

【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12月27日(2012.12.27)

【公表番号】特表2012-508303(P2012-508303A)
 【公表日】平成24年4月5日(2012.4.5)
 【年通号数】公開・登録公報2012-014
 【出願番号】特願2011-535728(P2011-535728)
 【国際特許分類】

C 0 8 G 18/72 (2006.01)

C 0 7 D 233/06 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 18/72 Z

C 0 7 D 233/06

【手続補正書】

【提出日】平成24年11月8日(2012.11.8)

【手続補正1】

【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】

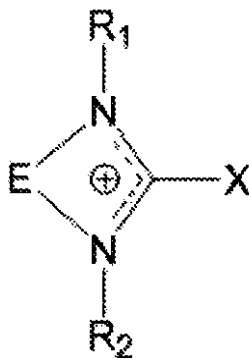
【請求項1】

イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオン；および
 イソシアネート三量体誘導アニオン

を含み、示差走査熱量測定法(DSC)によって10 /分の速度で測定する場合に73 以下の範囲の三量化活性化温度を有し、

前記イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンが以下の構造

【化8】



(式中、EはC₂またはC₆不飽和結合であり、XはH、C₁~C₁₈、P、Si、Nおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択され、R₁はH、C₁~C₁₈、Siおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択され、R₂はH、C₁~C₁₈、Siおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択される)を有する、三量化触媒系。

【請求項2】

前記イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンが、テトラエチルイミダゾリウムもしくはテトラエチルイミダゾリニウムカチオンまたはテトラブチルイミダゾリウムもしくはテトラブチルイミダゾリニウムカチオンである、請求項1に記載の三量化触媒系。

【請求項3】

前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、カルボキシレート、カルボネート、フェノ

キシド、アミド、アミジネート、イミド、ホスフィド、チオシアネート、チオイソシアネート、イソシアネート、シアネート、およびフルオリドからなる群から選択される、請求項 1 又は 2 に記載の三量化触媒系。

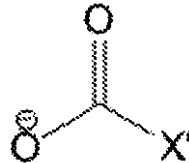
【請求項 4】

前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、カルボキシレート、カルボネート、フェノキシド、およびフルオリドからなる群から選択される、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の三量化触媒系。

【請求項 5】

前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、以下の構造

【化 9】



(式中、X' は H、C₁ ~ C₁₈、脂肪族、芳香族、環式、非環式、アシルおよびそれらの誘導体からなる群から選択される)

を有するカルボキシレートである、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の三量化触媒系。

【請求項 6】

前記カルボキシレートが、ホルメート、アセテート、オクタノエート、2 - エチルヘキサノエート、ベンゾエート、およびそれらの置換された誘導体からなる群から選択される、請求項 5 に記載の三量化触媒系。

【請求項 7】

前記イソシアネート三量体誘導アニオンがアセテートである、請求項 6 に記載の三量化触媒系。

【請求項 8】

テトラブチルイミダゾリウムアセテートもしくはテトラブチルイミダゾリニウムアセテート、またはテトラフェニルイミダゾリウムアセテートもしくはテトラフェニルイミダゾリニウムアセテートである、請求項 1 から 7 のいずれかに記載の三量化触媒系。

【請求項 9】

前駆体配合物の重量に対して少なくとも 25 重量% のポリオール；

前駆体配合物の重量に対して 15 重量% 以下の請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の三量化触媒系；ならびに

必要に応じて 1 つまたは複数の界面活性剤、1 つまたは複数の難燃剤、水、1 つまたは複数の抗酸化剤、1 つまたは複数の発泡助剤、1 つまたは複数のウレタン触媒、1 つまたは複数の三量化補助触媒、またはそれらの組合せを含む前駆体配合物。

【請求項 10】

イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される 1 つまたは複数のモノマーを提供するステップ；

請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の三量化触媒系を提供するステップ；

前記三量化触媒の存在下で前記 1 つまたは複数のモノマーを三量化するステップ；

それにより 1 つまたは複数のイソシアヌレート三量体を生成するステップ

を含む、イソシアネートの三量化のための方法。

【請求項 11】

イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される 1 つまたは複数のモノマーを提供するステップ；

ポリオールを提供するステップ；

請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の三量化触媒系を提供するステップ；

必要に応じて、1 つまたは複数の界面活性剤、1 つまたは複数の難燃剤、水、1 つまたは複数の抗酸化剤、1 つまたは複数の発泡助剤、1 つまたは複数のウレタン触媒、1 つまたは複数の三量化補助触媒、またはそれらの組合せを提供するステップ；

