートルを超える直径を有する 1 %（数量基準）未満の中空要素、75 マイクロメートルを超える直径を有する 0.5 %（数量基準）未満の中空要素又は 75 マイクロメートルを超える直径を有する 0.1 %（数量基準）未満の中空要素を有する。他の実施形態では、硬化性車体修復物質は、75 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を含まない。

【 0 0 2 2 】

いくつかの実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、60マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない複数の中空要素と、を含み、複数の中空要素を形成している各中空要素は、60マイクロメートル未満の直径を有する。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、100マイクロメートルを超える直径を有する3%（数量基準）未満の中空要素、60マイクロメートルを超える直径を有する1%（数量基準）未満の中空要素、60マイクロメートルを超える直径を有する0.5%（数量基準）未満の中空要素又は60マイクロメートルを超える直径を有する0.1%（数量基準）未満の中空要素を有する。他の実施形態では、硬化性車体修復物質は、60マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を含まない。

【0023】

10

いくつかの実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、45マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない複数の中空要素と、を含み、複数の中空要素を形成している各中空要素は、45マイクロメートル未満の直径を有する。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、45マイクロメートルを超える直径を有する、3%（数量基準）未満の中空要素又は45マイクロメートルを超える直径を有する、1%（数量基準）未満の中空要素又は0.5%（数量基準）未満の、中空要素又は45マイクロメートルを超える直径を有する、0.1%（数量基準）未満の中空要素を有する。他の実施形態では、硬化性車体修復物質は、45マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を含まない。

【0024】

20

中空要素は、車体修復プロセス中、車体修復物質を容易に研磨できるように脆い。多くの実施形態では、複数の中空要素は、68.9メガパスカル(MPa)(10,000ポンド/平方インチ(psi))未満の、34.5MPa(5,000psi)未満の、13.8MPa(2,000psi)未満の、6.9MPa(1,000psi)未満の、68.9キロパスカル(kPa)(10psi)~68.9MPa(10,000psi)、34.5kPa(50psi)~34.5MPa(5,000psi)又は689.5kPa(100psi)~13.8MPa(2,000psi)の、粉砕力(約90%の標的が残存する)を有する。

【0025】

粉砕力は、窒素均衡粉砕力試験方法(Nitrogen Isostatic Crush Strength test method)により測定される。この方法は、特定の窒素圧にさらしたときの、中空要素サンプルの体積の減少(%)を測定し、中空要素の密度を知る。中空要素及びタルクの混合物を、ピクノメーターカップに入れ、混合物の密度を決定する。次いで混合物をオートクレーブ圧力試験装置内に入れ、既知の圧力の窒素圧力サイクルにさらす。圧力サイクル後、混合物の密度を測定し、初期密度と比較する。以下の式: 残存(%) = $100 - \left[\frac{(P_F - P_I)(B + T) \times 100}{P_F [B + T - (P_I / P_T) T]} \right]$ (式中、 P_I は初期サンプル密度であり、 P_F は最終サンプル密度であり、 P_T はタルク密度であり、 B は中空要素の重量であり、 T はタルクの重量である)により、残存(%)を決定する。

30

【0026】

硬化性車体修復物質は、任意の有用な装填量の中空要素を含む。多くの実施形態では、複数の中空要素は、硬化性車体修復物質の5~70体積(vol)%の範囲である。いくつかの実施形態では、複数の中空要素は、硬化性車体修復物質の10~50体積%の範囲である。いくつかの実施形態では、複数の中空要素は、硬化性車体修復物質の20~35体積%の範囲である。

40

【0027】

中空要素は任意の有用な形状を有することができる。多くの実施形態では、中空要素は、球形、長円形又は楕円形である。いくつかの実施形態では、中空要素は球形状を有し、中空泡として記載される。実例となる中空ガラス泡は、3M社(ミネソタ州セントポール(St. Paul))から、商品名「スコッチライトKシリーズ(Scotchlite K Series)」及び「スコッチライトSシリーズ(Scotchlite S Series)」として市販されている。

