

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7145577号

(P7145577)

(45)発行日 令和4年10月3日(2022.10.3)

(24)登録日 令和4年9月22日(2022.9.22)

(51)国際特許分類

F I

C 0 8 G 18/38 (2006.01)

C 0 8 G 18/38 0 9 3

C 0 9 D 175/02 (2006.01)

C 0 9 D 175/02

請求項の数 33 (全28頁)

(21)出願番号	特願2019-545996(P2019-545996)	(73)特許権者	517305931
(86)(22)出願日	平成30年2月23日(2018.2.23)		アメリカ合衆国
(65)公表番号	特表2020-508383(P2020-508383 A)		アメリカ合衆国、2 2 2 0 3 パージニア州、アーリントン、8 7 5 ノース ランドルフ ストリート、スイート 1 4 2 5、ネーバル リサーチ ラボラトリー
(43)公表日	令和2年3月19日(2020.3.19)	(74)代理人	100104411
(86)国際出願番号	PCT/US2018/019369		弁理士 矢口 太郎
(87)国際公開番号	WO2018/156864	(72)発明者	イエッツィ、エリック、ビー・
(87)国際公開日	平成30年8月30日(2018.8.30)		アメリカ合衆国、2 2 3 0 2 パージニア州、アレクサンドリア、3 6 1 2 サウス 1 4 ス ストリート、アパートメント 3 0 4
審査請求日	令和3年2月24日(2021.2.24)	審査官	小森 勇
(31)優先権主張番号	15/442,909		
(32)優先日	平成29年2月27日(2017.2.27)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 尿素リンケージおよび末端アルコキシシランを有するシロキサンベースのコーティング含有ポリマー

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1 またはそれ以上のポリ尿素を含む組成物であって、前記組成物は、
未反応のイソシアネート基を有する 1 またはそれ以上の付加物を形成するために、アミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、
前記 1 またはそれ以上のポリ尿素を形成するために、前記 1 またはそれ以上の付加物を 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物、1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物、およびポリイソシアネートと反応させる工程と
を有する方法によって製造され、

イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応せず、

それぞれの前記ポリ尿素は、少なくとも 2 つの残基を含み、前記残基の 1 つは前記 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物の残基であり、前記残基の 1 つは前記 1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物の残基であり、

前記ポリ尿素分子の少なくとも 5 0 % は、3 0 0 0 未満の分子量を有し、および

それぞれの前記ポリ尿素は未反応のイソシアネート基を含まない、組成物。

【請求項 2】

請求項 1 記載の組成物において、

前記 1 またはそれ以上のポリ尿素は、式：

$$\{ [(R^1O)_a R^1_3 - aSi - (CH_2)_3 - NR^2 - CO - NH]_n - R^3 - NH - CO - X - R^5 - X - CO - NH \}_m - R^3$$

10

20

を含む 1 またはそれ以上の化合物を含み、

式中、各 a は 1、2、または 3 から独立して選択され、

式中、 m は 2 または 3 であり、

式中、各 n は独立して 1 または 2 から選択され、

式中、各 X は $-NR^4-$ および $-O-$ から独立して選択され、

式中、各 R^1 基は独立して選択されたアルキル基であり、

式中、各 R^2 および R^4 は、水素、アリール、アルキル、シクロアルキル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、およびポリシロキサンから独立して選択され、

式中、各 R^3 は、2 つまたは 3 つのイソシアネート基を有する脂肪族、脂環式、または芳香族ポリイソシアネートの独立して選択された残基であり、

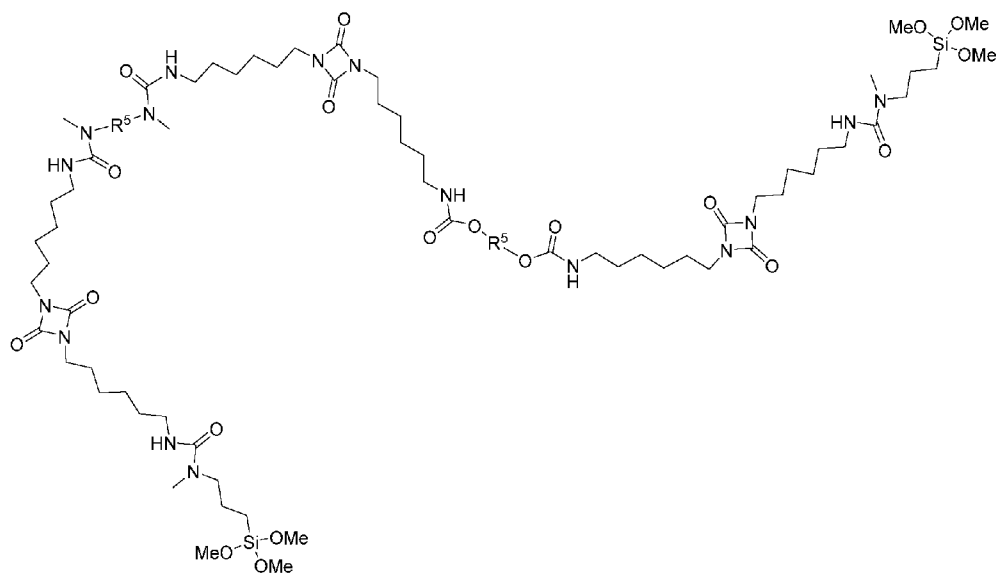
式中、各 R^5 は、脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリシロキサン、およびそれらの任意の組み合わせから選択される基を独立して含む、組成物。

【請求項 3】

請求項 2 記載の組成物において、前記 1 またはそれ以上のポリ尿素は 2 またはそれ以上の異なる R^5 基を含む組成物。

【請求項 4】

請求項 3 記載の組成物において、前記 1 またはそれ以上のポリ尿素は、式：



を有する 1 またはそれ以上の化合物を含む組成物。

【請求項 5】

請求項 3 記載の組成物において、前記 1 またはそれ以上のポリ尿素は、式：

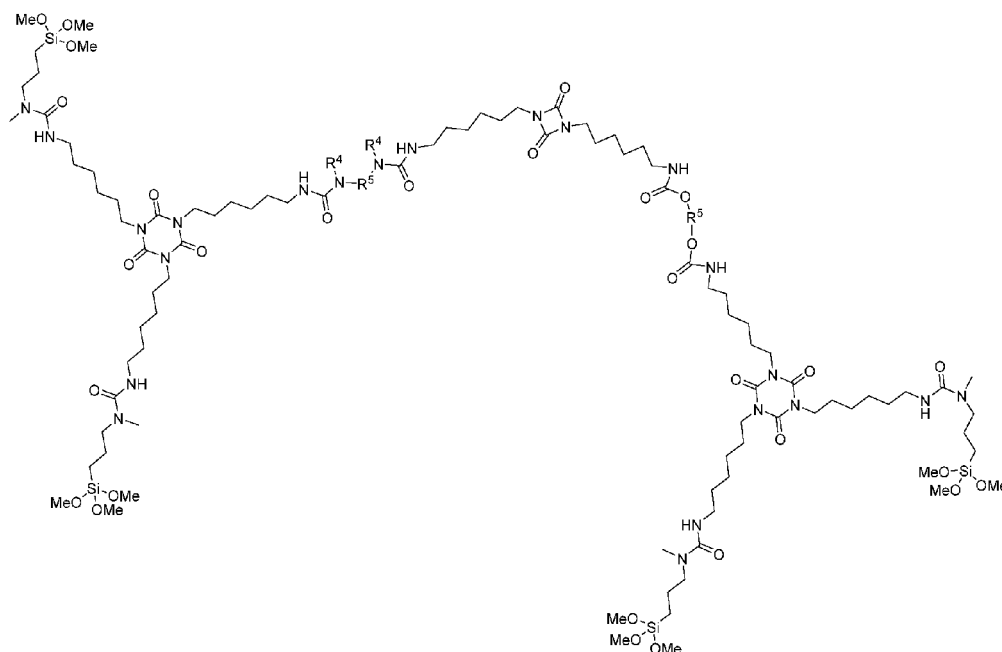
10

20

30

40

50



10

20

を有する 1 またはそれ以上の化合物を含む組成物。

【請求項 6】

方法であって、

ポリ尿素を含む組成物を提供する工程であって、前記ポリ尿素は、

未反応のイソシアネート基を有する 1 またはそれ以上の付加物を形成するために、アミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、

前記ポリ尿素を形成するために、前記 1 またはそれ以上の付加物を 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物、1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物、およびポリイソシアネートと反応させる工程と、

を有する方法によって製造され、

30

前記ポリ尿素は未反応のイソシアネート基を含まず、
前記ポリ尿素分子の少なくとも 50% は、3000 未満の分子量を有する、前記提供する工程と、

前記組成物を湿気硬化させる工程と、

を含む方法。

【請求項 7】

請求項 6 記載の方法によって製造されるコーティング。

【請求項 8】

組成物であって、

アミン官能性化合物またはエポキシまたはアクリレート官能性化合物と、

40

ポリ尿素であって、

未反応のイソシアネート基を有する 1 またはそれ以上の付加物を形成するために、アミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、

前記ポリ尿素を形成するために、前記 1 またはそれ以上の付加物を 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物、1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物、およびポリイソシアネートと反応させる工程と

を有する方法によって製造される、前記ポリ尿素と、

を有し、

前記ポリ尿素は、少なくとも 2 つの残基を含み、前記残基の少なくとも 1 つは前記 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物の残基であり、前記残基の少なくとも 1 つは前記

50

1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物の残基であり、
 イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応せず、
 前記ポリ尿素は未反応のイソシアネート基を含まない、組成物。

【請求項 9】

請求項 8 記載の組成物であって、前記組成物は、1 またはそれ以上の触媒、反応性希釈剤、溶媒、充填剤、顔料、または添加剤をさらに含む組成物。

【請求項 10】

請求項 8 記載の組成物において、前記アミン官能性化合物は、モノアミン、ジアミン、またはトリアミンである組成物。

【請求項 11】

請求項 8 記載の組成物において、前記アミン官能性化合物は、アミノ官能性ポリジメチルシロキサン、アミノ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、1 - アミノメチルトリメトキシシラン、脂肪族モノアミン、脂肪族ジアミン、脂環式ジアミン、またはアミノ官能性ポリエーテルである組成物。

【請求項 12】

請求項 8 記載の組成物において、前記組成物は、前記アミン官能性化合物と前記エポキシまたはアクリレート官能性化合物の両方を含まない組成物。

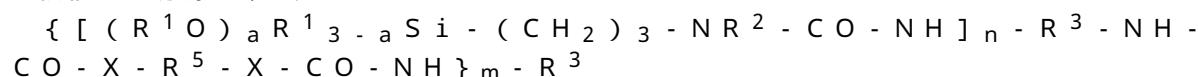
【請求項 13】

請求項 8 記載の組成物において、前記組成物は、前記アミン官能性化合物と前記エポキシまたはアクリレート官能性化合物の両方を含む組成物。

【請求項 14】

請求項 8 記載の組成物において、

前記ポリ尿素は、式：



を有する 1 またはそれ以上の化合物を含み、

式中、各 a は 1、2、または 3 から独立して選択され、

式中、m は 2 または 3 であり、

式中、各 n は独立して 1 または 2 から選択され、

式中、各 X は - NR⁴ - および - O - から独立して選択され、

式中、各 R¹ 基は独立して選択されたアルキル基であり、

式中、各 R² および R⁴ は、水素、アリール、アルキル、シクロアルキル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、およびポリシロキサンから独立して選択され、

