

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4259639号  
(P4259639)

(45) 発行日 平成21年4月30日(2009.4.30)

(24) 登録日 平成21年2月20日(2009.2.20)

(51) Int.Cl. F 1  
**CO9D 133/00 (2006.01)** CO9D 133/00  
**CO9D 167/00 (2006.01)** CO9D 167/00  
**CO9D 7/12 (2006.01)** CO9D 7/12

請求項の数 3 (全 13 頁)

<p>(21) 出願番号 特願平10-88461                  (22) 出願日 平成10年4月1日(1998.4.1)                  (65) 公開番号 特開平11-286634                  (43) 公開日 平成11年10月19日(1999.10.19)                  審査請求日 平成17年2月7日(2005.2.7)</p> <p>前置審査</p>	<p>(73) 特許権者 000000387                  株式会社A D E K A                  東京都荒川区東尾久7丁目2番35号</p> <p>(74) 代理人 100076532                  弁理士 羽鳥 修</p> <p>(72) 発明者 吉川 和美                  埼玉県浦和市白幡5丁目2番13号 旭電                  化工業株式会社内</p> <p>(72) 発明者 根岸 由典                  埼玉県浦和市白幡5丁目2番13号 旭電                  化工業株式会社内</p> <p>審査官 小川 由美</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
---	--

(54) 【発明の名称】 自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記〔化1〕の一般式(I)で表されるヒンダードアミン化合物を含有する自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物(但し、フォトリソミック感光性材料からなる自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物を除く)であり、

上記ヒンダードアミン化合物の含有量は、熱硬化性合成樹脂100重量部に対し、0.01~10重量部であり、

該熱硬化性合成樹脂の含有量は、自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物の不揮発分100重量部中、30重量部以上であり、

該熱硬化性合成樹脂は、アクリル樹脂、アルキド樹脂又はポリエステル樹脂であることを特徴とする自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物。

## 【化 1】



(式中、Xは  $\text{CH}-$ 、 $\text{C} \begin{array}{l} \diagup \text{O} \\ \diagdown \text{O} \end{array} \text{CH}_2-$  または  $\text{C} \begin{array}{l} \diagup \text{O} \\ \diagdown \text{O} \end{array} \text{CH}_2-$  で表される基を示

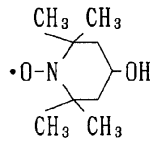
し、 $R_1$ は炭素原子数1～18のアルキル基を示す。)

10

## 【請求項 2】

上記ヒンダードアミン化合物が、下記〔化 2〕で表される化合物であることを特徴とする請求項 1 記載の熱硬化性合成樹脂塗料組成物。

## 【化 2】



20

## 【請求項 3】

ベンゾトリアゾール系またはトリアジン系紫外線吸収剤を含有することを特徴とする請求項 1 または 2 記載の熱硬化性合成樹脂塗料組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、熱硬化性合成樹脂塗料組成物に関し、詳しくは、特定のヒンダードアミン化合物を使用することを特徴とする熱硬化性合成樹脂塗料組成物に関するものである。

## 【0002】

## 【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

従来より、自動車外装用塗料等のように屋外で使用される塗料は、耐薬品性、耐溶剤性、物理的性能等の一般的性能に加え、長期の耐候性が要求とされている。特に近年の省資源の社会的要請ともあいまって耐候性に対する要求は更に高度なものになっており、例えば、乗用車の場合には数年以上の塗膜保障が必要とされるようになってきた。

## 【0003】

塗膜を形成する塗料中の高分子化合物は、光の作用により劣化し、ワレの発生や、光沢の低下および変色を生じ、塗膜の外観を著しく損なう。また、2コート1ベーク仕上げの塗膜においてはベースコート層とトップコート層との間で層間剥離が生ずる場合もある。

## 【0004】

上記の塗料の欠点を解決するために、光安定剤として各種の紫外線吸収剤が用いられている。しかしながら、これらの紫外線吸収剤は十分に満足しうるものではない。例えば、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤は、比較的良好な紫外線吸収能を有しているが、抽出されやすいのが難点であった。

## 【0005】

ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤の抽出を防止するために、反応性基を有するベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤を使用し、塗料の固形成分に結合することでその抽出を抑制することが提案されている。例えば、特開昭60-38411号公報には、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤の(メタ)アクリル酸エステルからなる重合体が提案され、特開昭63-205334号公報には、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤の(メタ)アクリル酸