50

【 0 0 2 8 】

硬化性ポリマー樹脂は、固体に硬化する任意の有用なポリマー樹脂であってもよい。本明細書で使用する「硬化性」という用語は、硬化する（すなわち、不可逆的に固化する）反応性物質を指す。硬化は、熱及び／若しくは電子線、紫外線、可視光線等のような他のエネルギー源の適用により補助される又はそれらを必要としてもよい。あるいは又は更に、硬化は、化学触媒、水分等との接触により補助することができる。他の硬化機構を、本明細書で明確に特定されているものの代わりに又はそれに加えて用いてよい。不可逆的固化には重合、架橋又はその両方が関与しうる。多くの実施形態では、硬化性ポリマー樹脂は、硬化前に種々の形状に処理する、平滑化する、こて塗りする、噴霧すること等ができるように、十分に展性及び／又は流動性である。

10

【 0 0 2 9 】

硬化性ポリマー樹脂の一部を列挙すると、アクリル、エポキシ、ウレタン、シリコーン、ビニルエステル、ポリエステル等又はこれらの組み合わせが挙げられる。硬化性ポリマー樹脂は、必要に応じて１種以上の非反応性ポリマー物質を含むことができる。

【 0 0 3 0 】

この開示から益を得ることができる硬化性ポリマー物質の１つの部類は、損傷した車両及び他の設備（例えば、車、トラック、船、風車の羽根、航空機、レジャー用自動車、浴槽、貯蔵容器、パイプライン等）の修復で用いられる硬化性車体修復物質である。硬化性車体修復物質は、ともに混合して、硬化性車体修復物質を形成する２種の反応性成分（例えば樹脂及び触媒又は反応開始剤）を含むことができる。反応性成分の体積比は、例えば、エポキシ又はウレタン化合物では１：１以上の範囲であってよく（以上とは、例えば２：１、３：１などである）、不飽和ポリエステルと反応開始剤としてのペルオキシド触媒では２０：１以上、２５：１以上又は３０：１以上であってよい。硬化性車体修復物質は、添加剤を含んで、例えばアルミニウム、亜鉛メッキ鋼、Ｅ－コート、下塗り、塗装等のような一般的な修復表面に硬化性車体物質を接着してよい。接着添加剤は、例えば、無水官能基、シラン官能基又はアミン官能基を有してよく、接着添加剤を原樹脂に導入してもよく、導入しなくてもよい。

20

【 0 0 3 1 】

いくつかの実施形態では、硬化性ポリマー樹脂は、不飽和ポリエステル樹脂と、スチレンモノマーの混合物を含む。実例となる硬化性不飽和ポリエステル系組成物は、米国特許第６，０６３，８６４号明細書（マートユル（Mathur）ら）、同第５，４５６，９４７号明細書（パリシュ（Parish）ら）、同第４，９８０，４１４号明細書（ナーテン（Naton））、同第５，０２８，４５６号明細書（ナーテン）及び同第５，３７３，０３６号明細書（パリシュら）に記載され、これらは、本開示に抵触しない程度に、本明細書に参照することにより組み込まれる。他の実例となる硬化性不飽和ポリエステル系組成物は、国際公開第９５／１９３７９号（リュッヘベルク（Ruggeberg））に記載されており、これは本開示に抵触しない程度に、本明細書に参照することにより組み込まれる。

30

【 0 0 3 2 】

多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、中空要素内に収容されている空気又は気体を含まず、０．５体積％未満の空気又は気体を含む。これは、例えば硬化性車体修復物質の脱気のような、任意の有用な方法により達成することができる。

