

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2013-510203

(P2013-510203A)

(43) 公表日 平成25年3月21日(2013.3.21)

(51) Int.Cl.

C08F 2/44 (2006.01)
C08L 75/04 (2006.01)
C08L 33/04 (2006.01)
C08K 5/16 (2006.01)
C08G 18/28 (2006.01)

F 1

C08F 2/44
C08L 75/04
C08L 33/04
C08K 5/16
C08G 18/28

Z

テーマコード(参考)

2K008
4J002
4J011
4J034

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 62 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2012-537365 (P2012-537365)
(86) (22) 出願日 平成22年11月2日 (2010.11.2)
(85) 翻訳文提出日 平成24年7月6日 (2012.7.6)
(86) 國際出願番号 PCT/EP2010/066591
(87) 國際公開番号 WO2011/054795
(87) 國際公開日 平成23年5月12日 (2011.5.12)
(31) 優先権主張番号 09013770.4
(32) 優先日 平成21年11月3日 (2009.11.3)
(33) 優先権主張国 歐州特許庁 (EP)

(71) 出願人 504037346
バイエル・マテリアルサイエンス・アクチ
エンゲゼルシャフト
Bayer MaterialScien
ce AG
ドイツ連邦共和国デーー51368レーフ
エルクーゼン
(74) 代理人 100081422
弁理士 田中 光雄
(74) 代理人 100101454
弁理士 山田 車二
(74) 代理人 100104592
弁理士 森住 憲一
(74) 代理人 100162710
弁理士 梶田 真理奈

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】感光性ポリマー組成物における添加剤としてのフルオロウレタン

(57) 【要約】

本発明は、マトリックスポリマー、書込モノマーおよび光開始剤を含んでなる感光性ポリマー組成物、光学素子の製造のための、特にホログラフィック素子およびホログラフィー像の製造のための、感光性ポリマー組成物の使用、感光性ポリマー組成物から製造されたホログラフィック媒体の露光方法、および特定のフルオロウレタンに関する。

【特許請求の範囲】

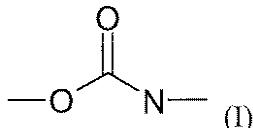
【請求項 1】

マトリックスポリマー、書込モノマーおよび光開始剤を含んでなる感光性ポリマー組成物であって、可塑剤としてのフルオロウレタンを含んでなることを特徴とする組成物。

【請求項 2】

フルオロウレタンが、一般式(Ⅰ)：

【化 1】

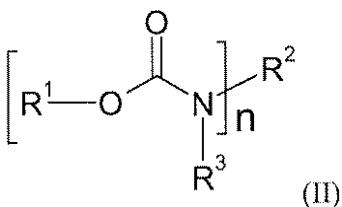


で示される構成要素を少なくとも1つ有しており、少なくとも1個のフッ素原子で置換されていることを特徴とする、請求項1に記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 3】

フルオロウレタンが、一般式(Ⅱ)：

【化 2】



[式中、nは1以上8以下であり、R¹、R²、R³は、水素、および/または互いに独立して未置換のまたは場合によりヘテロ原子で置換されていてもよい直鎖、分岐、環式または複素環式の有機基であり、基R¹、R²、R³の少なくとも1つは少なくとも1個のフッ素原子で置換されている]

で示されることを特徴とする、請求項1または2に記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 4】

R¹が、少なくとも1個のフッ素原子を有する有機基であることを特徴とする、請求項3に記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 5】

R¹が、1~20個のCF₂基および/または1個以上のCF₃基、より好ましくは1~15個のCF₂基および/または1個以上のCF₃基、特に好ましくは1~10個のCF₂基および/または1個以上のCF₃基を含んでなり、R²が、C₁~C₂₀アルキル基、好ましくはC₁~C₁₅アルキル基、特に好ましくはC₁~C₁₀アルキル基、または水素を含んでなり、および/またはR³が、C₁~C₂₀アルキル基、好ましくはC₁~C₁₅アルキル基、特に好ましくはC₁~C₁₀アルキル基、または水素を含んでなることを特徴とする、請求項3に記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 6】

フルオロウレタンが、ウレトジオン構成要素、イソシアヌレート構成要素、ビウレット構成要素、アロファネート構成要素、ポリウレア構成要素、オキサジアザジオン構成要素および/またはイミノオキサジアジンジオン構成要素および/またはこれら構成要素の混合物を有することを特徴とする、請求項1~5のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 7】

フルオロウレタンが、1.4600以下、好ましくは1.4500以下、特に好ましくは1.4400以下、とりわけ好ましくは1.4300以下の屈折率n_D²⁰を有することを特徴とする、請求項1~5のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項 8】

10

20

30

40

50

フルオロウレタンが、10～80重量%、好ましくは12.5～75重量%、特に好ましくは15～70重量%、とりわけ好ましくは17.5～65重量%のフッ素含量を有することを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項9】

マトリックスポリマーがポリウレタンであることを特徴とする、請求項1～8のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。

【請求項10】

書込モノマーが、アクリレート、好ましくは1.50超の屈折率 n_D^{20} を有するアクリレート、より好ましくはウレタンアクリレート、特に好ましくは芳香族ウレタンアクリレート、好ましくは1.50超の屈折率 n_D^{20} を有する、ウレタンアクリレート、特に芳香族ウレタンアクリレートであることを特徴とする、請求項1～9のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。10

【請求項11】

感光性ポリマー組成物が、15～79重量%、好ましくは30～60重量%のマトリックスポリマー、5～50重量%、好ましくは10～40重量%の書込モノマー、1～10重量%、好ましくは1～3重量%の光開始剤、5～50重量%、好ましくは10～40重量%のフルオロウレタン、および0～10重量%の別の添加剤を含有し、これら成分の和が100重量%となることを特徴とする、請求項1～10のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物。20

【請求項12】

光学素子の製造のための、特にホログラフィック素子およびホログラフィー像の製造のための、請求項1～11のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物の使用。

【請求項13】

書込モノマーを電磁線によって空間的分離を伴って選択的に重合させる、請求項1～11のいずれかに記載の感光性ポリマー組成物を含んでなるホログラフィック媒体の露光方法。

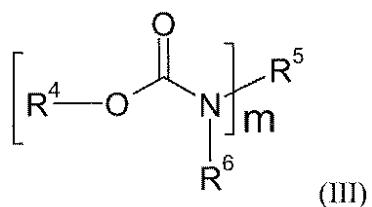
【請求項14】

イミノオキサジアジンジオンまたはオキサジアザジオンを含有し、少なくとも1個の遊離イソシアネート基を有するポリイソシアネートと、アルコールとを反応させることにより得ることができるフルオロウレタンであって、ポリイソシアネートおよび/またはアルコールが少なくとも1個のフッ素原子で置換されている、フルオロウレタン。30

【請求項15】

一般式(I II I)：

【化3】



[式中、mは1以上8以下であり、R⁴、R⁵、R⁶は、水素、および/または互いに独立して未置換のまたは場合によりヘテロ原子で置換されていてもよい、イミノオキサジアジンジオン構成要素および/またはオキサジアザジオン構成要素を有する直鎖、分岐、環式または複素環式の有機基であるとともに、基R⁴、R⁵、R⁶の少なくとも2つは少なくとも1個のフッ素原子で置換されている]

で示されるフルオロウレタン。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、マトリックスポリマー、書込モノマーおよび光開始剤を含んでなる感光性ポ

10

20

30

40

50

リマー組成物、光学素子の製造のための、特にホログラフィック素子およびホログラフィー像の製造のための、感光性ポリマー組成物の使用、感光性ポリマー組成物を含んでなるホログラフィック媒体の露光方法、および特定のフルオロウレタンに関する。

【背景技術】

【0002】

WO 2008 / 125229 A1 は、上記したタイプの感光性ポリマー組成物を記載している。この感光性ポリマー組成物は、ポリウレタン系マトリックスポリマー、アクリレート系書込モノマー、および光開始剤を含んでなる。硬化状態で、書込モノマーおよび光開始剤は、ポリウレタンマトリックス中に、空間的に分布して埋め込まれている。同特許文献は、フタル酸ジブチル、工業用プラスチックのための一般的な可塑剤を感光性ポリマー組成物に添加できることも記載している。

10

【0003】

以下に記載する使用分野における感光性ポリマー組成物の使用にとって、感光性ポリマーにおけるホログラフィック露光によって生じる屈折率変調 n は重要な役割を果たす。ホログラフィック露光の際、信号光と参照光の干渉場（最も単純なケースでは、2つの平面波の干渉場）には、干渉場における高強度部位での、例えば高屈折アクリレートの、局所的な光重合によって、屈折率格子が発現する。感光性ポリマーにおける屈折率格子（ホログラム）は、信号光の情報の全てを含む。参照光のみでホログラムを照射することによって、信号を再生することができる。入射参照光の強度に対する、このように再生された信号の強度は、以下において、回折効率または D_E と称する。2つの平面波の重ね合わせから生じる最も単純なホログラムの場合、 D_E は、再生時に回折された光の強度を、入射参照光および回折光の強度の和で割った商である。 D_E が大きいほど、信号を一定の明るさで表示させるのに必要な参照光の光量に対するホログラムの効率は高くなる。高屈折アクリレートは、屈折率の低い領域と屈折率の高い領域の間に大きい幅を有する屈折率格子を形成することができるので、感光性ポリマー組成物においてホログラムが高い D_E および高い n を有することが可能となる。 D_E が n と感光性ポリマー層厚さ d の積に依存することに留意しなければならない。この積が大きいほど、（反射型ホログラムについて）可能な D_E は大きくなる。例えば单色照射時に、ホログラムが見える（再生される）角度範囲幅は、層厚さ d のみに依存する。例えば白色光での、ホログラムの照射時に、ホログラムの再生に寄与するスペクトル領域幅もまた、層厚さ d のみに依存する場合がある。 d が小さいほど、それぞれの許容幅は大きくなる。従って、明るくて見やすいホログラムの形成を意図するのであれば、特に D_E が可能な限り大きくなるように、 $n \cdot d$ が大きく、厚さ d が小さいことが望ましい。このことは、 n が大きいほど、 D_E の低下を伴わない明るいホログラムのための層厚さ d の設定における許容幅がより大きくなることを意味する。従って、 n の最適化は、感光性ポリマー組成物の最適化において非常に重要である（P. Hariharan, Optical Holography, 第2版、Cambridge University Press, 1996）。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

30

【特許文献1】 WO 2008 / 125229 A1

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の目的は、既知の組成物と比べて明るいホログラムを製造できる感光性ポリマー組成物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

この目的は、本発明の感光性ポリマー組成物に、可塑剤としてのフルオロウレタンが含まれることによって達成される。

50

【発明の効果】

【0007】

既知の感光性ポリマー組成物にフルオロウレタンを添加すると、その組成物から製造されたホログラムの n 値が大きくなることが見出された。つまり、このことは、本発明の組成物から形成されるホログラムが、既知のホログラムと比べて、より明るいことを意味する。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】図1は、 $\lambda = 633\text{ nm}$ (He - Neレーザー)でのホログラフィック媒体試験器(HMT)の配置を示す。
10

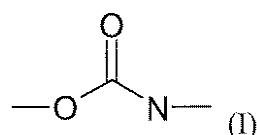
【図2】図2は、角度離調 θ に対する、結合波理論に従ったブレッギング曲線 (破線)、測定回折効率(黒丸)および透過出力(実線)を示す。

【発明を実施するための形態】

【0009】

フルオロウレタンは、好ましくは、一般式(I)：

【化1】

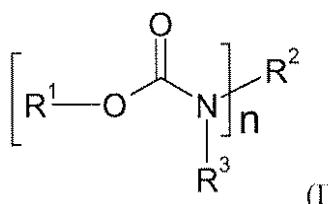


で示される構成要素を有し、少なくとも1個のフッ素原子で置換されている化合物である。
20

【0010】

フルオロウレタンは、より好ましくは、一般式(II)：

【化2】



[式中、 n は 1 以上 8 以下であり、 R^1 、 R^2 、 R^3 は、水素、および / または互いに独立して未置換のまたは場合によりヘテロ原子で置換されていてもよい直鎖、分岐、環式または複素環式の有機基であり、基 R^1 、 R^2 、 R^3 の少なくとも 1 つは少なくとも 1 個のフッ素原子で置換されている]
30

で示される。本発明では、 R^1 が、少なくとも 1 個のフッ素原子を有する有機基であることが特に好ましい。

【0011】

別の態様によれば、 R^1 は、1 ~ 20 個の CF_2 基および / または 1 個以上の CF_3 基、より好ましくは 1 ~ 15 個の CF_2 基および / または 1 個以上の CF_3 基、特に好ましくは 1 ~ 10 個の CF_2 基および / または 1 個以上の CF_3 基を含んでよく、 R^2 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル基、好ましくは $C_1 \sim C_{15}$ アルキル基、特に好ましくは $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、または水素を含んでよく、および / または R^3 は、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル基、好ましくは $C_1 \sim C_{15}$ アルキル基、特に好ましくは $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、または水素を含んでよい。
40

【0012】

フルオロウレタンが、ウレトジオン構成要素、イソシアヌレート構成要素、ビウレット構成要素、アロファネート構成要素、ポリウレア構成要素、オキサジアザジオノン構成要素および / またはイミノオキサジアジンジオノン構成要素および / またはこれら構成要素の混
50

合物を有することが特に好ましい。

【0013】

フルオロウレタンは、特に1.4600以下、好ましくは1.4500以下、特に好ましくは1.4400以下、とりわけ好ましくは1.4300以下の屈折率 n_D^{20} を有してよい。

【0014】

フルオロウレタンは、10～80重量%のフッ素含量、好ましくは12.5～75重量%のフッ素含量、特に好ましくは15～70重量%のフッ素含量、とりわけ好ましくは17.5～65重量%のフッ素含量を有してよい。

【0015】

式(III)で示されるフルオロウレタンは、式R[NCO]_nで示されるイソシアネートと、フッ素化アルコールとの、ウレタン形成を伴った互いの化学量論比での反応によって得ることができる。

【0016】

式R[NCO]_nで示される好ましいイソシアネートは、メチルイソシアネート、エチルイソシアネート、異性体プロピルイソシアネート、異性体ブチルイソシアネート、異性体ペンチルイソシアネート、異性体ヘキシリイソシアネート、異性体ヘプチルイソシアネート、異性体オクチルイソシアネート、異性体ノニルイソシアネート、異性体デシルイソシアネート、ステアリルイソシアネート、シクロプロピルイソシアネート、シクロブチルイソシアネート、シクロペンチルイソシアネート、シクロヘキシリイソシアネート、シクロヘプチルイソシアネート、2-メチル pentan-1,5-ジイソシアネート(MPDI)、ドデカメチレンジイソシアネート、1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン(TIN)、6-ジイソシアナトヘキサン(HDI、Desmodur H)、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン(IPDI、Desmodur I)、2,4,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアネート(TMDI)、ジシクロヘキシリメタンジイソシアネート(Desmodur W)、ヘキサヒドロトリレンジイソシアネート(H6TDI)、ビス(4-イソシアナトシクロヘキシリ)メタン(H12-MDI)、1,3-ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、Desmodur LD、Desmodur N 100、Desmodur N3200、Desmodur N3300、Desmodur N3350、Desmodur N3368、Desmodur N3375、Desmodur N3390、Desmodur N3400、Desmodur N3600、Desmodur N3790、Desmodur N3800、Desmodur N3900、Desmodur N50、Desmodur N75、Desmodur NZ1、Desmodur PL340、Desmodur PL350、Desmodur PM76、Desmodur BL3175、Desmodur BL3272、Desmodur BL3370、Desmodur BL3475、Desmodur BL4265、Desmodur BL5375、Desmodur BLXP2677、Desmodur DA-L、Desmodur DN、Desmodur E 305、Desmodur E3265、Desmodur E3370、Baymicron OXA、Desmodur VP LS 2078/2、Desmodur VP LS 2114/1、Desmodur VP LS 2257、Desmodur VP LS 2352/1、Desmodur VP LS 2371、Desmodur VP LS 2376/1、Desmodur XP 2406、Desmodur XP 2489、Desmodur XP 2565、Desmodur XP 2580、Desmodur XP 2599、Desmodur XP 2617、Desmodur XP 2626、Desmodur XP 2675、Desmodur XP 2679、Desmodur XP 2714、Desmodur XP 2730、Desmodur XP 2731、Desmodur XP 2742、Desmodur XP 2748、Desmodur Z 4470またはそれらの混合物である。

【0017】

式R[NCO]_nで示される特に好ましいイソシアネートは、異性体プロピルイソシアネート、異性体ブチルイソシアネート、異性体ペンチルイソシアネート、異性体ヘキシリイソシアネート、異性体ヘプチルイソシアネート、異性体オクチルイソシアネート、異性体ノニルイソシアネート、異性体デシルイソシアネート、ステアリルイソシアネート、1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン(TIN)、6-ジイソシアナトヘキサン(HDI、Desmodur H)、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン(IPDI、Desmodur I)、2,4,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアネート(TMDI)、ジシクロヘキシリメタンジイソシアネート(Desmodur W)、ヘキサヒドロトリレンジイソシアネート(H6TDI)、1

10

20

30

40

50

, 3 - ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、Desmodur LD、Desmodur N3400、Desmodur N3600、Baymicron OXAまたはそれらの混合物である。

【0018】

式 R [N C O]_n で示される非常に好ましいイソシアネートは、イソプロピルイソシアネート、n - ブチルイソシアネート、n - ヘキシリイソシアネート、n - オクチルイソシアネート、n - デシルイソシアネート、シクロヘキシリイソシアネート、ステアリルイソシアネート、1 . 8 - ジイソシアナト - 4 - (イソシアナトメチル)オクタン (TIN) 10 、6 - ジイソシアナトヘキサン (HDI、Desmodur H)、1 - イソシアナト - 3 , 3 , 5 - トリメチル - 5 - イソシアナトメチルシクロヘキサン (IPDI、Desmodur I)、2 , 4 , 4 - トリメチルヘキサン - 1 , 6 - ジイソシアネート (TMDI)、ジシクロヘキシリメタンジイソシアネート (Desmodur W)、ヘキサヒドロトリレンジイソシアネート (H6TDI)、1 , 3 - ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、Desmodur LD、Desmodur N3400、Desmodur N3600、Desmodur N3900、Baymicron OXAまたはそれらの混合物である。