40

50

エステルを熱硬化性樹脂塗料用安定剤として使用することが提案されているが、これらの方法では紫外線吸収剤の抽出は抑制されるが、安定化効果が不十分であり、実用上未だ満足できるものではない。

【0006】

また、ヒンダードアミン化合物を熱硬化性合成樹脂塗料の光安定剤として使用することも提案されており、例えば、特開昭54-108827号公報には、焼付けメタリックラッカー用安定剤として2,2,6,6-テトラメチルピペリジン化合物が提案され、特開昭55-3498号公報及び特開昭57-108171号公報には、N-置換2,2,6,6-テトラメチルピペリジン化合物を使用して酸触媒添加型焼付けラッカーを安定化する方法が提案され、特開昭55-112278号公報には、テトラアルキルピペリジン化合物および紫外線吸収剤を用いて二層ユニラッカーコーティングを安定化する方法が提案され、またこれらのヒンダードアミン化合物とともに、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤を併用することも提案されているが、安定化効果が不十分であり、実用上未だ満足できるものではない。

10

【0007】

従って、本発明の目的は、耐光性を著しく改善した熱硬化性合成樹脂塗料組成物を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、鋭意検討を重ねた結果、特定のヒンダードアミン化合物を添加した熱硬化性合成樹脂塗料組成物が、上記目的を達成しうることを知見した。

20

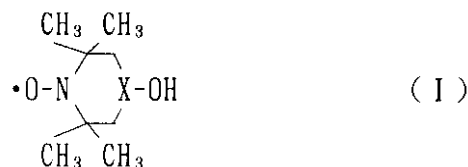
【0009】

本発明は、上記知見に基づきなされたもので、下記〔化3〕（前記〔化1〕と同じ）の一般式（I）で表されるヒンダードアミン化合物を含有する自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物（但し、フォトクロミック感光性材料からなる自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物を除く）であり、上記ヒンダードアミン化合物の含有量は、熱硬化性合成樹脂100重量部に対し、0.01～10重量部であり、該熱硬化性合成樹脂の含有量は、自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物の不揮発分100重量部中、30重量部以上であり、該熱硬化性合成樹脂は、アクリル樹脂、アルキド樹脂又はポリエステル樹脂であることを特徴とする自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物を提供するものである。

30

【0010】

【化3】



（式中、Xは  $\text{CH}-$ 、 $\begin{array}{c} \text{O} \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{O} \end{array}$  または  $\begin{array}{c} \text{O} \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{O} \end{array}$  で表される基を示

40

し、 $R_1$ は炭素原子数1～18のアルキル基を示す。）

【0011】

【発明が実施の形態】

以下、本発明の自動車外装用熱硬化性合成樹脂塗料組成物（以下、本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物という）について詳述する。

【0012】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物に使用される上記一般式（I）で表されるヒンダードアミン化合物において、 $R_1$ で表される炭素原子数1～18のアルキル基としては、メチ

50

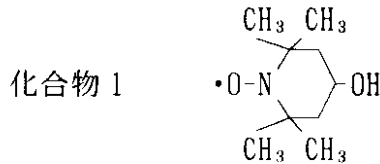
ル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、第二ブチル、第三ブチル、アミル、イソアミル、第二アミル、第三アミル、ヘキシル、イソヘキシル、第三ヘキシル、ヘプチル、オクチル、2 - エチルヘキシル、第三オクチル、ノニル、デシル、イソデシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシルなどの基があげられる。

## 【 0 0 1 3 】

従って、上記一般式 ( I ) で表されるヒンダードアミン化合物としては、例えば、下記〔化 4〕～〔化 6〕に示す化合物 1 ～ 3 などがあげられ、特に化合物 1 が、優れた耐光性を付与する上で好ましい。