40

【 0 0 3 3 】

本明細書に記載した硬化性車体修復物質は、任意の有用な方法を用いて形成することができる。多くの実施形態では、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂を提供する工程と、複数の中空要素を提供する工程であって、複数の中空要素が１００、９０、７５、６０又は４５マイクロメートル未満の平均直径を有し、それぞれ１００、９０、７５、６０又は４５マイクロメートルを超える直径を有する実質的に全ての中空要素を、複数の中空要素から除去して、複数の直径の制御された中空要素を形成する工程と、硬化性ポリマー樹脂と複数の直径の制御された中空要素とを組み合わせ、硬化性車体修復物質を形成する工程と、により形成される。

50

【 0 0 3 4 】

1 0 0 マイクロメートル、9 0 マイクロメートル、7 5 マイクロメートル、6 0 マイクロメートル又は4 5 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素は、ふるい分け若しくはスクリーニングのような任意の大きさ分離法又は、例えば制御された直径を有する中空要素の形成により、複数の中空要素から除去することができる。

【 0 0 3 5 】

本明細書に記載した硬化性車体修復物質は、損傷した車両及び他の設備（例えば、車、トラック、船、風車の羽根、航空機、レジャー用自動車、浴槽、貯蔵容器、パイプライン等）の車体の修復で用いるのに有用である。修復方法は、硬化性車体修復物質を損傷した車体基材上に適用する工程を含み、硬化性車体修復物質は、硬化性ポリマー樹脂と、1 0 0 マイクロメートル未満の平均直径を有する複数の中空要素と、を含み、硬化性車体修復物質は、必要に応じて1 0 0 マイクロメートル、9 0 マイクロメートル、7 5 マイクロメートル、6 0 マイクロメートル又は4 5 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素を実質的に含まない。次いで、適用された硬化性車体物質を硬化して、固体車体修復物質を形成する。次いで、方法は、固体車体修復物質をサンディングして、固体車体修復物質内の中空要素のピンホールを露出させる工程を含む。いくつかの実施形態では、固体車体修復物質は、それぞれ1 0 0 マイクロメートル、9 0 マイクロメートル、7 5 マイクロメートル、6 0 マイクロメートル又は4 5 マイクロメートルを超える直径を有する中空要素のピンホールを実質的に含まない。次いで、方法は、固体車体修復物質にポリマー層を適用して、中空要素のピンホールを実質的に充填する工程を含む。

【 0 0 3 6 】

多くの実施形態では、ポリマー下塗り又は塗装層は、1 ~ 1 0 0 マイクロメートルの範囲の乾燥厚さを有する中空要素のピンホールを充填する。いくつかの実施形態では、単一のポリマー層が、1 0 ~ 5 0 マイクロメートルの範囲の乾燥厚さを有する中空要素のピンホールを実質的に充填する。

【 実施例 】

【 0 0 3 7 】

材料

実施例では、以下の略称を用いる。

【 0 0 3 8 】

R S 1 : ライヒホールド・ケミカルズ社 (Reichhold Chemicals, Inc.) (ノースカロライナ州ダラム (Durham)) から商品名「ポリライト (Polylite) 3 2 3 6 7 - 0 0 」として市販されている、スチレンを含む不飽和ポリエステル樹脂。

【 0 0 3 9 】

R S 2 : ライヒホールド・ケミカルズ社 (Reichhold Chemicals, Inc.) (ノースカロライナ州ダラム (Durham)) から商品名「ポリライト (Polylite) 3 2 3 7 4 - 0 0 」として市販されている、スチレンを含む不飽和ポリエステル樹脂。

【 0 0 4 0 】

A S 1 : キャボット社 (Cabot Corporation) (マサチューセッツ州ボストン (Boston)) から商品名「カボシル (Cab-o-sil) T S - 6 1 0 」として市販されている、処理された非晶質ヒュームドシリカ。

【 0 0 4 1 】

S T 1 : アルファ・エイサー (Alfa Aesar) 、ジョンソン・マッセイ社 (Johnson Matthey Corporation) (マサチューセッツ州ワードヒル (Ward Hill)) から市販されているスチレン。