式中、各 R³ は、2 つまたは 3 つのイソシアネート基を有する脂肪族、脂環式、または芳香族ポリイソシアネートの独立して選択された残基であり、および

式中、各 R⁵ は、脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリシロキサン、およびそれらの任意の組み合わせから選択される基を独立して含む、組成物。

【請求項 15】

請求項 14 記載の組成物において、前記ポリ尿素は 2 またはそれ以上の異なる R⁵ 基を含む組成物。

【請求項 16】

請求項 8 記載の組成物において、

前記アミノ官能性アルコキシシランは、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、3 - アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N - メチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、または N - [3 - (トリメトキシシリル) プロピル] - - アラニンブチルエステルである組成物。

【請求項 17】

請求項 8 記載の組成物において、

前記ポリイソシアネートは、ヘキサメチ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のホモポリマー、トルエンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートのホモポリマー、メチレンジフェニルジイソシアネート、またはそれらの混合物である組成物。

【請求項 18】

請求項 8 に記載の組成物において、

前記多官能性アミノおよび / またはヒドロキシル化合物は、アスパラギン酸、N、N' - (2 - メチル - 1, 5 - ペンタンジイル)ビス - 1, 1', 4, 4' - テトラエチルエステル、不飽和ポリエステルジオール、カプロラクトンベースのポリエステルジオール、ヒドロキシル末端ポリメチルフェニルシロキサン、またはヒドロキシルプロピル末端ポリジメチルシロキサンである組成物。

【請求項 19】

方法であって、

混合物を形成するために請求項 8 記載の組成物を未反応のイソシアネート基を有さないエポキシまたはアクリレート官能性化合物を含む第 2 の組成物と混合する工程であって、請求項 8 に記載の組成物はアミノ官能性化合物を含む、前記混合する工程と、

前記混合物を表面に適用する工程と、

前記混合物をコーティングに硬化する工程と、

を含む方法。

【請求項 20】

請求項 19 記載の方法において、

前記第 2 の組成物は、1 またはそれ以上触媒、反応性希釈剤、充填剤、溶媒、顔料、または添加剤をさらに含む方法。

【請求項 21】

請求項 19 記載の方法において、前記混合物中のポリ尿素の量は、前記混合物の最大 95 重量 % である方法。

【請求項 22】

請求項 19 記載の方法において、前記エポキシまたはアクリレート官能性化合物は、エポキシ官能性ジメチルポリシロキサン、エポキシ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン、脂肪族エポキシ、脂環式エポキシ、アクリレート官能性ジメチルポリシロキサン、エポキシ官能性ウレタン、アクリレート官能性ウレタン、または 1, 6 - ヘキサンジオールジアクリレートである方法。

【請求項 23】

請求項 19 記載の方法において、前記混合物は、

アルコキシシラン基の加水分解および縮合と、アミン / エポキシまたはアミン / アクリレート反応とのうちの 1 つ以上によって硬化される方法。

【請求項 24】

請求項 19 記載の方法によって製造されるコーティング。

【請求項 25】

方法であって、

混合物を形成するために請求項 8 記載の組成物を未反応のイソシアネート基を有さないアミノ官能性化合物を含む第 2 の組成物と混合する工程であって、請求項 8 記載の組成物は、エポキシまたはアクリレート官能性化合物を含む、前記混合する工程と、

前記混合物を表面に適用する工程と、

前記混合物をコーティングに硬化する工程と、

を有する方法。

【請求項 26】

キットであって、

10

20

30

40

50

請求項 8 記載の組成物を含む第 1 の容器であって、請求項 8 記載の組成物は、アミノ官能性化合物を含む、前記第 1 の容器と、

未反応のイソシアネート基を有さないエポキシまたはアクリレート官能性化合物を含む組成物を含む第 2 の容器と、
を含むキット。

【請求項 27】

キットであって、

請求項 8 記載の組成物を含む第 1 の容器であって、請求項 8 記載の組成物は、エポキシまたはアクリレート官能性化合物を含む、前記第 1 の容器と、

未反応のイソシアネート基を有さないアミノ官能性化合物を含む組成物を含む第 2 の容器と、
を含むキット。

【請求項 28】

方法であって、

ポリ尿素を含む組成物を提供する工程であって、前記ポリ尿素は、

未反応のイソシアネート基を有する付加物を形成するためにアミノ官能性アルコキシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、

前記ポリ尿素を形成するために前記付加物を多官能性アミノ化合物およびヒドロキシル化合物と反応させる工程と

を有する方法によって製造され、

前記ポリ尿素は未反応のイソシアネート基を含まず、
前記ポリ尿素分子の少なくとも 50% は、3000 未満の分子量を有する、前記提供する工程と、

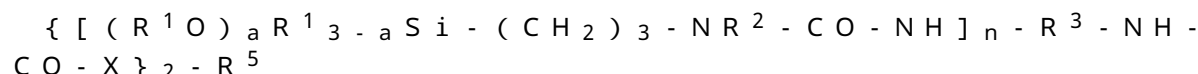
前記組成物を湿気硬化させる工程と、

を含む方法。

【請求項 29】

請求項 28 記載の方法において、

前記ポリ尿素が、式：



を有する 1 またはそれ以上の化合物を含み、

式中、a は 1、2、または 3 であり、

式中、n は正の整数であり、

式中、X は $-NR^4-$ または $-O-$ であり、

式中、各 R^1 基は独立に選択されたアルキル基であり、

式中、各 R^2 および R^4 は、水素、アリール、アルキル、シクロアルキル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、およびポリシロキサンから独立して選択され、

式中、 R^3 は、 $n + 1$ 個のイソシアネート基を有する脂肪族、脂環式、または芳香族ポリイソシアネートの残基であり、

式中、 R^5 は、脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリシロキサン、およびそれらの任意の組み合わせから選択される基を含む方法。

【請求項 30】

請求項 28 に記載の方法であって、前記組成物は、1 またはそれ以上の触媒、反応性希釈剤、溶媒、顔料、添加剤、および充填剤をさらに含む方法。

【請求項 31】

請求項 28 記載の方法によって製造されるコーティング。

【請求項 32】

請求項 31 記載のコーティングにおいて、X が $-O-$ であるコーティング。

【請求項 3 3】

コーティングであって、
アミン官能性化合物と、
ポリ尿素であって、

未反応のイソシアネート基を有する 1 またはそれ以上の付加物を形成するために、アミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、

前記ポリ尿素を形成するために、前記 1 またはそれ以上の付加物を 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物、1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物、およびポリイソシアネートと反応させる工程と

を有する方法によって製造され、

前記ポリ尿素は、少なくとも 2 つの残基を含み、前記残基の少なくとも 1 つは前記 1 またはそれ以上の多官能性アミノ化合物の残基であり、前記残基の少なくとも 1 つは前記 1 またはそれ以上のヒドロキシル化合物の残基であり、

イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応せず、

前記ポリ尿素は未反応のイソシアネート基を含まない、前記ポリ尿素と、
エポキシまたはアクリレート官能性化合物と

を有し、前記コーティング組成物は二成分系である、コーティング。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

この出願は、2014 年 10 月 22 日に提出された米国仮出願第 62/067,052 の利益を主張する 2017 年 3 月 7 日に発行された米国特許第 9,587,143 号の一部継続出願である。この本出願を通じて参照されている刊行物および特許文献は、参照により本明細書に組み込まれる。

【0002】

本開示は、一般に、シロキサンのコーティングに関する。

【背景技術】**【0003】**

ポリウレタントップコートは、保護迷彩、UV/日光に対する外部色の安定性、耐薬品性、耐炭化水素性および耐薬品性、柔軟性、第一線の耐食性、およびさまざまな軍事資産のその他の特性を提供するために使用される現在の技術である。軍によって使用されるポリウレタントップコートの大部分は、MIL-DTL-53039E (コーティング、脂肪族ポリウレタン、単一成分、化学薬品耐性)、MIL-DTL-64159B (迷彩コーティング、水分散性脂肪族ポリウレタン、化学薬品耐性)、または MIL-PRF-85285E (コーティング、ポリウレタン、航空機、およびサポート機器)のいずれかに適合する。残念ながら、これらのポリウレタンコーティングには、コーティングアプリケーションと環境の両方に深刻な健康問題を引き起こす可能性のある有毒なイソシアネートベースの材料が含まれており、ポリウレタンコーティングよりも非毒性で同等以上のパフォーマンス (すなわち、機能特性と外観) を提供するコーティング技術の開発耐久性は、軍のすべての支部によって強く望まれる。

【0004】

イソシアネートは、ヒドロキシル官能性分子と反応してカルバメート結合 (別名「ウレタン」) を形成する反応性の高い官能基である。コーティングの場合など、いくつかのウレタン結合が形成される場合、得られる材料はポリウレタンと呼ばれる。イソシアネートは、周囲温度で容易に反応してポリウレタンを形成できるが、触媒または熱を使用して反応速度を上げることが可能である。イソシアネートは、塗布前にイソシアネートとヒドロキシル官能性成分の混合を必要とする 2 成分 (2K) システム、またはイソシアネートベースのポリマーが水分と反応する単一成分 (1K) システムのいずれかを使用してポリウレタンを形成できるカルバミン酸を形成する。カルバミン酸は、脱炭酸して一級アミンになり、続いてコーティング中の残留イソシアネートと反応して自己架橋ネットワークを形

10

20

30

40

50

成する。

【0005】

ポリウレタンコーティングは、芳香族または脂肪族イソシアネートに基づく。芳香族ポリウレタンには、メチレンジフェニルジイソシアネート(MDI)、トルエンジイソシアネート(TDI)、およびジフェニルカルボジアミドジイソシアネート(CD)などの芳香族イソシアネートが含まれる。芳香族ポリウレタンは一般に柔軟性と耐候性が劣るけれども、優れた硬度と耐薬品性を備わっている。その結果、芳香族ポリウレタンは通常、プライマーとして、また日光からの紫外線にさらされない化学的耐性のある内張りに使用される。脂肪族(および脂環式)ポリウレタンは、イソホロンジイソシアネート(IPDI)、メチレンジシクロヘキシルジイソシアネート(HMDI)、ヘキサメチレン1,6-ジイソシアネート(HDI)など、水素化芳香族ジイソシアネートまたは直鎖ジイソシアネートのバリエーションに基づく。脂肪族イソシアネートベースのポリウレタンは、優れた耐候性能(すなわち、色と光沢の安定性)と柔軟性を備えているため、軍用および航空宇宙用のトップコート、自動車補修用クリアコート、および高性能建築用コーティングに最適である。前述の材料はジイソシアネート(分子あたり2つの反応基)分子の例であるが、コーティングがヘキサメチレンジイソシアネートホモポリマーなどのポリマーイソシアネートを含むことは珍しくない。ただし、これらの高分子量で揮発性の低い付加物は、依然として毒性と見なされる。

10

【0006】

ほとんどのイソシアネートは、蒸気圧の高い反応性の高い分子であり、個人が空気中にさらされると、目、鼻、喉、皮膚に重度の刺激が生じることがよくある。イソシアネートを含む材料の噴霧(エアロゾル化された粒子)、ブラッシング、またはローリングは、過敏性肺炎に加えて、咳、息切れ、喘鳴、腕や脚の腫れ、胸の圧迫など、喘息の症状を引き起こす可能性がある。これは、発熱、体の痛み、痰や唾を伴う咳などの症状を含む肺疾患である。カリフォルニア州保健局は、イソシアネートで働く20人に約1人が「感作」されると推定する。これは、被曝が非常に低いレベルであっても、個人がその後の被曝からさまざまな有害な健康状態を経験できることを意味する。暴露を減らすために、軍で使用する現在のポリウレタントップコート等のイソシアネート含有材料を塗布するときは、タイベックスuit、ニトリル手袋、強制空気呼吸器などの特別な個人用保護具(PPE)を着用する必要がある。

