

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6066920号  
(P6066920)

(45) 発行日 平成29年1月25日(2017.1.25)

(24) 登録日 平成29年1月6日(2017.1.6)

(51) Int. Cl.		F 1	
<b>C09D</b>	<b>5/08</b>	<b>(2006.01)</b>	C09D 5/08
<b>C09D</b>	<b>7/12</b>	<b>(2006.01)</b>	C09D 7/12
<b>B05D</b>	<b>7/14</b>	<b>(2006.01)</b>	B05D 7/14 Z
<b>B05D</b>	<b>7/24</b>	<b>(2006.01)</b>	B05D 7/24 303A

請求項の数 9 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2013-544767 (P2013-544767)	(73) 特許権者	505005049
(86) (22) 出願日	平成23年12月15日(2011.12.15)		スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー
(65) 公表番号	特表2014-507494 (P2014-507494A)		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
(43) 公表日	平成26年3月27日(2014.3.27)	(74) 代理人	100088155
(86) 国際出願番号	PCT/US2011/065090		弁理士 長谷川 芳樹
(87) 国際公開番号	W02012/082993	(74) 代理人	100107456
(87) 国際公開日	平成24年6月21日(2012.6.21)		弁理士 池田 成人
審査請求日	平成26年12月11日(2014.12.11)	(74) 代理人	100128381
(31) 優先権主張番号	3865/CHE/2010		弁理士 清水 義憲
(32) 優先日	平成22年12月16日(2010.12.16)	(74) 代理人	100162640
(33) 優先権主張国	インド (IN)		弁理士 柳 康樹
前置審査			

最終頁に続く

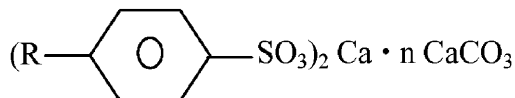
(54) 【発明の名称】 腐食防止組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記式：

【化1】



〔式中、RはC<sub>12</sub>~C<sub>20</sub>の脂肪族鎖であり、n 20である〕の活性物質と、腐食防止顔料と、充填剤混合物と、希釈剤又は担体と、を含み、コーティングフィルムが破損した場合でも金属基材に対して優れた接着性を示し、前記腐食防止顔料が、マグネシウムのオキシアミノリン酸塩であり、前記充填剤混合物が、SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>[(OH)<sub>4</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>]であり、前記希釈剤又は担体が、鉱油である、腐食防止組成物。

【請求項2】

前記活性物質が、前記組成物の30~45重量部の量で存在する、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

少なくとも1重量部の前記腐食防止顔料を含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項4】

充填物質は、前記組成物の35~40重量部の量で存在する、請求項1に記載の組成物

## 【請求項 5】

前記希釈剤が、前記腐食防止組成物の少なくとも 10 重量部の量で存在する、請求項 1 に記載の組成物。

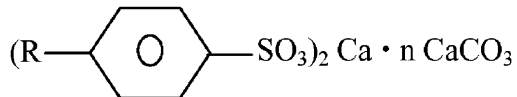
## 【請求項 6】

- 10 ~ 100 の温度にわたって安定した粘度を有する、請求項 1 に記載の組成物。

## 【請求項 7】

腐食防止組成物の製造のためのプロセスであって、下記式：

## 【化 2】



[式中、R は C<sub>12</sub> ~ C<sub>20</sub> の脂肪族鎖であり、n = 20 である] の活性物質を攪拌する工程と、腐食防止顔料及び充填剤混合物を前記攪拌された活性物質に、それらが活性物質中に速やかに分散し、混合、攪拌されてブレンドを形成するように十分にゆっくり加える工程と、鉱油を加えて混合した後、得られた生成物を 300 メッシュのフィルターを通して濾過する工程と、を含む、プロセス。

## 【請求項 8】

プロセスの各工程において、各成分が加えられる前に前記形成されたブレンドが完全に分散される、請求項 7 に記載のプロセス。

## 【請求項 9】

請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の腐食防止組成物を含むコーティングを有する金属基材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## [発明の分野]

本発明は、腐食防止組成物に関する。詳細には、本発明は、金属に直接塗布するための腐食防止性のスプレー式コーティングを提供することに関する。より詳細には、本発明は、広範囲の温度下で、また、塩分、湿度などの他の腐食誘発環境下で優れた腐食防止活性及び広い適用性を示す、環境的に安全でかつ効果的な腐食防止組成物に関する。