【 0 0 4 2 】

T D 1 : イー・アイ・デュボン・ドゥ・ヌムール・アンド・カンパニー社 (E. I. du Pont de Nemours and Company) (デラウェア州ウィルミントン (Wilmington)) から商品名「T i - ピュア (Ti-Pure) R - 9 6 0 二酸化チタン」として市販されている、ルチル二酸化チタン。

【 0 0 4 3 】

T C 1 : ルゼナック・アメリカ (Luzenac America) (コロラド州センテニアル (Centennial)) から商品名「バータル (VERTAL) 9 2」として市販されているタルク。

【 0 0 4 4 】

G B 1 : 3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

【 0 0 4 5 】

G B 2 : ガラス泡の最大直径が1 2 5マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

10

【 0 0 4 6 】

G B 3 : ガラス泡の最大直径が9 0マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

【 0 0 4 7 】

G B 4 : ガラス泡の最大直径が6 3マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

【 0 0 4 8 】

G B 5 : ガラス泡の最大直径が5 3マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

20

【 0 0 4 9 】

G B 6 : ガラス泡の最大直径が4 5マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 1 5」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 0 】

G B 7 : 3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 1 】

30

G B 8 : ガラス泡の最大直径が1 2 5マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 2 】

G B 9 : ガラス泡の最大直径が9 0マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 3 】

G B 1 0 : ガラス泡の最大直径が6 3マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

40

【 0 0 5 4 】

G B 1 1 : ガラス泡の最大直径が5 3マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 5 】

G B 1 2 : ガラス泡の最大直径が4 5マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) S 2 2」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 6 】

50

GB 13 : 3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 7 】

GB 14 : ガラス泡の最大直径が 1 2 5 マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

【 0 0 5 8 】

GB 15 : ガラス泡の最大直径が 9 0 マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

10

【 0 0 5 9 】

GB 16 : ガラス泡の最大直径が 6 3 マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

【 0 0 6 0 】

GB 17 : ガラス泡の最大直径が 5 3 マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

【 0 0 6 1 】

GB 18 : ガラス泡の最大直径が 4 5 マイクロメートルであるようにふるいを通して選別された、3 M社から商品名「スコッチライト (Scotchlite) K 1」として市販されているガラス泡。

20

【 0 0 6 2 】

注記：ガラス泡を選別するために用いたふるいは、A . S . T . M . E - 1 1 規格によって調製し、W . S . タイラー社 (W.S.Tyler Incorporated) (オハイオ州メンター (Mentor)) から入手可能である。

【 0 0 6 3 】

ガラス泡の密度：製造業者の推奨により、マイクロメリティクス社 (Micromeritics Corporation) (ジョージア州ノークロス (Norcross)) 製の「アキュピック (AccuPyc) モデル 1 3 3 0 ピクノメーター」を用いて測定した。これらの粒子は、1 3 4 . 5 k P a (1 9 . 5 ポンド / 平方インチゲージ (p_g)) のヘリウム 1 0 パージで分析し、分析は 1 3 4 . 5 k P a (1 9 . 5 p_g) 及び 3 4 . 5 k P a (0 . 0 0 5 p_g) / 分の均衡速度で 2 0 回実施した。

