

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3608720号
(P3608720)

(45) 発行日 平成17年1月12日(2005. 1. 12)

(24) 登録日 平成16年10月22日(2004. 10. 22)

(51) Int. Cl.⁷

F I

C O 8 L 75/04

C O 8 L 75/04

C O 8 G 18/00

C O 8 G 18/00

Z

C O 8 K 3/36

C O 8 K 3/36

C O 8 K 9/04

C O 8 K 9/04

C O 9 D 175/04

C O 9 D 175/04

請求項の数 5 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-113373 (P2000-113373)
 (22) 出願日 平成12年4月14日(2000. 4. 14)
 (65) 公開番号 特開2001-294750 (P2001-294750A)
 (43) 公開日 平成13年10月23日(2001. 10. 23)
 審査請求日 平成14年6月17日(2002. 6. 17)

(73) 特許権者 000002886
 大日本インキ化学工業株式会社
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号
 (74) 代理人 100088764
 弁理士 高橋 勝利
 (72) 発明者 藤井 正人
 大阪府岸和田市岡山町238-18
 (72) 発明者 西村 紀夫
 大阪府高石市東羽衣2-13-43
 審査官 中川 淳子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 揺変性湿気硬化型ウレタン組成物及びコーティング材、シーリング材、接着剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマー、(B)(b1) 末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマーと(b2) N-2-ヒドロキシアルキルオキサゾリジンとを反応させて得られる末端にオキサゾリジン基を有するウレタンオキサゾリジンプレポリマー、及び(C) ベット比表面積 $8\text{m}^2/\text{g}$ 以上の表面処理炭酸カルシウム、(D) ベット比表面積 $20\text{m}^2/\text{g}$ 以上の疎水性微粉末シリカからなる組成物であって、(C) 成分の含有量が10~40重量%、(D) 成分の含有量が0.5~5重量%であることを特徴とする揺変性湿気硬化性ウレタン組成物。

【請求項2】

疎水性微粉末シリカ(D)が、シラン化合物で表面を疎水処理された疎水性微粉末シリカであることを特徴とする請求項1記載の揺変性湿気硬化型ウレタン組成物。

【請求項3】

請求項1又は2記載の揺変性湿気硬化型ウレタン組成物からなるコーティング材。

【請求項4】

請求項1又は2記載の揺変性湿気硬化型ウレタン組成物からなるシーリング材。

【請求項5】

請求項1又は2記載の揺変性湿気硬化型ウレタン組成物からなる接着剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10

20

【発明の属する技術分野】

本発明は、硬化時に炭酸ガスによる発泡がなく、硬化性、貯蔵安定性に優れた揺変性湿気硬化型ウレタン組成物及びそれを用いたコーティング材、シーリング材、接着剤に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

従来の湿気硬化型ウレタン組成物としては、特開昭57-94056号公報が知られているが、硬化時に水分とイソシアネート基が反応する際に発生する炭酸ガスのためにしばしば塗膜の膨れが発生する問題がある。膨れの原因となる炭酸ガスの発生を抑えるためにケチミン、エナミン等の湿気解離型の架橋剤が提案されており、その中でも特開平6-293821号公報、特開平7-33852号公報、特開平7-10949号公報等で提案されるオキサゾリジン化合物を用いた組成物は炭酸ガスの発生がなく比較的性能バランスのとれた材料である。

10

【0003】

その中でも特許2837346号、特許2881091号ではオキサゾリジンを含有する組成物中に特定の表面処理剤で表面処理した無機充填剤を配合することで沈降がない組成物が提案されている。しかしながら、表面処理した無機充填剤だけで垂直面等に塗布可能な揺変性を付与しようとするすると表面処理充填剤の含有量が必然的に多くなり、充填剤の表面処理剤の影響で貯蔵後のスランプ発生や粘度変化が大きく、時として塗膜表面にその表面処理剤がブリードし、表面性不良や接着性不良を起こすことがある等の問題がある。

20

【0004】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は、硬化時に炭酸ガスによる発泡がなく、硬化性、貯蔵安定性に優れ、垂直面等に塗布してもスランプやタレが発生することがない湿気硬化性ウレタン組成物及びそれを用いたコーティング材、シーリング材、接着剤にある。