## 【0002】

## [発明の背景]

金属表面は、特に空気中の水分、塩分及び酸/アルカリ条件に曝された場合にしばしば腐食しやすい。腐食の進行過程はゆっくりとした現象であるため、腐食による大きなダメージが生じるまで使用者が腐食の進行に気付くことは希である。世界の異なる地域において自動車産業で一般的に使用されている金属パネルは、湿度、沿岸地域における塩分条件、極度の高温及び低温の気象条件などの有害な環境に曝されるために、通常腐食を受けやすい。しかしながら、こうした腐食を抑制する幾つかの方法がある。腐食防止機構の選択は、安全条件、経済性、及び技術的な考慮によって決められる。金属表面の腐食を抑制するために最も一般的に用いられている方法は、塗料又はコーティング材料の形態の保護コーティングによるものである。

## 【0003】

当該技術分野では様々なコーティング材料が知られている。例えば、米国特許第 3847651 号は、非水性溶媒中に非極性ポリマーを溶かしてなる不透明な防水保護コーティングフィルムを基材上に与えるプロセスについて開示している。米国特許第 5491031 号は、金属基材のコーティング組成物であって、ハロゲン化物含有ビニルポリマーを含まず、エポキシノボラック樹脂、フェノール樹脂、ポリエステル及びエラストマーを非水性溶剤に加えてなる組成物について開示している。米国特許第 6191056 号は、特定

10

20

30

40

50

のポリウレタン仕上げ及び新規なリン酸塩含有プライマーを含むプライマーコーティングでコーティングされた、金属化された、詳細にはアルミニウム化された布地について開示している。欧州特許出願公開第1712300 A号は、金属表面を腐食防止ポリマー層でコーティングするための方法について開示している。米国特許出願公開第2007/0014924号は、金属表面を腐食防止ポリマー層でコーティングするための方法について開示している。ここで開示されている組成物は、リン、及びプラスチックモノマー樹脂と反応することが可能なアルキル基を含む有機リン化合物を含むものである。

【0004】

米国特許出願公開第2007/0152192号は、ポリウレタン分散媒中に亜鉛粉末を分散したものを含有高亜鉛含量プレコンストラクションプライマーコーティング組成物について開示しており、これに硬化触媒を加えることで、溶接可能な水分硬化性の長期耐久性コーティングが得られる。

10

【0005】

既存のコーティング組成物の一部のものは、その腐食防止性のために広く使用されている亜鉛成分を有している。しかしながら亜鉛含有組成物は、亜鉛が重金属であり、特定の濃度では有毒とみなされるとい理由により、自動車産業では好まれない。ジंकクロメートは、プライマーの配合に最も頻繁に使用されている従来の腐食防止顔料の1つである。しかしながら、その環境への悪影響、毒性、及び発癌性のためにその使用は厳しく制限されており、ジंकクロメートを幾つかの代替物により代替するよう提案されているが、リン酸亜鉛はその1つである。更に、リン酸亜鉛は、水生生物の成長を遅らせる可能性が報告されており、そのため環境保護対策の標的ともなりつつある。リン酸亜鉛及び酸化亜鉛は、こうした理由により、一部のヨーロッパ諸国において生態系に有害な物質として指定されている。重金属に関連する環境害に対する意識の高まりのため、市場では非毒性で費用効率の高い代替物がかねてより求められている。

20

【0006】

更に、多くのコーティング材料は腐食防止性などの基本的な要件を示すものの、乾燥、粘着、及び垂れなど、OEM[相手先ブランド名製造]の要件を満たさない点が常にある。また、これらの製品は、塗布時に、スプレー性、沈殿防止性及び垂れ防止性の要求条件を調節かつ維持するための更なる安定化装置を必要とする。更に、亜鉛/エポキシに基いたシステムの使用は、塗布及び使用に際して複雑なプロセスをとるため、商業的には非現実的である。

30

【0007】

したがって、既知の非毒性顔料組成物にともなう問題を解消又は低減し、更に腐食防止活性、加工性及び環境安全性の効果に関するすべての要件を完全に満たす、有害な重金属及び亜鉛を含まない非毒性の腐食防止顔料組成物が求められている。

【0008】

[発明の目的]

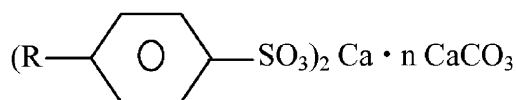
本発明に基づけば、より幅広い塗布温度にわたって腐食防止効果及び垂れ防止効果を高めるためにレオロジー添加剤と組み合わせられた潤滑増粘剤に担持された非毒性の腐食防止顔料を含む、環境的に安全でかつ効果的な腐食防止組成物が提供される。