30

【 0 0 6 4 】

【表 1】

表 1

ガラス泡 I D	製造業者の表記	最大直径	密度 (g/cc)
GB 1	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	>1 2 5	0. 1 5 0 0 e s t.
GB 2	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	1 2 5	0. 1 4 5 0
GB 3	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	9 0	0. 1 6 6 2
GB 4	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	6 3	0. 2 2 1 2
GB 5	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	5 3	0. 2 6 0 3
GB 6	スコッチライト (Scotchlite) S 1 5	4 5	0. 3 6 1 2
GB 7	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	>1 2 5	0. 2 1 0 4
GB 8	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	1 2 5	0. 2 1 0 0
GB 9	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	9 0	0. 2 1 3 6
GB 1 0	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	6 3	0. 2 3 1 0
GB 1 1	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	5 3	0. 2 5 7 7
GB 1 2	スコッチライト (Scotchlite) S 2 2	4 5	0. 3 0 8 9
GB 1 3	スコッチライト (Scotchlite) K 1	>1 2 5	0. 1 2 3 9
GB 1 4	スコッチライト (Scotchlite) K 1	1 2 5	0. 1 3 1 3
GB 1 5	スコッチライト (Scotchlite) K 1	9 0	0. 1 6 1 1
GB 1 6	スコッチライト (Scotchlite) K 1	6 3	0. 2 0 0 4
GB 1 7	スコッチライト (Scotchlite) K 1	5 3	0. 2 2 6 5
GB 1 8	スコッチライト (Scotchlite) K 1	4 5	0. 2 7 3 4

【 0 0 6 5 】

プレミックス 1 : 1 3 5 グラムの R S 1 を 5 0 0 ミリリットル (mL) のガラスジャーに添加し、コールズ (Cowles) 高剪断傾斜混合羽根を用いる空気式ミキサー (ガスト・マニュファクチュアリング社 (Gast Manufacturing Corporation) (ミシガン州ベントンハーバー (Benton Harbor)) 製のモデル番号 2 A M - N C C - 1 6) を用いて摂氏 2 0 度 () で攪拌した。添加時間はおよそ 3 分であり、混合時間は更に 1 0 分であった。

【 0 0 6 6 】

プレミックス 2 : プレミックス 2 は、R S 1 を等量の R S 2 に置換して、プレミックス 1 に記載した方法に従って調製した。

【 0 0 6 7 】

比較例 A - 車体用充填剤を以下のように調製した。6 . 1 2 グラムのプレミックス 1 と 4 . 5 8 グラムのプレミックス 2 を 2 0 0 mL のプラスチックカップ (フラックテック社 (FlackTek Inc.) (サウスカロライナ州ランドラム (Landrum)) 製のモデル 5 0 1 2 2 1 p - j M a x 1 0 0) に添加した。これに、2 . 2 0 グラムの S T 1、2 . 0 0 グラムの T D 1、1 3 . 4 R S 1、1 7 . 9 2 グラムの R S 2、2 . 4 8 グラムの G B 1 及び 4 0 . 5 0 グラムの T C 1 を 2 0 で添加し、混合物を 3 , 3 0 0 r p m で 2 4 0 秒間攪拌した。G B 1 の体積は 2 5 . 6 8 % であった。プラスチックカップ (フラックテック社 (FlackTek Inc.) (サウスカロライナ州ランドラム (Landrum)) 製のモデル 5 0 1 2 2 1 m - l m a x 1 0 0 蓋) に蓋をした。次いで、蓋をした、満たされたカップを高速ミキサー (フラックテック社 (FlackTek Inc.) (サウスカロライナ州ランドラム (Landrum)) 製のスピードミキサー D A C 1 5 0) に挿入した。これを 6 回繰り返した。4 つのサンプルを用いてホイールでつくったパウチを充填し、2 つのサンプルを粘度測定のために合わせた。

【 0 0 6 8 】

混合物を、P A W A G パーパッケンゲン社 (PAWAG Verpackungen Gesellschaft GmbH) (ドイツ、ウォルフルト (Wolfurt)) から入手した 3 0 0 mL のホイールのパウチに移動

した。次いでパウチを金属のクリップで密封し、次いでニトリルの手袋に入れ、超音波水浴、モデル番号「F S 5 デュアルアクションウルトラソニッククリーナー (Dual Action Ultrasonic Cleaner)」(フィッシャー・サイエンティフィック社 (Fischer Scientific)) (マサチューセッツ州ウォルサム (Waltham)) に浸漬し、2 時間振動させた。ニトリルの手袋を取り出し、次いでパウチ内に捕捉される空気が最低限になるよう別の金属のクリップでパウチを密封した。動的混合ノズルとかみ合う端部キャップを適用して、パウチの端部上に端部キャップを糊付けすることによりパウチを密封した。成形キャップは、3 M 社製の歯科印象化合物キット「3 M E S P E インプリント I I ペンタ H B (3M ESPE Imprint II Penta HB)、部品番号 7 7 8 0 4」の大きなホイルパッケージを切断することにより得た。