20

30

【0007】

有機ケイ素化学の進歩により、有機(例、炭素、水素)と無機(ケイ素)セグメントの両方を含む「ハイブリッド」材料の大規模生産が行われた。ケイ素-酸素結合を含むコーティングは、従来の有機ベースの材料に比べて固有の耐久性の利点を持つ。110 kcal/molの結合エンタルピーを有するSi-O結合は、ポリウレタンなどの有機コーティングに見られる炭素-水素(99 kcal/mol)および炭素-炭素(83 kcal/mol)結合よりも強力である。これにより、熱安定性が向上し、UV/日光による酸化劣化に対する耐性が向上する。ポリシロキサンなどの有機ケイ素ベースの材料も、人間に対して比較的無害である。

【0008】

40

「シロキサン」とも呼ばれる2成分(2K)ポリシロキサンコーティングは、保護および船舶用コーティング市場で使用するために、いくつかのメーカーで市販される。これらのコーティングは、反応性有機基と湿気硬化性アルコキシシラン基の両方を含むハイブリッド硬化材料に基づいており、コーティングの一部はアミンとエポキシなどの有機基間の周囲反応によって架橋され、他の部分は3つを形成するアルコキシシランの水分加水分解と生成シラノールの縮合を介した二次元ポリシロキサンネットワークを形成する。これらのコーティングは、優れた外部耐久性、硬度、および耐薬品性を提供する。しかし、これらのコーティングは、架橋密度が高いため柔軟性が低いため、軍用航空宇宙および車両用途のトップコートとして使用することが禁止されている。

この出願の発明に関連する先行技術文献情報としては、以下のものがある(国際出願日以

50

降国際段階で引用された文献及び他国に国内移行した際に引用された文献を含む)。

(先行技術文献)

(特許文献)

(特許文献 1) 米国特許第 3 , 6 3 2 , 5 5 7 号明細書

(特許文献 2) 米国特許出願公開第 2 0 1 6 / 0 1 1 5 3 5 1 号明細書

(特許文献 3) 米国特許出願公開第 2 0 1 5 / 0 3 6 8 4 6 6 号明細書

(特許文献 4) 米国特許出願公開第 2 0 1 4 / 0 3 5 0 1 7 5 号明細書

(特許文献 5) 米国特許出願公開第 2 0 0 7 / 0 1 2 9 5 2 7 号明細書

(特許文献 6) 欧州特許出願公開第 1 9 7 1 6 5 6 号明細書

(非特許文献)

(非特許文献 1) Extended European Search Report for corresponding European application no . 1 8 7 5 8 0 0 3 . 0 ; dated 2 0 2 0 - 1 2 - 0 8 (8 pages)

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

未反応のイソシアネート基を有する 1 つ以上の付加物を形成するためにアミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、ポリ尿素を形成するために付加物を 1 つまたは複数の多官能性アミノおよび / またはヒドロキシル化合物およびポリイソシアネートと反応させる工程を含む方法によって製造されるポリ尿素を本明細書において開示する。多官能性アミノ化合物および / またはヒドロキシル化合物の少なくとも 1 つは、アミノ基を含む。多官能性アミノ化合物および / またはヒドロキシル化合物の少なくとも 1 つはヒドロキシル基を含む。イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応しない。ポリ尿素は、多官能性アミノ化合物および / またはヒドロキシル化合物の少なくとも 2 つの残基を含む。ポリ尿素には未反応のイソシアネート基は含まれていない。

【 0 0 1 0 】

本明細書では、ポリ尿素を含む組成物を提供する工程と、組成物の湿気硬化を含む方法が開示される。ポリ尿素は、未反応のイソシアネート基を有する 1 つまたは複数の付加物を形成するためにアミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる工程と、ポリ尿素を形成するために付加物を 1 つまたは複数の多官能性アミノおよび / またはヒドロキシル化合物およびポリイソシアネートと反応させる工程を含む方法によって製造される。ポリ尿素は、多官能性アミノ化合物および / またはヒドロキシル化合物の少なくとも 2 つの残基を含む。イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応しない。ポリ尿素には未反応のイソシアネート基は含まれない。

【 0 0 1 1 】

本明細書では、アミン官能性化合物またはエポキシ官能性化合物またはアクリレート官能性化合物および直上のポリ尿素を含む組成物も開示される。組成物は、アミン官能性化合物とエポキシまたはアクリレート官能性化合物の両方を含まない。

【 0 0 1 2 】

本明細書では、アミノ官能性化合物、すぐ上のポリ尿素、およびエポキシまたはアクリレート官能性化合物を含むコーティング組成物も開示される。コーティング組成物は 2 成分系である。

【 0 0 1 3 】

本明細書では、ポリ尿素を含む組成物を提供し、組成物を湿気硬化させる工程を含む方法もまた開示される。ポリ尿素は、付加物を形成するためにアミノ官能性アルコキシシランとポリイソシアネートを反応させる工程と、ポリ尿素を形成するために付加物を 2 つ以上のアミノおよび / またはヒドロキシル基を有する化合物と反応させる工程を含む方法により製造される。ポリ尿素には未反応のイソシアネート基は含まれない。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 4 】

10

20

30

40

50

以下の例示的な実施形態の説明および添付の図面を参照することにより、より完全な理解が容易に得られるだろう。

【図 1】図 1 は、アスパラギン酸エステル含有骨格を有するポリ尿素を示す。

【図 2】図 2 は、ポリエステル骨格を有するポリ尿素を示す。

【図 3】図 3 は、ポリシロキサン骨格とエステル含有 N 置換基を有するポリ尿素を示す。

【図 4】図 4 は、従来のコーティング（左）と現在のコーティング（右）の曲げ試験の結果を示す。

【図 5】図 5 は、脂環式骨格を有するポリ尿素を示す。

【図 6】図 6 は、脂肪族骨格とエステル含有 N 置換基を有するポリ尿素を示す。

【図 7】図 7 は、非対称構造およびエステル含有 N 置換基を有するポリ尿素を示す。

【図 8】図 8 は、芳香族ジアミンに基づくポリ尿素を示す。

【図 9】図 9 は、単一の反応から作成されたさまざまな化合物を示す。

【0015】

以下の説明では、限定ではなく説明の目的で、本開示の完全な理解を提供するために特定の詳細が述べられる。しかしながら、これらの特定の詳細から逸脱する他の実施形態において本主題を実施できることは、当業者にとっては明らかだろう。他の実施例では、不必要な詳細で本開示を不明瞭にしないために、周知の方法およびデバイスの詳細な説明は省略される。

【0016】

柔軟な尿素ポリマーと末端アルコキシシランを使用する柔軟で外部耐久性のある 2 成分（2K）シロキサンベースのコーティングが開示される。これらのポリマーは、尿素結合（N 置換および非 N 置換）、柔軟な骨格、および加水分解および縮合して外部耐久性ポリシロキサン結合を形成する水分硬化性アルコキシシラン基を所有する。これらのポリマーは、2 成分シロキサンベースのシステムで使用される材料と互換性があるため、2 成分の架橋密度を低減できるため、柔軟性が向上するが、十分なコーティング硬度、硬化時間、耐溶剤性、および外部耐久性（例えば、色と光沢の保持）が維持される。これらのシステムに基づくコーティングは、軍事および商業資産向けの光沢、半光沢、およびフラット/マット仕上げのトップコートとしての用途がある。また、コーティングは低粘度で揮発性有機化合物（VOC）であり、大容量、低圧（HVLP）機器を介して簡単にスプレー塗布できる。これらのコーティングはイソシアナートを含まず、軍事、商業航空宇宙、および自動車補修市場で現在使用されているポリウレタントップコートのより安全な代替品を提供できる。

【0017】

2 成分（2K）ポリシロキサンコーティングには、尿素結合と末端アルコキシシランを含む柔軟なポリマーが含まれる。ポリマー中の尿素結合は、N 置換または非 N 置換であり得るが、N 置換が好ましい場合がある。尿素結合は、末端アルコキシシランと柔軟な骨格の近くにある。柔軟な骨格は、脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリシロキサン、またはそれらの組み合わせであり得、N - 置換基は、C1 - C12 アルキル、シクロアルキル、アリアル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、ポリシロキサン、またはそれらの任意の組み合わせであり得る。総バインダー固形分に基づく柔軟なアルコキシシラン末端尿素ポリマーは、配合物の 1 ~ 50 重量%の範囲であり得る。

【0018】

柔軟なポリマーに加えて、コーティングの 2 つの成分（混合すると反応する 2 つの部分）は、アミンおよびエポキシまたはアミンおよびアクリレート官能性材料をベースとしている。アミンは、アミノ官能性ポリジメチルシロキサン、3 アミノプロピルトリエトキシシラン、または 3 - アミノプロピルメチルジエトキシシランなどのハイブリッド有機無機材料、またはアミノ官能性ポリエーテルなどの有機系材料であり得る。エポキシは、エポキシ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサンなどのハイブリッド材料、または脂環式エポキシや脂肪族エポキシなどの有機材料とすることができる。1, 6 ヘキサンジオールジ

10

20

30

40

50

アクリレートなどのアクリル官能性材料は、エポキシの代わりに、またはエポキシと組み合わせて使用できる。これらの2成分コーティングには、顔料、充填剤、添加剤、溶媒、および触媒を含めることもできる。

【0019】

コーティングは、2つの成分を混合し、混合物を表面に塗布し、混合物を硬化させてコーティングにすることができる。混合物を混合および塗布するための任意の装置を使用することができ、そのような装置は当技術分野で知られている。混合と適用は同時に実行されても良い。

【0020】

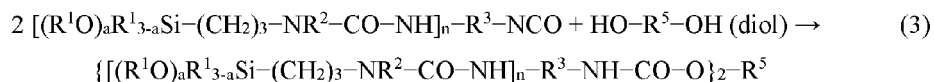
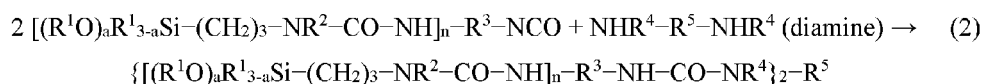
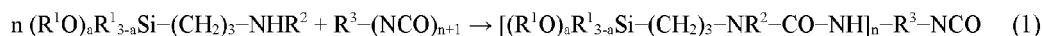
成分のいずれかまたは両方は、必要に応じて、触媒、反応性希釈剤、顔料、充填剤、溶媒、または添加剤の1つ以上を含むことができるが、顔料および充填剤はアルコキシシラン末端ポリ尿素成分および触媒では一般的ではなく、通常エポキシまたはアクリレート成分には含まれない。そのような材料は、2Kコーティングの技術分野で知られる。混合物は、例えば、最大50重量%、1~50重量%、または5~50重量%のアルコキシシラン末端ポリ尿素で配合されても良い。