【0019】

フッ素化アルコールの好ましい選択肢は広く、30 ~ 82 % のフッ素含量、好ましくは40 ~ 80 % のフッ素含量、特に好ましくは49 ~ 75 % のフッ素含量を有する第一級または第二級、単官能性、二官能性または三官能性のアルコールを使用することが好ましい。

【0020】

フルオロウレタンを調製するための、上記したそれぞれの場合における、記載したタイプのアルコールとイソシアネートとの反応はウレタン化である。反応は、イソシアネート付加反応を促進するための既知の触媒、例えば、第三級アミン、スズ化合物、亜鉛化合物、鉄化合物またはビスマス化合物、特に、トリエチルアミン、1 , 4 - ジアザビシクロ [2 . 2 . 2] オクタン、オクタン酸ビスマス、オクタン酸亜鉛またはジラウリン酸ジブチルスズを用いて実施してよく、これらは、反応の開始時または開始後に添加してよい。

【0021】

フルオロウレタンは、0 . 5 重量%未満、好ましくは0 . 2 重量%未満、特に好ましくは0 . 1 重量%未満のイソシアネート基 (M = 42 g / mol) 含量、即ち遊離イソシアネート基モノマー含量を有してよい。

【0022】

更に、フルオロウレタンは、1 重量%未満、好ましくは0 . 5 重量%未満、特に好ましくは0 . 2 重量%未満の未反応ヒドロキシ官能性化合物含量を有してよい。

【0023】

フルオロウレタンは、10 ~ 80 重量% のフッ素含量、好ましくは12 . 5 ~ 75 重量% のフッ素含量、特に好ましくは15 ~ 70 重量% のフッ素含量、とりわけ好ましくは17 . 5 ~ 65 重量% のフッ素含量を有してよい。

【0024】

フルオロウレタンは、1 . 4600 以下、好ましくは1 . 4500 以下、特に好ましくは1 . 4400 以下、とりわけ好ましくは1 . 4300 以下の屈折率 n_D²⁰ を有する。

【0025】

フルオロウレタンの調製において、イソシアネートおよびアルコールをそれぞれ、非反応性溶媒 (例えば、芳香族または脂肪族炭化水素、芳香族または脂肪族ハロゲン化炭化水素)、或いは塗料溶媒 (例えば、酢酸エチル、酢酸ブチル、アセトン、ブタノン、エーテル、例えばテトラヒドロフランまたはtert - ブチルメチルエーテル)、或いは双極性非プロトン性溶媒 (例えば、ジメチルスルホキシド、N - メチルピロリドンまたはN - エチルピロリドン) に溶解してよく、イソシアネートおよびアルコールは、当業者に既知の方法で調製の開始時または開始後に添加してよい。

【0026】

反応終了後、非反応性溶媒を、大気圧下または減圧下、混合物から除去してよく、その

10

20

30

40

50

終点は、固形分を測定することによって決定する。固形分は、フルオロウレタンに基づいて、典型的には 99.999 ~ 95.0 重量%、好ましくは 99.998 ~ 98.0 重量% の範囲である。

【0027】

マトリックスポリマーは特にポリウレタンであってよい。ポリウレタンは好ましくは、イソシアネート成分 a) とイソシアネート反応性成分 b)との反応によって得ることができる。

【0028】

イソシアネート成分 a) は、好ましくはポリイソシアネートを包含する。使用してよいポリイソシアネートは、一分子あたり平均して 2 つ以上の NCO 官能基を有する当業者に既知の化合物の全てまたはその混合物である。ポリイソシアネートは、芳香族、芳香脂肪族、脂肪族または脂環式であってよい。少ない量でなら、付隨的に、不飽和基を有するモノイソシアネートおよび / またはポリイソシアネートを使用することもできる。

10

【0029】

例えば、ブ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 (HDI)、イソホロンジイソシアネート (IPDI)、1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン、2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートおよび / または 2,4,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、異性体ビス (4,4'-イソシアナトシクロヘキシル) メタンおよび所望の異性体含量を有するそれらの混合物、イソシアナトメチル-1,8-オクタンジイソシアネート、1,4-シクロヘキシレンジイソシアネート、異性体シクロヘキサンジメチレンジイソシアネート、1,4-フェニレンジイソシアネート、2,4-トルエンジイソシアネートおよび / または 2,6-トルエンジイソシアネート、1,5-ナフチレンジイソシアネート、2,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートまたは 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートおよび / またはトリフェニルメタン-4,4',4'''-トリイソシアネートが適している。

20

【0030】

ウレタン構造、ウレア構造、カルボジイミド構造、アシリルウレア構造、イソシアヌレート構造、アロファネート構造、ビウレット構造、オキサジアジントリオン構造、ウレトジオン構造および / またはイミノオキサジアジンジオン構造を有する、モノマージイソシアネートまたはトリイソシアネートの誘導体を使用することもできる。

30

【0031】

脂肪族および / または脂環式のジイソシアネートまたはトリイソシアネートに基づくポリイソシアネートを使用することが好ましい。

【0032】

成分 a) のポリイソシアネートは、特に好ましくは、二量化またはオリゴマー化された脂肪族および / または脂環式のジイソシアネートまたはトリイソシアネートである。

【0033】

HDI および 1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタンに基づく、イソシアヌレート、ウレトジオンおよび / またはイミノオキサジアジンジオン或いはそれらの混合物が特に好ましい。

40

【0034】

ウレタン基、アロファネート基、ビウレット基および / またはアミド基を有する NCO 官能性プレポリマーを成分 a) として使用することもできる。成分 a) としてのプレポリマーは、場合により触媒および溶媒を使用した、適當な化学量論量での、モノイソシアネート、オリゴイソシアネートまたはポリイソシアネート a 1) とイソシアネート反応性化合物 a 2)との反応により、当業者によく知られている方法で得られる。

【0035】

適當なポリイソシアネート a 1) は、当業者に自体知られている、脂肪族、脂環式、芳香族または芳香脂肪族のジイソシアネートおよびトリイソシアネートであって、それらがホスゲン法によって得られたのかまたはホスゲンフリー法によって得られたのかは重要で

50

はない。また、当業者に自体よく知られており、ウレタン構造、ウレア構造、カルボジイミド構造、アシルウレア構造、イソシアヌレート構造、アロファネート構造、ビウレット構造、オキサジアジントリオン構造、ウレトジオン構造またはイミノオキサジアジンジオン構造を有するモノマージイソシアネートおよび／またはトリイソシアネートの高分子量二次生成物を、単独でまたは互いの所望の混合物として使用することもできる。

【0036】

成分a1)として使用することができる適當なモノマージイソシアネートまたはトリイソシアネートの例は、ブ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(HDI)、イソホロンジイソシアネート(IPDI)、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート(TMDI)、1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン、イソシアナトメチル-1,8-オクタンジイソシアネート(TIN)、2,4-トルエンジイソシアネートおよび／または2,6-トルエンジイソシアネートである。

10

【0037】

プレポリマーの合成に関するイソシアネート反応性化合物a2)として、OH官能性化合物を使用することが好ましい。これらは、後の成分b)についての記載に示されているようなOH官能性化合物と類似している。

【0038】

プレポリマーを調製するために、アミンを使用することもできる。例えば、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、プロピレンジアミン、ジアミノシクロヘキサン、ジアミノベンゼン、ジアミノビスフェニル、二官能性ポリアミン、例えばJeffamine(登録商標)、10000g/molの数平均分子量を有するアミン末端ポリマー、および互いの所望の混合物が適している。

20

【0039】

ビウレット基を有するプレポリマーを調製するためには、イソシアネートをアミンと過剰に反応させ、この過程においてビウレット基を生成させる。記載したジイソシアネート、トリイソシアネートおよびポリイソシアネートとの反応の際の適當なアミンは、先に記載したタイプのオリゴマーまたはポリマー、第一級または第二級の二官能性アミンの全てである。

【0040】

好ましいプレポリマーは、脂肪族イソシアネート官能性化合物と、200~10000g/molの数平均分子量を有するオリゴマーまたはポリマーのイソシアネート反応性化合物とから得られた、ウレタン、アロファネートまたはビウレットであり；脂肪族イソシアネート官能性化合物と、500~8500g/molの数平均分子量を有するオリゴマーまたはポリマーのポリオールまたはポリアミンとから得られた、ウレタン、アロファネートまたはビウレットが特に好ましく；HDIまたはTMDIと、1000~8200g/molの数平均分子量を有する二官能性ポリエーテルポリオールとから得られたアロファネートがとりわけ好ましい。

30

【0041】

先に記載したプレポリマーは、好ましくは1重量%未満、より好ましくは0.5重量%未満、特に好ましくは0.2重量%未満の遊離モノマーイソシアネートの残留含量を有する。

40

【0042】

記載したプレポリマーに加えて、イソシアネート成分はもちろん、別のイソシアネート成分をある割合で含有してもよい。芳香族、芳香脂肪族、脂肪族および脂環式のジイソシアネート、トリイソシアネートまたはポリイソシアネートがこの目的に適している。そのようなジイソシアネート、トリイソシアネートまたはポリイソシアネートの混合物を使用することもできる。適當なジイソシアネート、トリイソシアネートまたはポリイソシアネートの例は、ブ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(HDI)、イソホロンジイソシアネート(IPDI)、1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン、2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートおよび／

50

または 2 , 4 , 4 - トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート (TMDI) 、異性体ビス (4 , 4 ' - イソシアナトシクロヘキシル) メタンおよび所望の異性体含量を有するそれらの混合物、イソシアナトメチル - 1 , 8 - オクタンジイソシアネート、1 , 4 - シクロヘキシレンジイソシアネート、異性体シクロヘキサンジメチレンジイソシアネート、1 , 4 - フェニレンジイソシアネート、2 , 4 - トルエンジイソシアネートおよび / または 2 , 6 - トルエンジイソシアネート、1 , 5 - ナフチレンジイソシアネート、2 , 4 ' - ジフェニルメタンジイソシアネートまたは 4 , 4 ' - ジフェニルメタンジイソシアネート、トリフェニルメタン - 4 , 4 ' , 4 '' - トリイソシアネート、またはウレタン構造、ウレア構造、カルボジイミド構造、アシルウレア構造、イソシアヌレート構造、アロファネート構造、ビウレット構造、オキサジアジントリオン構造、ウレトジオン構造またはイミノオキサジアジンジオン構造を有するそれらの誘導体、およびそれらの混合物である。オリゴマー化および / または誘導体化ジイソシアネートに基づき、適当な方法によって過剰ジイソシアネートを除去したポリイソシアネートが好ましく、特にヘキサメチレンジイソシアネートに基づく前記ポリイソシアネートが好ましい。 HDI に基づくオリゴマーのイソシアヌレート、ウレトジオンおよびイミノオキサジアジンジオン、並びにそれらの混合物が特に好ましい。

10

【 0043 】

場合により、イソシアネート成分 a) が、イソシアネート反応性エチレン性不飽和化合物と部分的に反応したイソシアネートをある割合で含有することも可能である。本発明では、イソシアネート反応性エチレン性不飽和化合物として、 - 不飽和カルボン酸誘導体、例えば、アクリレート、メタクリレート、マレエート、スマレート、マレイミド、アクリルアミド、ビニルエーテル、プロペニルエーテル、アリルエーテル、並びにジシクロペンタジエニル単位および少なくとも 1 つのイソシアネート反応性基を有する化合物を使用することが好ましい。イソシアネート反応性エチレン性不飽和化合物は、特に、少なくとも 1 つのイソシアネート反応性基を有する、アクリレートおよびメタクリレートである。適当なヒドロキシ官能性アクリレートまたはメタクリレートは、例えば、2 - ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、ポリエチレンオキシドモノ (メタ) アクリレート、ポリプロピレンオキシドモノ (メタ) アクリレート、ポリアルキレンオキシドモノ (メタ) アクリレート、ポリ (- カプロラクトン) モノ (メタ) アクリレート、例えば Tone (登録商標) M100 (Dow 、米国) 、2 - ヒドロキシプロピル (メタ) アクリレート、4 - ヒドロキシブチル (メタ) アクリレート、3 - ヒドロキシ - 2 , 2 - ジメチルプロピル (メタ) アクリレート、多価アルコール (例えば、トリメチロールプロパン、グリセロール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、エトキシル化、プロポキシル化またはアルコキシル化された、トリメチロールプロパン、グリセロール、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール) のヒドロキシ官能性モノ (メタ) アクリレート、ジ (メタ) アクリレートまたはテトラ (メタ) アクリレートのような化合物、およびそれらの工業用混合物である。また、単独のまたは前記モノマー化合物と組み合わせた、アクリレート基および / またはメタクリレート基を有するオリゴマーまたはポリマーのイソシアネート反応性不飽和化合物も適している。イソシアネート反応性エチレン性不飽和化合物と部分的に反応したイソシアネートの割合は、イソシアネート成分 a) に基づいて、0 ~ 99 % 、好ましくは 0 ~ 50 % 、特に好ましくは 0 ~ 25 % 、とりわけ好ましくは 0 ~ 15 % である。

20

【 0044 】

場合により、先に記載したイソシアネート成分 a) に関して、完全にまたはある割合で、被覆技術から当業者に知られているブロック剤と完全にまたは部分的に反応したイソシアネートを含有することも可能である。ブロック剤の例として、以下を挙げができる：アルコール、ラクタム、オキシム、マロン酸エステル、アルキルアセトアセテート、トリアゾール、フェノール、イミダゾール、ピラゾールおよびアミン、例えば、ブタノンオキシム、ジイソプロピルアミン、1 , 2 , 4 - トリアゾール、ジメチル - 1 , 2 , 4 - トリアゾール、イミダゾール、マロン酸ジエチル、アセト酢酸エチル、アセトンオキシム

30

40

50

、 3 , 5 - ジメチルピラゾール、 - カプロラクタム、 N - t e r t - プチルベンジルアミン、シクロペントナノンカルボキシエチルエステル、またはこれらブロック剤の所望の混合物。

【 0 0 4 5 】

基本的に、平均して一分子あたり少なくとも 1 . 5 個のイソシアネート反応性基を有する多官能性イソシアネート反応性化合物の全てを、成分 b) として使用することができる。

【 0 0 4 6 】

本発明において、イソシアネート反応性基は、好ましくは、ヒドロキシリル基、アミノ基またはチオール基であり、ヒドロキシ化合物が特に好ましい。

10

【 0 0 4 7 】

適当な多官能性イソシアネート反応性化合物は、例えば、ポリエステルポリオール、ポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリ(メタ)アクリレートポリオールおよび / またはポリウレタンポリオールである。

【 0 0 4 8 】

適当なポリエステルポリオールは、例えば、脂肪族、脂環式または芳香族のジカルボン酸またはポリカルボン酸またはそれらの無水物と 2 以上の O H 官能価を有する多価アルコールとから既知の方法で得られるような、直鎖ポリエステルジオールまたは分岐ポリエステルポリオールである。

【 0 0 4 9 】

そのようなジカルボン酸またはポリカルボン酸またはそれらの無水物の例は、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ノナンジカルボン酸、デカンジカルボン酸、テレフタル酸、イソフタル酸、 o - フタル酸、テトラヒドロフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸またはトリメリット酸、および酸無水物、例えば、 o - フタル酸無水物、トリメリット酸無水物またはコハク酸無水物、またはそれらの互いの所望の混合物である。

20

【 0 0 5 0 】

そのような適当なアルコールの例は、エタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコールまたはテトラエチレングリコール、 1 , 2 - プロパンジオール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコールまたはテトラプロピレングリコール、 1 , 3 - プロパンジオール、 1 , 4 - ブタンジオール、 1 , 3 - ブタンジオール、 2 , 3 - ブタンジオール、 1 , 5 - ペンタンジオール、 1 , 6 - ヘキサンジオール、 2 , 2 - ジメチル - 1 , 3 - プロパンジオール、 1 , 4 - ジヒドロキシクロヘキサン、 1 , 4 - ジメチロールシクロヘキサン、 1 , 8 - オクタンジオール、 1 , 10 - デカンジオール、 1 , 12 - ドデカンジオール、トリメチロールプロパン、グリセロール、またはそれらの互いの所望の混合物である。

30

【 0 0 5 1 】

ポリエステルポリオールは、天然原料、例えばひまし油に基づいてもよい。ポリエステルポリオールは、ヒドロキシ官能性化合物(例えは、 2 以上の O H 官能価を有する多価アルコール、 例えは先に記載したタイプのもの) によるラクトン(例えは、ブチロラクトン、 - カプロラクトンおよび / またはメチル - - カプロラクトン) またはラクトン混合物の付加反応によって好ましくは得ることができるような、ラクトンのホモポリマーまたはコポリマーに基づくこともできる。

40

【 0 0 5 2 】

そのようなポリエステルポリオールは、好ましくは 4 0 0 ~ 4 0 0 0 g / m o l 、特に好ましくは 5 0 0 ~ 2 0 0 0 g / m o l の数平均分子量を有する。その O H 官能価は、好ましくは 1 . 5 ~ 3 . 5 、特に好ましくは 1 . 8 ~ 3 . 0 である。

【 0 0 5 3 】

適当なポリカーボネートポリオールは、有機カーボネートまたはホスゲンとジオールまたはジオール混合物との反応により自体既知の方法で得ることができる。

50

【0054】

適当な有機カーボネートは、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネートおよびジフェニルカーボネートである。

【0055】

適当なジオールまたは混合物は、ポリエステルセグメントに関する記載に示した2以上のOH官能価を有する多価アルコール、好ましくは、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオールおよび/または3-メチルペンタノンジオールを包含する。即ち、ポリエステルポリオールをポリカーボネートポリオールに変換してもよい。

【0056】

そのようなポリカーボネートポリオールは、好ましくは400~4000g/mol、特に好ましくは500~2000g/molの数平均分子量を有する。これらのポリオールのOH官能価は、好ましくは1.8~3.2、特に好ましくは1.9~3.0である。

