

【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 08 G 18/79 (2006.01)

【F I】

C 08 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】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

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0.1mol%（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60mol%を越え、ウレットジオン構造の分率が25mol%未満であり、およびカルボジイミド構造およびウレトンイミン構造の分率が5mol%未満であり、式(I)：

【化3】



〔式中、

R¹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-C₁~C₂₀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C₁~C₅₀基であり、および

R²およびR³は、リン原子と、必要に応じてR¹と共に、必要に応じてモノ-またはポリ-C₁~C₂₀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C₂~C₂₀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、

R¹は、必要に応じてモノ-またはポリ-C₁~C₈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C₁~C₁₂基であり、および

R²およびR³は、リン原子と共に、必要に応じてモノ-またはポリ-C₁~C₂₀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 C₄ ~ C₆ 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 - ヘキシリ - 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 - ヘキシリ - 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 - エイコシリ - 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、ウレッ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ンイミン構造の分率が 5 mol % 未満であり、式 (I) :

【化 1】



〔式中、

R¹ 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 - C₁ ~ C₂₀ 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 C₁ ~ C₅₀ 基であり、および

R² および R³ は、リン原子と、必要に応じて R¹ と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - C₁ ~ C₂₀ 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 C₂ ~ C₂₀ 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、

R¹ は、必要に応じてモノ - またはポリ - C₁ ~ C₈ 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 C₁ ~ C₁₂ 基であり、および

R² および R³ は、リン原子と共に、必要に応じてモノ - またはポリ - C₁ ~ C₂₀ 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 C₄ ~ C₆

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。