【0021】

第1の成分(パートA)は、アミン官能性化合物およびアルコキシシラン末端ポリ尿素を含む。アミン官能性化合物は、モノアミン、ジアミン、トリアミン、一級アミン、または二級アミンであり得る。適切なアミン官能性化合物には、アミノ官能性ポリジメチルシロキサン、アミノ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン、3アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3アミノプロピルメチルジエトキシシラン、1-アミノメチルトリメトキシシラン、脂肪族モノアミン、脂肪族ジアミン、脂環式ジアミン、またはアミノ官能性ポリエーテルが含まれるがこれらに限定されない。

【0022】

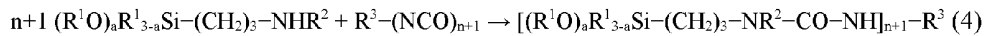
ポリ尿素は、アミン官能性アルコキシシランとポリイソシアネートとを反応させて付加物を形成することにより形成される末端アルコキシシラン基を有し、未反応のイソシアネート基を有さない。本明細書で使用する「未反応イソシアネート基なし」とは、すべてのイソシアネート基と反応するのに十分なイソシアネート反応性基が使用されることを意味するが、微量の未反応イソシアネートが残る可能性がある。アミン基に対して過剰なイソシアネート基がある場合、付加物を二官能性アミノまたはヒドロキシル化合物と反応させて、すべての未反応のイソシアネート基を消費しても良い。典型的な反応スキームを以下に示す。ジオールを使用すると、ポリ尿素にウレタン基が形成されることに注意すべきである。それぞれの反応体は、そのような一般構造の化合物を複数含んでも良い。他の反応物が存在する場合や除外される場合がある。



【0023】

値aは1、2、または3で、シリコン原子に結合したアルコキシ基が少なくとも1つある。値nは正の整数で、ポリイソシアネートはn+1個のイソシアネート基を持つ。ポリ尿素は、上記化合物と他のポリ尿素の混合物であっても良い。混合物は、以下に示すように、すべてのイソシアネート基がアミン官能性アルコキシシランと反応する少量のポリ尿

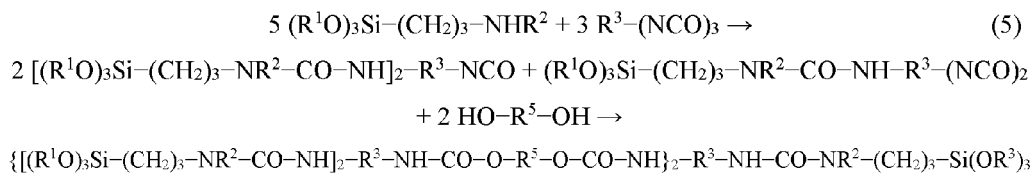
素を含んでも良い。



【 0 0 2 4 】

ジオールを使用して以下に示すように、特にアミン官能性アルコキシシランの使用量が少ない場合は、より大きな分子を作成しても良い。ただし、最初の一連の反応の化合物が優勢になるように、通常一定量のアミン官能性アルコキシシランが使用される。したがって、第1成分は、3 0 0 0、2 5 0 0、または2 0 0 0未満の分子量を有する少なくとも1つのそのような化合物、およびそのような分子量の第1成分中のすべてのポリ尿素の少なくとも5 0、7 5、または9 0重量%を含んでも良い。

10



20

【 0 0 2 5 】

アミン官能性アルコキシシランの各R¹基は、すべてのR¹基が同じであるか、または複数のタイプであり得るように、独立して選択されたアルキル基であり得る。アミン官能性アルコキシシランの各R²基は、独立して選択された水素、アリール、アルキル、シクロアルキル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、またはポリシロキサンであり得る。アミン官能性アルコキシシランは、ポリ尿素自体とは異なる化合物であり、尿素基を含まない場合がある。適切なアミン官能性アルコキシシランには、N-ブチル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N-メチル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、またはN-[3-(トリメトキシシリル)プロピル]-アラニンプチルエステルが含まれるが、これらに限定されない。

30

【 0 0 2 6 】

ポリイソシアネートのR³基は、脂肪族、脂環式、または芳香族であっても良い。脂肪族イソシアネートは、コーティングの柔軟性と耐候性を向上させる可能性がある。適切なポリイソシアネートには、ヘキサメチ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のホモポリマー、トルエンレンジイソシアネート、メチレンジフェニルジイソシアネート、およびそれらの混合物が含まれるが、これらに限定されない。市販の高分子イソシアネートには、ヘキサメチレンジイソシアネートの二量体や三量体などの混合物が含まれる場合がある。

40

【 0 0 2 7 】

二官能性アミノ化合物の各R⁴基は、独立して選択された水素、アリール、アルキル、シクロアルキル、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、またはポリシロキサンであり得る。二官能性アミノまたはヒドロキシル化合物の各R⁵基は、独立して選択される脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリシロキサン、およびそれらの任意の組み合わせを含み得る。適切な二官能性アミノまたはヒドロキシル化合物には、アスパラギン酸、N、N'-(2-メチル-1,5-ペンタンジイル)ビス-1,1',4,4'-テトラエチルエステル、不飽和ポリエステル、カプロラクトンベースのポリエステル、またはヒドロキシルプロピル末端ポリジメチルシロキサンが含まれるが、これらに限定されな

50

い。

【 0 0 2 8 】

アルコキシシラン末端ポリ尿素はまた、米国特許第 9 , 1 3 9 , 7 5 3 号または米国特許出願公開第 2 0 1 5 / 0 2 9 1 8 3 7 号に開示されているもののいずれかであっても良く、公開両方とも参照により本明細書に組み込まれ、その特定の主題は以下に含まれる。これらの出願の教示は、現在開示されているポリ尿素に適用され得る。

【 0 0 2 9 】

例示的な実施形態では、前述のポリマーは、ポリイソシアネート上のイソシアネート基の 3 0 ~ 9 5 % を非置換または N 置換アミノ官能性アルコキシシランと、脂肪族ポリイソシアネート上の 5 ~ 7 0 % のイソシアネート基を未反応のイソシアネートがポリマーに残らないように、ジアミン、二級ジアミン、またはジオールと反応させることにより形成される。ジアミンまたはジオールを添加すると、より大きな分子が形成され、ポリマーの全体的な分子量が増加する。

10

【 0 0 3 0 】

ポリイソシアネートは、脂肪族、脂環式または芳香族であり得る。脂肪族ポリイソシアネートは、芳香族ポリイソシアネートよりも耐候性が高い（つまり、外部耐久性がある）ため、外部コーティングに使用すると、色の安定性が向上する。脂肪族ポリイソシアネートは、構造に応じて、分子ごとにさまざまな数の反応性イソシアネート（NCO）基を持つことができる。通常、数値の範囲は 2 . 5 ~ 5 . 5 である。本コーティング組成物の場合、脂肪族ポリイソシアネートは、分子当たり 2 個より大きい NCO 基を有し得る。適切な脂肪族ポリイソシアネートには、イソシアヌレート（例えば、HDI および IPDI 三量体）、ピウレット、ウレトジオン、アロファネート、オキサジアジントリオン、イミノオキサジアジンジオン、およびウレタンを含むプレポリマーに基づく構造が含まれるが、これらに限定されない。これらのイソシアネートの混合物も使用され得る。多くの市販の芳香族、脂肪族、および脂環式ポリイソシアネートがある。

20

【 0 0 3 1 】

N - 置換アミノ官能性アルコキシシランは、N - 置換 3 - アミノプロピルトリアルコキシシラン、N - 置換 3 - アミノプロピルアルキルジアルコキシシランまたは N - 置換ジアルキルアルコキシシランであり得、ケイ素原子に結合したアルキル基はメチルまたはエチルであり、アルコキシ基はケイ素原子は、メトキシ、エトキシ、n - プロポキシ、または n - ブトキシであり得る。

30

【 0 0 3 2 】

N 置換アミノ官能性アルコキシシランの N 置換基は、C 1 ~ C 1 2 アルキル、シクロアルキル、またはアリアルであり得る。実施例には、N - メチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - エチル - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - メチル - 3 - アミノプロピルトリオキシシラン、N - エチル - 3 - アミノプロピルトリプロポキシシラン、N - イソプロピル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - tert - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルジメチルメトキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリエトキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリプロポキシシラン、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリボキシシラン、N - イソ - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - シクロヘキシル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - ヘキシル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、N - ノニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシランおよび N - ドデシル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、および N - フェニル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシランが含まれるが、これらに限定されない。これらの多くが市販される。

40

【 0 0 3 3 】

N 置換アミノ官能性アルコキシシランの N 置換基は、アクリレートなどの基、および 3 - アミノプロピルトリアルコキシシラン、3 - アミノプロピルアルキルジアルコキシシラ

50

ン、または3アミノプロピルジアルキルアルコキシシランのような反応性「エン」を有する分子間のマイケル付加（共役付加）反応により形成されるエステル含有脂肪族またはエステル含有フッ素化脂肪族であっても良い。アミンとのマイケル付加付加物の形成条件は、文献でよく知られている。適切なアクリレートには、メチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート、4-tert-ブチルシクロヘキシルアクリレート、ジエチルマレエート、ジメチルマレエート、ジブチルマレエート、エチレングリコールメチルエーテルアクリレート、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロイソプロピルアクリレート、2,2,2-トリフルオロエチルアクリレート、および3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-トリデカフルオロオクチルアクリレートを含むが、これらに限定されない。実施例には、メチル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート、ブチル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート、2-エチルヘキシル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート、オクチル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート、3,3,3-トリフルオロプロピル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート、ジメチル(3-(トリメトキシシリル)プロピル)アスパラギン酸、およびジエチル(3-(トリメトキシシリル)プロピル)アスパラギン酸を含むが、これらに限定されない。

【0034】

N-置換アミノ官能性アルコキシシランのN-置換基は、アクリルアミド、3-アミノプロピルトリアルコキシシラン、3-アミノプロピルアルキルジアルコキシシラン、または3-アミノプロピルジアルキルアルコキシシランなどの反応性「エン」基を持つ分子間のマイケル付加（共役付加）反応によって形成されるアミド含有脂肪族でもある。適切なアクリルアミドには、N-エチルアクリルアミド、N-プロピルアクリルアミド、N-tert-ブチルアクリルアミド、Nシクロヘキシルアクリルアミド、N-エチルマレイミド、およびN、N'-ジエチルマレイミドが含まれるが、これらに限定されない。実施例には、N-プロピル-3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパンアミド、N-ブチル-3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパンアミド、N-シクロヘキシル-3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパンアミド、および1-エチル-3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)ピロリジン-2,5-ジオンが含まれるが、これらに限定されない。

【0035】

第二級ジアミンは、2つの反応性第二級アミン基、またはN置換基を含む分子で、その間に原子の鎖がある。これらの二級ジアミンは、イソシアネート基と反応し、末端アルコキシシラン間の鎖長を延長し、N-置換尿素ポリマーの全体の分子量を増加させるために使用される。二級ジアミンは、イソシアネート基と反応すると、N-置換尿素結合を形成する。二級ジアミンは、柔軟性の向上、外部耐久性、およびタックフリー時間の短縮を実現する。第二級ジアミンの混合物を使用して、調整された柔軟性と硬度を提供できる。二級ジアミン鎖延長剤は、ビス(二級ジアミン)などの二級ジアミンを持つ脂肪族、脂環式、または芳香族鎖であり得る。二級ジアミン鎖延長剤は、二級ジアミンを含むジメチルポリシロキサン鎖、二級ジアミンを含むメチルフェニルポリシロキサン鎖、二級ジアミンを含むポリエーテル鎖、二級ジアミンを含むポリスルフィド鎖、またはそれらの混合物であっても良いが、これらに限定されない。