10

【0057】

適当なポリエーテルポリオールは、OH官能性スターター分子またはNH官能性スターター分子による環式エーテルの重付加物であり、重付加物は場合により、ブロック構造を有する。

【0058】

適当な環式エーテルは、例えば、スチレンオキシド、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、テトラヒドロフラン、ブチレンオキシド、エピクロロヒドリンおよびそれらの所望の混合物である。

20

【0059】

使用してよいスターターは、ポリエステルポリオールに関する記載に示した2以上のOH官能価を有する多価アルコール、並びに第一級または第二級のアミンおよびアミノアルコールである。

【0060】

好ましいポリエーテルポリオールは、プロピレンオキシドのみに基づくか、或いはプロピレンオキシドと別の1-アルキレンオキシドとにに基づく（別の1-アルキレンオキシドの割合は80重量%以下である）ランダムコポリマーまたはブロックコポリマーに基づく、先に記載したタイプのポリエーテルポリオールである。また、ポリ（トリメチレンオキシド）、および好ましいものとして先に記載したポリオールの混合物が好ましい。プロピレンオキシドホモポリマー、並びにオキシエチレン単位、オキシプロピレン単位および/またはオキシブチレン単位を有するランダムコポリマーまたはブロックコポリマーが特に好ましく、全てのオキシエチレン単位、オキシプロピレン単位およびオキシブチレン単位の総量に基づくオキシプロピレン単位の割合は、少なくとも20重量%、好ましくは少なくとも45重量%を占める。ここで、オキシプロピレンおよびオキシブチレンはそれぞれ、直鎖および分岐のC3異性体の全て並びに直鎖および分岐のC4異性体の全てを包含する。

30

【0061】

そのようなポリエーテルポリオールは、好ましくは250~10000g/mol、特に好ましくは500~8500g/mol、とりわけ好ましくは600~4500g/molの数平均分子量を有する。OH官能価は、好ましくは1.5~4.0、特に好ましくは1.8~3.1である。

40

【0062】

加えて、低分子量（即ち500g/mol未満の分子量）および短鎖（即ち2~20個の炭素原子）を有する脂肪族、芳香脂肪族または脂環式、二官能性、三官能性または多官能性のアルコールもまた、成分b）の要素としての多官能性イソシアネート反応性化合物として適している。

【0063】

そのようなアルコールは、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピ

50

レングリコール、1,2-ブロパンジオール、1,3-ブロパンジオール、1,4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、2-エチル-2-ブチルプロパンジオール、トリメチルペンタンジオール、ジエチルオクタンジオールの位置異性体、1,3-ブチレングリコール、シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、1,6-ヘキサンジオール、1,2-シクロヘキサンジオールおよび1,4-シクロヘキサンジオール、水素化ビスフェノールA(2,2-ビス(4-ヒドロキシシクロヘキシル)プロパン)、2,2-ジメチル-3-ヒドロキシプロピオン酸(2,2-ジメチル-3-ヒドロキシプロピルエステル)であってよい。適当なトリオールの例は、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパンまたはグリセロールである。適当なより高官能性のアルコールは、ジトリメチロールプロパン、ペントエリスリトール、ジペントエリスリトールまたはソルビトールである。

10

【0064】

成分c)として、1種以上の光開始剤を使用する。光開始剤は通常、化学線によって活性化されて、相応の重合性基の重合を開始することができる開始剤である。光開始剤は、それ自体既知の市販化合物であり、一分子(I型)開始剤と二分子(II型)開始剤とに分類されている。更に、化学的性質に依存して、これらの開始剤は、ラジカル重合、アニオン重合(または)カチオン(または混合)重合に使用される。

【0065】

ラジカル光重合のための(I型)系は、例えば、第3級アミンと組み合わせた芳香族ケトン化合物(例えばベンゾフェノン)、アルキルベンゾフェノン、4,4'-ビス(ジメチルアミノ)ベンゾフェノン(ミヒラーケトン)、アントロンおよびハロゲン化ベンゾフェノンまたは前記タイプの混合物である。適当な共開始剤(例えば、メルカプトベンゾキサゾールおよび-ヒドロキシアルキルフェノン)を伴った、(II型)開始剤、例えば、ベンゾインおよびその誘導体、ベンジルケタール、アシルホスフィンオキシド、例えば、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド、ビスマシルホスフィンオキシド、フェニルグリオキシル酸エステル、カンファーキノン、-アミノアルキルフェノン、-,ジアルコキシアセトフェノン、1-[4-(フェニルチオ)フェニル]オクタン-1,2-ジオン-2-(O-ベンゾイルオキシム)、種々に置換されたヘキサアリルビスイミダゾール(HABI)もまた適している。EPA 0223587に記載され、アリールホウ酸アンモニウムと1種以上の染料との混合物からなる光開始剤組成物を、光開始剤として使用することもできる。アリールホウ酸アンモニウムとして、例えば、テトラブチルアンモニウムトリフェニルヘキシルボレート、テトラブチルアンモニウムトリフェニルブチルボレート、テトラブチルアンモニウムトリナフチルブチルボレート、テトラメチルアンモニウムトリフェニルベンジルボレート、テトラ(n-ヘキシル)アンモニウム(sec-ブチル)トリフェニルボレート、1-メチル-3-オクチルイミダゾリウムジフェニルジフェニルボレート、テトラブチルアンモニウムトリス(4-tert-ブチル)フェニルブチルボレート、テトラブチルアンモニウムトリス(3-フルオロフェニル)ヘキシルボレート、およびテトラブチルアンモニウムトリス(3-クロロ-4-メチルフェニル)ヘキシルボレートが適している。適当な染料は、例えば、ニューメチレンブルー、チオニン、ベーシックイエロー、ピナシアノールクロリド、ローダミン6G、ガロシアニン、エチルバイオレット、ビクトリアブルーR、セレスチンブルー、キナルジンレッド、クリスタルバイオレット、ブリリアントグリーン、アストラゾンオレンジG、ダロウレッド、ピロニンY、ベーシックレッド29、ピリリウムI、サフラニンO、シアニンおよびメチレンブルー、アズールA(Cunninghamら、RadTech '98 North America UV/EB Conference Proceedings, シカゴ、1998年4月19日~22日)である。

20

30

40

40

【0066】

アニオン重合に使用される光開始剤は、概して(I型)系であり、第一系列遷移金属錯体から誘導される。本発明では、クロム塩、例えば、トランス-Cr(NH₃)₂(NC_S)₄(Kutalら、Macromolecules 1991, 24, 6872)またはフェロセン化合物(Yamagu

50

chiら、*Macromolecules* 2000, 33, 1152) が適している。アニオン重合の別の可能性は、光分解によってシアノアクリレートを重合できる、クリスタルバイオレットロイコニトリルまたはマラカイトグリーンロイコニトリルのような染料の使用にある (Neckersら、*Macromolecules* 2000, 33, 7761)。しかしながら、発色団がポリマーに組み込まれるので、得られるポリマーは全体に着色される。

【0067】

カチオン重合に使用される光開始剤は、実質上、以下の3種類を包含する：アリールジアゾニウム塩、オニウム塩(本発明では、とりわけ、ヨードニウム塩、スルホニウム塩およびセレノニウム塩)および有機金属化合物。露光すると、水素供与体の存在下および不存在下、フェニルジアゾニウム塩は、重合を開始するカチオンを生じることができる。系全体の有効性は、ジアゾニウム化合物に使用された対イオンの性質によって決まる。ここでは、それほど反応性ではないが極めて高価な SbF_6^- 、 AsF_6^- または PF_6^- が適している。薄膜被覆への使用には、これらの化合物は概して適当ではない。なぜなら、露光後に遊離される窒素が、薄膜表面の品質を低下させる(ピンホール)からである(Liら、*Polymeric Materials Science and Engineering*, 2001, 84, 139)。オニウム塩、特にスルホニウム塩およびヨードニウム塩が、極めて広範囲で使用され、多くの形態で市販されている。これら化合物の光化学は、長い間研究されてきた。ヨードニウム塩は励起後まず均等開裂し、それによってラジカルおよびラジカルアニオンを生じ、ラジカルおよびラジカルアニオンは、H引き抜きにより安定化され、プロトンを遊離し、次いでカチオン重合を開始する(Dektarら、*J. Org. Chem.* 1990, 55, 639; *J. Org. Chem.*, 1991, 56, 1838)。このメカニズムは、ヨードニウム塩のラジカル光重合への使用も可能にする。ここでも、対イオンの選択が再び重要であり、 SbF_6^- 、 AsF_6^- または PF_6^- が同様に好ましい。他の点では、この構造分類において、芳香族の置換基の選択は完全に自由であり、合成に適した出発構成単位の利用可能性によって実質的に決定される。スルホニウム塩は、ノリッシュII型反応に従って分解する化合物である(Crivelloら、*Macromolecules*, 2000, 33, 825)。スルホニウム塩の場合もまた、対イオンの選択が重要であり、この選択が実質的にポリマーの硬化速度に現れる。 SbF_6^- 塩を使用した場合に概して最良の結果が得られる。ヨードニウム塩およびスルホニウム塩の自己吸収が300 nm未満で起こるので、これらの化合物は、近紫外線または短波長可視光での光重合に対して適当に増感させなければならない。これは、より高吸収性の芳香族、例えば、アントラセンおよびその誘導体(Guら、*Am. Chem. Soc. Polymer Preprints*, 2000, 41 (2), 1266)またはフェノチアジンまたはその誘導体(Huaら、*Macromolecules* 2001, 34, 2488-2494)を使用することによって達成される。

【0068】

これらの化合物の混合物を使用することが有利な場合もある。硬化に使用される線源に応じて、当業者に既知の方法で、光開始剤のタイプおよび濃度を適合させなければならない。詳細は、例えばP. K. T. Oldring編、*Chemistry & Technology of UV & EB Formulations For Coatings, Inks & Paints*, 第3巻、1991, SITA Technology, London, 第61~328頁に記載されている。

【0069】

好ましい光開始剤c)は、テトラブチルアンモニウムトリフェニルヘキシルボレート、テトラブチルアンモニウムトリフェニルブチルボレート、テトラブチルアンモニウムトリナフチルブチルボレート、テトラブチルアンモニウムトリス(4-tert-ブチル)フェニルブチルボレート、テトラブチルアンモニウムトリス(3-フルオロフェニル)ヘキシルボレートおよびテトラブチルアンモニウムトリス(3-クロロ-4-メチルフェニル)ヘキシルボレートと、染料、例えば、アストラゾンオレンジG、メチレンブルー、ニューメチレンブルー、アズールA、ピリリウムI、サフラニンO、シアニン、ガロシアニン、ブリリアントグリーン、クリスタルバイオレット、エチルバイオレットおよびチオニンとの混合物である。

【0070】

10

20

30

40

50

例えば U.S. 6,780,546 に記載されているように、成分 d) として、感光性ポリマー組成物におけるコントラスト付与成分としての高屈折アクリレートを使用すると非常に良好な結果が得られる。

【0071】

従って、本発明では、感光性ポリマー組成物において、書込モノマーがアクリレート、特に 1.50 より大きい屈折率 n_D^{20} を有するアクリレートであることが好ましい。ウレタンアクリレートがより好ましく、例えば WO 2008/125199 に記載されているような、589 nm で 1.50 より大きい屈折率 n_D^{20} を有する芳香族ウレタンアクリレートがとりわけ好ましい。

【0072】

本発明はまた、式(I)で示されるフルオロウレタンを用いて得ることができる、映像ホログラムを記録するための媒体、そのような媒体の光学素子または光学像としての或いは画像表示または画像投影のための使用、およびそのような媒体を使用するホログラムの記録方法に関する。

【0073】

本発明の感光性ポリマー組成物は特に、15~79重量%、好ましくは 30~60重量% のマトリックスポリマー、5~50重量%、好ましくは 10~40重量% の書込モノマー、1~10重量%、好ましくは 1~3重量% の光開始剤、5~50重量%、好ましくは 10~40重量% のフルオロウレタン、および 0~10重量% の別の添加剤を含有してよく、これら成分の和は 100重量% となる。

10

20

30

【0074】

本発明の第二の態様は、マトリックスポリマー、書込モノマー、光開始剤、および可塑剤としてのフルオロウレタンを混合して感光性ポリマー組成物を製造する、本発明の感光性ポリマー組成物の製造方法に関する。

【0075】

本発明の第三の態様は、本発明の方法によって得ることができる感光性ポリマー組成物に関する。

【0076】

本発明の第四の態様は、感光性ポリマー組成物を含んでなる、シート、フィルム、層、層状構造または成形品に関する。

30

【0077】

本発明の感光性ポリマー組成物を含んでなる、層、層状構造および成形品は、典型的には 0.0120 超、好ましくは 0.0130 超、特に好ましくは 0.0140 超、とりわけ好ましくは 0.0150 超の、「反射装置における二光束干渉によるホログラフィック媒体のホログラム特性 D.E および n の測定」の部に記載された方法によって測定される n 値を有する。

【0078】

本発明の第五の態様は、光学素子の製造のための、特にホログラフィック素子およびホログラフィー像の製造のための、感光性ポリマー組成物の使用に関する。

40

【0079】

本発明はまた、書込モノマーを電磁線によって空間的分離を伴って (orts aufgelöst) 選択的に重合させる、本発明の感光性ポリマー組成物を含んでなるホログラフィック媒体の露光方法に関する。

【0080】

ホログラフィック露光の後、そのようなホログラフィック媒体は、例えば、光学レンズ機能、ミラー機能、偏向ミラー機能、フィルター機能、拡散スクリーン機能、回折素子機能、光導体機能、導波管機能、映写スクリーン機能および / またはマスク機能を有する、ホログラフィック光学素子の製造に適している。また、個人肖像写真、セキュリティードキュメントの生体認証表示、或いは一般に広告、セキュリティーラベル、商標保護、商標ブランド設定、ラベル、意匠要素、装飾、イラスト、回数券、イメージなどのための画像

50

または画像構造の、および(とりわけ前記物質と組み合わせて)デジタルデータを表すことができる画像の、ホログラフィー像またはホログラフィック表示を作成することもできる。

【0081】

先行技術は、ある種のフルオロウレタンを開示している。例えば、U.S. 2003/105263 A1は、ビウレット、イソシアヌレート、ウレトジオンまたはポリウレアを含有するポリイソシアネートと、フッ素化アルコールとの反応によって得ることができるフルオロウレタンを記載している。WO 03/023519 Aは、ビウレット含有ポリイソシアネートとフッ素化アルコールとの反応によって得ることができるフルオロウレタンを開示している。

10

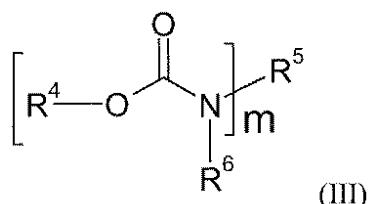
【0082】

本発明の別の態様は、イミノオキサジアジンジオンまたはオキサジアザジオンを含有し、少なくとも1個の遊離イソシアネート基を有するポリイソシアネートと、アルコールとを反応させることにより得ることができるフルオロウレタンであって、ポリイソシアネートおよび/またはアルコールが少なくとも1個のフッ素原子で置換されている、フルオロウレタンに関する。

【0083】

最後に、本発明はまた、一般式(III)：

【化3】



20

[式中、mは1以上8以下であり、R⁴、R⁵、R⁶は、水素、および/または互いに独立して未置換のまたは場合によりヘテロ原子で置換されていてよい、イミノオキサジアジンジオン構成要素および/またはオキサジアザジオン構成要素を有する直鎖、分岐、環式または複素環式の有機基であると同時に、基R⁴、R⁵、R⁶の少なくとも2つは少なくとも1個のフッ素原子で置換されている]

30

で示されるフルオロウレタンに関する。

【実施例】

【0084】

実施例を参照して、本発明を以下でより詳細に説明する。

特に記載のない限り、記載したパーセントは全て、重量パーセントに基づく。

【0085】

測定方法：

記載したNCO値(イソシアネート含量)は、DIN EN ISO 11909に従って測定した。

屈折率は、実施例の化合物の性質に応じて、以下の3つの方法のいずれかによって測定した：

・方法A：405nmの波長での屈折率nの測定

透過スペクトルおよび反射スペクトルから、試料の波長の関数としての屈折率nを得た。そのために、試料の約100~300nm厚さフィルムを、酢酸ブチル中希釈溶液から、石英ガラス基材に回転塗布によって適用した。STEAG ETA-Optikの分光計CD-Measurement System ETA-RTを用いて、この層パケットの透過スペクトルおよび反射スペクトルを測定し、次いで、層厚さとnのスペクトル曲線とを、測定した透過スペクトルおよび反射スペクトルに適合させた。これは、分光計の内部ソフトウェアを用いて実施し、更に、ブランク測定において予め測定した石英ガラス基材の屈折率データを必要とした。

・方法B：589nmの波長での屈折率n_D²⁰の測定

40

50

実施例の化合物の試料をAbbe屈折率測定器に導入し、 n_D^{20} を測定した。

・方法C：半濃縮液の、589nmの波長での屈折率 n_D^{20} の測定

実施例の化合物の試料を、N-エチルピロリドンで50:50(重量%)に希釈し、Abbe屈折率測定器に導入し、 n_D^{20} を測定した。その測定値から、測定物質のおおよその屈折率を計算した。N-エチルピロリドンの n_D^{20} は1.4658であった。

【0086】

反射装置における二光束干渉によるホログラフィック媒体のホログラム特性DEおよびnの測定

図1の測定装置を用いて、製造した媒体を、ホログラム特性について試験した。

【0087】

空間フィルター(SF)およびコリメーターレンズ(CL)を用いて、He-Neレーザー光(発光波長633nm)を平行均一光に変換した。虹彩絞り(I)によって、信号光と参照光の最終断面を確立した。虹彩絞りの開口径は0.4cmであった。偏光感受型ビームスプリッター(PBS)により、レーザー光は2つの均一偏光コヒーレント光に分けられた。 $/2$ プレートによって、参照光の出力を0.5mWに調節し、信号光の出力を0.65mWに調節した。試料を取り除いた状態で、半導体検出器(D)を用いて出力を測定した。参照光の入射角(θ_0)は-21.8°、信号光の入射角(α_0)は41.8°であった。光方向に垂直な試料から出発して角度を測定した。従って、図1によれば、 θ_0 は負号(-)を有し、 α_0 は正号(+)を有する。試料(媒体)の位置で、2つの重なった光の干渉場は、試料に入射する2つの光の角2等分線と垂直である明暗縞の回折格子を生じた(反射型ホログラム)。格子周期とも称される、媒体における縞間隔 λ は、約225nmであった(媒体の屈折率は約1.504と考えられる)。