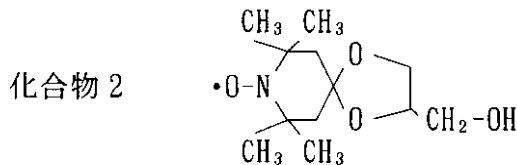
## 【 0 0 1 4 】

## 【化 4】



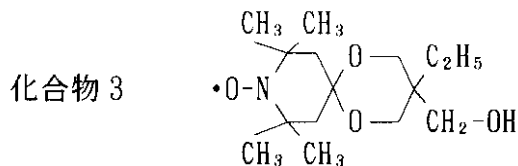
## 【 0 0 1 5 】

## 【化 5】



## 【 0 0 1 6 】

## 【化 6】



## 【 0 0 1 7 】

上記ヒンダードアミン化合物の含有量は、熱硬化性合成樹脂 100 重量部に対し、0.01 ~ 10 重量部、好ましくは 0.05 ~ 5 重量部であり、0.01 重量部未満ではその安定化効果が十分に得られず、10 重量部を超えて使用しても無駄であるばかりでなく、むしろ塗膜物性に悪影響を及ぼすおそれがあり好ましくない。

## 【 0 0 1 8 】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物に使用される熱硬化性合成樹脂としては、アクリル樹脂、アルキッド樹脂及びポリエステル樹脂が挙げられ、これらは場合によりメラミン/ホルムアルデヒド樹脂、エポキシ樹脂あるいはポリイソシアネートで変性されていてもよい。

## 【 0 0 1 9 】

上記熱硬化性合成樹脂の含有量は、熱硬化性合成樹脂塗料組成物 (不揮発分) 100 重量部中、30 重量部以上である。尚、「不揮発分」とあるのは、本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物が溶剤タイプのような、溶剤等の揮発分を含む場合には、該揮発分を除く趣旨である。

## 【 0 0 2 0 】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物には、上記一般式 ( I ) で表されるヒンダードアミ

10

20

30

40

50

ン化合物ともに、その他のヒンダードアミン化合物を使用することができ、例えば、2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルステアレート、1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジルステアレート、2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルベンゾエート、ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル)セバケート、ビス(1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジル)セバケート、テトラキス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル) - 1, 2, 3, 4 - ブタンテトラカルボキシレート、テトラキス(1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジル) - 1, 2, 3, 4 - ブタンテトラカルボキシレート、ビス(1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジル)・ジ(トリデシル) - 1, 2, 3, 4 - ブタンテトラカルボキシレート、ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル)・ジ(トリデシル) - 1, 2, 3, 4 - ブタンテトラカルボキシレート、3, 9 - ビス〔1, 1 - ジメチル - 2 (3 - 第三ブチル - 4 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル)プロピオニルオキシ)エチル〕 - 2, 4, 8, 10 - テトラスピロ〔5.5〕ウンデカン、ビス(1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジル) - 2 - ブチル - 2 - (3, 5 - ジ第三ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル)マロネート、1 - (2 - ヒドロキシエチル) - 2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジノール/コハク酸ジエチル重縮合物、1, 6 - ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルアミノ)ヘキサノジブromoエタン重縮合物、1, 6 - ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルアミノ)ヘキサノ2, 4 - ジクロロ - 6 - 第三オクチルアミノ - s - トリアジン重縮合物、1, 6 - ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルアミノ)ヘキサノ2, 4 - ジクロロ - 6 - モルホリノ - s - トリアジン重縮合物、N, N' - ビス(3 - アミノプロピル)エチレンジアミン・2, 4 - ビス〔Nブチル - N - (1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジル)アミノ〕 - 6 - クロロ - 1, 3, 5 - トリアジン縮合物、2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジルメタクリレート、1, 2, 2, 6, 6 - ペンタメチル - 4 - ピペリジルメタクリレート、ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル)マレート、ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル)フマレート、ビス(2, 2, 6, 6 - テトラメチル - 4 - ピペリジル)イタコネート、1, 3, 7 - トリアザ - 6, 6, 7, 8, 8 - ペンタメチル - 3 - エポキシプロピルスピロ〔4.5〕デカン - 2, 4 - ジオンなどのヒンダードアミン化合物、その酸付加物および金属化合物との錯体などがあげられる。