【0005】**【課題を解決するための手段】**

本発明者らは、こうした課題について鋭意研究の結果、(A)末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマー、(B)(b1)末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマーと(b2)N-2-ヒドロキシアルキルオキサゾリジンとを反応させて得られる末端にオキサゾリジン基を有するウレタンオキサゾリジンプレポリマー、及び(C)ベット比表面積 $8\text{m}^2/\text{g}$ 以上の表面処理炭酸カルシウム(D)ベット比表面積 $20\text{m}^2/\text{g}$ 以上の疎水性微粉末シリカからなる組成物であって、(C)成分の含有量が10~40重量%、(D)成分の含有量が0.5~5重量%であることを特徴とする揺変性湿気硬化型ウレタン組成物と本組成物からなるコーティング材、シーリング材、接着剤を提供するものである。

30

【0006】**【発明の実施の形態】**

本発明に使用される末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマー(A)及び末端にイソシアネート基を2個以上有するウレタンプレポリマー(b1)はいずれもイソシアネート基を2個以上有するプレポリマーであり、有機ポリイソシアネートとポリオールとをポリイソシアネートの過剰のもとで常法により調製されるウレタンプレポリマーである。

40

【0007】

有機ポリイソシアネートとしては、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、一部をカルボジイミド化されたジフェニルメタンジイソシアネート、ポリメチレンポリフェニルポリイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、水添キシリレンジイソシアネート、水添ジフェニルメタンジイソシアネート、

50

シクロヘキサンジイソシアネート等の芳香族ジイソシアネート、脂肪族ジイソシアネート、脂環族ジイソシアネート１種又は２種以上の混合物が挙げられる。

【０００８】

本発明に使用されるポリオールとは、ポリエーテルポリオール、ポリエステルポリオール、その他のポリオール及びこれらの混合ポリオールである。例えば、複合金属シアン化合物錯体を触媒として製造されたポリオールも含まれる。

【０００９】

ポリエーテルポリオールとしては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、グルコース、ソルビトール、シュクロース等の多価アルコールの１種又は２種以上にプロピレンオキサイド、エチレンオキサイド、ブチレンオキサイド、スチレンオキサイド等の１種又は２種以上を付加して得られるポリオール及びポリオキシテトラメチレンポリオール等が挙げられる。

10

【００１０】

ポリエステルポリオールとしては、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール、グリセリン、トリメチロールプロパンあるいはその他の低分子ポリオールの１種又は２種以上とグルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、セバシン酸、テレフタル酸、イソフタル酸、ダイマー酸、水添ダイマー酸あるいはその他の低分子ジカルボン酸やオリゴマー酸の１種又は２種以上との縮合重合体及びプロピオラクトン、カプロラクトン、バレロラクトン等の開環重合体等が挙げられる。

20

【００１１】

その他のポリオールとしては、例えばポリカーボネートポリオール、ポリブタジエンポリオール、水素添加されたポリブタジエンポリオール、アクリルポリオール等が挙げられる。又、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、シクロヘキサジメタノールグリセリン、トリメチロールプロパン、グルコース、ソルビトール、シュクロース等の低分子ポリオールも挙げられる。

【００１２】

(Ａ)成分で使用するポリオールは、好ましくは数平均分子量５００～１６０００で、好ましくはオキシエチレン鎖を含まないポリエーテルポリオールである。さらに好ましくは、ポリエーテルジオール及び／又はポリエーテルトリオールである。(Ａ)成分にオキシエチレン鎖を含むポリオールを使用する場合、(Ｂ)成分のオキシエチレン鎖量を計算して、組成物のオキシエチレン鎖の含有量が(Ａ)成分と(Ｂ)成分の合計量に対して６重量％未満であることが好ましい。

30

【００１３】

ウレタンプレポリマー(Ａ)の末端イソシアネート基数は、好ましくは２以上、より好ましくは２～３である。更にイソシアネートとポリオールとのＮＣＯ／ＯＨ比は好ましくは１．４以上、更に好ましくは１．４～５．０である。残存ＮＣＯ％は、好ましくは１～２０重量％である。