【0088】

図1は、 $\lambda = 633\text{ nm}$ (He-Neレーザー)でのホログラフィック媒体試験器(HMT)の配置を示す: M=ミラー、S=シャッター、SF=空間フィルター、CL=コリメーターレンズ、 $/2$ = $/2$ プレート、PBS=偏光感受型ビームスプリッター、D=検出器、I=虹彩絞り。 $\theta_0 = -21.8^\circ$ および $\alpha_0 = 41.8^\circ$ は試料の外(媒体の外)で測定したコヒーレント光の入射角である。RD=ターンテーブルの基準方向。

【0089】

図1に示したようなホログラフィー実験装置を用いて、媒体の回折効率(DE)を測定した。

【0090】

以下の方法で、媒体にホログラムを書込んだ。

- ・露光時間tの間、両方のシャッター(S)を開放する。
- ・その後、シャッター(S)を閉じた状態で、媒体を5分間おいて、まだ重合されていない書込モノマーを拡散させた。

【0091】

書込んだホログラムを、以下の方法で読み取った。信号光のシャッターは閉じたままにした。参照光のシャッターを開放した。参照光の虹彩絞りを1mm未満の直径まで閉じた。これにより、媒体の回転角(Ω)の全てにおいて、光が、先に書込んだホログラムに常に完全に存在することが確実となった。コンピューター制御の下、ターンテーブルは、0.05°の角度ステップ幅で最小から最大までの角度範囲をカバーした。 Ω は、ターンテーブルの基準方向に垂直な試料から測定した。ホログラムの書き込み中に参照光および信号光の入射角が等しくなったとき、即ち $\theta_0 = -31.8^\circ$ 、 $\alpha_0 = 31.8^\circ$ になったときを、ターンテーブルの基準方向とした。このとき $\Omega_{書込} = 0^\circ$ である。従って、 $\theta_0 = -21.8^\circ$ および $\alpha_0 = 41.8^\circ$ については、 $\Omega_{書込} = 10^\circ$ である。以下は一般に、ホログラムの書き込み中の干渉場にあてはまる。

【数1】

$$\alpha_0 = \theta_0 + \Omega_{書込}$$

10

20

30

40

50

θ_0 は媒体外の実験系における半角であり、ホログラムの書き込み中は以下があてはまる。
【数2】

$$\theta_0 = \frac{\alpha_0 - \beta_0}{2}$$

従って、この場合、 θ_0 は -31.8° である。接近したそれぞれの回転角 θ で、相応の検出器 D を用いて、ゼロ次透過された光の出力を測定し、検出器 D を用いて、一次回折された光の出力を測定した。接近したそれぞれの角度 θ で、下記式の商として回折効率を得た。

10

【数3】

$$\eta = \frac{P_D}{P_D + P_T}$$

P_D は回折光の検出器での出力であり、 P_T は透過光の検出器での出力である。

【0092】

前記方法によって、プラッグ曲線（これは、回折効率 η を、書込んだホログラムの回転角 θ の関数として示す）を測定し、コンピューターに保存した。また、ゼロ次透過強度を、回転角 θ に対してプロットし、コンピューターに保存した。

20

【0093】

ホログラムの最大回折効率 ($D_E = \eta_{\text{最大}}$)、即ちピーク値を $\eta_{\text{再生}}$ で測定した。この最大値を測定するために、場合により、回折光の検出器の位置を変える必要があった。

【0094】

次に、測定したプラッグ曲線と透過強度の角度変化とから、結合波理論 (H. Kogelnik, The Bell System Technical Journal, 第 48 巻、1969 年 11 月、第 2909 頁～第 2947 頁参照) を用いて、感光性ポリマー層の屈折率コントラスト n および厚さ d を決定した。光重合の結果生じる厚さの収縮の故に、ホログラムストリップ間隔 λ およびストリップ配向（傾き）が、干渉縞ストリップ間隔 λ およびその配向から逸脱し得ることに留意しなければならない。従って、 θ_0 または最大回折効率が得られるターンテーブルの対応角度 $\theta_{\text{再生}}$ もまた、 θ_0 または対応する $\theta_{\text{書込}}$ からそれぞれ逸脱するであろう。その結果、プラッグ条件は変わる。この変化は、評価方法において考慮されなければならない。評価方法を以下に記載する：書き込みホログラムに関連し、干渉縞に関連しない幾何学的量の全てを、破線により示す量として表す。

30

【0095】

Kogelnikによれば、反射型ホログラムのプラッグ曲線 () について、以下の式があてはまる。

【数4】

$$\eta = \begin{cases} \frac{1}{1 - \frac{1 - (\xi/v)^2}{\sin^2(\sqrt{\xi^2 - v^2})}}, & \text{ここで } v^2 - \xi^2 < 0 \\ \frac{1}{1 + \frac{1 - (\xi/v)^2}{\sinh^2(\sqrt{v^2 - \xi^2})}}, & \text{ここで } v^2 - \xi^2 \geq 0 \end{cases}$$

40

ここで、

【数5】

$$v = \frac{\pi \cdot \Delta n \cdot d'}{\lambda \cdot \sqrt{|c_s \cdot c_r|}}$$

$$\xi = -\frac{d'}{2 \cdot c_s} \cdot DP$$

$$c_s = \cos(\vartheta') - \cos(\psi') \cdot \frac{\lambda}{n \cdot \Lambda'}$$

$$c_r = \cos(\vartheta')$$

10

$$DP = \frac{\pi}{\Lambda'} \cdot \left(2 \cdot \cos(\psi' - \vartheta') - \frac{\lambda}{n \cdot \Lambda'} \right)$$

$$\psi' = \frac{\beta' + \alpha'}{2}$$

$$\Lambda' = \frac{\lambda}{2 \cdot n \cdot \cos(\psi' - \alpha')}$$

である。

20

【0096】

ホログラムを読み取る（「再生」する）とき、先の記載と同様に、以下があてはまる：

【数6】

$$\vartheta'_0 = \theta_0 + \Omega$$

$$\sin(\vartheta'_0) = n \cdot \sin(\vartheta')$$

【0097】

プラッギ条件下では、「位相のずれ」DPは0である。従って、以下の式があてはまる。

【数7】

30

$$\alpha'_0 = \theta_0 + \Omega_{\text{再生}}$$

$$\sin(\alpha'_0) = n \cdot \sin(\alpha')$$

【0098】

なお未知の角度'は、厚さ収縮しか生じないと仮定した、ホログラムの書き込み中のプラッギ条件と、ホログラムの書き込み中の干渉場のプラッギ条件との比較から決定することができる。このとき、以下の式があてはまる。

【数8】

40

$$\sin(\beta') = \frac{1}{n} \cdot [\sin(\alpha_0) + \sin(\beta_0) - \sin(\theta_0 + \Omega_{\text{再生}})]$$

は回折格子厚さであり、は離調パラメータであり、は書込んだ屈折率格子の配向（傾き）である。および'は、ホログラムの書き込み中の干渉場の角度₀および₀に相当するが、媒体において測定され、（厚さ収縮後）ホログラムの回折格子に適用することができる。_nは、感光性ポリマーの平均屈折率であり、1.504に設定した。

は、真空でのレーザー光の波長である。

【0099】

=0に対する最大回折効率（DE = 最大）は以下である：

【数9】

$$DE = \tanh^2(v) = \tanh^2\left(\frac{\pi \cdot \Delta n \cdot d'}{\lambda \cdot \sqrt{\cos(\alpha') \cdot \cos(\alpha' - 2\psi)}}\right)$$

【0100】

図2は、角度離調 α' に対してプロットした測定透過出力 P_T （実線、右側のy軸）、（検出器の測定可能範囲で）角度離調 α' に対してプロットした測定回折効率（黒丸、左側のy軸）、およびKogelnik理論に適合させたもの（破線、左側のy軸）を示す。

【0101】

回折効率、理論プラッグ曲線および透過強度の測定データを、角度離調とも称される中心回転角：

【数10】

$$\Delta \Omega = \Omega_{\text{再生}} - \Omega = \alpha'_0 - \theta'_0$$

に対してプロットし、図2に示す。

【0102】

DE はわかっているので、Kogelnikによる理論プラッグ曲線の形状は、感光性ポリマー層厚さ d' のみによって決まる。次いで、 DE の測定値と理論値とが常に一致するように、与えられた厚さ d' に対し、 DE を介して n を補正する。そして、理論プラッグ曲線の第一次極小の角度位置が透過強度の第一次極大の角度位置と一致し、加えて、理論プラッグ曲線と透過強度の半値全幅（FWHM）が一致するまで、 d' を調整する。

【0103】

反射型ホログラムの方向はスキャンによる再生時に回転するが、回折光の検出器は測定可能な角度範囲でしか検出できないので、幅広のホログラム（小さい d' ）のプラッグ曲線は、適当に検出器の位置を調節しても、スキャンで完全には記録されず、中心領域しか記録されない。従って、層厚さ d' を調整するために、プラッグ曲線に相補的である透過強度の形状を付加的に使用する。

【0104】

図2は、角度離調 α' に対する、結合波理論に従ったプラッグ曲線のプロット（破線）、測定回折効率のプロット（黒丸）、および透過出力（実線）を示す。

【0105】

ホログラムの書き込み中に DE が飽和値に達する、入射レーザー光の平均エネルギー線量を測定するため、1つの組成物について、この手順を、様々な媒体で、様々な露光時間 t に対して、場合により数回繰り返した。平均エネルギー線量 E は、角度 α_0 および α_0 に調整された2つの部分光（ $P_r = 0.50 \text{ mW}$ の参照光および $P_s = 0.63 \text{ mW}$ の信号光）の出力、露光時間 t および虹彩絞り直径（0.4 cm）から、下記式に従って得られる。

【数11】

$$E (\text{mJ/cm}^2) = \frac{2 \cdot [P_r + P_s] \cdot t (\text{s})}{\pi \cdot 0.4^2 \text{ cm}^2}$$

【0106】

使用される角度 α_0 および α_0 で、媒体において同じ出力密度が達成されるように、部分光の出力を調節した。

【0107】

使用した物質：

Fluorlink E 10/Hは、Solvay Solexis製の反応性添加剤であって、750 g/molの平均分子量を有するフッ素化アルコールに基づく。

CGI-909（テトラブチルアンモニウムトリス（3-クロロ-4-メチルフェニル）ヘキ

10

20

30

40

50

シリボレート、[1147315-11-4]は、Ciba Inc.（スイス国バーゼル）によって製造された実験生成物である。

1,8-ジイソシアナト-4-(イソシアナトメチル)オクタン(TIN)は、EP749958に記載されているように調製した。

使用したフッ素化アルコールおよび単官能性イソシアネートは、Chemikalienhandelから入手し、使用したポリイソシアネート(Desmodur H(HDI)、Desmodur I(IPDI)、Desmodur W、Desmodur LD、Desmodur N3400、Desmodur N3600、Desmodur N3900、Bayer micron OXA)は、Bayer MaterialScience AG(ドイツ国レーフエルクーゼン)の市販品である。

2,4,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアネート、Vestanat TMDIは、Evonik Degussa GMBH(ドイツ国マール)の製品である。 10

【0108】

2,2,2-トリフルオロエチル(6-イソシアナトヘキシル)カルバメートの調製

1L容の丸底フラスコに、まず、684gのヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)を80で導入し、0.002gの二塩化イソフタロイルを添加した。54.4gのトリフルオロエタノールをゆっくりと滴加し、NCO値が43.2重量%になるまで攪拌した。薄膜蒸留器での蒸留によって混合物を分離し、22.7重量%のNCO含量を有する表題化合物47g(=理論値の47%)を得た。

【0109】

2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロペンチル(6-イソシアナトヘキシル)カルバメートの調製 20

1L容の丸底フラスコに、まず、399gのヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)を80で導入し、0.002gの二塩化イソフタロイルを添加した。73.4gの2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロペンタノールをゆっくりと滴加し、NCO値が39.4重量%になるまで攪拌した。薄膜蒸留器での蒸留によって混合物を分離し、12.4重量%のNCO含量を有する表題化合物40g(=理論値の40%)を得た。

【0110】

実施例1：ビス(2,2,2-トリフルオロエチル)ヘキサン-1,6-ジイルビスカルバメート

500mL容の丸底フラスコに、まず、0.07gのDesmopan Zおよび64.4gの6-ジイソシアナトヘキサン(HDI)を導入し、60に加熱した。次いで、81.5gのトリフルオロエタノールを滴加し、イソシアネート含量が0.1%未満になるまで、混合物を60で維持した。続いて冷却した。無色固体として生成物を得た。 30

【0111】

以下の表1に記載した実施例を、記載した組成で、実施例1と同様に調製した。

【0112】

表1：実施例2～224の調製および特性表示

実施例	名称	1ジアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明 (方法)
2	2,2-トリフルオロエチルチカルバメート	n-ブチルジアネート 498 g	トリフルオロエチル 502 g	Desmopacid Z 0.50 g	60°C	無色 液体 (B)
3	2,2,2-トリフルオロエチルイソフローリカルバメート	イソフローリカルバメート 22.9 g	トリフルオロエタノール 27.0 g	Desmopacid Z 0.02 g	60°C	無色 固体 (C)
4	2,2,2-トリフルオロエチルヘキシルカルバメート	n-ヘキシルジアネート 55.9 g	トリフルオロエタノール 44.0 g	Desmopacid Z 0.05 g	60°C	無色 液体 (B)
5	1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート	n-ヘキシルジアネート 10.8 g	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 14.2 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体 (B)
6	2,2,3,3-テトラフルオロ-2-ヘキシカルバメート	n-ヘキシルジアネート 12.3 g	2,2,3,3-テトラフルオロ-2-ヘキシカルバメート 12.7 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体 (B)
7	1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート	n-ブチルジアネート 9.3 g	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 15.7 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体 (C)
8	2,2,3,3-テトラフルオロ-2-ブチカルバメート	n-ブチルジアネート 10.7 g	2,2,3,3-テトラフルオロ-2-ブチカルバメート 14.3 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体 (A)
9	1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート	n-オクチルジアネート 9.6 g	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 10.4 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体 (A)
10	2,2,2-トリフルオロエチルカルバメート	n-オクチルジアネート 12.2 g	トリフルオロエタノール 7.8 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体 (B)
11	1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート	n-テトラフルオロ-2-ブチカルバメート 10.4 g	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 9.6 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体 (C)
12	2,2,2-トリフルオロエチルデシカルバメート	n-テトラフルオロ-2-ブチカルバメート 12.9 g	トリフルオロエタノール 7.1 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体 (C)
13	ビス(1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート-2-イル)ヘキサン-1,6-ジイルヒスカルバメート	6-ジイソジアナトヘキサン (HD)	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 13.3 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体 (A)
14	ビス(1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート-2-イル)-(2,2,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイルヒスカルバメート	2,4,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソジアナト (TMD)	ヘキサフルオロ-2-ブチカルバメート 80.0 g	Desmopacid Z 0.07 g	60°C	無色 液体 (A)
15	ビス(2,2-トリフルオロエチル)-(2,2,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソジアナト)ヒスカルバメート	トリフルオロエタノール 463 g	トリフルオロエタノール 496 g	Desmopacid Z 0.48 g	60°C	無色 液体 (A)

(22)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

【表1-1】

(表1の続き)

実施例	名称	イソアブトおよび量	アムコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
0 1 1 4	1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフロロ-ロパン-2-イル スチアリルイソシアネート	スチアリルイソシアネート 12.7 g	ヘキサフロロ-2-フロパン-2-イル 7.27 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体	n. d.
1 1 1 4	2, 2, 2-トリフルオロエチルイソシアネート	スチアリルイソシアネート 14.9 g	トリフルオロエタノール 5.1 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体	n. d.
2 2 2-4	ビス(1,1,1,3,3-ヘキサフロロ-ロパン-2-イル)-[4-{[[1,1,1,3,3-ヘキサフロロ-ロパン-2-イル]オキジ]加成-2-イル}アミノ]メチルオウム-1,8-ジ'イル]ビスカルバメート	1,8-ジ'4-(ジフロントリメチルオキシ)カーボン酸-2-イル タノ (TIN) 3.33 g	ヘキサフロロ-2-フロパン-2-イル 6.66 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体	1.3920 (B)
3 2 2-4	ビス(2,2-トリフルオロエチル)-[4-{[[2,1,8-ジ'イソシアネート-2-(4-(トリエチアミノ)メチルオキジ)カボニル]アミノ]-メチルカーボン酸-2-イル]ビスカルバメート	1,8-ジ'イソシアネート-2-(4-(トリエチアミノ)メチルオキジ)カボニル タノ (TIN) 228 g	トリフルオロエタノール 272 g	Desmopacid Z 0.48 g	60°C	無色 液体	1.4213 (B)
4 2 2-4	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチルイソシアネート	24.8 g	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル 50.1 g	Desmopacid Z 0.04 g	60°C	無色 固体	1.3625 (B)
5 2 2-4	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチルイソシアネート	186 g	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル 9,9-エキサデカフルオロブチル 813 g	Desmopacid Z 0.50 g	60°C	無色 液体	1.3555 (B)
6 2 2-4	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル)-[2,4-トリフルオロエキサン-1,6-ジ'イソシアネート-(2,2,4-トリフルオロブチル)-2,4-トリフルオロエキサン-1,6-ジ'イソシアネート-(2,2,4-トリフルオロブチル)-2,4-トリフルオロエキサン-1,6-ジ'イソシアネート]	6.88 g	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル 13.1 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体	1.3887 (B)
7 2 2-4	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル)-[2,4-トリフルオロエキサン-1,6-ジ'イソシアネート-(2,2,4-トリフルオロブチル)-2,4-トリフルオロエキサン-1,6-ジ'イソシアネート]	3.91 g	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル 16.1 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 液体	1.3733 (B)
8 2 2-4	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル)-[4-{[[2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル]オキジ]加成-2-イル]ビスカルバメート-1,8-ジ'イル]ビスカルバメート	5.91 g	2,2,3,3,4,4-ヘプタフルオロブチル 14.1 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 油状物	1.3876 (B)