40

【0009】

本発明の主たる目的は、金属表面に直接塗布するための腐食防止性のスプレー式コーティングを提供することにある。したがって、本発明の一実施形態は、下記式：

【化1】



[式中、RはC<sub>12</sub>~C<sub>20</sub>の脂肪族鎖であり、nは20である]の活性物質と、腐食防止顔料と、充填剤混合物と、希釈剤又は担体として機能する鉱油と、を含む、腐食防止

50

組成物に関する。

【0010】

本発明の別の実施形態は、腐食防止組成物の製造のためのプロセスに関する。本発明の更なる実施形態は、腐食防止組成物を含むコーティングを有する金属基材に関する。

【0011】

本発明の腐食防止組成物は、OEMの標準的要件をも満たすものである。本組成物は、広範囲の温度にわたって腐食防止製品の安定性及び塗布性を示す。本発明の組成物のこうした性質は、幅の狭い領域を有する基材において有用である。例えば、自動車の内装パネルは複数の幅の狭い領域及び外形を有しており、これらの部分は腐食されやすい。今日市場に出回っているコーティング材料は適当な粘度を有しておらず、そのためコーティング材料が所望の領域に達することが困難であることから、これらの部分は従来のコーティングによっては保護されない。本発明は上記のような課題を解決するものである。

10

【0012】

より詳細には、本発明の腐食防止組成物は、-10 ~ 100 の範囲で安定した塗布粘度を維持する。

【0013】

本発明の他の特徴及び利点は、以下の詳細な説明が進むのに従って明らかとなるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0014】

本発明を以下の添付の図面に示す。すなわち、

【図1a】水、酸素、及び腐食を促進するイオンが金属基材に達する拡散経路の長さを延ばすことによって耐腐食性を高める、形成された剛性の基質を示す側面図。

【図1b】空気、水分、及び二酸化炭素が金属表面に達するうえで障壁を形成する、金属表面を覆って形成された活性物質の小板を表す側面図。

【図2】-10 ~ 100 の温度範囲にわたる組成物の粘度安定性を示すグラフ。

【図3】浸透性試験用の例示的な試験片の斜視図。

【図4a】浸透性試験の開始時の図3の試験片の平面図。

【図4b】上側プレートを取り外した、浸透性試験の終了時の図4aの試験片の平面図。

【0015】

[発明の詳細な説明]

以下の詳細な説明の目的では、そうではないことが明確に断られている場合を除き、本発明が様々な代替の変形及び工程の順序を取りうる点は理解されなければならない。更に、いずれかの実際に機能している例以外、又は特に断られている場合以外は、例えば明細書及び特許請求の範囲において使用されている各成分の量を表すすべての数値は、すべての場合において「約」なる語によって修飾されているものとして理解されるべきである。

30

【0016】

本発明の実施形態は、金属表面の腐食を防止するための非毒性腐食防止組成物に関する。本組成物は、幅広い温度範囲にわたって安定した粘度が維持されるなどの利点を有することにより、複雑な幾何学的外形を有する金属基材に容易に塗布することが可能である。

40

【0017】

本明細書では、腐食とは、金属内部の結合エネルギーを低減させるような電気化学的プロセスとして定義される。腐食は、金属及びその性質の劣化をもたらす、物質、通常は金属と、その環境との間の化学的又は電気化学的反応である。腐食の進行過程はアノード反応プロセスであり、これにより金属溶解イオンが生成される。アノード部位で起きるプロセスは、金属イオンとしての金属の溶解であり、これらのイオンは錆などの不溶性の腐食生成物に変換される。

【0018】

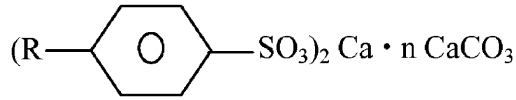
本明細書では、金属又は金属性とは、腐食作用を受けるあらゆる物質として定義される。