40

【００１４】

一方、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー(Ｂ)のウレタンプレポリマー(ｂ１)のポリオールは、オキシエチレン鎖を有することが好ましい。但し、オキシエチレン鎖を有さないポリオールとオキシエチレン鎖を有するポリオールとを混合したポリオールであっても(ｂ１)成分として使用することが出来る。また、好ましくはオキシアルキレン鎖中のオキシエチレン鎖の平均含有量が１～３０重量％のものである。オキシエチレン鎖の含有量が１％重量未満では硬化速度が低下するし、３０重量％を越えても更なる硬化性の向上が期待できないうえ、耐水性が低下する傾向がある。ただし、(Ａ)成分、(Ｂ)成分のオキシエチレン鎖量を計算して合計し、そのオキシエチレン鎖の含有量が(Ａ)成分と(Ｂ)成分の合計量に対して６重量％未満であることが好ましい。これを越えると耐水性が

50

劣るものとなる。

【0015】

ウレタンプレポリマー (b1) は、好ましくは数平均分子量が500～8000のものである。分子量が、500未満の場合、下地追従性に問題があるし、分子量が8000を超える場合、硬化速度が低下するという問題がある。また、ウレタンプレポリマー (b1) の末端の平均NCO基数は2.0～2.6が好ましい。

【0016】

2.0未満であれば硬化性が低下する傾向があるし、2.6を越えると下地追従性が低下する傾向がある。更にイソシアネートとポリオールとのNCO/OH比好ましくは1.6以上、更に好ましくは1.8～4.0である。残存NCO%は、好ましくは1～15重量%である。 10

【0017】

又、ウレタンプレポリマー (b1) とN-2-ヒドロキシアлкイルオキサゾリジン (b2) との反応比は、NCO/OH=0.95～3.0が好ましい。NCO/OH=0.95未満ではN-2-ヒドロキシアлкイルオキサゾリジンが未反応のまま残存する傾向があり、貯蔵安定性に悪影響を与える。NCO/OH=3.0を越えると硬化速度の低下と粘度の上昇の問題がある。

【0018】

また、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (B) の合成に用いられるN-2-ヒドロキシアлкイルオキサゾリジン (b2) は、例えばホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、プロピルアルデヒド、ブチルアルデヒド、ベンズアルデヒド等のアルデヒド類と例えばジエタノールアミン、ジプロパノールアミン等のジヒドロキシアлкイルアミン類との公知の縮合反応により得られる化合物である。 20

【0019】

ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (B) の末端オキサゾリジン基の数は好ましくは1～3である。3を越えると硬化後の伸張性が低下し、好ましくない。尚、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (B) の末端にオキサゾリジン基は1個以上あれば、その他の末端がイソシアネート基であってもよいことは言うまでもない。

【0020】

プレポリマー (A) とウレタンオキサゾリジンプレポリマー (B) の配合比は、プレポリマー (A) のNCO基とプレポリマー (B) が水で開環して発生する活性水素基との比が、0.4～4.0の範囲が好ましい。4.0より大であれば炭酸ガスの発生により塗膜に膨れが発生し易くなるし、0.4未満であれば貯蔵安定性が低下する。この様な点を考慮すると (A) と (B) の混合比は重量比で (A) : (B) = 60 : 1～1 : 30の範囲が好ましい。 30

【0021】

(C) 成分のベット比表面積 $8\text{m}^2/\text{g}$ 以上の表面処理炭酸カルシウムは、好ましくはベット比表面積 $8\sim 40\text{m}^2/\text{g}$ 、一次粒子径 $0.05\sim 0.2$ ミクロンである炭酸カルシウムであり、例えば白石工業製の白艶化シリーズ、ホモカルシリーズ、ヴィスコライトシリーズ、EDSシリーズ等が使用される。ベット比表面積 $8\text{m}^2/\text{g}$ 以上の炭酸カルシウムの本発明組成物中の含有量は、10～40重量%の範囲であり、10重量%未満では揺変性付与の効果が不十分であるし、40重量%を越えると粘度が高く作業性が不十分である。炭酸カルシウム (C) は有機物等により表面処理されたものである。 40

【0022】

(D) 成分のベット比表面積 $20\text{m}^2/\text{g}$ 以上の疎水性微粉末シリカとしては、好ましくはベット比表面積 (BET法で測定した比表面積) $20\sim 450\text{m}^2/\text{g}$ 、一次粒子径 $3\sim 100\text{nm}$ のもので、例えば火炎加水分解法、アーク法、プラズマ法、湿式法等の公知の技術で製造することができるシリカである。例えば、表面をジメチルジクロロシラン化合物、トリメチルシモノクロロシラン化合物等で処理した疎水性シリカである。疎水性シリカとしては、例えば日本アエロジル製のRY-202 (ベット比表面積 約 $120\text{m}^2/\text{g}$ 、一次粒 50

