

【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 17 年 12 月 22 日 (2005.12.22)

【公表番号】特表 2004-535474 (P2004-535474A)  
 【公表日】平成 16 年 11 月 25 日 (2004.11.25)  
 【年通号数】公開・登録公報 2004-046  
 【出願番号】特願 2002-549756 (P2002-549756)  
 【国際特許分類第 7 版】

C 0 8 G 18/80

C 0 9 D 7/12

C 0 9 D 175/04

【F I】

C 0 8 G 18/80

C 0 9 D 7/12

C 0 9 D 175/04

【手続補正書】  
 【提出日】平成 16 年 9 月 21 日 (2004.9.21)  
 【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】

イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも 20 モル%である、イミノオキサジアジンジオン基を含有する H D I - P I C 系樹脂と、下記式 ( I ) :

R O H ( I )

[ 式中、

R は、C<sub>1</sub> ~ C<sub>6</sub> の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により環式であり、場合により ( O - R<sup>1</sup>、N R<sup>1</sup><sub>2</sub> により ) 置換されていてもよく、

R<sup>1</sup> は、直鎖状もしくは枝分かれ状アルキル基である。 ]

で示されるアルコールとを、反応させて得られる、H D I に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネート。

【請求項 2】

H D I に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネートの製造方法であって、

イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも 20 重量%である、イミノオキサジアジンジオン基を含有する H D I - P I C 系樹脂と、下記式 ( I ) :

R O H ( I )

[ 式中、

R は、C<sub>1</sub> ~ C<sub>6</sub> の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により環式であり、場合により ( O - R<sup>1</sup>、N R<sup>1</sup><sub>2</sub> により ) 置換されていてもよく、

R<sup>1</sup> は、直鎖状もしくは枝分かれ状アルキル基である。 ]

で示されるアルコールとを、反応させることを特徴とする製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0007】

本発明は、HDIに基づく（又はHDI系の）アルコールブロックポリイソシアネートであって、イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも20モル%、好ましくは30モル%である、イミノオキサジアジンジオン（iminooxadiazinedione）基を含有するHDI-PIC系樹脂と、下記式（I）：



[式中、

Rは、 $C_1 \sim C_6$ の脂肪族基、好ましくは $C_1 \sim C_4$ の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により環式であり、場合により（ $O-R^1$ 、 $NR^{12}$ により）置換されていてもよく、

$R^1$ は、直鎖状もしくは枝分かれ状 $C_1 \sim C_4$ のアルキル基である。]

で示されるアルコールとを、反応させて得られる、HDIに基づくアルコールブロックポリイソシアネートを提供する。

## 【手続補正3】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0034

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0034】

## 実施例2（比較例）

51.1gのエタノール（アルドリッチ（Aldrich）社の製品、2%のトルエンで変性、1.09モルの「OH」）中の下記の

a) 33mg（0.16mmolの「Sn」）ファスキャット（Fascat:登録商標）4100（エルファトケム（Elf Atochem）社の製品）、

b) 100mg（0.16mmolの「Sn」）デスマラピッド（Desmorapid:登録商標）Z（バイエル（Bayer AG）社の製品）又は

c) 100mg（0.1mmolの「Sn」）Schwedstab OT0 133（AWLスカンジナビアAB（AWL Scandinavia AB）社の製品）

各々の溶液であって、40℃に加熱した溶液に、22.9%のNCO含有量を有し、23

の粘度が1200mPasのイソシアヌレートタイプのHDI-PICの200g（1.07モル「NCO」）の、66.7gの溶媒ナフサ100（Aralの製品）の溶液の各々を、内部の混合物の温度が45℃を超えないような速度で、攪拌しながら随時氷/水の混合物を用いて外部から冷却しながら、各々に滴下して加えた。HDI-PICは、ドイツ国特許明細書DE-A 38 06 276の実施例11に基づいて得たが、HDI-PICの製造のために用いた触媒は、2-エチル-1,3-ヘキサジオール中の溶液を用いることなく、2-エチルヘキサノール中の溶液を用いたことで異なる。PIC溶液の全てを加えた後、NCO吸収帯がもはや認められなくなるまで、赤外分光法を用いてNCOのレベルを随時観察しながら、40℃で攪拌を続けた（最大で16時間攪拌を続けた）。

## 【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】

55.2gのエタノール（アルドリッチ社製、2%のトルエンで変性、1.17モルの「OH」）に、NCO含有量が21.8%で、23℃の粘度が3500mPasであるイ

ソシアヌレートタイプのHDI - PICの200 g ( 1 . 0 4モルの「NCO」) の、溶媒ナフサ100 (Aral の製品) 84 . 8 g中の溶液を、50 で攪拌しながら素早く滴下した。HDI - PICは、ドイツ国特許明細書DE - A 38 06 276実施例4に基づいて製造した。PIC溶液の全てを加えた後、NCO吸収帯がもはや認められなくなるまで、赤外分光法を用いてNCOのレベルを随時観察しながら、100 で攪拌を続けた (最大で6時間攪拌を続けた)。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