50

## 【 0 0 1 9 】

したがって、本発明は、幅広い温度範囲にわたって高い腐食防止効率及び垂れ防止効率を有する腐食防止組成物に関する。本発明の腐食防止組成物は、下記式：

## 【 化 2 】



【式中、「R」はC<sub>12</sub>～C<sub>20</sub>の脂肪族鎖であり、nは20である】の活性物質と、腐食防止顔料と、充填剤混合物と、希釈剤又は担体と、を含む、腐食防止組成物に関する。活性物質の重要な要素は、アルキル基「R」と、SO<sub>3</sub>基が結合した芳香環である。芳香環及びSO<sub>3</sub>は極めて極性が高い。これにより、優れた金属濡れ性及び水分置換性を有するコーティングが得られる。このスルホン酸塩／炭酸塩複合体の極性端部は金属基材と結合し、コーティングフィルムが破損した場合でも非常に優れた接着性を示す。このアルキル基は非極性であり、大部分が好ましくはC<sub>12</sub>～C<sub>20</sub>原子を有する脂肪族鎖の混合物である。芳香環と結合したアルキル基は基材から遠ざかる方向に面し、水分の侵入を跳ね返す。この構造中の炭酸塩は、コーティング／金属界面におけるpHを緩衝することにより腐食を防止する機能を有する。物質の炭酸カルシウム部分は、小さい六角形の小板（3）の形態である。これらの小板は、フィルムに機械的一体性を付与すること、腐食物質の経路の長さを大きくすること、及びチキソトロピーを付与することを含む複数の機能を行う。図1（a）及び（b）は、ワックス、樹脂、又はオイル（2）の基質中にこれらの小板（3）が無数に存在することによって、基材（1）に達するために水及び酸素が移動しなければならない距離が大きくなり、腐食防止性が高められる様式を示している。このように、これらの小板は、空気、水分、及び二酸化炭素が金属表面に達するうえで障壁を形成し、これにより電気化学的反応プロセスを停止して腐食を防止する。

## 【 0 0 2 0 】

したがって、本組成物の重要な作用形態の1つは、水、酸素、及び腐食を促進するイオンの拡散経路の長さを大きく延ばすことにより、腐食を防止することである。

## 【 0 0 2 1 】

図2に示されるように、すべてのスルホン酸塩分子（4）は小板（3）と結合している。過剰なスルホン酸塩（5）は金属表面（1）に移動して強力な濡れ作用を与え、実際に水を置換する。この結果生じるスルホン酸塩の単分子膜によって、上記のフィルムが破損又は部分的に剥離した場合であっても金属表面に保護が与えられる。

## 【 0 0 2 2 】

本発明の実施形態の1つでは、活性物質は、部をコーティング組成物の全重量に対するものとして考えた場合に、本発明のコーティング組成物中に混合物の45部以下、又は場合により混合物の40部以下、又は場合により混合物の30部の量で存在する。腐食防止組成物は、30～45部の活性物質を含むことが好ましい。

## 【 0 0 2 3 】

本発明の組成物に使用される腐食防止顔料は、好ましくはマグネシウムのオキシアミノリン酸塩 [OAPM] である。本発明の組成物は、少なくとも1重量部、より好ましくは1～2重量部の腐食防止顔料を含む。OAPMによる保護機構の最も重要なパラメータは、表面電位を腐食が生じる値よりも低く維持する助けとなるように、酸化したマグネシウムとリンとで構成される連続的なフィルムを形成することであり、これによりカソード表面の保護性が高められる。地金が溶接／表面損傷を受けるような場合には、カソード保護により腐食防止性能が高められる。この効果は、下記に詳しく述べる本発明の組成物の優れた性質を実証する結果に示されている。

## 【 0 0 2 4 】

充填剤 - 無機充填剤は、組成物中に細かく粉碎された状態で存在する固体である。充填剤には2つの役割がある。すなわち、一方で充填剤は従来の意味において製品のコストを

10

20

30

40

50

下げ、充填されていない製品と比較して、製品が、向上した又は更なる新たな性質を確実に有するようになることであり、他方で充填剤の使用によってしばしば製造が容易となることである。

【 0 0 2 5 】

コスト低減効果以外に、充填剤は更に、例えばカオリン、タルク、及びウォラストナイトによる時間依存的な構造粘度の制御された調節によってレオロジー、すなわち粘度上昇及び適用可能な場合にはチキソトロピーにも影響を与える。一般的に、流動挙動は充填剤によっても影響される。上記の鉱物充填剤又は他の鉱物充填剤のいずれも、こうした目的で使用することができるが、本発明を考慮した場合に特に好ましい鉱物充填剤はシリカカオリナイトである。

10

【 0 0 2 6 】

本発明の更なる別の態様では、コーティング組成物は、シリカカオリナイト混合物からなる群から選択される鉱物充填剤を含んでもよい。

【 0 0 2 7 】

本発明の重要な態様の1つによれば、充填剤混合物は本発明の組成物に垂れ防止性を与えることが見出された。

【 0 0 2 8 】

したがって、本発明の目的は、充填剤がレオロジー挙動に対して有する影響以外に、明らかに向上した垂れ防止性を基材に与える、本明細書に述べる種類の充填剤を含む腐食防止組成物を提供することにある。