10

20

30

## 【0021】

また、本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物に紫外線吸収剤を併用することでより優れた耐光性を提供することができ、例えば、2, 4 - ジヒドロキシベンゾフェノン、2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシベンゾフェノン、2 - ヒドロキシ - 4 - オクトキシベンゾフェノン、5, 5' - メチレンビス(2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシベンゾフェノン)などの2 - ヒドロキシベンゾフェノン類；2 - (2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2 - (2 - ヒドロキシ - 5 - 第三オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2 - (2 - ヒドロキシ - 3, 5 - ジ第三ブチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、2 - (2 - ヒドロキシ - 3 - 第三ブチル - 5 - メチルフェニル) - 5 - クロロベンゾトリアゾール、2 - (2 - ヒドロキシ - 3, 5 - ジクミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2, 2' - メチレンビス(4 - 第三オクチル - 6 - ベンゾトリアゾリルフェノール)、2 - (2 - ヒドロキシ - 3 - 第三ブチル - 5 - カルボキシフェニル)ベンゾトリアゾールのポリエチレングリコールエステル、2 - {2 - ヒドロキシ - 3 - (2 - アクリロイルオキシエチル) - 5 - メチルフェニル}ベンゾトリアゾール、2 - {2 - ヒドロキシ - 3 - (2 - メタクリロイルオキシエチル) - 5 - 第三ブチルフェニル}ベンゾトリアゾール、2 - {2 - ヒドロキシ - 3 - (2 - メタクリロイルオキシエチル) - 5 - 第三オクチルフェニル}ベンゾトリアゾール、2 - {2 - ヒドロキシ - 3 - (2 - メタクリロイルオキシエチル) - 5 - 第三ブチルフェニル} - 5 - クロロベンゾトリアゾール、2 - {2 - ヒドロキシ - 5 - (2 - メタクリロイルオキシエチル)フェニル}ベンゾトリアゾール、2 - {2 - ヒドロキシ - 3 - 第三ブチル - 5 - (2 - メタクリロイルオキシエチル)フェニル}

40

50

ベンゾトリアゾール、2 - { 2 - ヒドロキシ - 3 - 第三アミル - 5 - ( 2 - メタクリロイルオキシエチル)フェニル}ベンゾトリアゾール、2 - { 2 - ヒドロキシ - 3 - 第三ブチル - 5 - ( 3 - メタクリロイルオキシプロピル)フェニル} - 5 - クロロベンゾトリアゾール、2 - { 2 - ヒドロキシ - 4 - ( 2 - メタクリロイルオキシメチル)フェニル}ベンゾトリアゾール、2 - { 2 - ヒドロキシ - 4 - ( 3 - メタクリロイルオキシ - 2 - ヒドロキシプロピル)フェニル}ベンゾトリアゾール、2 - { 2 - ヒドロキシ - 4 - ( 3 - メタクリロイルオキシプロピル)フェニル}ベンゾトリアゾールなどの2 - ( 2 - ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール類；2 - ( 2 - ヒドロキシ - 4 - メトキシフェニル) - 4, 6 - ジフェニル - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - ( 2 - ヒドロキシ - 4 - ヘキシロキシフェニル) - 4, 6 - ジフェニル - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - ( 2 - ヒドロキシ - 4 - オクトキシフェニル) - 4, 6 - ビス( 2, 4 - ジメチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - { 2 - ヒドロキシ - 4 - ( 3 - C 1 2 ~ 1 3 混合アルコキシ - 2 - ヒドロキシプロポキシ)フェニル} - 4, 6 - ビス( 2, 4 - ジメチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - { 2 - ヒドロキシ - 4 - ( 2 - アクリロイルオキシエトキシ)フェニル} - 4, 6 - ビス( 4 - メチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2 - ( 2, 4 - ジヒドロキシ - 3 - アリルフェニル) - 4, 6 - ビス( 2, 4 - ジメチルフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジン、2, 4, 6 - トリス( 2 - ヒドロキシ - 3 - メチル - 4 - ヘキシロキシフェニル) - 1, 3, 5 - トリアジンなどの2 - ( 2 - ヒドロキシフェニル) - 4, 6 - ジアリール - 1, 3, 5 - トリアジン類；フェニルサリシレート、レゾルシノールモノベンゾエート、2, 4 - ジ第三ブチルフェニル - 3, 5 - ジ第三ブチル - 4 - ヒドロキシベンゾエート、ヘキサデシル - 3, 5 - ジ第三ブチル - 4 - ヒドロキシベンゾエートなどのベンゾエート類；2 - エチル - 2' - エトキシオキザニリド、2 - エトキシ - 4' - ドデシルオキザニリドなどの置換オキザニリド類；エチル - シアノ - , - ジフェニルアクリレート、メチル - 2 - シアノ - 3 - メチル - 3 - ( p - メトキシフェニル)アクリレートなどのシアノアクリレート類；各種の金属塩又は金属キレート、特にニッケル又はクロムの塩又はキレート類などがあげられるが、特に、2 - ( 2 - ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール類または2 - ( 2 - ヒドロキシフェニル) - 4, 6 - ジアリール - 1, 3, 5 - トリアジン類が好ましい。