【表 4】

種々の架橋触媒を用いた場合の耐オーバーバーク性及び反応性に関する試験結果

実施例	10a	10b	10c	10d	10e	10f	10g	10h	10i
ブロックされた NCO硬化剤 触媒 <sup>1)</sup>	Desmodur BL 3175 0.3%	実施例2d より 2.0%	実施例4c より 2.0%	実施例2d より 1.0%	実施例4c より 1.0%	実施例2d より 2.0%	実施例4c より 2.0%	実施例2d より 3.0%	実施例4c より 3.0%
耐オーバーバーク性									
白色度 PMT 232℃	93.8	93.3	95.2	93.6	95.3	92.7	94.0	93.6	93.9
白色度 PMT≥254℃	91.3	91.8	94.3	93.2	93.8	92.4	93.6	90.2	92.8
反応性									
PMT 210℃									
MEKふき取り試験 DR 2kg	100 MW					100 W	100 W	100 W	100 W
PMT 216℃									
MEKふき取り試験 DR 2kg	100 W	5		10		100 W	100 W	100 W	100 W
PMT 224℃									
MEKふき取り試験 DR 2kg	100	100 MW	30	100 W	25	100	100	100 W	100 W
PMT 232℃									
MEKふき取り試験 DR 2kg	100	100 MW	100	100 W	100	100	100	100 W	100

1) 各々の場合について、触媒の量は、バインダーとブロックされたP I C硬化剤中の固形分の合計に基づく。

D B T L = ジブチル錫ジラウレート (デスモラピッド (Demorapid) (登録商標) Z、バイエル社製)

D B Z D A = ジブチル錫ジアセテート (アルドリッチ社製)

各々の場合に、バインダーとして、Alkynol (登録商標) 1665 を、ブロックされたNCO : OHを1 : 1の比で用いた。

MEKふき取り試験 : E C C A試験方法T 1 1、MEK = メチルエチルケトン (シエル/エクソンから市販のブタノン)

M = つや消し、W = 柔軟

基材 : アルミニウム 1 mm ; ボンダー (Bonder) 7 2 2。

以下に、本発明の好ましい態様を記載する。

1. イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも20モル%である、イミノオキサジアジンジオン基を含有するH D I - P I C系樹脂と、下記式 ( I ) :

ROH (I)

[ 式中、

R は、 $C_1 \sim C_6$  の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により環式であり、場合により ( $O-R^1$ 、 $NR^1_2$  により) 置換されていてもよく、

$R^1$  は、直鎖状もしくは枝分かれ状アルキル基である。]

で示されるアルコールとを、反応させて得られる、HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネート。

2. R は、 $C_1 \sim C_4$  の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により ( $O-R^1$ 、 $NR^1_2$  により) 置換されていてもよく、

$R^1$  は、直鎖状もしくは枝分かれ状  $C_1 \sim C_4$  のアルキル基である

ことを特徴とする上記 1 に記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネート。

3. ROH は、メタノール、エタノール、n - もしくはイソ - プロパノール又はメトキシプロパノールのいずれかの所望の異性体であることを特徴とする上記 1 に記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネート。

4. ブロックするために使用されるイミノオキサジアジンジオン基を含有する HDI - PIC (非対称 NCO 三量体、AST) 系樹脂中の、イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも 30 モル%であることを特徴とする上記 1 ~ 3 のいずれかに記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネート。

5. HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネートの製造方法であって、イミノオキサジアジンジオン基とイソシアヌレート基との合計を基準とするイミノオキサジアジンジオン基のモル分率が、少なくとも 20 重量%である、イミノオキサジアジンジオン基を含有する HDI - PIC 系樹脂と、下記式 (I) :

ROH (I)

[ 式中、

R は、 $C_1 \sim C_6$  の脂肪族基であって、直鎖状でも枝分かれ状でもよく、場合により環式であり、場合により ( $O-R^1$ 、 $NR^1_2$  により) 置換されていてもよく、

$R^1$  は、直鎖状もしくは枝分かれ状アルキル基である。]

で示されるアルコールとを、反応させることを特徴とする製造方法。

6. ポリウレタンポリマーとポリウレタンコーティングを製造するための、上記 1 ~ 4 のいずれかに記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネートの使用。

7. 金属基材をコーティングするための、上記 1 ~ 4 のいずれかに記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネートの使用。

8. コイルのコーティング方法及び缶のコーティング方法における、上記 1 ~ 4 のいずれかに記載の HDI に基づくアルコール - ブロックポリイソシアネートの使用。