【0036】

N-置換第二級ジアミンのN-置換基は、C1-C12アルキル、シクロアルキル、またはエステル含有脂肪族であり得る。N-置換基は、還元的アミノ化によって生成できる。N置換基は、アミンを、マイケル付加（共役付加）反応を介して、アクリレートまたはマレエートなどの反応性「エン」基を含む分子と反応させることによって生成することでもできる。適切なN-置換第二級ジアミンには、次のものが含まれるが、これらに限定されない：

10

20

30

40

50

構造	名前
	N ¹ ,N ³ -ジメチルプロパン-1,3-ジアミン
	N ¹ ,N ³ -ジエチルプロパン-1,3-ジアミン
	N ¹ ,N ⁵ -ジイソプロピル-2-メチルペンタン 1,5-ジアミン
	N ¹ ,N ⁶ -ジメチルヘキサン-1,6-ジアミン
	N ¹ ,N ⁶ -ビス (3,3-ジメチルブタン-2-イル) ヘキサン-1,6-ジアミン
	1,1'-(1,2-フェニレン) ビス (N-メチルメタンアミン)
	N,3,3,5-テトラメチル 5- ((メチルアミノ) メチル) シクロヘキ サン-1-アミン
	N-イソプロピル-3- ((イソプロピルアミ ノ) メチル) -3,5,5-トリメチルシクロヘキ サン-1-アミン
	テトラエチル 2,2'- ((2-メチルペンタン- 1,5-ジイル) ビス (アザンジイル)) ジス クシネート
	4,4'-メチレンビス (N-イソプロピルシクロ ヘキサン-1-アミン)
	テトラエチル 2,2'- ((メチレンビス (シ クロヘキサン-4,1-ジイル)) ビス (アザン ジイル)) ジスクシネート
	4,4'-メチレンビス (N- (sec-ブチル) シク ロヘキサン-1-アミン)

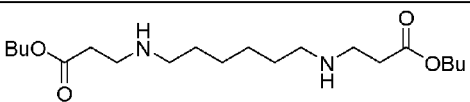
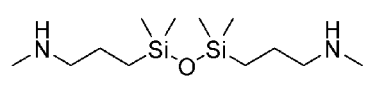
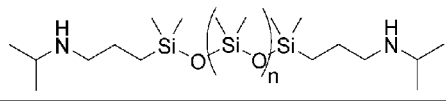
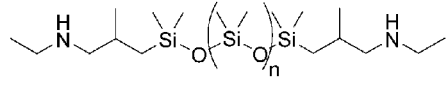
10

20

30

40

50

	ジブチル 3,3'- (ヘキサン-1,6-ジイルビス (アザンジイル)) ジブプロピオネート
	3,3'- (1,1,3,3-テトラメチルジシロキサン-1,3-ジイル) ビス (N-メチルプロパン-1-アミン)
	N,N'-イソプロピルアミノプロピル末端 ポリジメチルシロキサン
	N,N'-エチルアミノイソブチル末端 ポリジメチルシロキサン

10

いくつかの二級ジアミンが市販される。

【 0 0 3 7 】

得られる N - 置換ポリ尿素ポリマーの粘度は同様のサイズの二級ジアミンを使用する場合よりも大きいだろうが、当業者であれば、二級トリアミン、二級テトラミン、二級ペンタミン、またはそれ以上も分子量を増加させるために利用できることを理解する。

【 0 0 3 8 】

前述のように、多数の脂肪族、脂環式または芳香族ポリイソシアネート、ジアミンまたはジオール、および N 置換または非 N 置換アミノ官能性アルコキシシランを使用して、アルコキシシラン末端ポリ尿素を提供し、多種多様なポリマーを生成することができる分子量、構造、特性（硬化時間、硬度、柔軟性、耐溶剤性、耐候性など）に違いがある。

20

【 0 0 3 9 】

末端アルコキシシランを用いた N 置換尿素ポリマーの合成例では、ポリマーは、(i) 分子あたり少なくとも 2 つのイソシアネート (N C O) 反応基を持つ脂肪族、脂環式または芳香族ポリイソシアネートの反応生成物であり、ここで (i i) イソシアネート基の約 3 0 ~ 9 5 % が N 置換アミノ官能性アルコキシシランと反応し、(i i i) イソシアネート基の 5 ~ 7 0 % がジアミン、第 2 ジアミンまたはジオール連鎖延長剤と反応して、未反応のイソシアネートが残らないようにする。好ましくは、末端アルコキシシランを有する N - 置換尿素ポリマーは、(i) 1 分子あたり少なくとも 2 つのイソシアネート (N C O) 反応基を有する脂肪族、脂環式または芳香族ポリイソシアネートの反応生成物であり、(i i) イソシアネートの 5 0 - 8 0 % 基を N 置換アミノ官能性アルコキシシランと反応させ、(i i i) イソシアネート基の 2 0 ~ 5 0 % をジアミン、二級ジアミンまたはジオール連鎖延長剤と反応させ、未反応のイソシアネートが前記ポリマーに残らないようにする。より好ましくは、末端アルコキシシランを有する N - 置換尿素ポリマーは、(i) 1 分子あたり少なくとも 2 つのイソシアネート (N C O) 反応基を有する脂肪族、脂環式または芳香族ポリイソシアネートの反応生成物であり、(i i) の 6 0 - 7 0 % イソシアネート基を N - 置換アミノ官能性アルコキシシランと反応させ、(i i i) イソシアネート基の 3 0 - 4 0 % をジアミン、二級ジアミン、またはジオール鎖延長剤と反応させ、未反応のイソシアネートが前記ポリマーに残らないようにする。

30

【 0 0 4 0 】

当業者であれば、少量のイソシアネート基（例えば、1 ~ 5 %）がポリマー中に未反応のまま残る可能性があり、それにより基材への接着を支援するために使用でき、またはここで説明されていない反応性材料イソシアネートと反応するために使用できることを理解する。ただし、ポリマー上のイソシアネート基の一部を非公開の材料と反応させても、ポリマーの特性が変化することはないため、別のポリマーと見なすべきではない。イソシアネートを含まないコーティングを作成するために、N - 置換尿素ポリマーの合成中にすべてのイソシアネート基を反応させることを推薦する。

40

50

【 0 0 4 1 】

図 5 の構造は、H D I イソシアヌレート三量体、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン (N - 置換アミノ官能性アルコキシシラン) に基づく脂肪族ポリイソシアネート、および N - イソプロピル - 3 - ((イソプロピルアミノ) メチル) - 3 , 5 , 5 - トリメチルシクロヘキサン - 1 - アミン (脂環式二級ジアミン) を使用して合成される末端アルコキシシランを有する N - 置換尿素ポリマーの例である。この例では、新しく形成された全ての N 置換尿素基は、ブチル基またはイソプロピル基を所有する。

【 0 0 4 2 】

図 6 の構造は、H D I イソシアヌレート三量体、アクリル酸ブチルのマイケル付加反応から形成される N 置換アミノ官能性アルコキシシランに基づく脂肪族ポリイソシアネートを使用して合成される、および 3 つのアミノプロピルトリメトキシシラン、および N¹、N³ ジエチルプロパン - 1 , 3 - ジアミン (脂肪族第二級ジアミン) を使用して合成される末端アルコキシシランを持つ N 置換尿素ポリマーの例である。

【 0 0 4 3 】

2 つの異なる脂肪族イソシアネート、N 置換アミノ官能性アルコキシシラン、および二級ジアミンの混合物を利用することにより、延長鎖と末端アルコキシシランを有する N 置換尿素ポリマーの代替構造を形成できる。

【 0 0 4 4 】

図 7 の構造は、H D I イソシアヌレート三量体に基づく脂肪族ポリイソシアネートとウレトジオンに基づく脂肪族ポリイソシアネートの 1 : 1 混合物、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン (N - 置換アミノ官能性アルコキシシラン)、および N¹、N⁶ - ジメチルヘキサン - 1 , 6 - ジアミン (脂肪族二級ジアミン) を使用して合成される末端アルコキシシランを持つ N 置換尿素ポリマーの例であり、N - 置換アミノ官能性アルコキシシランは、~ 6 0 % のイソシアネート基と反応する一方で、第二級ジアミンは ~ 4 0 % のイソシアネート基と反応する。2 つの異なる脂肪族ポリイソシアネートを使用しているため、構造は非対称である。

【 0 0 4 5 】

図 8 の構造は、H D I イソシアヌレート三量体、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン (N - 置換アミノ官能性アルコキシシラン)、および 1 , 3 - フェニレンジアミンアミン (芳香族ジアミン) に基づく脂肪族ポリイソシアネートを使用して合成された末端アルコキシシランを持つ N 置換尿素ポリマーの例である。N - 置換アミノ官能性アルコキシシランは、~ 6 6 % のイソシアネート基と反応するが、ジアミンは ~ 3 3 % のイソシアネート基と反応する。

【 0 0 4 6 】

また、例えば、柔軟性や硬度を高め、溶剤の含有量と粘度を下げ、洗浄性を高め、耐候性を高める (つまり、日光による外部劣化に対する耐性) のように反応性希釈剤を使用して 2 K コーティングの特性を変更しても良い。反応性希釈剤は、ポリ (ジメトキシシロキサン)、ポリ (ジエトキシシロキサン)、メトキシ官能性ジメチルポリシロキサン、メトキシ官能性メチルフェニルポリシロキサン、エトキシ官能性ジメチルポリシロキサン、テトラエチルオルトシリケートに基づく構造などのような、しかしそれに限定されない、少なくとも 2 つの加水分解性アルコキシシラン基を含むポリシロキサンであり得る。反応性希釈剤は、これらのポリシロキサンまたはヒドロキシルプロピル末端ポリシロキサンのヒドロキシル官能性バージョンでもあり得る。これらの多くは市販される。

【 0 0 4 7 】

反応性希釈剤は、アルキル基が C 1 - C 1 6 アルキル、シクロアルキルまたはフッ素化アルキルであり、アルコキシシラン基がトリメトキシシラン、トリエトキシシラン、メチルジメトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルメトキシシラン、およびジメチルエトキシシランであるアルキル官能性アルコキシシランであっても良い。例には、プロピルトリメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、オクチルトリエトキシシラン、ヘキサデシルトリメトキシシラン、シクロヘキシルトリエ

10

20

30

40

50

トキシシラン、(3, 3, 3 - トリフルオロプロピル)トリメトキシシラン、および 1 H、1 H、2 H、2 H - ペルフルオロオクチルトリエトキシシランが含まれるが、これらに限定されない。

【0048】

反応性希釈剤は、加水分解性アルコキシシラン基を有するポリシロキサン尿素ポリマーであっても良い。これらの反応性希釈剤は、ポリシロキサンを第一級ジアミンと、またはポリシロキサンを第二級ジアミンと、3 - イソシアナトプロピルトリメトキシシランまたは3 - イソシアナトトリエトキシシランと反応させることにより形成されます。それらは、ジイソシアネート官能性ポリシロキサンを N - 置換 3 - アミノプロピルアルコキシシランと反応させることにより形成することもできます。ポリシロキサンは、ジメチルポリシロキサンまたはメチルフェニルポリシロキサンであり得る。(ポリシロキサンに結合した)二級ジアミンの N 置換基および N 置換 3 - アミノプロピルアルコキシシランは、C 1 - C 12 アルキル、シクロアルキル、アリール、またはエステル含有脂肪族である。N 置換 3 - アミノプロピルアルコキシシランのアルコキシシラン基は、トリメトキシシラン、トリエトキシシラン、メチルジメトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルメトキシシラン、およびジメチルエトキシシランであり得る。これらの反応性希釈剤を合成するための原料の商業的供給源がいくつかある。これらの合成反応性希釈剤の構造例には、以下が含まれるが、これらに限定されない：