【表 1 - 3】

(表1の続き)

【 0 1 1 5 】

【表1-4】

(表1の続き)

実施例	名称	イソアノートおよび量	7-N-ヨウホおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
33	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチルオロベンツイル)-(4-メチルクロキサソ-1,3-ジ-イル)ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソアノート (H6TD) 3.97 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチルオロベンツイル-1-オーリー 11.0 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色油状物	1.3940 (C)	
34	2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチルオロベンツイルアロノ-2-メチルカルバメート	イソアロビニソアノート 3.81 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチルオロベンツイル-1-オーリー 11.2 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色液体	1.3497 (B)	
35	2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチルオロベンツイルカルベキシカルバメート	シクロヘキシリソアノート 5.00 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチルオロベンツイル-1-オーリー 10.0 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色固体	1.3952 (C)	
36	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート	ヘキサヒドロトリカルバメート 3.72 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート-1-オーリー 11.3 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色液体	1.3538 (B)	
37	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)-{4-[([(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)-(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)オキシ]カカルボニル)メチル]オクタノ-1,8-ジ-イル}ビスカルバメート	1,8-ジ-イソアトナント-4-(イソアトナント)カブリルオロヘキサカルバメート (TIN) 3.28 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート-1-オーリー 11.7 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色油状物	1.3721 (B)	
38	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)-(2,2,4-トリカルバメート-6-ジ-4)ビスカルバメート	2,4,4-トリメチルヘキサノ-1,6-ジ-1'ジシナント-1-(TMD) 3.88 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート-1-オーリー 11.1 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色油状物	1.3750 (B)	
39	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)-{(2,2,4-トリカルバメート-6-ジ-4)ビスカルバメート}	6-ジ-イソアトナント (HD) 3.28 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート-1-オーリー 11.7 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色固体	1.3826 (C)	
40	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキシル)-(メタジ-イルジ-カルバメート-4,1-ジ-イル)ビスカルバメート	ジシクロヘキシリソアノート (Desmodur W) 4.55 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-カブリルオロヘキサカルバメート-1-オーリー 10.4 g	Desmora pid Z 0.02 g	70°C 無色固体	1.4084 (C)	

【0116】

(表1の続き)

【0 1 1 7】

実施例	名称	1ジアネトおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率(方法)
41	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシル-[〔1, 3, 3-トリメチル-5-((〔2, 2, 1-イソジアナト-3, 3, 5-トリメチル-5-イソジアナト-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシル-1-オ-ル)オキシ]カロヘキシル-2, 4-トリメチルヘキサン]カロヘキシルヘキシルヘキサメート	4. 05 g	10. 9 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 固体	1. 4014 (C)
42	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシルヘキシルカロヘキサメート	4. 46 g	10. 5 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 液体	1. 3640 (B)
43	ヒス(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシル)-(4-メチルヘキサメート)	3. 46 g	11. 5 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 固体	1. 3916 (C)
44	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシルブロバ-2-イルカロヘキサメート	3. 31 g	11. 7 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 固体	1. 3706 (C)
45	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6-ウニテカワオロヘキシルカロヘキサメート	4. 41 g	10. 6 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 固体	1. 3956 (C)
46	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカロヘブチルカロヘキサメート	3. 44 g	11. 5 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 液体	1. 3627 (B)
47	ヒス(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカワオロヘブチル)-{4-[(〔〔(2, 2, 3, 3, 1, 8-ジイソジアナト-4-(イソジアナメチル)カロヘブチタノ(1N)オキシ]カロヘキサメート-2, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカワオロヘブチジル]オキシ]カロヘキサメート-1, 8-ジイルヒスカロヘキサメート	3. 03 g	11. 9 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 液体	1. 3807 (B)
48	ヒス(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカワオロヘブチル)-(2, 2, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジイソジアナト-2, 4, 4-トリメチルヘキサン]カロヘキサメート	3. 60 g	11. 4 g	Desmopacid Z 0. 02 g	70°C	無色 油状物	1. 3839 (B)

(26)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

(表1の続き)

【機 1 - 6】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アレコルボおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
49 ルバーメト	ビス(2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチル)ヘキサ-1,6-ジイルヒカルバーメト	6-ジイソシアナトヘキサン (HD1) 3.03 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 11.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3944 (G)
50 ルバーメト	ビス(2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチル) (メタジイルジシクロヘキサン (Desmodur W) -4,1-ジイル)ビスカルバーメト	ジシクロヘキシルタミジイソシアネート (Desmodur W) 4.24 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 10.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4160 (A)
51 ルバーメト	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチル-[3-[([(2,2,3,3,4,4, 1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナト-2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 11.2 g	カブロヘプチシ-1-オ-ル 11.2 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.4080 (A)	
52 ルバーメト	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチルヘキシルイソシアネート 4.15 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 10.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.3716 (B)	
53 ルバーメト	ビス(2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチル)-(4-メチルジクロヘキサン -1,3-ジイル)ビスカルバーメト	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 3.20 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 11.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4020 (A)
54 ルバーメト	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチル-2-イカルバーメト	イソヒドリソシアネート 3.06 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 11.93 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.3563 (B)
55 ルバーメト	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ドテカブロヘプチルカルバーメト	ジシクロヘキシルイソシアネート 4.10 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-ト ^o T ^o カブロヘプチシ-1-オ-ル 10.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.3830 (B)
56 ルバーメト	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7-8,8-ヘンタカルバーメト	8-ヘンタカルバーメト 2.97 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8, カブロヘプチシ-1-オ-ル 12.0 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.3488 (B)

(27)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

【表 1 - 7】

(表1の続き)

【 0 1 1 9 】

(表1の続き)

【0 1 2 0】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルゴニアおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
65	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペントデカフルオロトリルシリクロヘキシルカルバメート	シクロヘキシルイソシアネート 3.57 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペントデカフルオロトリルシリクロヘキシルカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	n. d.	
66	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルフルカルバメート	η-ブチリソシアネート 5.28 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルフルカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3775 (B)	
67	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)-[4-([(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)カボジカルボン酸]アミノ)メチル)オクタノ-1, 8-ジイソバーバルヒスカルバメート	1, 8-ジイソシアネート-4-(イソシアネートメチル)オクタノ(ΤΙΝ) 4.73 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4180 (A)	
68	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジイソバーバルヒスカルバメート)	2, 4, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジイソバーバルヒスカルバメート(TMDI) 5.48 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4250 (A)	
69	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)ヘキサン-1, 6-ジイソアナタヘキサン(HDI)	6-ジイソアナタヘキサン 4.73 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4760 (A)	
70	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)(メチシクロヘキシルタジジイソシアネート(Desmodur W))カルバメート	メチシクロヘキシルタジジイソシアネート(Desmodur W) 6.27 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4324 (C)	
71	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)-[3-([(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)カルボトメチル]クロヘキサン)(IPDI)-3, 5, 5-トリメチルヒジカルバメート]	1-イソシアネート-3, 3, 5-トリメチル-5-イソシアネートメチルヒジカルバメート(1IPDI) 5.67 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4300 (A)	
72	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)カルバメート	η-ヘキシルソシアネート 6.16 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3876 (B)	
73	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)-[ヘキサヒドロトリレジジイソシアネート(Η6TDI)]カルバメート	ヘキサヒドロトリレジジイソシアネート(Η6TDI) 4.96 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒスカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4350 (A)	
74	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)-[イソブロピルヒジカルバメート]	イソブロピルヒジカルバメート 4.77 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒジカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.3810 (A)	
75	ヒス(2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチル)カルバメート	シクロヘキシルソシアネート 6.10 g	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘキサフルオロブチルヒジカルバメート	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4220 (A)	

(29)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

【表1-9】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	7%コールドおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
76 シリカゲルメート	n-ブチルイソシアネート 4.48 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘンチル -1-オーリ 10.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3731 (B)		
77 シリカゲルメート	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘン チル)-4-[{[(2,2,3,3,4,4,5,5-オ クタフルオロヘンチル)キシ]カルボニルアミノ}メチル] 3.98 g	1, 8-ジイソシアネート-4-(イソシアナトオキ) -1-オーリ 11.0 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4100 (A)		
78 シリカゲルメート	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘン チル)-(2,2,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイル) 4.67 g	2, 4, 4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイソシアネート (TMDD)	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4160 (A)		
79 シリカゲルメート	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘン チル)ヘキサン-1,6-ジイルピースカルバメート 3.98 g	6-ジイソシアネート (HD)	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4026 (C)		
80 シリカゲルメート	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘン チル)(メタジイソシアネート-4,1-ジイル) (Desmodur W)	ジクロヘキサメチルジイソシアネート -1-オーリ 5.41 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4350 (A)		
81 シリカゲルメート	2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘンチル-{ [1,3,3-トリメチル-5-([(2,2,3,3,4, 4,5,5-オクタフルオロヘンチル)オキ]カルボニル] アミノ)シクロヘキシル]メチル}カルバメート	1-イソシアネート-3,3,5-トリメチル-5-イソシアネート (IPDI) 4.85 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘンチ ル-1-オーリ 10.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4230 (A)	
82 シリカゲルメート	n-ヘキシルイソシアネート 5.30 g	n-ヘキサヒドロトリヒジイソシアネート -1-オーリ 9.69 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3823 (B)		
83 シリカゲルメート	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘン チル)(4-メチルシクロヘキサン-1,3-ジイル)ビスカ ルバメート 4.19 g	ヘキサヒドロトリヒジイソシアネート (H6TDI) -1-オーリ 10.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4120 (A)		
84 シリカゲルメート	2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロヘンチルフ ロパン-2-カルバメート 4.02 g	イソフロビュイソシアネート -1-オーリ 10.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3654 (B)		

(表1の続き)

【0 1 2 1】

【表1-10】

(表1の続き)

【 0 1 2 2 】

(表1の続き)

【表1-1】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	7%コールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
93	ビス(2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,-トリメチルオロヘプチル)-(4-メチルシロロヘキサン-1,3-ジイミド)ビスカーラバーメート	ヘキサヒドロトリリジンジイソシアネート (H6TDI) 3.07 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 7-トリメチルオロヘプチル-1-オール 11.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4002 (C)	
94	カーフルオロヘプチルブチノン-2-イソカーラバーメート	イソブチルイソシアネート 2.93 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 7-トリメチルオロヘプチル-1-オール 12.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3459 (B)	
95	カーフルオロヘプチルブチノン-2-イソカーラバーメート	クロヘキシルイソシアネート 3.95 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 7-トリメチルオロヘプチル-1-オール 11.0 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.3856 (C)	
96	9, 10, 11, 11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート	n-ブチルイソシアネート 2.35 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9, 9, 9, 10, 10, 11, 11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート 12.6 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.3700 (A)	
97	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート)-[4-{[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート)(オキシカルボニル)アミノ]メチル}]オキシカルボニル-1,8-ジイミドビスカーラバーメート	1, 8-ジイソシアネート-4-(イソシアナトメチル)オキシカルボニル (TIN) 2.04 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9, 9, 10, 10, 11, 11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート 12.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.3750 (A)	
98	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート)-(2,2,4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイミド)ビスカーラバーメート	2, 4, 4-トリメチルヘキサン-1,6-ジイミド (TMDI) 2.46 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9, 9, 10, 10, 11, 11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート 12.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	1.4000 (A)	
99	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート)ヘキサン-1,6-ジイミドビスカーラバーメート	6-ジイソシアナトヘキサン (HDI) 2.04 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9, 9, 10, 10, 11, 11-イコサフルオロウツテルフルオロカーラバーメート 12.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	n. d.	

【0 1 2 3】

(32)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

【表 1 - 12】

(表 1 の続き)

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アリコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
100	ビス(2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシル)(メタジ*イルジ*シクロヘキサン-4,1-ジ*イル)ビスカルバーメト	ジクロヘキシルメタジ*イソシアネート(Desmodur W) 2.96 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.0 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (C)	1.3930
101	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,10,10,11-イコサフオロウンデシル-[3-[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシル)オキシ]カルボニル]アミノ)メチル]3,5,5-トリメチルシクロヘキシル]カルバーメト	1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナト(IPDI) 2.58 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.4 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (A)	1.3950
102	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシルヘキシルバーメト	n-ヘキシルイソシアネート 2.88 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (C)	1.3770
103	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシル)-(4-メチルシクロヘキサン-1,3-ジ*イル)ビスカルバーメト	ヘキサヒドロトリレジ*イソシアネート(H6TDI) 2.17 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (C)	1.3890
104	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシルブロボン-2-イルカルバーメト	イソフ*ロビ*メチルイソシアネート 2.06 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.9 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (A)	1.3700
105	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,10,10,11,11-イコサフオロウンデシルヘキシルカルバーメト	シクロヘキシルイソシアネート 2.85 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11-4ヨウフルオロウンデシル-1-オ-ル 12.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 n. d.	
106	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフオロトリテカシ-1-オ-ルサフルオロリテシルカルバーメト	n-ブチルイソシアネート 2.03 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8, 9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフオロトリテカシ-1-オ-ル 12.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体 (C)	1.3796

【0 1 2 4】

【表 1 - 13】

表1の続き)

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
107	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル)-{4-[([(2,2,1,8-ジイソシアト-4-(イソシアトメチル)オカ9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル13.2 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル13.2 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.	
108	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル)-(TMDI) キサン-1,6-ジイソフタル酸]オキル2,13 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル12.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3600 (A)	
109	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル)ヘキサン-1,6-ジイソフタル酸]オキル1.76 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル13.2 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.	
110	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル)(メタジイソシロヘキサン-4,1-ジイソフタル酸]オキル2,57 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル2.24 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3934 (C)	
112	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル12.5 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサフルオロトリニジル]カーボン酸]オキル12.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3742 (C)	

【 0 1 2 5 】

(表1の続き)

【表1-14】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率(方法)
113	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサルオロトリデシル)-(4-メチルシクロヘキサン-1,3-ジイル)ビスカルバーメト	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 1.86 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサルオロトリデカノン-1-オール 13.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
114	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラオロトリデシルブロムノ-2-イソカルバーメト	イソブロヒドリイソシアネート 1.78 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサルオロトリデカノン-1-オール 13.2 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3716 (C)
115	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラオロトリデシルカルバーメト	シクロヘキシルイソシアネート 2.48 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13-テトラコサルオロトリデカノン-1-オール 12.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
116	ビス(2,2,3,3-テトラフルオロブロヒドリル)-[4-(([(2,2,3,3-テトラフルオロブロヒドリル)カルバーメトカルバーメト]アミノ)-メチル)オクタノン-1,8-ジイル]ビスカルバーメト	1,8-ジイソシアナート-4-(イソシアナトメチル)オクタノン (TIN) 5.83 g	2,2,3,3-テトラフルオロ-1-ブロヒドリル 9.16 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 油状物	1.4300 (A)
117	ビス(2,2,3,3-テトラフルオロブロヒドリル)-[2,4,4-トリフルオロヘキサン-1,6-ジイソシアナート (TMDI) 6.64 g]	2,4,4-トリフルオロヘキサン-1,6-ジイソシアナート (TMDI) 8.35 g	2,2,3,3-テトラフルオロ-1-ブロヒドリル 8.14 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 液体	1.4320 (A)
118	ビス(2,2-トリフルオロエチル)ヘキサン-1,6-ジカルバーメト	6-ジイソシアナトヘキサン (HDI) 6.84 g	1,1,1-トリフルオロエタノール 9.16 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4178 (C)
119	ビス(2,2,3,3-テトラフルオロブロヒドリル)ヘキサン-1,6-ジカルバーメト	6-ジイソシアナトヘキサン (HDI) 5.83 g	2,2,3,3-テトラフルオロ-1-ブロヒドリル 9.16 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4308 (C)
120	ビス(2,2,3,3,4,4,4-ヘプタフルオロブロヒドリル)ヘキサン-1,6-ジカルバーメト	6-ジイソシアナトヘキサン (HDI) 4.43 g	2,2,3,3,4,4,4-ヘプタフルオロ-1-ブロヒドリル 10.6 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
121	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9-ヘキサカルボン酸)ヘキサン-1,6-ジカルバーメト	6-ジイソシアナトヘキサン (HDI) 2.44 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9-ヘキサカルボン酸ナノール 12.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.