20

【 0 0 2 9 】

本発明の組成物において最も好ましく用いられる充填剤混合物は、 $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2(\text{OH})_4\text{Si}_2\text{O}_5$  ] である。この充填剤混合物は、腐食防止組成物に極めて優れた分散性、高い耐摩耗性、極めて優れた艶消し効果 (flattening effect) 及び高い透明性を与えるものである。充填剤混合物は分散挙動に極めて優れ、沈降する傾向が低い。充填剤混合物は、腐食防止組成物に垂れ防止性を与える。

【 0 0 3 0 】

本発明の実施形態の1つでは、充填剤混合物は、部をコーティング組成物の全重量に対するものとして考えた場合に、本発明のコーティング組成物中に混合物の40部以下、又は場合により混合物の35部以下、又は場合により混合物の30部の量で存在する。充填剤混合物は、35～40部の活性物質を含むことが好ましい。

30

【 0 0 3 1 】

好ましい希釈剤 / 担体の1つとしては鉱油がある。

【 0 0 3 2 】

鉱油の割合は、組成物の所望の稠度によって異なりうる。鉱油の例としては、スピンドル油、機械油、シリンダ油、タービン油、潤滑油、軽油、ブレーキ液、不凍液、又は合成潤滑油などが挙げられる。

【 0 0 3 3 】

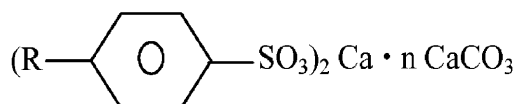
本発明の実施形態の1つでは、希釈剤 / 担体は、部をコーティング組成物の全重量に対するものとして考えた場合に、本発明のコーティング組成物中に混合物の15部以下、又は場合により混合物の13部以下、又は場合により混合物の10部の量で存在する。腐食防止組成物は、10～13部の希釈剤 / 担体を含むことが好ましい。

40

【 0 0 3 4 】

本発明の腐食防止組成物は、下記式：

【 化 3 】



[ 式中、R は  $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{20}$  の脂肪族鎖であり、n 20 である ] の活性物質を攪拌す

50

る工程と、腐食防止顔料及び充填剤混合物を攪拌された活性物質に、それらが活性物質中に速やかに分散し、混合、攪拌されてブレンドを形成するように十分にゆっくり加える工程と、鉱油を加えて混合した後、得られた生成物を300メッシュのフィルターに通して濾過する工程を含むプロセスによって製造される。プロセスの各工程において、形成されたブレンドが各成分が加えられる前に完全に分散されるように注意を払う。より詳細には、活性物質及び腐食防止顔料は、ブレンドを形成するために10～30分間混合され、1000～2000RPMで攪拌される。

**【0035】**

熱帯及び亜熱帯環境両方での塗布条件を考慮して、このように得られた腐食防止組成物の粘度を温度の関数として測定した。予想外のこととして、組成物は、-10～100の温度にわたって安定した粘度を示した。したがって、本発明は、両方の極度気象条件において腐食に耐える方法を提供するものである。

10

**【0036】**

本発明のコーティング組成物は、鉄[Fe]及び鋼などの鉄系基材、アルミニウム[Al]、銅[Cu]、マグネシウム[Mg]、並びにこれらの合金などの腐食されやすいすべての可能な金属基材、並びに、大気中の水分、水、塩分、湿度、又は都市環境若しくは工業的環境において通常存在する他の腐食物質との接触により腐食を生じうるあらゆる構造的用途において使用される他の従来の金属を保護するうえで幅広い実用性を有するものである。

**【0037】**

20

本発明の組成物は、例えばクリアーコート及び/又はトップコートなどの単一のコーティングとして、2コート組成物のベースコートとして、又は例えばプライマー層、ベースコート及び/又はトップコート層、及び/又はクリアーコート層のように多要素のコーティングの層として塗布することができる。本発明の組成物は、例えば、基材表面自体に直接塗布されるか、あるいは予め施された下層コーティング及び/又は処理(例えば、所望の結果を得るために基材表面に配置される無機又は有機処理、プライマー、及び/又はベースコート材料など)の上に配置される、プライマー、ベースコート、トップコート、及び/又はクリアーコートとして有用である。特定の実施形態では、本発明のコーティング組成物は、地金又はプライミングした金属自体の上に直接塗布することができる。

**【0038】**

30

本発明の組成物は、処理すべき基材に、他の方法の中でもとりわけ、例えばスプレーコーティング、ブラシコーティング、ディップコーティング、ダイレクトロールコーティング、リバースロールコーティング、カーテンコーティング、及びこれらの組み合わせなどの従来のコーティング技術によって塗布することができる。本発明の組成物はペイントスプレーガンによって塗布されることが好ましい。