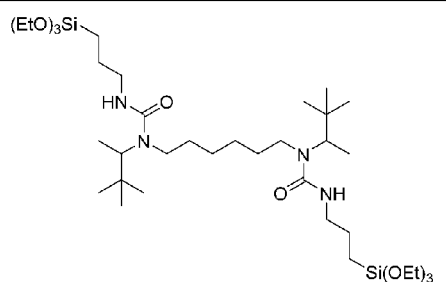
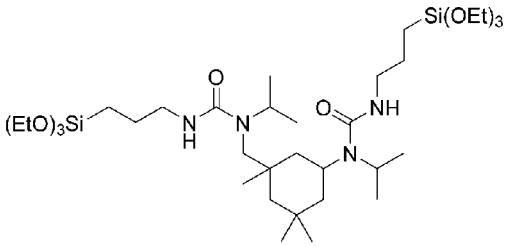
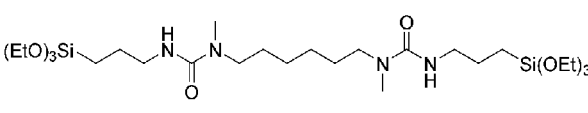
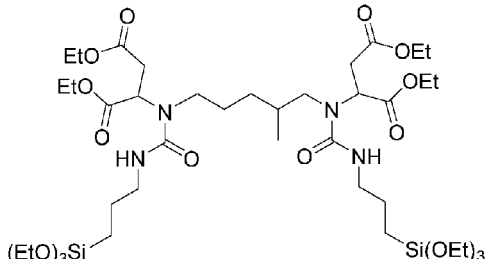
構造	名前
	N、N'-エチルアミノイソブチル末端ポリジメチルシロキサンに基づくビス(3-トリエトキシシリル)プロピル)尿素付加物
	アミノプロピル末端ポリジメチルシロキサンに基づくビス(3-トリエトキシシリル)プロピル)尿素付加物
	ビス(N-置換3-アミノプロピルアルコキシシラン)ジイソシアネート官能性ポリジメチルシロキサンに基づく尿素付加物

【0049】

N 置換尿素基を含む反応性希釈剤は、水素結合特性が低く、粘度が低く、溶媒要件が低いために使用される。

【0050】

反応性希釈剤は、加水分解性アルコキシシラン基を有する脂肪族または脂環式の N 置換尿素であっても良い。これらの反応性希釈剤は、脂肪族または脂環式二級ジアミンを 3 - イソシアナトプロピルトリメトキシシランまたは 3 - イソシアナトトリエトキシシランと反応させることにより形成される。3 - イソシアナトプロピルトリメトキシシランおよび 3 - イソシアナトトリエトキシシランは両方とも市販される。適切な第二級ジアミンは、末端アルコキシシランを用いて N 置換尿素ポリマーを合成するために利用されるものと同じである。これらの合成反応性希釈剤の構造例には、以下が含まれるが、これらに限定されない：

構造	名前
	1,1'-(ヘキサン-1,6-ジイル)ビス (1-(3,3-ジメチルブタン-2-イル) -3-(3-(トリエトキシシリ ル)プロピル)尿素)
	1-イソプロピル-1-((5-(1-イ ソプロピル-3-(3-(トリエトキ シシリル)プロピル)ウレイ ド)-1,3,3-トリメチルシクロヘ キシル)メチル)-3-(3-(トリ エトキシシリル)プロピル)尿 素
	1,1'-(ヘキサン-1,6-ジイル)ビ ス(1-メチル-3-(3-(トリエト キシシリル)プロピル)尿素)
	テトラエチル 2,2'- (4,4,22,22-テ トラエトキシ-12-メチル-9,17-ジ オキシ-3,23-ジオキサ-8,10,16,18- テトラアザ-4,22-ジシラペンタコ サン-10、16-ジイル) ジコハク 酸塩

10

20

30

【 0 0 5 1 】

反応性希釈剤は、加水分解性アルコキシシラン基を有するポリエステルウレタンポリマーであっても良い。これらの反応性希釈剤は、脂肪族または脂環式ポリエステルポリオールを3-イソシアナトプロピルトリメトキシシラン、3-イソシアナトプロピルトリエトキシシラン、または(イソシアナトメチル)トリメトキシシランと反応させることにより形成される。ポリエステルポリオールは、線状またはわずかに分岐している必要があり、柔軟性を高めるために利用できる。適切なポリエステルポリオールには、1,3-ベンゼンジカルボン酸、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール、1,2-エタンジオール、ヘキサン二酸、および1,6-ヘキサングリコールなどの不飽和ポリエステル、およびカプロラクトンに基づくそれら等の飽和ポリエステルが含まれる。多くのポリエステルポリオールが市販される。3-イソシアナトプロピルトリメトキシシラン、3-イソシアナトトリエトキシシランおよび(イソシアナトメチル)トリメトキシシランも市販される。

40

【 0 0 5 2 】

ポリ尿素の合成に適した溶媒は、イソシアネート基と反応しない。これらの溶媒には、キシレン、軽質芳香族ナフサ、ミネラルスピリット、酢酸ブチル、1-メトキシ-2-プロピルアセテート、tert-ブチルアセテート、ブチルプロピオネート、ペンチルプロピオネート、エチル3-エトキシプロピオネート、パラクロロベンゾトリフルオリド、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドンが含まれるが、これらに限定されない。

50

【 0 0 5 3 】

第2の成分（パートB）は、エポキシまたはアクリレート官能性化合物を含み、これはアミン反応性エポキシまたはアクリレート基を含む任意の化合物、またはそのような化合物の任意の混合物であり得る。適切なエポキシまたはアクリレート官能性化合物には、エポキシ官能性ジメチルポリシロキサン、エポキシ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン、脂肪族エポキシ、脂環式エポキシ、アクリレート官能性ジメチルポリシロキサン、または1, 6 - ヘキサンジオールジアクリレートが含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 5 4 】

触媒を使用して、アルコキシシラン基の加水分解速度を加速し、得られたシラノール基の架橋を促進して硬化コーティングを形成することができる。適切な触媒には、ジブチルスズジラウレート、ジブチルスズジアセテート、ジブチルスズビス（2 - エチルヘキソエート）などの有機スズ化合物、チタンテトライソプロポキシド、アルミニウムトリエトキシド、ジルコニウムテトラブトキシドなどの金属アルコキシド、チタンキレート、水酸化カリウムなどのアルカリ、有機酸、無機酸、第三級アミン、またはそれらの混合物が含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 5 5 】

適切な顔料には、二酸化チタン、カーボンブラック、酸化鉄、黄色酸化鉄、銅フタロシアニンプール、ナトリウムアルミニウムスルホシリケート、酸化クロム、コバルトクロマイトグリーンスピネル、クロムグリーンブラックヘマタイト、ニッケルアンチモンチタンイエローチル、およびマンガンベースの顔料が含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 5 6 】

適切な充填剤には、アモルファスシリカ、官能化シリカ、タルク、マイカ、ウォラストナイト、炭酸カルシウム、ガラスビーズ、グラファイト、ポリマーワックス、アクリルビーズ、ポリウレタンビーズ、セラミックマイクロスフェアが含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 5 7 】

適切な添加剤には、レオロジー調整剤、増粘剤、接着促進剤、補強剤、湿潤分散剤、浮き防止剤、難燃剤、紫外線（UV）吸収剤、ヒンダードアミン光安定剤（HALS）、およびフローおよびレベリング剤が含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 5 8 】

2つの構成要素は、それ自体の容器に各構成要素を有するキットとして提供されても良い。二成分系はまた、アミン官能性化合物、アルコキシシラン末端ポリ尿素、およびエポキシまたはアクリレート官能性化合物を含むコーティング組成物として説明されても良い。

【 0 0 5 9 】

2Kコーティングは、さまざまな基材に適用できる。適切な基材には、エポキシ下塗り表面、ポリウレタン下塗り表面、前処理、エポキシベースの複合材、風化または研磨シリコンアルキドコーティング、風化または研磨ポリシロキサンコーティング、裸鋼表面、裸アルミニウム表面、裸アルミニウム合金表面、コンクリート、ガラス、セラミック、プラスチックが含まれるが、これらに限定されない。

【 0 0 6 0 】

2つの成分を混合して表面に塗布すると、硬化して固体のコーティングが形成される場合があります。他の2Kシステムと同様に、第1成分のアミン官能性化合物のアミン基は、第2成分のエポキシ官能性化合物と反応する。アミン官能性化合物がアルコキシシラン基を含む場合、これらの基は以下に示すように加水分解および縮合する可能性もある。ポリ尿素のアルコキシシラン基はまた、加水分解および互いにおよびアミン官能性化合物の加水分解および縮合を受け得る。

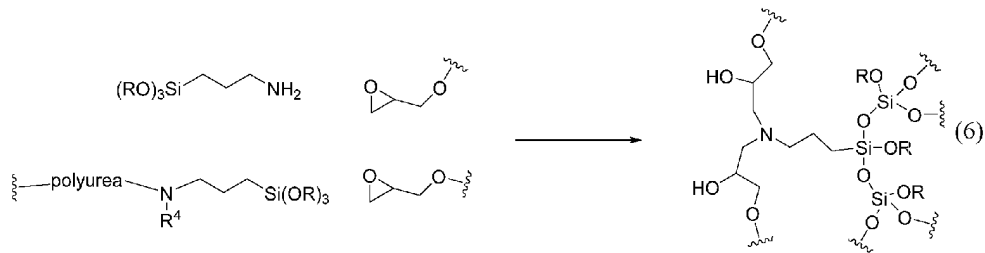
10

20

30

40

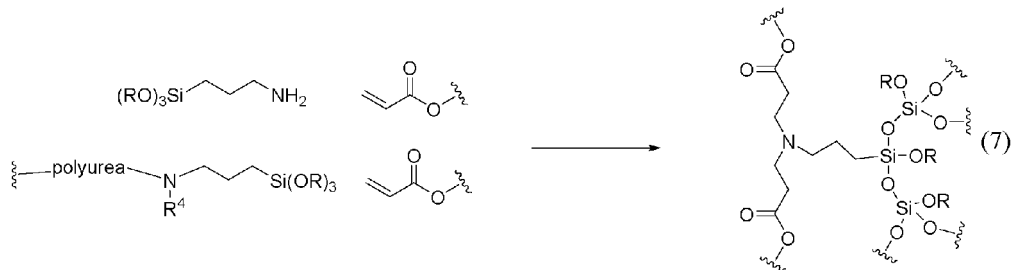
50



10

【 0 0 6 1 】

第 2 の成分がアクリレート官能性化合物を含む場合、アミン官能性化合物のアミン基は、以下に示されるようにアクリレート基とともにマイケル付加を受ける。



20

【 0 0 6 2 】

本明細書に開示されるポリ尿素のいずれも、ポリ尿素が上記のように水分硬化される 1 K システムで使用されても良い。水分硬化は、ポリ尿素と架橋する他の化合物の非存在下で発生する場合がある。ポリ尿素はいずれも 2 K システム、コーティング組成物、およびキットに使用でき、1 つの成分にはポリ尿素とアミン官能性化合物またはエポキシまたはアクリレート官能性化合物のいずれかが含まれ、他の成分には他のアミン官能性化合物およびエポキシまたはアクリレート官能性化合物が含まれる。2 K システムでは、ポリ尿素は混合成分の合計の最大 50、90、または 95 重量%である。