子径 約 12 nm)、RY-200 (ベツト比表面積 約 120 m²/g、一次粒子径 約 12 nm)、RY-50 (ベツト比表面積 約 40 m²/g、一次粒子径 約 40 nm)等があげられる。ベツト比表面積 20 m²/g以上の疎水性微粉末シリカ(D)の本発明組成物中の含有量は、0.5~5重量%であり、0.5重量%未満では揺変性付与の効果の不十分であるし、5重量%を越えると粘度が高く作業性が不十分である。

【0023】

炭酸カルシウム(C)と微粉末シリカ(D)との組成物中の比率は、重量比で好ましくは(C)/(D)=50/1~5/1である。

【0024】

本発明の組成物は、これらの用途で使用する際に必要に応じて酸、溶剤、平均粒子径0.2ミクロンを越える無機充填剤、少量のプロセスオイル、可塑剤、その他の揺変剤、体質顔料、耐候性維持向上のための紫外線防止剤、安定剤等各種添加剤などを含んでいてもよい。これら混合物が均一に混合でき、且つ保存性が確保できるのに十分なる混合、混練装置により製造する事ができる。

10

【0025】

溶剤類としては、トルエン、キシレン、ターペン、酢酸エチル等の通常のウレタン用溶剤が使用できる。

【0026】

その他の揺変剤は、ポリ塩化ビニルパウダー、ベントナイト等があげられる。このほか本発明の組成物には石油系高沸点芳香族系留分、石油樹脂等を混合しても良い。

20

【0027】

可塑剤としては、例えばジブチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジウンデシルフタレート、ジラウリルフタレート、ブチルベンジルフタレート、ジイソデシルフタレート、ジブチルアジペート、ジオクチルアジペート、ジイソノニルアジペート、ジイソノニルアジペート、ジオクチルアゼレート、ジオクチルセバケート等のエステル系可塑剤やトリオクチルホスフェート、トリフェニルホスフェート等の燐酸エステル系可塑剤が挙げられる。

【0028】

安定剤としては、例えば、酸化防止剤、紫外線吸収剤等が挙げられる。無機充填剤としては、例えば、酸化カルシウム、クレー、タルク、酸化チタン、硫酸アルミニウム、カオリン、ゼオライト、珪そう土、ガラスバルーン等の無機化合物の粉粒体が挙げられる。その添加量は、組成物中に好ましくは1~20重量%である。

30

【0029】

本発明の組成物は、代表される用途として揺変性を必要とするコーティング材、シーリング材、接着剤に使用することができる。

【0030】

コーティング材とは、塗料、建築物の屋根防水材、壁面防水材、駐車場防水材、競技場の表面舗装材等に利用できるものである。又、シーリング材とは、コンクリート、サイジングボード、金属等土木用建築用シーリング材に利用できるものである。更に、接着剤としては、プラスチック床材等建築物内装材の接着剤、屋上防水シートの接着剤、タイル、シートの接着剤、；自然石、セラミック、ゴム、木等の粒状物、繊維状物の接着剤(バインダー)として利用できるものである。

40

【0031】

【実施例】

次に、本発明を、実施例、比較例により詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。以下において部および%は特に断りのない限り、すべて重量基準であるものとする。

【0032】

<(A)成分の合成>

(ウレタンプレポリマーの作製例1)

50

数平均分子量 2000 のポリプロピレンエーテルジオール 700 g (0.35 モル)、数平均分子量 3000 のポリプロピレンエーテルトリオール 300 g (0.1 モル) に 2, 4 - トリレンジイソシアネート 191.4 g (1.1 モル)、すなわち NCO / OH の当量比 2.2 にて窒素気流下で 80 にて 20 時間フラスコ中で撹拌しながら反応させ NCO % が 4.24 % のウレタンプレポリマー (A - 1) を得た。

【0033】

(ウレタンプレポリマーの作製例 2)

ウレタンプレポリマーの作成例 1 において数平均分子量 3000 のポリプロピレンエーテルトリオール 300 g (0.1 モル) の代わりに数平均分子量 3000、オキシエチレン鎖の含有量 10 % のポリエチレンプロピレンエーテルトリオール 300 g (0.1 モル) を用いたこと以外は同様の方法で合成し、NCO % が 4.22 % のウレタンプレポリマー (A - 2) を得た。