【0126】

(35)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

(表1の続き)

【0127】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	7ケールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
122	ビス(2,2-2-トリフルオロエチル)-メタジ-イルジクロヘキサノ-4,1-ジ-イルビスカルバメート	ジクロヘキシルメタジ-イソシアネート (Desmodur W) 8.50 g	2,2,2-トリフルオロエタノール 6.49 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (A)	1.4600	
123	ビス(1,1,3,3-ヘキサフルオロブロパン-2-イル)(メタジ-イルジクロヘキサノ-4,1-ジ-イル)ビスカルバメート	ジクロヘキシルメタジ-イソシアネート (Desmodur W) 6.57 g	1,1,3,3-ヘキサフルオロブロパン-2-オ-ノ 8.42 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (A)	1.4300	
124	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロピュル)-(メタジ-イルジクロヘキサノ-4,1-ジ-イル)ビスカルバメート	ジクロヘキシルメタジ-イソシアネート (Desmodur W) 7.46 g	2,2,3,3-トリフルオロブロパン-1-オ-ノ 7.52 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (A)	1.4500	
125	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロピュル)-(メタジ-イルジクロヘキサノ-4,1-ジ-イル)ビスカルバメート	ジクロヘキシルメタジ-イソシアネート (Desmodur W) 5.93 g	2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロパン-1-オ-ノ 9.05 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (C)	1.4312	
126	ビス(2,2,3,3,4,4-ヘキサフルオロブロノニル)-(メタジ-イルジクロヘキサノ-4,1-ジ-イル)ビスカルバメート	ジクロヘキシルメタジ-イソシアネート (Desmodur W) 3.48 g	2,2,3,3,4,4-ヘキサフルオロブロノナノ-1-オ-ノ 11.5 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (A)	1.4100	
127	2,2-2-トリフルオロエチル-[[(1,3-3-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキシル)カルバメート]-5-[(2,2-2-トリフルオロエチル)カルバメート]-5-イソブロクトメチルシクロヘキシル]カルバメート	1-イソジアト-3,3,5-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキサノ-2-イル 7.88 g	2,2,2-トリフルオロエタノール 7.10 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物 (A)	1.4400	
128	1,1,1,3,3-ヘキサフルオロブロパン-2-イル-3-[[[(1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロブロパン-2-イル)カルボニル]アミノ]カルボニル]-3,5-トリメチルシクロヘキシル]カルバメート	1-イソジアト-3,3,5-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキサノ-2-イル 5.96 g	1-イソジアト-3,3,5-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキサノ-2-イル 9.02 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (A)	1.4100	
129	2,2,3,3-ヘキサフルオロブロピュル-[[(1,3,3-トリメチル-5-[(2,2,3,3-テトラフルオロブロピュル)カルボニル]アミノ]シクロヘキシル]カルバメート	1-イソジアト-3,3,5-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキサノ-2-イル 6.85 g	2,2,3,3-トリフルオロブロパン-1-オ-ノ 8.13 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物 (C)	1.4394	
130	2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロピュル-[[(2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロピュル)カルボニル]アミノ]シクロヘキシル]カルバメート	1-イソジアト-3,3,5-トリメチル-5-イソブロクトメチルシクロヘキサノ-2-イル 5.35 g	2,2,3,3,4,4-ヘテラフルオロブロパン-1-オ-ノ 9.63 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体 (C)	1.4092	

(36)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

(表1の続き)

【0 1 2 8】

【機 1 - 1 6】

実施例	名 称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
131	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9-ヘキサデカノロノニル-3-[((2, 2, 3, トメチルシクロヘキサン (IPDI)) 3. 06 g	1-イソシアナト-3, 3, 5-トリメチル-5-イソシアナト 9, 9-ヘキサデカノロノナノ-1-オーノ 11. 9 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 8, 8, Desmopacid Z 0. 02 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4050 (A)	
132	2, 2, 3, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブチルヘキシル カルバメート	ヘキシルイソシアネート 5. 82 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブチン -1-オーノ 9. 16 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 液体	1. 3745 (B)	
133	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9-ヘキサデカノロノニルヘキシルカルバメート	ヘキシルイソシアネート 3. 40 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9-ヘキサデカノロノナノ-1-オーノ 11. 6 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4030 (A)	
134	ビス(2, 2-トリフルオロエチル)-(4-メチルシクロヘキサン-1, 3-ジイル)ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 7. 10 g	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 7. 88 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4334 (C)	
135	ビス(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロブチノン -2-イル)-(4-メチルシクロヘキサン-1, 3-ジイル) ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 5. 23 g	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 9. 76 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4032 (C)	
136	ビス(2, 2, 3, 3-トリフルオロブチノン)-(4- メチルシクロヘキサン-1, 3-ジイル)ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 6. 08 g	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 8. 90 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4340 (C)	
137	ビス(2, 2, 3, 3-トリフルオロブチノン)-(4- メチルシクロヘキサン-1, 3-ジイル)ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 4. 65 g	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 11. 3 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 4022 (C)	
138	ビス(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9-ヘキサデカノロノニル)-(4-メチルシクロ ヘキサン-1, 3-ジイル)ビスカルバメート	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 2. 58 g	ヘキサヒドロトリレジイソシアネート (H6TDI) 12. 4 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 3878 (C)	
139	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロブチノン-2-イル ブロノ-2-イルカルバメート	イソブロノリイソシアネート 5. 04 g	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロブチノン-2-イル オーノ 9. 94 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 固体	1. 3542 (C)	
140	2, 2, 3, 3-トリフルオロブチノン-2- カルバメート	イソブロノリイソシアネート 5. 87 g	2, 2, 3, 3-トリフルオロブチノン-1-オーノ 9. 11 g	Desmopacid Z 70°C 0. 02 g	70°C 無色 液体	1. 3831 (B)	

(37)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

(表1の続き)

【0 1 2 9】

【表1-17】

(38)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

実施例	名称	イソシアネートおよび量	7ルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
141 バノ-2-トリカルバメート	2, 2, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブチルブロード	イソプロピルイソシアネート 4.47 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブタン -1-オーブ 10.5 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色液体	1.3526 (B)
142 9-ヘキサカルボロノニルブロード-2-トリカルバメート	2, 2, 3, 4, 4, 5, 6, 6, 7, 8, 8, 9, 9-ヘキサカルボロノニルブロード-2-トリカルバメート	イソプロピルイソシアネート 2.48 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 9-ヘキサカルボロノナント-1-オーブ 12.5 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色油状物	1.3600 (A)
143 2, 2, 2-トリカルボロエチルカルバメート	クロヘキシルイソシアネート 8.33 g	2, 2, 2-トリカルボロエチルカルバメート 6.65 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.4256 (C)	
144 1, 1, 1, 3, 3-ヘキサカルボロブロード-2-トリカルバメート	クロヘキシルイソシアネート 6.40 g	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサカルボロブロード-2-オーブ 8.58 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.4020 (C)	
145 バメート	2, 2, 3, 3-テトラカルボロブロード-2-トリカルバメート	クロヘキシルイソシアネート 7.29 g	2, 2, 3, 3-テトラカルボロブロード-2-オーブ 7.69 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.4296 (C)
146 ジカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブチルカルバメート	クロヘキシルイソシアネート 5.77 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 4-ヘプタフルオロブタン -1-オーブ 9.21 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	n. d.
147 9-ヘキサカルボロノニルカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9-ヘキサカルボロノニルカルバメート	クロヘキシルイソシアネート 3.37 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9-ヘキサカルボロノナント-1-オーブ 11.6 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.3930 (A)
148 財田カルタ-1, 8-ジカルボス(ヘキシカルバメート)	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ドデカ -1-ブチカルバメート 7.07 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト-7 カルボカルタ-1, 8-ジカルバメート 10.9 g	Desmorapid Z 0.01 g	60°C	無色固体	n. d.	
149 財田カルタ-1, 8-ジカルボス(ヘキシカルバメート)	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ドデカ -1-ブチカルバメート 6.18 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト-7 カルボカルタ-1, 8-ジカルバメート 8.80 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.4000 (A)	
150 財田カルタ-1, 8-ジカルボス(ヘキシカルバメート)	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト-7 カルボカルタ-1, 8-ジカルバメート 4.79 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト-7 カルボカルタ-1, 8-ジカルバメート 10.2 g	Desmorapid Z 0.02 g	70°C	無色固体	1.4000 (A)	

(表1の続き)

【0130】

【機1 - 18】

(39)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルカリおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率(方法)
151	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ドーティカ ルオウタソ-1, 8-ジ'イルビス[(1-メチルシロヘ キシル)カルバメート]	シクロヘキシルイソシアネート 6.13 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト'テ カルボン酸カタソ-1, 8-ジ'オール 8.85 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
152	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 10, 10, 11, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2 -ジ'イルビス(ブチルカルバメート)	n-ブ'チリイソシアネート 4.28 g	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 10, 1 0, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2-ト ンデカジ'オール 10.7 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4038 (C)
153	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 10, 10, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2 -ジ'イルビス(ヘキシルカルバメート)	n-ヘキシルイソシアネート 5.08 g	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 1 0, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2-ト ンデカジ'オール 9.90 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3988 (C)
154	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 10, 10, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2 -ジ'イルビス(ブチルカルバメート)	イソブ'ロヒリソシアネート 3.84 g	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 1 0, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2-ト ンデカジ'オール 11.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
155	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 10, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2 -ジ'イルビス(シクロヘキシルカルバメート)	シクロヘキシルイソシアネート 5.04 g	4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8, 9, 9, 10, 1 0, 11, 11, 11-ヘプタデカルボン酸カソ-1, 2-ト ンデカジ'オール 9.94 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
156	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ-1, 6-ジ'イルビス(ブチルカルバメート)	n-ブ'チリソシアネート 6.44 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ -1, 6-ジ'オール 8.54 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4226 (C)
157	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ-1, 6-ジ'イルビス(ヘキシルカルバメート)	ローヘキシルイソシアネート 7.38 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ -1, 6-ジ'オール 7.60 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.
158	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ-1, 6-ジ'イルビス(ブチルカルバメート)	イソブ'ロヒリソシアネート 5.90 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサソ -1, 6-ジ'オール 9.08 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.

(表1の続き)

【0131】

【表1-19】

(40)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

実施例	名称	イソシアネートおよび量	7%ユードおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
159	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサン-1, 6-ジ'イレブス(シクロヘキサフルカハ'メート)	シクロヘキサフルカハ'メート 7.32 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサ -1, 6-ジ'オーリ 7.66 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	n. d.	
160	Fluor link E 10/Hのn-Jテルカルバ'メート	n-Jテルカルバ'メート 1.86 g	Fluor link E 10/H	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3469 (B)	
161	Fluor link E 10/Hのn-ヘキサフルカルバ'メート	n-ヘキサフルカルバ'メート 2.30 g	Fluor link E 10/H	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3530 (B)	
162	Fluor link E 10/Hのイソフロロ'ロ'フルカルバ'メート	イソフロロ'ロ'フルカルバ'メート 1.62 g	Fluor link E 10/H	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3450 (A)	
163	Fluor link E 10/Hのシクロヘキサフルカルバ'メート	シクロヘキサフルカルバ'メート 2.27 g	Fluor link E 10/H	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	n. d.	
164	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ソ-2-イル ブ'テルカルバ'メート	ブ'テルカルバ'メート 6.96 g	1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 8.02 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3912 (B)	
165	ヒス(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)-{4-[([(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサ フルオロ'ロ'ソ-2-イル)オジ]カカルボ'ニル]アミ ノ)メチル]オカタン-1, 8-ジ'イル]ヒ'スカルバ'メート	ヒス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)-{4-[([(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサ フルオロ'ロ'ソ-2-イル)オジ]カカルボ'ニル]アミ ノ)メチル]オカタン-1, 8-ジ'イル]ヒ'スカルバ'メート 6.36 g	1, 8-ジ'イソシアナト-4-(イソシアナトメチル)カ ラン(TIN)	1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 8.62 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 液体	1.3912 (B)
166	ヒス(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)-(2, 2, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジ'イル)ヒ'スカルバ'メート	ヒス(1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)-(2, 2, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジ'イル)ヒ'スカルバ'メート 7.18 g	2, 4, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジ'イソシア ト(TMDI)	1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 7.80 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4322 (C)
167	ヒス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)ヘキサン-1, 6-ジ'イルヒ'スカルバ'メート	ヒス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ロ'ソ-2-イル)ヘキサン-1, 6-ジ'イルヒ'スカルバ'メート 6.36 g	6-ジ'イソシアナトヘキサン(HDI)	1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 8.62 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4262 (B)
168	ヒス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ソ-2-イル)(メタジ'イルジ'シクロヘキサン-4, 1-ジ'イル)ヒ'スカルバ'メート	ヒス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ソ-2-イル)(メタジ'イルジ'シクロヘキサン-4, 1-ジ'イル)ヒ'スカルバ'メート 8.01 g	ジ'シクロヘキサフルタジ'イソシアネート (Desmodur W)	1, 1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 6.97 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 固体	n. d.
169	1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ'ソ-2-イル -{3-[([(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロ'ロ' ロ'ソ-2-イル)オジ]カカルボ'ニル]アミノ)メチル]- 3, 5, 5-トリメチルシクロヘキシル]カハ'メート	1-イソシアナト-3, 3, 5-トリメチル-5-イミダツ トメチルシクロヘキサン(IPDI) 7.39 g	1, 1-トリフルオロプロ'ロ'ソ-2-オーリ 7.59 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 無色 油状物	1.4360 (C)	

【表 1 - 20】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
170 ヘキサフルオロプロパン-2-イルメート	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン-2-イル 7.90 g	1, 1, 1-トリフルオロプロパン-2-オーナー	Desmopacid Z 0.02 g	無色液体	1.3996 (B)		
171 ビス(1, 1, 1, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン-2-イル)-(4-チミジカルバキサント-1, 3-ジ-イル) ビスカルバメート	ヘキサフルオロプロパン-2-オーナー (H6TDI) 6.62 g	1, 1, 1-トリフルオロプロパン-2-オーナー 8.36 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	n. d.		
172 ブロバン-2-イルカルバメート	イソフロブリジカルバメート 6.40 g	1, 1, 1-トリフルオロプロパン-2-オーナー 8.58 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	1.3870 (C)		
173 シロヘキサフルオロプロパン-2-イルメート	シロヘキサフルオジカルバメート 7.84 g	1, 1, 1-トリフルオロプロパン-2-オーナー 7.14 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	n. d.		
174 2-エチルヘキシル-2, 2-トリフルオロエチルヘキサン -1, 6-ジ-イルビスカルバメート	Desmodur LD 11.6 g	2, 2-トリフルオロエチナール 3.35 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	1.4940 (A)		
175 α-[(2, 2, 2-トリフルオロエチジカルボニル]アミノ]ヘキシル-0-[(2, 2, 2-トリフルオロエチジカルボニル]アミノ]カルボン酸 [(2, 4-ジ-オキソ-1, 3-ジアセチジン-1, 3-ジ-イル)ヘキサン-1, 6-ジ-イル]	Desmodur N3400 9.86 g	2, 2, 2-トリフルオロエチナール 5.12 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	1.4450 (A)		
176	α-[(2, 2, 2-トリフルオロエチジカルボニル]アミノ]ヘキシル-0-[(2, 4, 6-トリオキソ-3, 5-ビス(6-[(2, 2, 2-トリフルオロエチジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-1, 3, 5-トリアジナ-1-イル]カルボニル)[2, 4, 6-トリオキソ-5-[(2, 2, 2-トリフルオロエチジカルボニル)ヘキサン-1, 3, 5-トリアジナ-1, 3-ジ-イル]ヘキサン-1, 6-ジ-イル]	Desmodur N3600 9.68 g	2, 2, 2-トリフルオロエチナール 5.30 g	Desmopacid Z 0.02 g	無色固体	1.4584 (C)	

（表 1 の続き）

【0 1 3 2】

(表1の続き)

【表1-21】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルカリおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
177	α -[(2, 2, 2-トリフルオロエキシ)カルボニル]アミノヘキシル)- ω -{[(2, 2, 2-トリフルオロエキシ)カルボニル]アミノ}ポリ([(6Z)-2, 4-ジオリ)-6-[((2, 2, 2-トリフルオロエキシ)カルボニル)アミノ]-1, 3, 5-オキサジアジナ-3, 5-ジイル]ヘキサン-1, 6-ジイル)	Desmodur N3900 9.64 g	2, 2, 2-トリフルオロエターナル 5.34 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4200 (A)
178	α -[(2, 2, 2-トリフルオロエキシ)カルボニル]アミノヘキシル)- ω -{[(2, 2, 2-トリフルオロエキシ)カルボニル]アミノ}ポリ[(2, 4, 6-トリオゾン-1, 3, 5-オキサジアジナ-3, 5-ジイル)ヘキサン-1, 6-ジイル]	Baymicron OXA 10.1 g	2, 2, 2-トリフルオロエターナル 4.90 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4562 (C)
179	ヒス(2, 2, 2-トリフルオロエチル)ジクロヘキサン-1, 3-ジイルジメタジイルヒスカルバメート	1, 3-ビス(イソシアナトメチル)ジクロヘキサン 7.38 g	2, 2, 2-トリフルオロエターナル 7.60 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4348 (C)
180	2-エチルヘキサフルオロブロパン-2-イルヘキソノ-1, 6-ジイルヒスカルバメート	Desmodur LD 10.1 g	ヘキサフルオロ-2-フロボニアル 4.88 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4250 (A)
181	α -[(ヘキサフルオロブロボン-2-イル)カルボニル]アミノヘキシル)- ω -{[(ヘキサフルオロブロボン-2-イル)カルボニル]アミノ}ポリ[(2, 4-ジオキソ-1, 3-ジアセチジノ-1, 3-ジイル)ヘキサン-1, 6-ジイル]	Desmodur N3400 8.00 g	ヘキサフルオロ-2-フロボニアル 6.98 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4400 (A)
182	α -[(ヘキサフルオロブロボン-2-イル)カルボニル]アミノヘキシル)- ω -{[(ヘキサフルオロブロボン-2-イル)カルボニル]アミノ}ポリ[(2, 4, 6-トリオキソ-5-ジナ-1-イル)ポリ[(2, 4, 6-トリオキソ-5-ジ(6-[[(ヘキサフルオロブロボン-2-イル)カルボニル]アミノ)ヘキシル)-1, 3, 5-トリアジル)アミノ]-1, 3, 5-トリアジル]ヘキサン-1, 6-ジイル]	Desmodur N3600 7.80 g	ヘキサフルオロ-2-フロボニアル 7.18 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4400 (A)