30

【 0 0 6 3 】

ポリ尿素は、一般に、他の方法の中でも、2 段階プロセスによって作成することができる。まず、アミノ官能性アルコキシシランをポリイソシアネートと反応させる。これにより、上記の式 (1) に示すような未反応のイソシアネート基を有する付加物が形成される。次いで、付加物は、1 つまたは複数の多官能性アミノおよび/またはヒドロキシル化合物、および場合により追加のポリイソシアネートと反応する。いくつかの実施形態において、付加物は、2 つ以上の異なるそのような化合物の組み合わせと反応する。例えば、付加物をジアミンとジオールの両方と反応させることができる。いくつかの実施形態では、化合物は、前述のジアミンとジオールの組み合わせなど、アミン基とヒドロキシル基の両方を集合的に含むか、または化合物は単一のアミノヒドロキシル化合物であっても良い。この反応では、遊離イソシアネート基は他のイソシアネート基と反応しない。

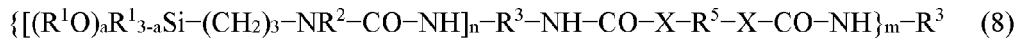
40

【 0 0 6 4 】

この反応は、反応物の配置が異なる生成物のブレンドを有する組成物を生成し得る。個々の製品には未反応のイソシアネート基がない場合がある。図 9 は、N - ブチル - 3 - アミノプロピルトリメトキシシラン、ヘキサメチレンジイソシアネート (二量体および三量体)、ジアミン、およびポリエステルジオールを使用した場合に組成物に存在する可能性のあるいくつかの製品を示す。組成物中の特定の化合物は、式 (2)、(3)、または (8) の組成物を有しても良い。方程式 (8) において、m は 2 または 3 であり、各 n は 1 または 2 であり、2 または 3 つの二官能性アミノおよび/またはヒドロキシル化合物残基

50

に結合した中央ポリイソシアネート残基（右から左へ）を有する化合物を示し、それぞれが1または2個のアミノ官能性アルコキシシラン残基に結合している別のポリイソシアネート残基に結合する。方程式（2）および（3）は、それぞれが1つ以上のアミノ官能性アルコキシシラン残基に結合している2つのポリイソシアネート残基に結合した単一の中央ジアミンまたはジオール残基を有するより単純な化合物を示す。



10

【0065】

以下の例は、特定のアプリケーションを説明するためのものである。これらの特定の例は、本出願の開示の範囲を限定することを意図したものではない。ポリ尿素合成のみを示す例では、ポリ尿素を2Kシステムで使用できる。

【実施例1】

【0066】

アスパラギン酸エステル含有主鎖 - アルゴン注入口と温度計を備えた500mLの3首丸底フラスコで、主にイソシアヌレート三量体構造のヘキサメチレンジイソシアネートホモポリマー86g（0.445当量）をプロピオン酸ペンチル74gに溶解した。これに続いて、乾燥剤として5gのビニルトリメトキシシランを添加した。添加漏斗を使用して、70.14g（0.298当量）のNブチル-3-アミノプロピルトリメトキシシランを、温度を40～50℃に保ちながら溶液に滴下した。次に、34.4g（0.147当量）のテトラエチル2,2'-（（2-メチルペンタン-1,5-ジイル）ビス（アザンジイル））ジスクシネート（アスパラギン酸としても知られている、N,N'-（2-メチルペンタン-1,5-ジイル）ビス（アザンジイル））を滴下した。添加が完了した後、溶液中に遊離イソシアネート（NCO）（2270cm⁻¹）が残っていないことが赤外線（IR）スペクトルによって示されるまで、溶液をさらに30分間攪拌しました。ポリマー溶液は、72.5重量%の固形分を有すると計算された。主なポリマー構造を図1に示す。

20

【0067】

次の2成分配合を使用して、フラット/マットグレーのコーティングが得られた。

30

パートA	化学式の重量%
ジブチル錫ジラウレート	0.25
アミノ官能性ポリジメチルシロキサン	17.61
柔軟ポリマーソリューション(図1)	8.76
パートB	
脂環式エポキシ	14.04
エポキシ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン	11.09
二酸化チタン	6.41
カーボンブラック	0.085
ポリ尿素艶消し剤	8.55
プロピオン酸ペンチル	18.25
セラミックミクロスフェア	14.96

40

50

【 0 0 6 8 】

2つの部分を体積で2：1（B対A）の比率で混合し、3ミル（約75ミクロン）のウェットフィルムゲージを使用してアルミニウムおよびブリキパネルに適用した。次いで、コーティングを周囲条件で14日間硬化させた。コーティングは、1時間未満のタックフリー時間、2時間未満の乾燥硬化時間、0.6光沢単位の60°光沢、4.7光沢単位の85°光沢、17回の振動のケーニツヒ振り子硬度、メチルエチルケトン（MEK）に浸した布に対する100回以上のダブルラブの抵抗、割れない1/4インチマンドレルベンドの柔軟性、および40%の伸びのGEインパクト柔軟性を示した。また、コーティングは、キセノンアークウェザーメーター（WOM）チャンバー内で加速風化を受けた際に、優れた色保持を示した。

10

【 0 0 6 9 】

二成分光沢の白いトップコートも処方された。体積で1：1（A対B）の混合比のコーティングの例は次のとおりである。

パート A	化学式の重量%
ジブチル錫ジラウレート	0.30
アミノ官能性ポリジメチルジフェニルシロキサン	26.1
3-アミノプロピルトリエトキシシラン	1.32
柔軟ポリマーソリューション	10.83
プロピオン酸ブチル	3.14
パート B	
脂環式エポキシ	25.8
二酸化チタン	22.86
プロピオン酸ブチル	9.65

20

30

【 実施例 2 】

【 0 0 7 0 】

その他の骨格-尿素ポリマーの柔軟な骨格は、脂肪族、脂環式、芳香族、ポリエステル、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリエーテル、ポリスルフィド、ポリシロキサンまたはそれらの組み合わせであり、N-置換基はC1-C12アルキル、シクロアルキル、アリール、エステル含有脂肪族、エステル含有フッ素化脂肪族、アミド含有脂肪族、ポリシロキサン、またはそれらの任意の組み合わせであり得る。ポリエステル骨格とN-ブチル置換尿素結合を持つポリマーの例を図2に示す。ポリジメチルシロキサン骨格とエステル含有N-置換基を持つポリマーの例を図3に示す。

40

【 実施例 3 】

【 0 0 7 1 】

曲げ試験-1/4"円筒マンドレルベンドをサンプルで実行した。図4は、ポリ尿素ポリマーを含む本開示のコーティング（右）と比較して、ポリ尿素ポリマーを含まない以前の2Kコーティング（左）の曲げ試験の結果を示す写真である。本コーティングはそうではないが、従来のコーティングは曲げに沿って亀裂を示す。

【 実施例 4 】

【 0 0 7 2 】

脂肪族ポリイソシアネート、N-アルキルアミノ官能性アルコキシシラン、およびN-アルキル基を有する脂環式二級ジアミンをベースとするポリ尿素-81.6g（0.446

50

当量)のイソシアヌレート三量体構造を持つヘキサメチレンジイソシアネートホモポリマーをアルゴン注入口と温度計を備えた500mLの3つ口丸底フラスコに入れた115gのAromatic 100(Exxonから市販)に溶解した。これに続いて、乾燥剤として5gのビニルトリメトキシシランを添加した。添加漏斗を使用して、71.38g(0.303当量)のN-ブチル-3-アミノプロピルトリメトキシシランを、温度を40~50に保ちながら溶液に滴下しました。次に、温度を40~50に保ちながら、18.78g(0.147当量)のN-イソプロピル-3-((イソプロピルアミノ)メチル)-3,5,5-トリメチルシクロヘキサンアミンを滴下した。添加が完了した後、溶液は赤外線(IR)スペクトルが溶液中に遊離イソシアネート(NCO)(2270cm⁻¹)が残っていないことを示すまで、さらに15~30分間攪拌した。ポリマー溶液は、60.6重量%の固形分を有すると計算された。その構造を図5に示す。

10

【実施例5】

【0073】

脂肪族ポリイソシアネート、ブチルエステル含有基を持つN-置換アミノ官能性アルコキシシラン、およびNアルキル基を持つ脂肪族第二級ジアミンに基づくポリ尿素-35.5g(0.194当量)のイソシアヌレート三量体構造を持つヘキサメチレンジイソシアネートホモポリマーアルゴン注入口と温度計を備えた500mLの3つ口丸底フラスコに入れた60gのAromatic 100(Exxonから市販)に溶解した。これに続いて、乾燥剤として2gのビニルトリメトキシシランを添加した。滴下漏斗を使用して、温度を40~50に保ちながら、40g(0.130当量)ブチル3-((3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミノ)プロパノエート(3-アミノプロピルトリメトキシシランとマイケル付加反応によりブチルアクリレートとを反応させることにより合成)を溶液に滴下した。次に、温度を40~50に保ちながら、4.17g(0.064当量)のN1、N3-ジエチルプロパン-1,3-ジアミンを滴下した。添加が完了した後、溶液は、赤外線(IR)スペクトルが溶液中に遊離イソシアネート(NCO)(2270cm⁻¹)が残っていないことを示すまで、さらに15~30分間攪拌した。ポリマー溶液は、57.6重量%の固形分を有すると計算された。その構造を図6に示す。

20

【実施例6】

【0074】

脂肪族ポリイソシアネート、ブチル含有基を持つN置換アミノ官能性アルコキシシラン、Nアルキル基を持つ脂環式二級ジアミン、ポリエステルジオールをベースにしたポリ尿素-湿気硬化性ポリマーは、70.14gのN-ブチルを添加して合成した。3-アミノプロピルトリメトキシシラン(SIB1932.2、Gelest)100gに含まれる86gのヘキサメチレンジイソシアネート二量体および三量体(Desmodur N-3400、コベストロ)に基づく脂肪族ポリイソシアネート混合物と5gのビニルトリメトキシシラン(Sigma-Aldrich)の溶液に滴下500mL丸底フラスコに窒素下でプロピオン酸ペンチル(Sigma-Aldrich)を加えた。添加の間中、温度は50-60に保たれた。これに続いて、ジブチルスズジラウレート(Sigma-Aldrich)0.14gを添加した。35.65gのポリエステルジオール(Desmophen 670、コベストロ)と9.39gの脂環式二級ジアミン1,3,3-トリメチル-N-(1-メチルエチル)-5-[(1-メチルエチル)アミノ]シクロヘキサンメタンアミン(次いで、90gのプロピオン酸ペンチル中のジェフリンク754、ハンツマン)をポリイソシアネートの溶液に滴下した。添加が完了した後、反応物を3時間攪拌した。これに、5.24gのN-ブチル-3-アミノプロピルトリメトキシシランに続き、さらに10分間攪拌した。FTIRは、イソシアネート基がすべて消費されたことを示した。