【0034】

< B 成分の合成 >

(ウレタンオキサゾリジンプレポリマーの作製例 1)

数平均分子量 4800、オキシエチレン鎖の含有量 15 % のポリエチレンプロピレンエーテルトリオール 500 g (0.104 モル) と数平均分子量 2000 のポリプロピレンエーテルジオール 500 g (0.25 モル) を混合してオキシエチレン鎖の平均含有量 7.5 %、平均官能基数 2.29、数平均分子量 2820 のポリオールを得た。さらにヘキサメチレンジイソシアネート 143.3 g (0.853 モル)、すなわち NCO / OH の当量比 2.1 にて窒素気流下で 80 にて 48 時間フラスコ中で撹拌しながら反応させ NCO % が 3.29 %、1 分子当たりの末端 NCO 基数 2.29 のウレタンプレポリマー (b1 - 1) を得た。

【0035】

ウレタンプレポリマー (b1 - 1) 140.8 g と 2 - イソプロピル 3 (2 ヒドロキシエチル) 1, 3 オキサゾリジン 15.9 g、すなわち NCO / OH の当量比 1.1 にて窒素気流下で 60 にて 48 時間フラスコ中で撹拌しながら反応させ、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (OXZ - 1) を得た。本組成物の GPC を測定した結果、残存している 2 - イソプロピル 3 (2 ヒドロキシエチル) 1, 3 オキサゾリジンの含有率は 1 % 以下であることを確認した。

【0036】

(ウレタンオキサゾリジンプレポリマーの作製例 2)

数平均分子量 600、オキシエチレン鎖の含有量 30 % のポリエチレンプロピレンエーテルトリオール 20 g (0.033 モル) と数平均分子量 600 のポリプロピレンエーテルジオール 270 g (0.45 モル) を混合してオキシエチレン鎖の平均含有量 2.1 %、平均官能基数 2.07、数平均分子量 600 のポリオールを得た。さらに 2, 4 トリレンジイソシアネート 174 g (1.0 モル)、すなわち NCO / OH の当量比 2.0 にて窒素気流下で 60 にて 48 時間フラスコ中で撹拌しながら反応させ NCO % が 9.07 %、1 分子当たりの末端 NCO 基数 2.07 のウレタンプレポリマー (b1 - 2) を得た。

【0037】

ウレタンプレポリマー (b1 - 2) 48.7 g と 2 - イソプロピル 3 (2 ヒドロキシエチル) 1, 3 オキサゾリジン 15.9 g、すなわち NCO / OH の当量比 1.05 にて窒素気流下で 60 にて 48 時間フラスコ中で撹拌しながら反応させ、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (OXZ - 2) を得た。本組成物の GPC を測定した結果、残存している 2 - イソプロピル 3 (2 ヒドロキシエチル) 1, 3 オキサゾリジンの含有率は 1 % 以下であることを確認した。

【0038】

< コンパウンドの配合 >

次に密閉型プラネタリーミキサー中に 120 で 5 時間減圧乾燥し、水分を 0.05 % 以下に調整した (C) 成分を所定量、キシレン 80 部、ジオクチルフタレート (以下 DOP

10

20

30

40

50

と略) 90部、サリチル酸0.1部、表1に示すウレタンプレポリマー(A)、ウレタンオキサゾリジンプレポリマー(B)、110で2時間常圧で混合乾燥し、水分を0.05%以下に調整した(D)成分を所定量及び必要に応じてその他の成分をそれぞれ所定量加え均一に混合した後、60トールの減圧下で脱泡して湿気硬化型ウレタンコンパウンドを得た。

【0039】

[試験方法]

(硬化性試験)

硬化性は四方を枠で囲い離型紙を貼ったガラス板(30cm×30cm)上に厚さ1.5mmの割合で試料を流し、25×50%RH雰囲気下の条件下で放置し、指で触り塗膜の動きが無くなるまでの時間を測定した。 10

【0040】

(非発泡性試験)

非発泡性試験は、四方を枠で囲ったスレート板(30cm×30cm)上に厚さ2mmの割合で試料を流し、50×90%RH雰囲気下の条件下で硬化させた後、塗膜表面のフクレ、ピンホールの有無を観察した。フクレ、ピンホールの無いものは○、フクレ、ピンホールが有るものは×とした。

【0041】

(粘度安定性試験)