【0133】

(42)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

【表 1 - 22】

実施例	名称	1gノットおよび量	70℃および量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
183	α -[(6-[(エキサフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル)アミノ]- ω -{[(エキサフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル}アミノ]ホリ((6Z)-2,4-ジ'オキソ-6-[6-[(エキサフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル]アミノ]ヘキシル)イミノ-1,3,5-オキサジ'アジ'ナノ-3,5-ジ'イル]ヘキサン-1,6-ジ'イル)	Desmodur N3900 7.76 g	ヘキサフルオロ-2-ブドウ糖 7.22 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4400 (A)
184	α -[(6-[(エキサフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル)アミノ]- ω -{[(エキサフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル}アミノ]ホリ((2,4,6-トリオキソ-1,3,5-オキサジ'アジ'ナノ-3,5-ジ'イル)ヘキサン-1,6-ジ'イル)	Baymicron OXA 8.25 g	ヘキサフルオロ-2-ブドウ糖 6.73 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4400 (A)
185	ビス(1,1,1,3,3-ヘキサフルオロ) ハンマー-2-イル)(シクロヘキサン-1,3-ジ'イル)メタジ'イル)ビ'スカルバ'メート	1,3-ビ'ス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン 5.49 g	ヘキサフルオロ-2-ブドウ糖 9.49 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4100 (A)
186	2-エキソ-2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イルヘキサン-1,6-ジ'イル'スカルバ'メート	Desmodur LD 10.9 g	テトラフルオロ-1-ブドウ糖 4.12 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4468 (B)
187	α -[(2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イル]アミノ]ヘキシル)- ω -{[(2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イル]アミノ]ホリ}ヘキサン-1,3-ジ'イル)ヘキサン-1,6-ジ'イル]	Desmodur N3400 8.89 g	テトラフルオロ-1-ブドウ糖 6.09 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4544 (C)
188	α -[(2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イル]アミノ]ヘキシル)- ω -{[(2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イル]アミノ]ホリ}ヘキサン-1,3,5-ブドウ糖 -5-(6-[(2,2,3,3-テトラフルオロ) ハンマー-2-イル]カルボニル)カルボニル)カルボニル)アミノ]ヘキシル)-1,3,5-トリアジ'ナノ-1,3-ジ'イル]ヘキサン-1,6-ジ'イル]	Desmodur N3600 8.70 g	テトラフルオロ-1-ブドウ糖 6.28 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4580 (C)

【0134】

【表 1 - 23】

(表 1 の続き)

実施例	名称	イソシアートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
189	α -{(6-[[(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)カルボニル]アミノ)-o-[(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)カルボニル]アミノ}ホリ [(6Z)-2, 4-ジ'オキソ-6-[(6-[[(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)カルボニル]アミノ]ヘキシル)イミノ]-1, 3, 5-オキサジアジナ-3, 5-ジ'イル]ヘキサン-1, 6-ジ'イル}	Desmodur N3900 8.65 g	テトラフルオロ-1-ブロバノール 6.33 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 固体	無色 固体	1.4588 (C)
190	α -{(6-[[(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)カルボニル]アミノ)-o-[(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)カルボニル]アミノ}ホリ [(2, 4, 6-トリオキソ-1, 3, 5-オキサジアジナ-3, 5-ジ'イル]ヘキサン-1, 6-ジ'イル]	Baymicron 0XA 9.13 g	テトラフルオロ-1-ブロバノール 5.85 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 固体	無色 固体	1.4590 (C)
191	ビス(2, 2, 3, 3-テラフルオロフロビル)ヘキサン-1, 6-ジ'イル ヘキサン-1, 3-ジ'イルメタジ'イルビスカルバメート	1, 3-ビス(イソシアナトオキシ)シクロヘキサン 6.35 g	テトラフルオロ-1-ブロバノール 8.63 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 固体	無色 固体	1.4300 (A)
192	2-エチルヘキソ-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-ノフロボンカルバメート	Desmodur LD 8.71 g	2, 2, 3, 4, 4, 5, 5-ノフロボンカルバメート 6.27 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 固体	無色 固体	1.4200 (A)
193	α -{(6-[[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-ノフロボンカルバメート-1-オキシ)カルボニル]アミノ]ヘキシル)-o-[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-ノフロボンカルバメート-1-オキシ)カルボニル]アミノ}ホリ [(2, 4-ジ'オキソ-1, 3-ジ'アセチジ-1, 3-ジ'イル]ヘキサン-1, 6-ジ'イル]	Desmodur N3400 6.52 g	2, 2, 3, 4, 4, 5, 5-ノフロボンカルバメート 8.46 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C 固体	無色 固体	1.4200 (A)

【0 1 3 5】

(表1の続き)

【表1-24】

(45)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

実施例	名称	イソシアートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
194	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチル)オヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-\omega-[2,4,6-[トリオキソ-3,5-ビス(6-[[2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-1,3,5-トリアジナノ-1-イル]ポリ[[2,4,6-トリオキソ-5-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-1,3,5-トリアジナノ-1,3-ジイル]ヘキサ-1,6-ジイル]$	Desmodur N3600 6.32 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキソ-8.66 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4232 (C)
195	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチル)オヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-\omega-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチル)オヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ポリ([(6Z)-2,4-ジオキソ-6-[[(2,2,3,4,4,5,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ)-1,3,5-オキサジアジナノ-3,5-ジイル]ヘキサ-1,6-ジイル)]$	Desmodur N3900 6.28 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキソ-8.70 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4195 (B)
196	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチル)オヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ヘキシル)-\omega-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチル)オヘンタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]ポリ[(2,4,6-トリオキソ-1,3,5-オキサジアジナノ-1,6-ジイル)ヘキサ-1,6-ジイル]$	Baymicron OXA 6.77 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキソ-8.21 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4216 (C)
197	ビス(2,2,3,3,4,4,5,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキジカルボニル)シクロヘキサンジメタジイド	1,3-ビス(4-ジアミノトル)シクロヘンタノ-1-オキドメートル 4.19 g	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフチロヘンタノ-1-オキソ-10.8 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4012 (C)

【0136】

【表 1 - 25】

実施例	名 称	イソシアネートおよび量	7ルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
198	財田ヘプチル-2-イチルヘキシルヘキサン-1, 6-ジイソカローネート	Desmodur LD 7.66 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オ-ル 7.32 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4096 (B)
199	α -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキシ)カルボニル] アミノ]ヘキシル)- ω -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキ シ)カルボニル]アミノ]ボリ[(2, 4-ジオキ -1, 3-ジアセチジン-1, 3-ジイル)ヘキサ -1, 6-ジイル]	Desmodur N3400 5.50 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オ-ル 9.48 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4126 (C)
200	α -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキシ)カルボニル] アミノ]ヘキシル)- ω -(2, 4, 6-トリオキ-3, 5- ビス(6-[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキシ)カルボニ ル]アミノ]ヘキシル)-1, 3, 5-トリアジナノ-1-イ ル]ボリ[(2, 4, 6-トリオキ-5-(6-[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフル オロヘプタノ-1-オキシ)カルボニル]アミノ]ヘキシル) -1, 3, 5-トリアジナノ-1, 3-ジイル]ヘキサン-1, 6-ジイル]	Desmodur N3600 5.32 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オ-ル 9.67 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.430 (A)
201	α -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキシ)カルボニル] アミノ]ヘキシル)- ω -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オ キシ)カルボニル]アミノ]ボリ([(6Z)-2, 4-ジオ キ-6-[(6-[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オキシ)カル ボニル]アミノ]ヘキシル)ミノ]-1, 3, 5-オキサジ アジナノ-3, 5-ジイル]ヘキサン-1, 6-ジイル)	Desmodur N3900 5.27 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ト [°] フ [”] カフルオロヘプタノ-1-オ-ル 9.71 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.410 (A)

（表 1 の続き）

【0 1 3 7】

【表 1 - 26】

実施例	名稱	イソシアネートおよび量	7%水および量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
202	α -(6-[[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ド ⁷ カブロヘプ ⁷ タノ-1-オジ)カルボ ⁷ ニル]アミノ]ベジル)- ω -[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ド ⁷ カブロヘプ ⁷ タノ-1-オジ)カルボ ⁷ ニル]アミノ β リ[(2, 4, 6-トリオキソ-1, 3, 5-オキサジアジナノ-3, 5-ジイル)ヘキサン-1, 6-ジイル]	Baymicon OXA 5.73 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ド ⁷ カブロヘプ ⁷ タノ-1-オジ ⁹ 9.25 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4100 (A)
203	ビス(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-ド ⁷ カブロヘプ ⁷ チル)(シクロヘキサン-1, 3-ジイル)ジメタジ ⁷ メート	1, 3-ビ ⁷ ス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン 3.39 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-ド ⁷ カブロヘプ ⁷ タノ-1-オジ ¹¹ 11.6 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4020 (A)
204	2-エチルベジル-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 8-ペント ⁷ カブロオクタノン-1-オ ⁷ ル-メート	Desmodur LD 6.96 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペント ⁷ カブロオクタノン-1-オ ⁷ ル-メート 8.02 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4262 (C)
205	α -(6-[[(2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペント ⁷ カブロオクタノン-1-オジ)カルボ ⁷ ニル]アミノ]ベジル)- ω -[(12, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペント ⁷ カブロオクタノン-1-オジ)カルボ ⁷ ニル]アミノ β リ[(2, 4-ジ ⁷ オキソ-1, 3-ジアセチジノ-1, 3-ジイル)ヘキサン-1, 6-ジイル]	Desmodur N3400 4.87 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ペント ⁷ カブロオクタノン-1-オ ⁷ ル-メート ¹⁰ 10.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4032 (C)

(表 1 の続き)

【0 1 3 8】

(表1の続き)

【0139】

【表1-27】

実施例	名称	イソシアートおよび量	7ヒューロおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
206	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ)カルボニル]アミノ]-\omega-[2,4,6-トリオキソ-3,5-ビス(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ)カルボニル]アミノ)-1,3,5-トリアジナノ-1-イル]カルボニル]ヘキシル)-1,3,5-[(2,4,6-トリオキソ-5-(6-[[(12,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキジカルボニル]アミノ)-1,3,5-トリアジナノ-1-3-ジイル]ヘキサン-1,6-ジイル)]$		2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ10.3 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4074 (C)
207	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ)カルボニル]アミノ]-\omega-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ)カルボニル]アミノ]カルボニル)-[[(6Z)-2,4-ジオキソ-6-[(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキジカルボニル]アミノ)-1,3,5-オキサジアジナノ-3,5-ジイル]ヘキサン-1,6-ジイル)]$		2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ10.3 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.4058 (C)
208	$\alpha-(6-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ)カルボニル]アミノ]-\omega-[[(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキジカルボニル]アミノ]カルボニル)-[[(2,4,6-トリオキソ-1,3,5-オキサジアジナノ-3,5-ジイル)ヘキサン-1,6-ジイル]]$		2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロオクタノ-1-オキ9.89 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	n. d.

(48)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

(表1の続き)

【0 1 4 0】

【表1-28】

(49)

JP 2013-510203 A 2013.3.21

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明	屈折率 (方法)
209	ヒアル(2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-ペントデカフルオロウチル)(ジクロヘキサン-1,3-ジイルジメタジジイル)ビスカルバーメト	1,3-ビス(イソシアネート)ジクロヘキサン 2.93 g	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペントデカフルオロカタシ-1-オ-ル 12.1 g	Desmopacid Z 0.02 g	70°C	無色 固体	1.3862 (C)
210	ブチル(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル)カルバーメト	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 1.52 g	10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 0.23 g	Desmopacid Z 0.001 g	70°C	n.d.	
211	トリフロビン(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,8,9,9,10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル)カルバーメト	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 1.52 g	10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 0.23 g	Desmopacid Z 0.001 g	70°C	n.d.	
212	1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロブロムオノ-2-イル(3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル)カルバーメト	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 1.12 g	10,10,10-ヘプタデカフルオロヘキシル 0.38 g	Desmopacid Z 0.001 g	70°C	n.d.	
213	2,2-トリフルオロエチルフルニカルバーメト	フェニルイソシアネート 81.5 g	トリフルオロエタノ-ル 68.4 g	Desmopacid Z 0.07 g	60°C	無色 固体	1.4838 (C)
214	1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロブロムオノ-2-イルフェニルカルバーメト	フェニルイソシアネート 8.29 g	ヘキサフルオロ-2-ブロムオノ-ル 11.7 g	Desmopacid Z 0.01 g	60°C	無色 固体	1.4476 (C)
215	1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロブロムオノ-2-イル-2,2-トリフルオロエチル(6-イソシアネート)ヘキシルカルバーメト	2,2,2-トリフルオロエチル(6-イソシアネート) 5.24 g	ヘキサフルオロ-2-ブロムオノ-ル 4.75 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体	1.4280 (C)
216	2,2,3,3-トリフルオロブロムオノ-2,2-トリフルオロエチルヘキサン-1,6-ジカルバーメト	2,2,2-トリフルオロエチル(6-イソシアネート) 5.83 g	トリフルオロ-1-ブロムオノ-ル 4.16 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体	1.4514 (C)
217	2,2,3,3,4,4,5,5-ナフタフルオロヘキサン-1,6-ジカルバーメト	2,2,2-トリフルオロブロムオノ-ル 4.25 g	ナフタフルオロヘキサン-1-オ-ル 5.74 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体	1.4168 (C)

【表 1 - 29】

実施例	名称	イソシアネートおよび量	アルコールおよび量	触媒および量	温度 [°C]	説明 (方法)
218	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカフタルオロエチル(6-イソシアネートヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート)	2, 2, 2-トリフルオロエチル 加ルバメート 3. 57 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7-トデカフタルオロエチルヘキサン-1-オル	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体 (G)
219	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 8, 8-ヘンタカフタルオロエチル-2, 2-トリフルオロエチルヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 2-トリフルオロエチル(6-イソシアネートヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート 3. 16 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ヘンタカフタルオロエチルヘキサン-1-オル	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体 n. d.
220	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキシル 加ルバメート 7. 68 g	トリフルオロエチル 2. 31 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体 (G)
221	1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロブロノ-2-イルヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキシル 加ルバメート 6. 64 g	ヘキサフルオロ-2-ブロノ-1-ル 3. 35 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 油状物 (G)
222	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキシル 加ルバメート 7. 15 g	トリフルオロ-1-ブロノ-1-ル 2. 84 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体 (G)
223	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 6, 6, 7-トデカフタルオロエチル-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキシル 加ルバメート 5. 00 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7-トデカフタルオロエチルヘキサン-1-オル	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 油状物 (G)
224	-2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ヘンタカフタルオロエチルヘキサン-1, 6-ジイルビスカルバメート	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5-オクタフルオロヘキシル 加ルバメート 4. 54 g	2, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 7, 7, 8, 8-ヘンタカフタルオロエチルヘキサン-1-オル 5. 45 g	Desmopacid Z 0.01 g	70°C	無色 固体 (G)

(表 1 の続き)

【0 1 4 1】

実施例 225 : 9, 9, 10, 10, 11, 11, 11, 11, 11, 12, 12, 32, 32, 33, 33, 34, 34 - テトラ

コサフルオロ - 2 0 , 2 0 , 2 2 - トリメチル - 6 , 1 7 , 2 6 - トリオキソ - 7 , 1 6 , 2 7 - トリオキサ - 5 , 1 8 , 2 5 - トリアザペンタトリアコンタン - 3 5 - イルブチルカルバメート

2 5 0 mL 容の丸底フラスコに、まず、2 , 2 , 3 , 3 , 4 , 4 , 5 , 5 , 6 , 6 , 7 , 7 - ドデカフルオロ - 1 , 8 - オクタンジオールを導入し、0 . 0 5 g のジラウリン酸ジブチルスズ (Desmopan Z, Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン)) を添加し、6 0 に加熱した。1 8 . 7 g のn - ブチルイソシアネートを少しづつ添加し、6 0 で3時間攪拌した。次いで、1 9 . 9 g の2 , 4 , 4 - トリメチルヘキサン - 1 , 6 - ジイソシアネート (TMDI) を滴加し、イソシアネート含量が0 . 1 %未満になるまで混合物を6 0 で維持した。続いて冷却し、無色油状物として生成物を得た。
方法Bに従って測定した屈折率 n_D^{20} は1 . 4 1 3 1 であった。

【0142】

実施例2 2 6 : 2 3 - (8 , 8 , 9 , 9 , 1 0 , 1 0 , 1 1 , 1 1 , 1 2 , 1 2 , 1 3 , 1 3 - ドデカフルオロ - 5 , 1 6 - ジオキソ - 6 , 1 5 - ジオキサ - 4 , 1 7 - ジアザヘニコス - 1 - イル) - 9 , 9 , 1 0 , 1 0 , 1 1 , 1 1 , 1 2 , 1 2 , 1 3 , 1 3 , 1 4 , 1 4 , 2 9 , 2 9 , 3 0 , 3 0 , 3 1 , 3 1 , 3 2 , 3 2 , 3 3 , 3 3 , 3 4 , 3 4 - テトラコサフルオロ - 6 , 1 7 , 2 6 - トリオキソ - 7 , 1 6 , 2 7 - トリオキサ - 5 , 1 8 , 2 5 - トリアザペンタトリアコンタン - 3 5 - イルブチルカルバメート

1 0 0 mL 容の丸底フラスコに、まず、2 , 2 , 3 , 3 , 4 , 4 , 5 , 5 , 6 , 6 , 7 , 7 - ドデカフルオロ - 1 , 8 - オクタンジオールを導入し、0 . 0 1 g のジラウリン酸ジブチルスズ (Desmopan Z, Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン)) を添加し、6 0 に加熱した。3 . 6 3 g のn - ブチルイソシアネートを少しづつ添加し、6 0 で3時間攪拌した。次いで、3 . 0 8 g の1 , 8 - ジイソシアナト - 4 - (イソシアナトメチル) オクタン (TIN) を滴加し、イソシアネート含量が0 . 1 %未満になるまで混合物を6 0 で維持した。続いて冷却し、無色油状物として生成物を得た。
方法Aに従って測定した屈折率 n は1 . 4 2 0 0 であった。

【0143】

媒体の製造

光学特性を試験するために、以下に記載したように、媒体を製造し、光学測定を行った。
。

【0144】

ポリオール成分の調製 :

1 L 容のフラスコに、まず、0 . 1 8 g のオクタン酸スズ、3 7 4 . 8 g の - カプロラクトン、および3 7 4 . 8 g の二官能性ポリテトラヒドロフランポリエーテルポリオール (当量5 0 0 g / mol OH) を導入し、1 2 0 に加熱し、固形分 (不揮発性成分の割合) が9 9 . 5 重量%以上になるまでこの温度で保った。次いで冷却し、ワックス状固体として生成物を得た。