10

【0069】

硬化剤側面は、3 M 社製の「3 M ブルークリーム硬化剤 (3M Blue Cream Hardener)」3 M 部品番号 0 5 1 1 3 1 - 0 5 7 6 6 を、2 mL のプラスチックシリンジ (ハインケ・サス・ウォルフ (Heinke Sass Wolf GmbH) (ドイツ、ツットリンゲン (Tuttlingen)) の商品名「ルアー (Luer)」) に移動することにより調製した。シリンジの先端部を成形キャップ内に定置した。成形キャップは、歯科印象化合物キットの小さなホイルパッケージを切断することにより得た。

【0070】

充填剤のパウチを、ベルオキシド硬化剤とともに、組立式動的ミキサーに挿入した。動的ミキサーの先端部、3 M 社 (セントポール、ミネソタ州) から入手可能な「3 M E S P E インプリント I I ペンタ混合先端部リフィルキット (3M ESPE Imprint II Penta Mixing Tips Refill Kit)、3 M I D 番号 7 0 - 2 0 1 1 - 1 9 1 8 - 0」を、動的ミキサーの端部に取り付けた。

20

【0071】

試験用パネルは、アドバンスド・コーティング・テクノロジーズ (Advanced Coatings Technologies) (ミシガン州ヒルズデール (Hillsdale)) から入手した。パネルは 4 5 . 7 c m × 6 1 . 0 c m (1 8 インチ × 2 4 インチ) であった。パネル上の塗装を、塗装及び下塗りを試験用パネルから除去して、無塗装鋼を露出させるように、8 0 グリッドの研磨剤を用いて削り落とした。長さ 1 2 . 7 c m のビーズの混合物 (約 7 5 グラム) を、動的混合銃を通して、パネルの表面に接触してノズルを備える水平な試験用パネル上に分配した。試験用パネルに接触するノズルを有することは、パネルと混合物との間に空気が捕捉されないことを保証する。プラスチックの幅 1 5 c m のスキー (部品番号 0 5 1 1 3 1 - 0 5 8 4 4、3 M 社から入手) を用いて、1 回の動作で、ビーズをパネルに広げ、(およそ) 1 2 . 7 × 3 0 . 5 × 0 . 2 5 センチメートル (c m) (5 インチ × 1 2 インチ × 0 . 1) の亜鉛メッキ金属板を作製した。硬化性樹脂の体積比は、およそ 4 2 部に対して 1 部の硬化剤であった。2 0 で 2 0 分間硬化した後、充填剤を、サンディングブロック (部品番号 0 5 1 1 3 1 - 0 5 2 4 0) 上で 8 0 グリットの研磨剤、商品名「3 M インペリアルフーキット (3M Imperial Hookit) I I 7 4 5 I 8 0」グリット研磨剤を用いて、3 つの連続工程で手動でサンディングし、続いて「3 M インペリアルフーキット (3M Imperial Hookit) I I 7 3 4 U」1 8 0 グリット研磨剤で手動でサンディングし、続いて「3 M インペリアルフーキット (3M Imperial Hookit) I I 7 3 4 U」3 2 0 グリット研磨剤で手動でサンディングした。研磨プロセスにより、適用された充填剤物質の厚さの約 5 0 % が除去された。サンディングされた表面を、高圧空気を吹きつけることにより清浄化した。3 M 社により供給されるプラスチックの「3 M P P S 塗装前処理システム (3M PPS Paint Preparation System)」スリーブ及びカップ内に、P P G インダストリーズ (PPG Industries) (オハイオ州ストロングビル (Strongville)) 製の 3 体積部の「N C P 2 7 1 エポキシ下塗り剤」と 1 部の「N C X 2 7 5 活性剤 (activator)」とにより作製された表面に、単層の下塗りを適用した。用いた吹きつけ器は、1 . 3 ミリメートル (m m) のノズル及び 2 0 6 . 8 キロパスカル (k P a) (3 0 ポンド / 平方インチ) の空気圧を用いて、3 M 社製の重力送り吹きつけ器 (gravity fed spray gun)、部品