#### 【 0 0 2 2 】

これら紫外線吸収剤の添加量は、熱硬化性合成樹脂 1 0 0 重量部に対し、好ましくは 0 . 0 1 ~ 1 0 重量部、更に好ましくは 0 . 0 5 ~ 5 重量部であり、0 . 0 1 重量部未満ではその安定化効果が十分に得られず、1 0 重量部を超えて使用しても無駄であるばかりでなく、むしろ塗膜物性に悪影響を及ぼすおそれがあり好ましくない。

#### 【 0 0 2 3 】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物には、必要に応じて、通常の塗料用の安定剤、例えば、他の光安定剤、リン系、フェノール系等の酸化防止剤、可塑剤、流れ調整剤、硬化促進剤、増粘剤、分散剤、顔料、染料、帯電防止剤等を配合することができる。

#### 【 0 0 2 4 】

また、本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物の塗料形態は、溶剤タイプ、液状無溶剤型、水溶性型、水分散型、粉体等が可能で、目的、用途に応じて適宜選択することができる。

#### 【 0 0 2 5 】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物は、一層金属光沢用塗料組成物、又はベースコート層およびトップコート層からなる二層金属光沢用塗料組成物として用いられる。二層金属光沢用塗料組成物として用いる場合には、トップコート層に本発明に係る前記ヒンダードアミン化合物を含有するものが好ましく用いられる。この場合、二層金属光沢用塗料組成物は、2 コート 1 ベーク仕上げの塗膜として形成される。

#### 【 0 0 2 6 】

本発明の熱硬化性合成樹脂塗料組成物は、自動車外装用塗料の用途に用いられる。

#### 【 0 0 2 7 】

#### 【 実施例 】

10

20

30

40

50

次に実施例により本発明の熱硬化性合成樹脂組成物の効果を具体的に示すが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。尚、以下の例中、特に断りのない限り「%」は「重量%」を意味する。

【0028】

実施例1

本実施例においては、金属顔料を含有するベースコートおよび透明なトップコートからなる二層金属光沢塗料組成物（熱硬化性合成樹脂組成物）について、本発明に係る前記ヒンダードアミン化合物（安定剤）の効果を観察した。

【0029】

a) ベースコート塗料

メタクリル酸メチル100g、アクリル酸n-ブチル66g、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル30g、メタクリル酸4g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gをとり、110 に加熱攪拌しながらアゾビスイソブチロニトリル2g、ドデシルメルカプタン0.5g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gからなる溶液を3時間で滴下した。その後、同温度で2時間攪拌し、樹脂固形分50%のアクリル樹脂溶液を調製した。

【0030】

上記アクリル樹脂溶液12重量部、プトキシ化メチロールメラミン（三井東圧製；ユーバンスE60；樹脂固形分60%）2.5重量部、セルロースアセテートブチレート樹脂（20%酢酸ブチル溶液）50重量部、アルミニウム顔料（東洋アルミニウム製；アルペースト1123N）5.5重量部、キシレン10重量部、酢酸ブチル20重量部および銅フタロシアニンブルー0.2重量部をとり、ベースコート塗料とした。

【0031】

b) トップコート塗料

メタクリル酸メチル100g、アクリル酸n-ブチル66g、メタクリル酸-2-ヒドロキシエチル30g、メタクリル酸4g、2-(2-ヒドロキシ-3,5-ジクミルフェニル)ベンゾトリアゾール1g、試験化合物（下記〔表1〕参照）0.5g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gをとり、110 に加熱攪拌しながらアゾビスイソブチロニトリル2g、ドデシルメルカプタン0.5g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gからなる溶液を3時間で滴下した。その後、同温度で2時間攪拌し、樹脂固形分50%のアクリル樹脂溶液を調製した。

【0032】

上記アクリル樹脂溶液48重量部、プトキシ化メチロールメラミン10重量部、キシレン10重量部およびブチルグリコールアセテート4重量部をとり、トップコート塗料とした。