**【0039】**

本発明は、組成物が-10～100の範囲で安定した塗布粘度を維持している点で有利である。

**【0040】**

40

本発明の実施形態の1つでは、腐食防止顔料は、部をコーティング組成物の全重量に対するものとして考えた場合に、本発明のコーティング組成物中に混合物の約1～5部の量で存在する。腐食防止顔料は、1～2部の活性物質を含むことが好ましい。

**【0041】**

本発明の更なる一態様に基づき、対照組成物(基準試料)及び本発明による組成物(試料A～E)でコーティングした試験パネルに各種試験を行って、粘度、塗布性、耐垂れ性、及び耐腐食性に対する効果を評価した。

**【0042】**

試料組成物でコーティングした後、金属試験パネルの耐垂れ性を調べるために垂れ試験を行う。金属パネルを試料組成物でコーティングしてから冷ます。次いでコーティングしたパネルを24時間、垂直に吊す。基準線よりも下方への移動を測定する。

50

## 【0043】

本発明に基づいて調製された組成物のコーティングを有する金属試験パネルに、耐腐食性試験を行う。より詳細には、耐腐食性試験は、塩分スプレー試験である。塩分スプレー試験は、コーティングされた試料の耐腐食性を調べるために用いられる標準的な試験方法である。腐食生成物の発生を所定の時間後に評価する。試験時間の長さはコーティングの耐腐食性によって決まり、コーティングの耐腐食性が高いほど、試験において腐食の兆候が認められない時間は長くなる。

## 【0044】

より詳細には、この試験方法は、予め塗装又はコーティングされた試料の処理を、腐食、腐食にともなうプリスター形成、スクライプマークにおける接着性の消失、又は他のフィルム破壊に関する加速試験及び大気曝露試験、並びに後の評価について網羅するものである。したがって、この方法は、腐食環境への曝露後の、基材、前処理若しくはコーティングシステム、又はそれらの組み合わせの基本的な腐食性能を評価及び比較する手段を与えるものである。

## 【0045】

更に、本発明の組成物（試料A～E）に、浸透性試験、自然耐候試験、及び熱サイクル試験を行った。

## 【0046】

以下の実施例は、本発明の特定の実施形態及び態様を説明するものであって、本発明の範囲を限定するものとして解釈されてはならない。実施例中のすべての部及び比率（％）は、特に断らないかぎり重量を基準としたものである。

## 【実施例】

## 【0047】

本発明の組成物を、45部の活性物質（ $R-C_6H_5-SO_3$ ）<sub>2</sub>Ca・nCaCO<sub>3</sub> [R = 脂肪族C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>; n = 20] - スルホン酸カルシウム（±0.01kgの精度で秤量）を秤量することによって調製し；攪拌した活性物質に、1～2部の腐食防止顔料及び35～40部の充填剤混合物を活性物質中に速やかに分散するようにゆっくりと加え、混合物を20分間混合し、1500RPMで攪拌してブレンドを形成し；10～13部の鉱油を加え、混合物を10～30分間混合し；得られた生成物を300メッシュのフィルターに通して濾過した。

## 【0048】

参照目的のため、活性物質及び担体のみを含む対照配合物（「基準試料」）を表1に示されるように調製した。本発明に基づく腐食防止配合物（試料A～E）は表1に示されるようなものである。

## 【0049】

## 【表1】

表1

試料	活性物質	腐食防止顔料	充填剤混合物	希釈剤／担体
基準試料	63	—	—	37
A	45	1	20	33
B	20	2	45	33
C	20	2	20	58
D	56	1	30	13
E	45	2	40	13

## 【0050】

塗布性及び耐垂れ性などの異なる性能特性を評価するために、本発明の組成物（試料A～E）を試験パネルに塗布した。以下に試験方法の詳細を示す。本発明の組成物（試料A

～ E ) と基準試料との比較により、本発明によって与えられる有利な特性が示される。本発明の腐食防止組成物は、速やかな乾燥時間、垂れのない、金属基材への非粘着性のコーティング、優れた耐腐食性及び浸透性を与えるものである。したがって、本発明の腐食防止組成物（試料 A ～ E ）は、耐腐食性に関して高い効率を示すとともに、標準的な O E M の要件を満たすものである。これらの試料の結果を表 2 に示す。

