

【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23年1月13日 (2011.1.13)

【公表番号】特表2010-513610(P2010-513610A)

【公表日】平成22年4月30日 (2010.4.30)

【年通号数】公開・登録公報2010-017

【出願番号】特願2009-541815(P2009-541815)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/00 (2006.01)

C 0 9 D 11/00 (2006.01)

C 0 9 D 5/02 (2006.01)

C 0 9 D 175/12 (2006.01)

B 0 5 D 7/24 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 18/00 C

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 5/02

C 0 9 D 175/12

B 0 5 D 7/24 3 0 2 T

【手続補正書】

【提出日】平成22年11月16日 (2010.11.16)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 7 】

本発明の方法の 1 つの好ましい態様では、イソシアネート反応性成分 a 2) および a 3) 並びに触媒 k) を まず導入し、次いで、本発明の方法の工程 I のポリイソシアネート a 1) を添加する。この場合の温度範囲は、好ましくは 5 0 ~ 1 4 0 に設定する。触媒 k) は、成分 a 1)、a 2) または a 3) の各々に混合しても良いし、或いは独立して添加してもよい。工程 I に従った反応は、非イソシアネート反応性溶媒、いわゆる共溶媒中で実施できる。共溶媒を用いずに、この反応工程 I を実施することが好ましい。成分 k)、a 1)、a 2) および a 3) を工程 I に従って混合した後、赤外分光法によって N C O 基がもはや検出されなくなるまで攪拌を継続する。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 8 】

次いで、1 つの好ましい態様では、工程 I I で得たヒドロキシル官能性かつ N C O 不含のポリウレタンを、1 0 1 . 3 k P a (1 0 1 3 m b a r) の圧力下で 8 5 未満の沸点を有する揮発性水混和性共溶媒 (例えばアセトン) に溶解し、続いて、溶液をブロッキング剤 a 4) と混合する。代わりに、まず、ブロッキング剤を、本発明の方法の工程 I I からのポリウレタンに混合し、次いで、得られた混合物を溶媒に溶解することもできる。工程 I I からの混合物の好ましい溶媒含有量は、混合物の粘度に依存し、0 ~ 6 0 重量 %、特に好ましくは 5 ~ 3 0 重量 % である。温度は、0 ~ 8 0、好ましくは 2 0 ~ 5 0

に設定する。その後、温度が 80 を超えないような速度で、ポリイソシアネート成分 a 5) を計量添加する。添加および続く攪拌の間、20 ~ 60 の温度範囲を維持することが好ましい。赤外分光法によって NCO 基がもはや検出されなくなるまで、混合物を攪拌する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

水に分散させるため、必要に応じて強い剪断を伴って、一般的には 1 W / L ~ 1000 k W / L の攪拌エネルギーを用いて、ポリウレタン溶液を分散水に導入するか、または逆に、分散水をポリウレタン溶液に添加して攪拌する。好ましくは、水を溶解ポリウレタンに添加する。工程 V I I での分散終了後、存在する揮発性溶媒を蒸留により除去する。蒸留は、好ましくは、20 ~ 70、より好ましくは 30 ~ 50 の温度で減圧下実施する。減圧は、好ましくは 5 ~ 50 k P a (50 ~ 500 m b a r)、より好ましくは 10 ~ 20 k P a (100 ~ 200 m b a r) に設定する。まず、所望の温度に設定して蒸留に必要な減圧に適合させることができ、またはその逆も可能である。1つの特に好ましい方法では、まず、10 ~ 20 k P a の減圧を設定し、次いで、分散体を室温 ~ 40 に温める。この方法の利点は、完成分散体中の溶媒量を少なくできることである。溶媒量は一般に、分散体に対して 0.5 重量 % 未満である。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0069】

続いて、混合物を 70 まで冷却し、その後、140 g のアセトンを添加して 40 まで冷却した。40 で 50.5 g の 3, 5 - ジメチルピラゾールを添加して 20 分間攪拌し、その後、102.4 g の Desmodur (登録商標) N 3300 を 1 時間にわたって計量添加した。このとき、温度は 35 ~ 40 であった。赤外線分光法によってイソシアネート基がもはや検出されなくなるまで、攪拌を 1 時間継続した。続いて、20.9 g の N, N - ジメチルエタノールアミンを添加し、40 で 10 分間攪拌を継続し、その後、789 g の脱イオン水を添加した。微粒子分散体が生成した。減圧下 (12 k P a (120 m b a r))、40 で約 2 時間にわたって蒸留することによって、該分散体からアセトンを除去した。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

続いて、混合物を 70 まで冷却し、その後、140 g のアセトンを添加して 40 まで冷却した。40 で 45.7 g のブタノンオキシムを添加して 20 分間攪拌し、その後、102.4 g の Desmodur (登録商標) N 3300 を 1 時間にわたって計量添加した。このとき、温度は 35 ~ 40 であった。赤外線分光法によってイソシアネート基がもはや検出されなくなるまで、攪拌を 1 時間継続した。続いて、20.9 g の N, N - ジメチルエタノールアミンを添加し、40 で 10 分間攪拌を継続し、その後、975 g の脱イオン水を添加した。微粒子分散体が生成した。減圧下 (12 k P a)、40 で約 2 時間にわたって蒸留することによって、該分散体からアセトンを除去した。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0075

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0075】

続いて、混合物を 70℃ まで冷却し、その後、140 g のアセトンを添加して 40℃ まで冷却した。40℃ で 45.7 g のブタノンオキシムを添加して 20 分間攪拌し、その後、102.4 g の Desmodur (登録商標) N 3300 を 1 時間にわたって計量添加した。このとき、温度は 35 ~ 40℃ であった。赤外線分光法によってイソシアネート基がもはや検出されなくなるまで、攪拌を 1 時間継続した。続いて、20.9 g の N, N - ジメチルエタノールアミンを添加し、40℃ で 10 分間攪拌を継続し、その後、975 g の脱イオン水を添加した。微粒子分散体が生成した。減圧下 (12 kPa)、40℃ で約 2 時間にわたって蒸留することによって、該分散体からアセトン除去した。