【0033】

プライマー処理した鋼板に上記ベースコート塗料を乾燥膜厚が20μになるようにスプレーし、10分間放置後、上記トップコート塗料を乾燥膜厚が30μになるようにスプレーした。15分間放置後、140 で30分間焼付けし、試験片を作成した。

【0034】

この試験片をウエザオメーターに入れ、塗膜のワレの発生するまでの時間を測定した。その結果を下記〔表1〕に示す。

【0035】

【表1】

10

20

30

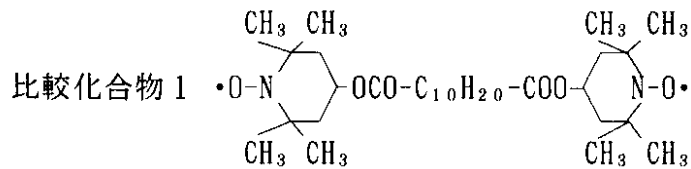
40

No.	試験化合物	ワレ発生時間
比較例 1-1	なし	2 1 0 0
1-2	比較化合物 1	2 5 0 0
実施例 1-1	化合物 1	3 6 0 0
1-2	化合物 2	3 2 0 0
1-3	化合物 3	3 3 0 0

10

【 0 0 3 6 】

【化 7】



20

【 0 0 3 7 】

実施例 2

トップコート塗料として、ヤシ油変性アルキド樹脂（大日本インキ製；ベツコゾール 1 3 2 3；樹脂固形分 6 0 %）7 0 重量部、ブトキシ化メチロールメラミン（ユーバン 2 0 S E 6 0）3 0 重量部、2, 2'-メチレンビス（4-第三オクチル-6-ベンゾトリアゾリルフェノール）および試験化合物（下記〔表 2〕参照）0. 5 重量部の混合物を用いた

30

以外は、実施例 1 と同様にして試験片を作成した。

【 0 0 3 8 】

この試験片をウエザオメーターに入れ、塗膜のワレの発生するまでの時間を測定した。その結果を下記〔表 2〕に示す。

【 0 0 3 9 】

【表 2】

No.	試験化合物	ワレ発生時間
比較例 2-1	なし	2 2 0 0 時間
2-2	比較化合物 1	2 6 0 0
実施例 2-1	化合物 1	3 5 0 0
2-2	化合物 2	3 0 0 0
2-3	化合物 3	3 1 0 0

10

## 【0040】

## 実施例 3

スチレン 20 g、メタクリル酸メチル 20 g、アクリル酸ブチル 20 g、メタクリル酸 2-エチルヘキシル 22 g、メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル 15 g およびメタクリル酸 4 g をアソビスイソブチロニトリルを用いてキシレン中で共重合し、樹脂固形分 50% のアクリル樹脂溶液を調製した。

20

## 【0041】

上記アクリル樹脂溶液 75 重量部、ブトキシ化メチロールメラミン（ユーバン 20SE60）15 重量部、エポキシ樹脂（旭電化製；アデカレジ EP-13）10 重量部、2-(2-ヒドロキシ-3-第三ブチル-5-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール 1 重量部、試験化合物（下記〔表 3〕参照）0.5 重量部、アルミニウム顔料（アルペースト 1123N）30 重量およびキシレン 50 重量部をよく混合し、塗料組成物とした。

30

## 【0042】

プライマー処理した鋼板に上記塗料組成物を乾燥塗膜が 40 μ になるようにスプレーし、10 分間放置後、140 °C で 30 分間焼付けし、試験片を作成した。

## 【0043】

この試験片をウエザオメーターに入れ、3000 時間照射後の光沢（60 度グロス）を測定した。その結果を下記〔表 3〕に示す。

## 【0044】

## 【表 3】

No.	試験化合物	初期の 光沢	照射後 の光沢
比較例 3-1	なし	93	44
3-3	比較化合物1	92	56
実施例 3-1	化合物1	93	71
3-2	化合物2	92	64
3-3	化合物3	94	63