予め25に調整した試料をジフイミキサー回転速度1400rpm/minで60秒間攪拌した後、BH型回転粘度計で粘度を測定し、初期粘度(cps/25)とする。同一ロットの試料を別途500CC容器に充填、密閉し、50乾燥機中に7日間放置後、25雰囲気下で15時間以上放置する。試料を取り出し、初期粘度の測定方法と同一の手法で粘度を測定する。 20

粘度変化率(%)は、(貯蔵後粘度)÷(貯蔵前粘度)×100で求める。

【0042】

(スランプ安定性試験)

試料を別途500CC容器に充填、密閉し、50乾燥機中に7日間放置後、25雰囲気下で15時間以上放置する。試料をジフイミキサー回転速度1400rpm/minで60秒間攪拌した後、予め3mm厚の枠で囲ったスレート板(15cm×15cm)に試料を流し込み、3mm厚の塗膜を作製した後、直ちに垂直に立てかけ下端の枠を取り外す。30分間放置し、試料のタレ長さ(mm)を測定する。 30

【0043】

(接着性試験)

四方を枠で囲ったスレート板(30cm×30cm)上に厚さ2mmの割合で試料を流し、25雰囲気下で7日間、更に50×50%RH雰囲気下で7日間放置した後、塗膜の上に同じ試料を厚さ2mmの割合で塗布し、同様の条件で硬化させる。このサンプルを60水中に14日間浸漬した後、2.5cm幅に切断し、試料層間の90°剥離試験を行い、接着強度(kg/inch)を求めると共に破壊状態を観察する。

【0044】

【表1】

[配合条件及び試験結果]

			実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
配 合	A	A-1	290	290		
		A-2			380	380
	B	OXZ-1	210	210		
		OXZ-2			120	120
	C	ヴァイ斯科ライト OS	300	400	300	400
	D	RY-200	20	12	20	12
硬化性(hrs)			5.5	6.0	4.5	5.0
非発泡性			○	○	○	○
スランプ安定性(mm)			0	0	0	0
粘度	初期粘度		72000	99000	71000	105000
安定性	粘度変化率		110	124	127	138
接着強度			8 以上	8 以上	8 以上	8 以上
破壊状態			材料破壊	材料破壊	材料破壊	材料破壊

10

20

30

【 0 0 4 5 】

【 表 2 】

			比較例 1	比較例 2	比較例 3
配 合	A	A-1	290	290	500
	B	OXZ-1	210	210	-
	C	グイスコライト OS	500	-	300
	D	RY-200	-	30	20
硬化性(hrs)			5.5	3.0	10.0
非発泡性			○	○	×
スランプ安定性(mm)			20	40	0
粘度		初期粘度	83000	92000	65000
安定性		粘度変化率	340	350	160
接着強度			1.7	8 以上	8 以上
破壊状態			界面破壊	材料破壊	材料破壊

10

20

30

グイスコライト OS：白石工業製、表面処理炭酸カルシウム
(ベット比表面積 $15.5 \sim 19 \text{ m}^2 / \text{g}$)

RY-200：日本アエロジル製、疎水化処理微粉末シリカ
(ベット比表面積 $80 \sim 120 \text{ m}^2 / \text{g}$)

【0046】

比較例 1 の (D) 成分を含まない組成物は、貯蔵後の粘度変化が大きく、スランプも発生した。更に接着強度も低いレベルであった。比較例 2 の (C) 成分を含まない組成物は、接着性は良好なものの貯蔵後の粘度変化が大きく、スランプも発生した。

ウレタンオキサゾリジンプレポリマー (B) を用いない組成である比較例 3 は、発泡をおこし、硬化も遅い結果となった。

【0047】

【発明の効果】

本発明の湿気硬化性ウレタン組成物は、硬化時に炭酸ガスによる発泡がなく、硬化性、貯蔵安定性に優れ、垂直面等に塗布してもスランプやタレが発生することがない優れた揺変性を有するので、コーティング材、シーリング材及び接着剤として有用である。

40

フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷	F I	
C 0 9 J 175/04	C 0 9 J 175/04	
C 0 9 K 3/10	C 0 9 K 3/10	D

(56)参考文献 特開平 0 9 - 3 2 8 6 0 7 (J P , A)
特開平 0 9 - 1 6 9 8 2 9 (J P , A)
特開平 0 8 - 1 9 9 0 6 1 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 0 7 2 8 3 9 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B 名)
C08G 18/00- 18/87
C08L 75/00- 75/16