【 0 0 5 1 】

【 表 2 】

表 2

試料	垂れ試験の結果	腐食サイクル(Cyclic)	5%塩分スプレー腐食	熱サイクル	浸透性長さ	乾燥時間
基準試料	0.0	150サイクル 150時間	1000時間	273サイクル	22mm	乾燥せず
A	0.6	80サイクル 800時間	800時間	240サイクル	8mm	20時間
B	0.4	40サイクル 400時間	500時間	170サイクル	0mm	5時間
C	0.0	45サイクル 450時間	300時間	200サイクル	5mm	9時間
D	0.5	150サイクル 1500時間	1000時間	264サイクル	16mm	20時間
E	0.8	120サイクル 1200時間	1000時間	240サイクル	10mm	7時間

10

20

【 0 0 5 2 】

実施例 1 :

垂れ試験

試験片の下半分にマスキングを施して試験片に厚さ 300 μ のコーティングを塗布した後、直ちにマスキングを剥離する。試験片を 40 ± 2 で 30 分間、水平に維持する。マスキングを剥離した直後の垂れの長さ ( mm ) を測定する。増加割合 ( addendum fraction ) によって垂れ度を求める。増加割合の値が大きいほど、垂れ度は小さい。

【 0 0 5 3 】

【 表 3 】

増加割合	垂れ度
0.0	完全
0.2	ほぼ完全
0.4	半分よりやや大きい
0.5	半分
0.6	半分よりやや小さい
0.8	わずか(触れているのみ)

30

40

【 0 0 5 4 】

垂れ試験の結果を基準試料及び本発明の試料について表 2 に示したが、これらの結果は垂れが最小限に抑えられた良好な結果を示している。

【 0 0 5 5 】

実施例 2 :

腐食サイクル試験 ( 自然耐候試験 )

50

試験片に以下に示すパラメータによる試験サイクルを行った。

5%塩分スプレー - 2時間

乾燥 (60 / 相対湿度 20 ~ 30%) - 4時間

湿潤 (50 / 相対湿度 95%) - 4時間

自然耐候試験 (腐食サイクル試験) の結果を、基準試料及び本発明の試料について表 2 に示す。

【0056】

実施例 3 :

耐腐食性試験 : 塩分スプレー試験における 5%塩溶液

閉鎖試験チャンバからなる試験用装置内で試験を行い、試験チャンバ内で塩溶液 (主として塩化ナトリウム溶液) をノズルによって霧化する。この手順により、チャンバ内に濃い塩水の霧の腐食性環境が生じ、曝露された金属部品が加速された腐食雰囲気下で腐食作用を受けることになる。

10

【0057】

金属試験片を NSS (中性塩分スプレー) として知られる標準的な 5%塩化ナトリウム溶液に曝露する。結果は、腐食生成物の発生が見られない NSS 中での試験時間として表す。

【0058】

5%塩分スプレー試験の結果を、基準試料及び本発明の試料について表 2 に示す。

【0059】

20

実施例 4 :

熱サイクル試験

試験材料を試験片に塗布して標準的な厚さ (50 マイクロメートルの乾燥膜厚) の膜を形成する。試験片に以下に示すパラメータで 10 サイクルを行う。

【0060】

【表 4】

サイクル:  $-30 \pm 2^\circ\text{C}$  で 1.5 時間

$80 \pm 2^\circ\text{C}$  で 1.5 時間

【0061】

30

熱サイクル試験の結果を、基準試料及び本発明の試料について表 2 に示す。

【0062】

実施例 5 :

浸透性試験

各試験片は、図 3 に示されるように互いに合わせられ、互いの間の 100 マイクロメートルの隙間 10 によって隔てられた上側プレート 6 と下側プレート 8 とを有するものである。隙間 10 を保つために感圧接着剤 14 の 2 本のストリップが、プレート 6 及び 8 の間に、かつプレートの両側の縁部に沿って配置されている。40 に加熱した 2 mL の試験材料 12 を上端から落下させ、20 で 24 時間維持した後で浸透長さ  $L_p$  (mm) を測定する。この試験を図 4 a 及び 4 b に示す。5%塩分スプレー試験の結果を、基準試料及び本発明の試料について表 2 に示す。

40

【0063】

実施例 6

粘度安定性試験

本発明の組成物の粘度安定性について幅広い温度範囲にわたって評価を行い、熱帯及び亜熱帯環境両方での塗布条件を再現した。安定した塗布粘度の維持が  $-10 \sim 100$  の範囲で認められた。結果を図 2 にグラフで示す。