30

40

50

番号 1 6 2 1 2 3 M P P S 塗装前処理システムモデルであった。下塗り剤の乾燥した厚さは、およそ 1 0 ~ 5 0 マイクロメートルであった。乾燥厚さは、エレクトロメーター・インスツルメンツ社 (Electrometer Instruments Limited) (イギリス、マンチェスター (Manchester)) により供給される、エレクトロメーター (Electrometer) 3 0 0 コーティング厚さ計を用いて測定した。第一鉄基材用のプローブを用いて、校正フィルムの厚さは 2 4 3 マイクロメートルであった。パネル上で取った測定値を用いて実施例を作製した。金属上に下塗り層のみが存在する領域で測定値を取った。パネルごとに少なくとも 2 5 個の測定値を取った。

【 0 0 7 2 】

比較例 B - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 7 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

10

【 0 0 7 3 】

比較例 C - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 3 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 7 4 】

実施例 1 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 2 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 7 5 】

実施例 2 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 3 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

20

【 0 0 7 6 】

実施例 3 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 4 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 7 7 】

実施例 4 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 5 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 7 8 】

実施例 5 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 6 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 7 9 】

30

実施例 6 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 8 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 0 】

実施例 7 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 9 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 1 】

実施例 8 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 0 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 2 】

実施例 9 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 1 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

40

【 0 0 8 3 】

実施例 1 0 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 2 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 4 】

実施例 1 1 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 4 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 5 】

実施例 1 2 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 5 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

50

【 0 0 8 6 】

実施例 1 3 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 6 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 7 】

実施例 1 4 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 7 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 8 】

実施例 1 5 - ガラス泡 G B 1 を等体積の G B 1 8 に置換して、比較例 A に記載した手順を繰り返した。

【 0 0 8 9 】

実施例の配合（重量）（バッチごとに 9 0 グラムの最大重量に標準化し、ガラス泡を一定の体積 - 2 5 . 7 % に保持した）を、表 2、3 及び 4 に示す。

【 0 0 9 0 】

【表 2】

表 2

	比較例 A	比較例 B	比較例 C	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
RS1	17. 2	17. 8	17. 9	17. 9	17. 8	17. 7	17. 6	17. 3
RS2	13. 4	13. 3	13. 4	13. 4	13. 3	13. 3	13. 2	12. 9
TC1	40. 5	40. 2	40. 5	40. 5	40. 2	39. 9	39. 8	39. 1
TD1	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	1. 9
ST1	2. 2	2. 2	2. 2	2. 2	2. 2	2. 2	2. 2	2. 1
プレミックス1	4. 6	4. 5	4. 6	4. 6	4. 6	4. 6	4. 5	4. 4
プレミックス2	6. 1	6. 1	6. 1	6. 1	6. 1	6. 1	6. 0	5. 9
ガラス泡	2. 4	3. 4	2. 0	2. 4	2. 7	3. 6	4. 2	5. 8
	GB1	GB7	GB13	GB2	GB3	GB4	GB5	GB6
合計	89. 1	89. 5	88. 8	89. 1	89. 0	89. 3	89. 5	89. 5