30

40

【0075】

明らかに、上記の教示に照らして多くの修正および変形が可能である。したがって、特許請求される主題は、具体的に説明されたものとは別の方法で実施され得ることを理解されたい。例えば、冠詞「a」、「an」、「the」、または「said」を使用した、

50

単数形のクレーム要素への言及は、要素を単数形に限定するものと解釈されない。

【図面】

【図 1】

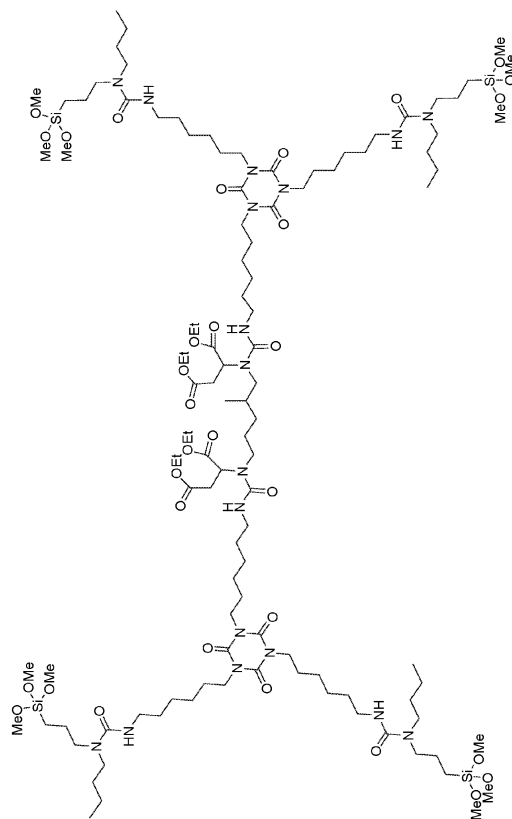


Fig. 1

【図 2】

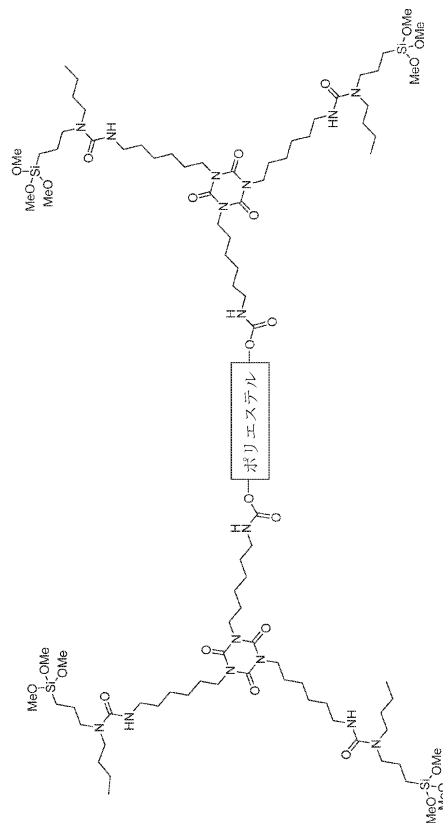


Fig. 2

10

20

30

40

50

【図 3】

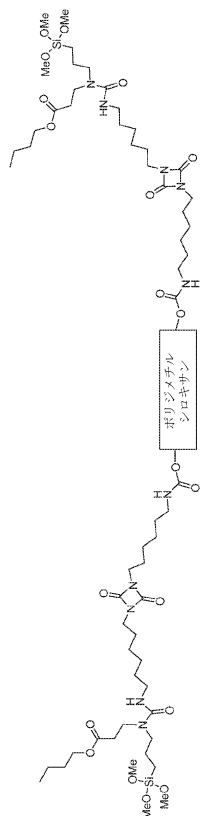


Fig. 3

【図 4】

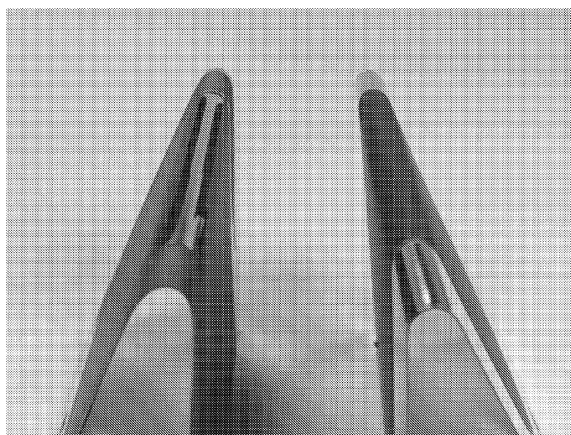


Fig. 4

【図 5】

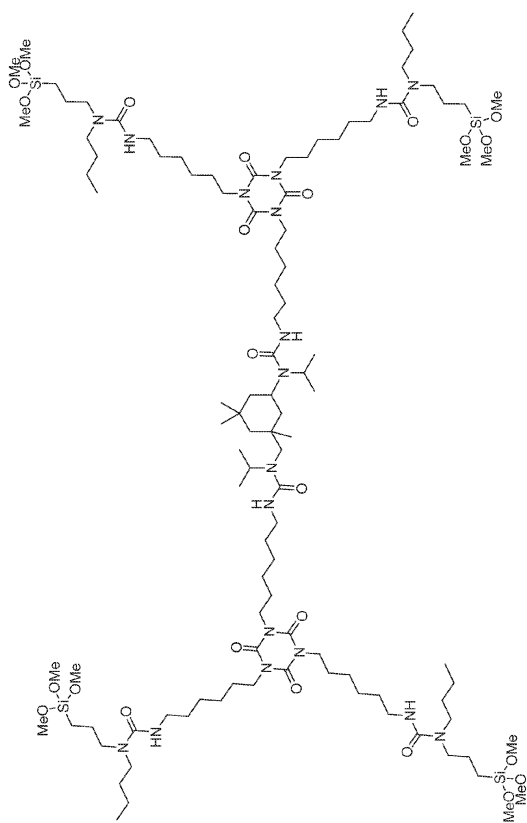


Fig. 5

【図 6】

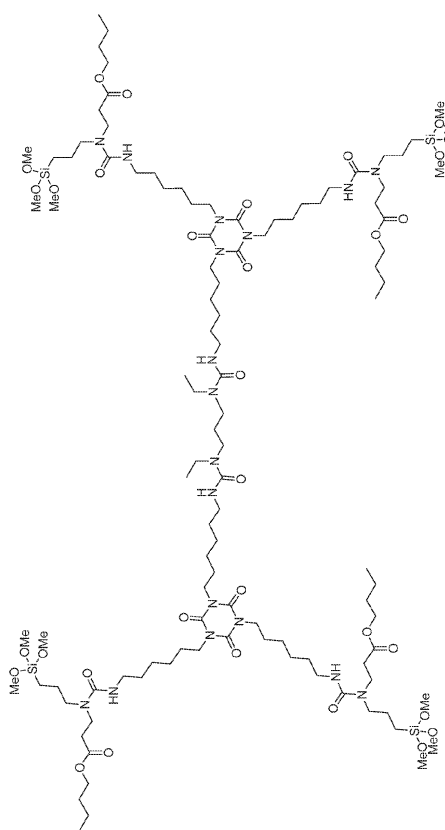


Fig. 6

10

20

30

40

50

【 図 7 】

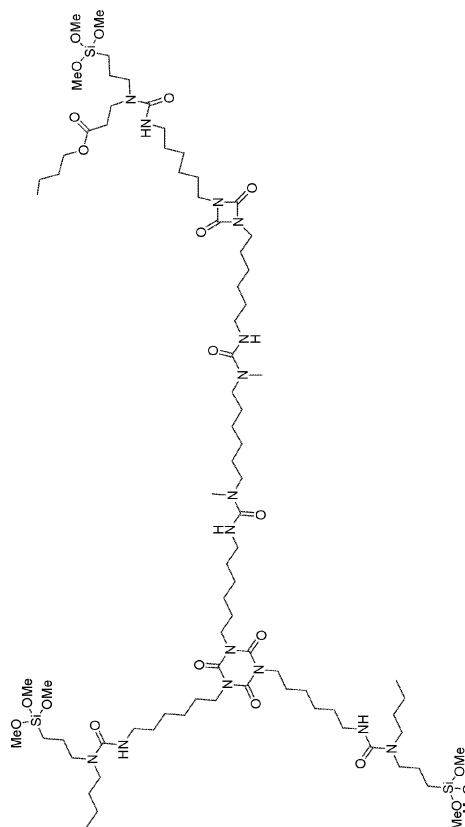


Fig. 7

【 図 8 】

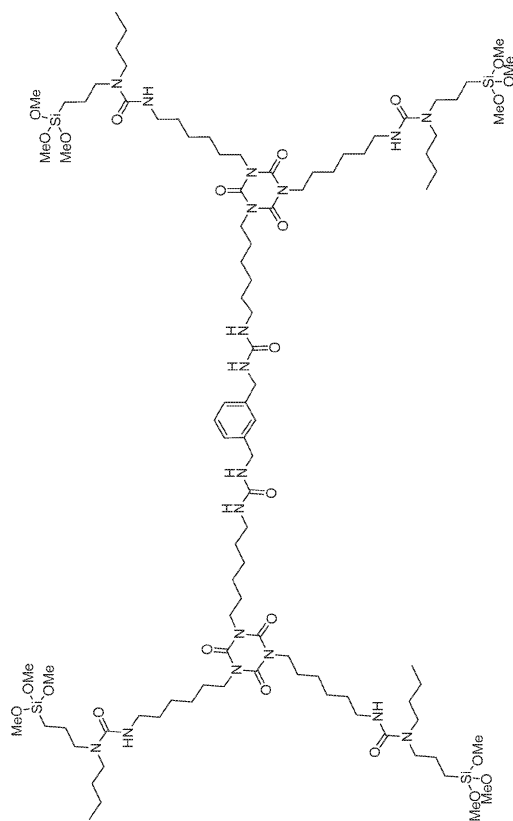


Fig. 8

【 図 9 】

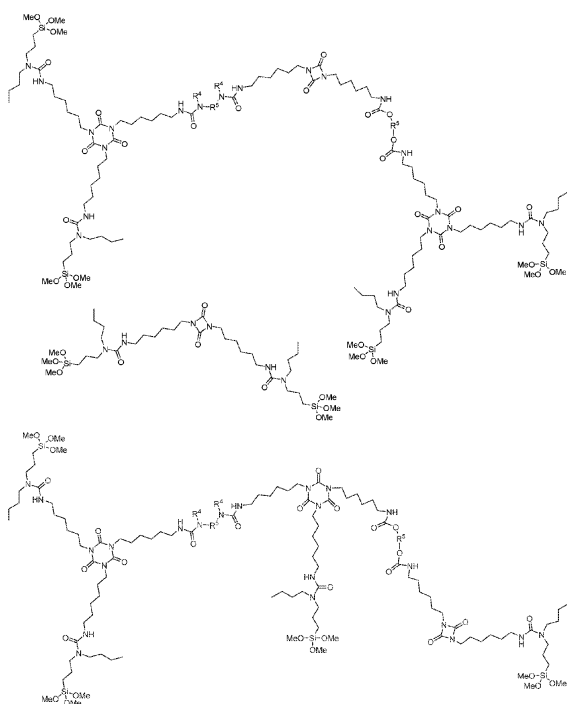


Fig. 9

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(56)参考文献 特表 2 0 0 9 - 5 1 8 5 1 8 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

C 0 8 G 1 8 / 0 0 - 1 8 / 8 7

C 0 9 D 1 7 5 / 0 2