【0064】

以上、本明細書において本発明を一定の具体性をもって発明の特定の好ましい実施形態に基づいて説明したが、当業者であれば、上記に述べ、実施することが可能な、発明の範

50

困及び趣旨の範囲に含まれる本発明の多くの変形例、改変例、及び置換例が認識されるであろう。これらの改変例及び変形例はすべて、本明細書において説明及び特許請求される本発明の範囲に含まれるものであり、また、本発明は、以下の「特許請求の範囲」によってのみ限定され、こうした「特許請求の範囲」は妥当なかぎり広い範囲で解釈されるべきものとする。

【図 1 a】

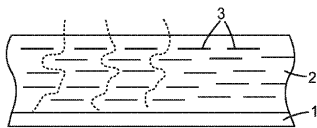


Fig. 1a

【図 1 b】

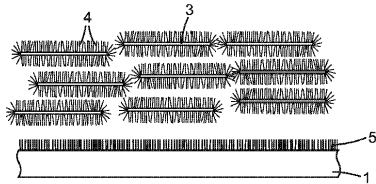


Fig. 1b

【図 2】

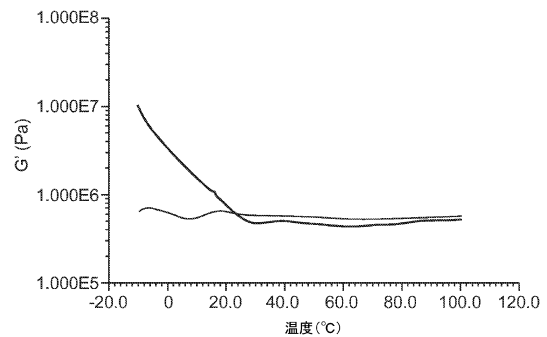


Fig. 2

【 図 3 】

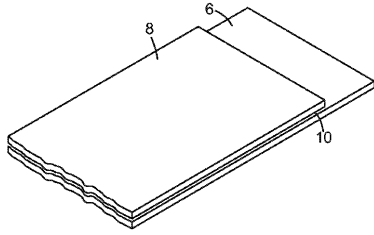


Fig. 3

【 図 4 a 】

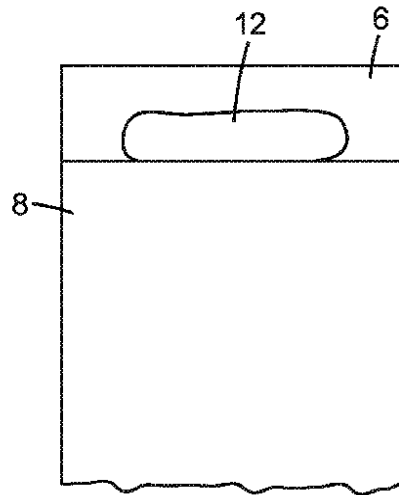


Fig. 4a

【 図 4 b 】

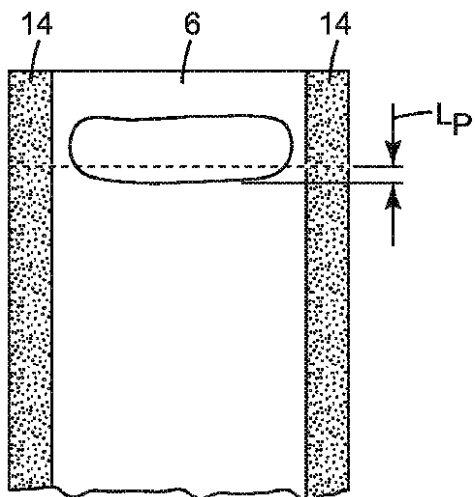


Fig. 4b

## フロントページの続き

(74)代理人 100162352

弁理士 酒巻 順一郎

(74)代理人 100165526

弁理士 阿部 寛

(72)発明者 ソニ , サミル エイチ .

インド , バンガロール 56001 , ヴィットル マルヤ ロード 24 , ユービー シティ , コンコルド ブロック

(72)発明者 バタチャリア , ドリティサンダー

インド , バンガロール 56001 , ヴィットル マルヤ ロード 24 , ユービー シティ , コンコルド ブロック

審査官 國方 康伸

(56)参考文献 特開2004-250748(JP,A)

特開2002-114989(JP,A)

特開平06-207282(JP,A)

特開平05-339589(JP,A)

特開2007-039761(JP,A)

特開2007-039760(JP,A)

特開2005-290451(JP,A)

欧州特許出願公開第01837364(EP,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C23F 11/00 - 11/18

C23F 14/00 - 17/00

B05D 1/00 - 7/26

C09D 1/00 - 10/00

C09D 101/00 - 201/10