【 0 0 9 1 】

10

20

30

40

【表 3】

表 3

	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13
RS1	17. 8	17. 8	17. 7	17. 6	17. 3	17. 8	17. 8	17. 7
RS2	13. 3	13. 3	13. 3	13. 2	12. 9	13. 3	13. 3	13. 3
TC1	40. 2	40. 2	40. 1	39. 8	39. 1	40. 2	40. 2	40. 1
TD1	2. 0	2. 0	2. 0	2. 0	1. 9	2. 0	2. 0	2. 0
ST1	2. 2	2. 2	2. 2	2. 2	2. 1	2. 2	2. 2	2. 2
プレミアムス1	4. 4	4. 5	4. 5	4. 5	4. 5	4. 4	4. 5	4. 5
プレミアムス2	6. 1	6. 1	6. 1	6. 0	5. 9	6. 1	6. 1	6. 1
ガラス泡	3. 4	3. 5	3. 8	4. 2	4. 9	2. 6	2. 6	3. 3
	GB8	GB9	GB10	GB11	GB12	GB14	GB15	GB16
合計	89. 5	89. 5	89. 6	89. 5	88. 7	88. 2	88. 6	89. 1

【 0 0 9 2 】

10

20

30

40

【表 4】

表 4

	実施例 1 4	実施例 1 5
R S 1	1 7 . 6	1 7 . 3
R S 2	1 3 . 2	1 2 . 9
T C 1	3 9 . 8	3 9 . 1
T D 1	2 . 0	1 . 9
S T 1	2 . 2	2 . 1
プレミックス 1	4 . 5	4 . 4
プレミックス 2	6 . 0	5 . 9
ガラス泡	3 . 7	4 . 3 7
	G B 1 7	G B 1 8
合計	8 9 . 0	8 8 . 1

10

20

【 0 0 9 3 】

可視中空要素ピンホール - 下塗り後の 6 . 4 5 平方 c m 当たりの可視中空要素ピンホール下塗りしたサンプルを、極細油性マジックを用いて 2 . 5 4 c m × 2 . 5 4 c m の領域に分割した。その領域を、3 M 社製の商品名「3 M P P S サン・ガン・カラー・マッチングライト (3 M PPS Sun Gun Color Matching Light) 」の昼光電球で、低角度 (およそ 5 °) で照らした。中空要素ピンホールは、中空要素ピンホールにより生じる影により、目に見えるようになる。可視中空要素ピンホールを、油性マジックでそれぞれの中空要素ピンホール上に点を打つことにより、数えた。これを 5 回繰り返し、5 つの領域の平均値を表 5 に報告する。

30

【 0 0 9 4 】

【表 5】

表 5

実施例番号	6. 4 5 平方 c m 当たりの可視中空要素ピンホール
比較例 A	3 8. 0
実施例 1	4 1. 2
実施例 2	2 8. 2
実施例 3	0. 5
実施例 4	0. 2
実施例 5	0. 0
比較例 B	3 6. 1
実施例 6	2 1. 7
実施例 7	4. 0
実施例 8	0. 0
実施例 9	0. 0
実施例 1 0	1. 2
比較例 C	1 2 8. 4
実施例 1 1	8 3. 9
実施例 1 2	3. 9
実施例 1 3	0. 2
実施例 1 4	0. 2
実施例 1 5	2. 3

10

20

【 0 0 9 5 】

それにより、中空要素を充填する硬化性車体修復化合物の実施形態を開示する。当業者は、それら開示されたもの以外の実施形態が、想定されていることを理解するであろう。開示された実施形態は、図示の目的のために示され、制限のために示されてはならず、本発明は以下の特許請求の範囲によってのみ制限される。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 D 167/06 (2006.01) C 0 9 D 167/06
C 0 9 D 4/00 (2006.01) C 0 9 D 4/00

(74)代理人 100102990
弁理士 小林 良博

(74)代理人 100128495
弁理士 出野 知

(72)発明者 ジャンセン, ジェフリー アール .
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72)発明者 シュルツ, マーク エフ .
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

審査官 天野 宏樹

(56)参考文献 米国特許第 0 4 0 5 3 4 4 8 (U S , A)
米国特許第 0 3 8 7 3 4 7 5 (U S , A)
特表 2 0 1 0 - 5 1 2 9 9 6 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 0 9 D