10

## 【0045】

## 実施例4

ポリエステル樹脂（バイエル社製；L/Ue6108）75重量部、ブロック化ポリイソシアネート（バイエル社製；L/Ue6109）25重量部、二酸化チタン30重量部、フタロシアニンプールー1重量部、2-（2-ヒドロキシ-4-オクトキシフェニル）-4,6-ビス（2,4-ジメチルフェニル）-1,3,5-トリアジン1重量部および試験化合物（下記〔表4〕参照）0.5重量部を、トルエン70重量部、キシレン80重量部および酢酸ブチル100重量部の混合溶媒によく分散し、塗料組成物とした。

20

## 【0046】

プライマー処理した鋼板に上記塗料組成物を乾燥膜厚が30 $\mu$ になるようにスプレーし、15分間放置後、180 $^{\circ}$ で30分間焼付けし、試験片を作成した。

## 【0047】

この試験片をウエザオメーターに入れ、1000時間照射後の光沢を測定した。その結果

30

を下記〔表4〕に示す。

## 【0048】

## 【表4】

No.	試験化合物	初期の 光沢	照射後 の光沢
比較例 4-1	なし	94	45
4-2	比較化合物1	95	52
実施例 4-1	化合物1	95	84
4-2	化合物2	96	81
4-3	化合物3	95	80

10

## 【0049】

## 実施例5

スチレン14g、メタクリル酸メチル14g、アクリル酸ブチル14g、メタクリル酸2-エチルヘキシル15g、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル10g、メタクリル酸2gおよび2-(2-ヒドロキシ-3-(2-メトクロイルオキシエチル)-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール31gをアゾビスイソブチロニトリルを用いてキシレン中で重合し、樹脂固形分50%のアクリル樹脂溶液を調製した。(紫外線吸収剤濃厚物)

20

## 【0050】

メタクリル酸メチル100g、アクリル酸n-ブチル66g、メタクリル酸-2-ヒドロキシエチル30g、メタクリル酸4g、上記紫外線吸収剤濃厚物3g、試験化合物(下記〔表5〕参照)1g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gをとり、110に加熱攪拌しながらアゾビスイソブチロニトリル2g、ドデシルメルカプタン0.5g、キシレン80gおよびn-ブタノール20gからなる溶液を3時間で滴下した。その後同温度で2時間攪拌し、樹脂固形分50%のアクリル樹脂溶液を調製した。

30

## 【0051】

上記アクリル樹脂溶液48重量部、ブトキシ化メチロールメラミン10重量部、キシレン10重量部およびブチルグリコールアセテート4重量部をとり、トップコート塗料とした。

## 【0052】

プライマー処理した鋼板に実施例1で作成したベースコート塗料を乾燥膜厚が20μになるようにスプレーし、10分間放置後、上記トップコート塗料を乾燥膜厚が30μになるようにスプレーした。15分間放置後、140で30分間焼付けし、試験片を作成した。

40

## 【0053】

この試験片をウエザオメーターに入れ、塗膜のワレの発生するまでの時間を測定した。その結果を下記〔表5〕に示す。

## 【0054】

## 【表5】

No.	試験化合物	ワレ発生時間
比較例 5-1	なし	2000時間
5-2	比較化合物1	2200
実施例 5-1	化合物1	2900
5-2	化合物2	2600
5-3	化合物3	2700

10

## 【0055】

以上の結果より、熱硬化性合成樹脂塗料組成物を安定化するのに、ヒンダードアミン化合物を含有しない場合（比較例1-1、2-1、3-1、4-1、5-1）には、光により劣化が著しく、前記一般式（I）以外のヒンダードアミン化合物を併用した場合（比較例1-2、2-2、3-2、4-2、5-2）には、ある程度の改善効果は見られるもののその耐光性は十分ではないことが判る。

20

## 【0056】

これに対し、熱硬化性合成樹脂塗料組成物を安定化するのに、本発明に係る前記一般式（I）で表されるヒンダードアミン化合物を含有させることにより、その耐光性は著しく改善できることが判る（各実施例）。

## 【0057】

## 【発明の効果】

本発明の熱硬化製合成樹脂塗料組成物は、特定のヒンダードアミン化合物を含有するもので、耐光性が著しく改善されたものである。

30

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平04-362632(JP,A)  
特開平09-194740(JP,A)  
特開平06-041477(JP,A)  
特開平02-300170(JP,A)  
特開平06-247932(JP,A)  
特開昭60-067587(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09D 1/00- 10/00  
C09D101/00-201/10  
CAplus(STN)  
REGISTRY(STN)