

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 24 年 4 月 26 日 (2012.4.26)

【公開番号】特開 2009-221478 (P2009-221478A)

【公開日】平成 21 年 10 月 1 日 (2009.10.1)

【年通号数】公開・登録公報 2009-039

【出願番号】特願 2009-60660 (P2009-60660)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/79 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 18/79 A

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 3 月 9 日 (2012.3.9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 9 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

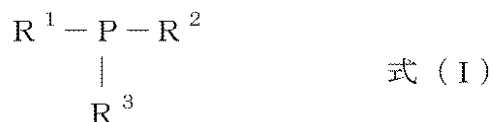
【0 0 9 3】

いずれの場合にも、8 時間にわたって反応混合物の屈折率がほとんど増加せず、次いで、用いた各リン化合物をさらに 0.1 mol % (導入した初期 HDI に基づく) 同じ温度で添加し、8 時間を越えて攪拌を継続した。反応混合物の屈折率が 1.4530 を越えて増加する場合はなかったが、これはイソシアネートオリゴマー化反応に対する上記のリン化合物の活性がほとんどないことを示す。

本発明の好ましい態様は、以下を包含する。

[1] 脂肪族および / または脂環式のイソシアネートからポリイソシアネートを製造する方法であって、形成された構造の全ての型の合計を基準として、形成されたポリイソシアネート中のイソシアヌレート構造およびイミノオキサジアジンジオン構造の分率が 60 mol % を越え、ウレトジオン構造の分率が 25 mol % 未満であり、およびカルボジイミド構造およびウレトイミン構造の分率が 5 mol % 未満であり、式 (I) :

【化 3】



〔式中、

R^1 は、必要に応じてモノ - またはポリ不飽和および / またはモノ - またはポリ - $C_{1 \sim 20}$ アルキル - またはアルコキシ - 置換されている、非環式または環式の脂肪族 $C_{1 \sim 50}$ 基であり、および

R^2 および R^3 は、リン原子と、必要に応じて R^1 と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_{1 \sim 20}$ アルキル - またはアルコキシ - 置換されている、多環式および / またはモノ - またはポリ不飽和の脂環式 $C_{2 \sim 20}$ 基を示す]

で示されるヘテロ環式触媒の存在下において少なくとも 1 つの脂肪族および / または脂環式イソシアネートを反応させることを含んでなる、前記方法。

[2] 式 (I) において、

R^1 は、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_{1 \sim 8}$ アルキル - またはアルコキシ - 置換されている、非環式または環式の脂肪族 $C_{1 \sim 12}$ 基であり、および

R^2 および R^3 は、リン原子と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_{1 \sim 20}$ アル

キル - またはアルコキシ - 置換され、および / または二環式である、飽和脂環式 $C_4 \sim C_6$ 基を示す、

[1] に記載の方法。

[3] 式 (I) で示される前記触媒は、1 - メチル - 1 - ホスホラン、1 - エチル - 1 - ホスホラン、1 - プロピル - 1 - ホスホラン、1 - ブチル - 1 - ホスホラン、1 - ペンチル - 1 - ホスホラン、1 - ヘキシル - 1 - ホスホラン、1 - オクチル - 1 - ホスホラン、9 - メチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - エチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - プロピル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ブチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ペンチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ヘキシル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - オクチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ドデシル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - エイコシル - 9 - ホスファビシクロノナンまたはこれらの混合物からなる群から選択される、[1] に記載の方法。

[4] 前記少なくとも 1 つの脂肪族および / または脂環式のイソシアネートを、0 ~ 150 の範囲の温度で、式 (I) で示されるヘテロ環式触媒の存在下において反応させる、[1] に記載の方法。

[5] 前記少なくとも 1 つの脂肪族および / または脂環式のイソシアネートを、不活性ガス雰囲気下で、式 (I) で示されるヘテロ環式触媒の存在下において反応させる、[1] に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

脂肪族および / または脂環式のイソシアネートからポリイソシアネートを製造する方法であって、形成された構造の全ての型の合計を基準として、形成されたポリイソシアネート中のイソシアヌレート構造およびイミノオキサジアジンジオン構造の分率が 60 mol % を越え、ウレトジオン構造の分率が 25 mol % 未満であり、およびカルボジイミド構造およびウレトイミン構造の分率が 5 mol % 未満であり、式 (I) :

【化 1】



〔式中、

R^1 は、必要に応じてモノ - もしくはポリ不飽和および / またはモノ - もしくはポリ - $C_1 \sim C_{20}$ アルキル - もしくはアルコキシ - 置換されている、非環式または環式の脂肪族 $C_1 \sim C_{50}$ 基であり、および

R^2 および R^3 は、リン原子と、必要に応じて R^1 と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_1 \sim C_{20}$ アルキル - またはアルコキシ - 置換されている、多環式および / またはモノ - またはポリ不飽和の脂環式 $C_2 \sim C_{20}$ 基を示す]

で示されるヘテロ環式触媒の存在下において少なくとも 1 つの脂肪族および / または脂環式イソシアネートを反応させることを含んでなる、前記方法。

【請求項 2】

式 (I) において、

R^1 は、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_1 \sim C_8$ アルキル - またはアルコキシ - 置換されている、非環式または環式の脂肪族 $C_1 \sim C_{12}$ 基であり、および

R^2 および R^3 は、リン原子と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - $C_1 \sim C_{20}$ アルキル - またはアルコキシ - 置換され、および / または二環式である、飽和脂環式 $C_4 \sim C$

6 基を示す、
請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

式 (I) で示される前記触媒は、1 - メチル - 1 - ホスホラン、1 - エチル - 1 - ホスホラン、1 - プロピル - 1 - ホスホラン、1 - ブチル - 1 - ホスホラン、1 - ペンチル - 1 - ホスホラン、1 - ヘキシル - 1 - ホスホラン、1 - オクチル - 1 - ホスホラン、9 - メチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - エチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - プロピル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ブチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ペンチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ヘキシル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - オクチル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - ドデシル - 9 - ホスファビシクロノナン、9 - エイコシル - 9 - ホスファビシクロノナンまたはこれらの混合物からなる群から選択される、請求項 1 に記載の方法。