【0145】

ウレタンアクリレート1の調製：ホスホロチオイルトリス (オキシベンゼン - 4 , 1 - ジイルカルバモイルオキシエタン - 2 , 1 - ジイル) トリスアクリレート

5 0 0 mL 容の丸底フラスコに、まず、0 . 1 g の2 , 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール、0 . 0 5 g のジラウリン酸ジブチルスズ (Desmopan (登録商標) Z, Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン)) 、およびトリス (p - イソシアナトフェニル) チオホスフェートの2 7 %濃度酢酸エチル溶液 (Desmodur (登録商標) RFE, Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の製品) 2 1 3 . 0 7 g を導入し、6 0 に加熱した。次いで、4 2 . 3 7 g の2 - ヒドロキシエチルアクリレートを滴加し、イソシアネート含量が0 . 1 %未満に低下するまで混合物を6 0 で維持した。続いて冷却し、酢酸エチルを真空下で完全に除去した。半結晶性固体として、生成物を得た。

【0146】

10

20

30

40

50

ウレタンアクリレート 2 の調製：2 - ({ [3 - (メチルスルファニル) フェニル] カルバモイル } オキシ) プロピルプロプ - 2 - エノエート

250 mL 容の丸底フラスコに、まず、酢酸エチル 50 g 中の 3 - (メチルチオ) フェニルイソシアネート 26.8 g、0.02 g の Desmopanid Z、および 0.05 g の 2,6 -ジ - tert - ブチル - 4 - メチルフェノールを導入し、60 に加熱した。次いで、21.1 g の 2 - ヒドロキシプロピルアクリレートを滴加し、イソシアネート含量が 0.1 % 未満に低下するまで混合物を 60 で維持した。続いて、5 mbar で酢酸エチルを留去し、冷却した。淡黄色液体として、生成物を得た。

【 0147 】

媒体 1 :

上記のように調製したポリオール成分 3.82 g を、60 で、2.50 g のホスホロチオイルトリス（オキシベンゼン - 4, 1 - ディルカルバモイルオキシエタン - 2, 1 - ディル）トリスアクリレート（ウレタンアクリレート 1）、2.50 g の 2,2,2 - トリフルオロエチルヘキシルカルバメート（実施例 4）、0.10 g の CGI 909 (Ciba Inc. (スイス国バーゼル) の実験生成物）、0.01 g のニューメチレンブルー、および 0.35 g の N - エチルピロリドンと混合し、透明な溶液を得た。次いで、30 に冷却し、0.71 g の Desmodur (登録商標) N3900 (Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の市販品、ヘキサンジイソシアネートに基づくポリイソシアネート、少なくとも 30 % のイミノオキサジアジンジオン割合、NCO 含量：23.5 %) を添加し、再び混合した。最後に、0.006 g の Fomrez UL 28 (ウレタン化触媒、Momentive Performance Chemicals (米国コネティカット州ウィルトン) の市販品) を添加し、再び短時間混合した。続いて、得られた液状物質をガラス板上に注ぎ、スペーサーによって 20 μm の距離に保たれた第 2 のガラス板で覆った。この試験片を室温で 12 時間放置し、硬化させた。

【 0148 】

表 1 に示した実施例から、媒体 2 ~ 13 を同様に製造した。表 2 は、各々の場合についての、感光性ポリマー組成物中に存在する化合物の実施例番号およびその含量を示す。調製した感光性ポリマー組成物について測定した n 値もまた、表 2 にまとめた。

【 0149 】

媒体 14 :

先に記載したように調製したポリオール成分 3.40 g を、60 で、2.00 g のホスホロチオイルトリス（オキシベンゼン - 4, 1 - ディルカルバモイルオキシエタン - 2, 1 - ディル）トリスアクリレート（ウレタンアクリレート 1）、2.00 g の 2 - ({ [3 - (メチルスルファニル) フェニル] カルバモイル } オキシ) プロピルプロプ - 2 - エノエート（ウレタンアクリレート 2）、1.50 g の 2,2,2 - トリフルオロエチルヘキシルカルバメート（実施例 4）、0.10 g の CGI 909 (Ciba Inc. (スイス国バーゼル) の実験生成物）、0.01 g のニューメチレンブルー、および 0.35 g の N - エチルピロリドンと混合し、透明な溶液を得た。次いで、30 に冷却し、0.64 g の N3900 (Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の市販品、ヘキサンジイソシアネートに基づくポリイソシアネート、少なくとも 30 % のイミノオキサジアジンジオン割合、NCO 含量：23.5 %) を添加し、再び混合した。最後に、0.006 g の Fomrez UL 28 (ウレタン化触媒、Momentive Performance Chemicals (米国コネティカット州ウィルトン) の市販品) を添加し、再び短時間混合した。続いて、得られた液状物質をガラス板上に注ぎ、スペーサーによって 20 μm の距離に保たれた第 2 のガラス板で覆った。この試験片を室温で 12 時間放置し、硬化させた。

【 0150 】

表 1 に示した実施例から、媒体 14 ~ 70 を同様に製造した。表 3 は、各々の場合についての、感光性ポリマー組成物中に存在する化合物の実施例番号およびその含量を示す。調製した感光性ポリマー組成物について測定した n 値もまた、表 3 にまとめた。

【 0151 】

10

20

30

40

50

比較媒体 I :

先に記載したように調製したポリオール成分 8 . 8 9 g を、 6 0 で、 3 . 7 5 g のホスホロチオイルトリス（オキシベンゼン - 4 , 1 - ジイルカルバモイルオキシエタン - 2 , 1 - ジイル）トリスアクリレート（ウレタンアクリレート 1 ）、 0 . 1 5 g のCGI 909 (Ciba Inc. (スイス国バーゼル) の実験生成物) 、 0 . 0 1 5 g のニューメチレンブルー、および 0 . 5 3 g のN - エチルピロリドンと混合し、透明な溶液を得た。次いで、 3 0 に冷却し、 1 . 6 4 7 g のDesmodur (登録商標) N3900 (Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の市販品、ヘキサンジイソシアネートに基づくポリイソシアネート、少なくとも 3 0 % のイミノオキサジアジンジオン割合、NCO 含量： 2 3 . 5 %) を添加し、再び混合した。最後に、 0 . 0 0 9 g のFomrez UL 28 (ウレタン化触媒、Momentive Performance Chemicals (米国コネティカット州ウィルトン) の市販品) を添加し、再び短時間混合した。続いて、得られた液状物質をガラス板上に注ぎ、スペーサーによって 2 0 μm の距離に保たれた第 2 のガラス板で覆った。この試験片を室温で 1 2 時間放置し、硬化させた。

10

【 0 1 5 2 】**比較媒体 II :**

先に記載したように調製したポリオール成分 3 . 8 2 g を、 6 0 で、 2 . 5 0 g のホスホロチオイルトリス（オキシベンゼン - 4 , 1 - ジイルカルバモイルオキシエタン - 2 , 1 - ジイル）トリスアクリレート（ウレタンアクリレート 1 ）、 2 . 5 0 g のプロピレンカーボネート（比較例 II ）、 0 . 1 0 g のCGI 909 (Ciba Inc. (スイス国バーゼル) の実験生成物) 、 0 . 0 1 0 g のニューメチレンブルー、および 0 . 3 5 g のN - エチルピロリドンと混合し、透明な溶液を得た。次いで、 3 0 に冷却し、 0 . 7 0 2 g のDesmodur (登録商標) N3900 (Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の市販品、ヘキサンジイソシアネートに基づくポリイソシアネート、少なくとも 3 0 % のイミノオキサジアジンジオン割合、NCO 含量： 2 3 . 5 %) を添加し、再び混合した。最後に、 0 . 0 2 2 g のFomrez UL 28 (ウレタン化触媒、Momentive Performance Chemicals (米国コネティカット州ウィルトン) の市販品) を添加し、再び短時間混合した。続いて、得られた液状物質をガラス板上に注ぎ、スペーサーによって 2 0 μm の距離に保たれた第 2 のガラス板で覆った。この試験片を室温で 1 2 時間放置し、硬化させた。

20

【 0 1 5 3 】

表 2 に示した比較例から、比較媒体 III ~ V を同様に製造した。

30

【 0 1 5 4 】**比較媒体 VI :**

先に記載したように調製したポリオール成分 4 . 6 6 g を、 6 0 で、 2 . 0 0 g のホスホロチオイルトリス（オキシベンゼン - 4 , 1 - ジイルカルバモイルオキシエタン - 2 , 1 - ジイル）トリスアクリレート（ウレタンアクリレート 1 ）、 2 . 0 0 g の 2 - ({ [3 - (メチルスルファニル) フェニル] カルバモイル } オキシ) プロピルプロブ - 2 - エノエート（ウレタンアクリレート 2 ）、 0 . 1 0 g のCGI 909 (Ciba Inc. (スイス国バーゼル) の実験生成物) 、 0 . 0 1 0 g のニューメチレンブルー、および 0 . 3 5 g のN - エチルピロリドンと混合し、透明な溶液を得た。次いで、 3 0 に冷却し、 0 . 8 7 g のDesmodur (登録商標) N3900 (Bayer MaterialScience AG (ドイツ国レーフエルクーゼン) の市販品、ヘキサンジイソシアネートに基づくポリイソシアネート、少なくとも 3 0 % のイミノオキサジアジンジオン割合、NCO 含量： 2 3 . 5 %) を添加し、再び混合した。最後に、 0 . 0 0 6 g のFomrez UL 28 (ウレタン化触媒、Momentive Performance Chemicals (米国コネティカット州ウィルトン) の市販品) を添加し、再び短時間混合した。続いて、得られた液状物質をガラス板上に注ぎ、スペーサーによって 2 0 μm の距離に保たれた第 2 のガラス板で覆った。この試験片を室温で 1 2 時間放置し、硬化させた。

40

【 0 1 5 5 】

【表2】

表2:

25%のウレタンアクリレート1および25%の添加剤(フッ素化ウレタン)
を含有する組成物から選択した例のホログラム特性評価

媒体	実施例, [重量%]	Δn
1	4, 25	0.0198
2	2, 25	0.0187
3	5, 25	0.0235
4	6, 25	0.0183
5	9, 25	0.0220
6	11, 25	0.0210
7	12, 25	0.0194
8	14, 25	0.0223
9	15, 25	0.0150
10	19, 25	0.0173
11	20, 25	0.0249
12	21, 25	0.0257
13	214, 25	0.0152
媒体	比較例, [重量%]	Δn
I	添加剤なし	0.0115
II	プロピレンカーボネート, 25	0.0136
III	アジピン酸ジメチル, 25	0.0146
IV	ジエチレングリコールジアセテート, 25	0.0146
V	クエン酸トリエチル, 25	0.0115

【0156】

nについて記載した値は、4～32mJ/cm²の線量で得られた。

ホログラフィック媒体のホログラム特性nについて測定した値から、比較例で使用した市販添加剤はホログラフィック媒体における使用にあまり適しておらず、媒体1～13の本発明のウレタンは、より高いn値により、ホログラフィック媒体を製造するのに非常に適していることがわかる。

【0157】

10

20

30

【表3-1】

表3:

20重量%のウレタンアクリレート1、20重量%のウレタンアクリレート2および15%の添加剤(フッ素化ウレタン)を含有する組成物から選択した例のホログラム特性評価

媒体	実施例, [重量%]	Δn
14	2, 15	0.0253
15	4, 15	0.0238
16	5, 15	0.0302
17	7, 15	0.0305
18	8, 15	0.0220
19	14, 15	0.0284
20	15, 15	0.0205
21	19, 15	0.0235
22	20, 15	0.0310
23	21, 15	0.0330
24	26, 15	0.0365
25	32, 15	0.0348
26	35, 15	0.0295
27	36, 15	0.0217
28	46, 15	0.0261
29	48, 15	0.0261
30	51, 15	0.0230
31	52, 15	0.0310
32	54, 15	0.0310
33	55, 15	0.0245
34	66, 15	0.0250
35	67, 15	0.0260
36	68, 15	0.0250
37	71, 15	0.0230
38	72, 15	0.0234
39	73, 15	0.0240
40	74, 15	0.0260
41	75, 15	0.0225
42	76, 15	0.0204
43	82, 15	0.0239
44	84, 15	0.0203
45	132, 15	0.0286
46	133, 15	0.0283
47	141, 15	0.0239
48	146, 15	0.0210
49	147, 15	0.0272
50	164, 15	0.0220

10

20

30

40

【0158】

【表3-2】
(表3の続き)

51	165, 15	0.0229
52	166, 15	0.0209
53	170, 15	0.0235
54	172, 15	0.0245
55	174, 15	0.0202
56	175, 15	0.0201
57	180, 15	0.0230
58	181, 15	0.0235
59	182, 15	0.0255
60	183, 15	0.0248
61	184, 15	0.0233
62	192, 15	0.0261
63	198, 15	0.0269
64	201, 15	0.0210
65	202, 15	0.0262
66	203, 15	0.0305
67	220, 15	0.0229
68	221, 15	0.0279
69	222, 15	0.0221
70	223, 15	0.0303
比較例		
VI	添加剤なし	0.0140

10

20

30

40

【0159】

nについて記載した値は、4～32mJ/cm²の線量で得られた。

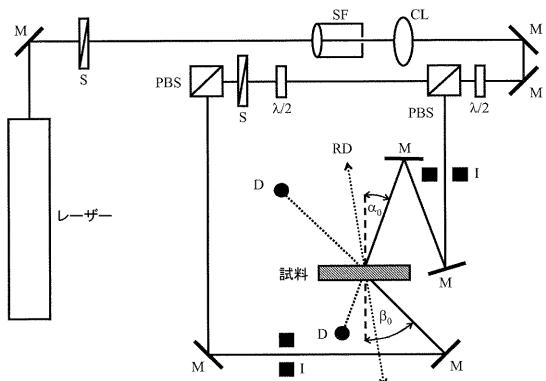
ホログラフィック媒体のホログラム特性 nについて測定した値から、媒体14～70の本発明のフッ素化ウレタンは、より高い n 値により、ホログラフィック媒体を製造するのに非常に適していることがわかる。

【符号の説明】

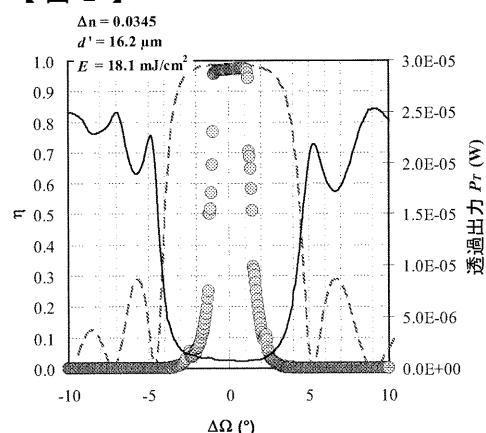
【0160】

M	ミラー
S	シャッター
S F	空間フィルター
C L	コリメーターレンズ
/ 2	/ 2 プレート
P B S	偏光感受型ビームスプリッタ
D	検出器
I	虹彩絞り
0	- 21.8°
0	41.8°

【図1】



【図2】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/EP2010/066591
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. G11B7/245 C08G18/38 C08G18/79 G03F7/035 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G11B C08G G03F		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2008/125229 A (BAYER MATERIALSCIENCE AG [DE]; INPHASE TECH INC [US]; COLE MICHAEL CHR) 23 October 2008 (2008-10-23) cited in the application claims 1,17,18 -----	1-13
A	US 2003/105263 A1 (FAN WAYNE W [US] ET AL) 5 June 2003 (2003-06-05) paragraph [0044] paragraphs [0085] - [0088] claims 1-7 -----	14,15
A	WO 03/023519 A (INPHASE TECH INC [US]) 20 March 2003 (2003-03-20) examples -----	14,15
A	KR 100 850 022 B1 (PUSAN NAT UNIV IND COOP FOUND [KR]) 4 August 2008 (2008-08-04) * abstract; claims -----	1-15
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the International filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
"T" later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
17 December 2010	23/12/2010	
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.O. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Stabel, Andreas	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2010/066591

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
WO 2008125229	A	23-10-2008	CA 2683905 A1 CN 101711410 A EP 2137732 A1 JP 2010524037 T KR 20090125290 A US 2009185470 A1		23-10-2008 19-05-2010 30-12-2009 15-07-2010 04-12-2009 23-07-2009
US 2003105263	A1	05-06-2003	NONE		
WO 03023519	A	20-03-2003	CN 1578930 A JP 2005502918 T US 2003087104 A1		09-02-2005 27-01-2005 08-05-2003
KR 100850022	B1	04-08-2008	NONE		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2010/066591

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. G11B7/245 C08G18/38 C08G18/79 G03F7/035 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) G11B C08G G03F		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 2008/125229 A (BAYER MATERIALSCIENCE AG [DE]; INPHASE TECH INC [US]; COLE MICHAEL CHR) 23. Oktober 2008 (2008-10-23) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1,17,18	1-13
A	US 2003/105263 A1 (FAN WAYNE W [US] ET AL) 5. Juni 2003 (2003-06-05) Absatz [0044] Absätze [0085] – [0088] Ansprüche 1-7	14,15
A	WO 03/023519 A (INPHASE TECH INC [US]) 20. März 2003 (2003-03-20) Beispiele	14,15
A	KR 100 850 022 B1 (PUSAN NAT UNIV IND COOP FOUND [KR]) 4. August 2008 (2008-08-04) * Zusammenfassung; Ansprüche	1-15
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausspielung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendetermin des internationalen Recherchenberichts	
17. Dezember 2010	23/12/2010	
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5918 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bauführlicher Bediensteter Stabel, Andreas	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2010/066591

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 2008125229	A	23-10-2008	CA CN EP JP KR US	2683905 A1 101711410 A 2137732 A1 2010524037 T 20090125290 A 2009185470 A1		23-10-2008 19-05-2010 30-12-2009 15-07-2010 04-12-2009 23-07-2009
US 2003105263	A1	05-06-2003		KEINE		
WO 03023519	A	20-03-2003	CN JP US	1578930 A 2005502918 T 2003087104 A1		09-02-2005 27-01-2005 08-05-2003
KR 100850022	B1	04-08-2008		KEINE		