前記 1 つまたは複数のモノマーおよび前記ポリオールを接触させるステップであって、必要に応じて前記 1 つまたは複数の界面活性剤、および必要に応じて前記 1 つまたは複数の難燃剤、および必要に応じて前記水、および必要に応じて前記 1 つまたは複数の抗酸化剤、および必要に応じて前記三量化触媒系の存在下での前記 1 つまたは複数の発泡助剤、および必要に応じて前記 1 つまたは複数のウレタン触媒、および必要に応じて前記 1 つまたは複数の三量化補助触媒を接触させるステップ；

それにより前記ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体を生成するステップを含む、ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体を生成するための方法。

【請求項 1 2】

請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の三量化触媒系であって、必要に応じて 1 つまたは複数の界面活性剤、必要に応じて 1 つまたは複数の難燃剤、必要に応じて水、必要に応じて 1 つまたは複数の抗酸化剤、必要に応じて 1 つまたは複数の発泡助剤、任意選択で 1 つまたは複数のさらなるウレタン触媒、および必要に応じて 1 つまたは複数の三量化補助触媒、あるいは必要に応じてそれらの組合せを含む三量化触媒系の存在下における、イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される 1 つまたは複数のモノマーとポリオールとの反応生成物を含む、ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体。

【請求項 1 3】

前記ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体の上表面から深さ 1 2 mm における A T R - F T I R 分光法で測定されるポリイソシアヌレート三量体比 ($A b s_{1410} / A b s_{1595}$) が少なくとも 5 である、請求項 1 2 に記載のポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体。

【請求項 1 4】

断熱材として用いられる、請求項 1 2 又は 1 3 に記載のポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 6】

代替の実施形態において、本発明は、発泡体が建設用断熱発泡体または電気製品用断熱発泡体等の断熱材として用いられることを除いて上記の任意の実施形態に従う、P I R 発泡体、および該発泡体を作製するための方法を提供する。

本願はさらに、以下の発明を提供する。

[1] イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオン；およびイソシアネート三量体誘導アニオン

を含み、7 3 以下の範囲の三量化活性化温度を有する三量化触媒系。

[2] 前駆体配合物の重量に対して少なくとも 2 5 重量%のポリオール；

イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオン；およびイソシアネート三量体誘導アニオンを含み、7 3 以下の範囲の三量化活性化温度を有する、前駆体配合物の重量に対して 1 5 重量%以下の三量化触媒系；ならびに

必要に応じて 1 つまたは複数の界面活性剤、1 つまたは複数の難燃剤、水、1 つまたは複数の抗酸化剤、1 つまたは複数の発泡助剤、1 つまたは複数のウレタン触媒、1 つまた

は複数の三量化補助触媒、またはそれらの組合せを含む前駆体配合物。

[3] イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される1つまたは複数のモノマーを提供するステップ；

イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンおよびイソシアネート三量体誘導アニオンを含み、73 以下の範囲の三量化活性化温度を有する三量化触媒系を提供するステップ；

前記三量化触媒の存在下で前記1つまたは複数のモノマーを三量化するステップ；

それにより1つまたは複数のイソシアヌレート三量体を生成するステップを含む、イソシアネートの三量化のための方法。

[4] イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される1つまたは複数のモノマーを提供するステップ；

ポリオールを提供するステップ；

イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンおよびイソシアネート三量体誘導アニオンを含み、73 以下の範囲の三量化活性化温度を有する三量化触媒系を提供するステップ；

必要に応じて、1つまたは複数の界面活性剤、1つまたは複数の難燃剤、水、1つまたは複数の抗酸化剤、1つまたは複数の発泡助剤、1つまたは複数のウレタン触媒、1つまたは複数の三量化補助触媒、またはそれらの組合せを提供するステップ；

前記1つまたは複数のモノマーおよび前記ポリオールを接触させるステップであって、必要に応じて前記1つまたは複数の界面活性剤、および必要に応じて前記1つまたは複数の難燃剤、および必要に応じて前記水、および必要に応じて前記1つまたは複数の抗酸化剤、および必要に応じて前記三量化触媒系の存在下での前記1つまたは複数の発泡助剤、および必要に応じて前記1つまたは複数のウレタン触媒、および必要に応じて前記1つまたは複数の三量化補助触媒を接触させるステップ；

それにより前記ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体を生成するステップを含む、ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体を生成するための方法。

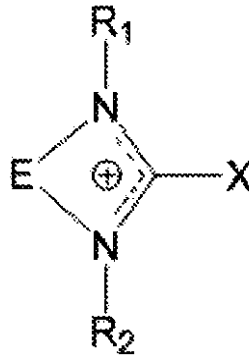
[5] イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオン、およびイソシアネート三量体誘導アニオンを含む三量化触媒系であって、必要に応じて1つまたは複数の界面活性剤、必要に応じて1つまたは複数の難燃剤、必要に応じて水、必要に応じて1つまたは複数の抗酸化剤、必要に応じて1つまたは複数の発泡助剤、任意選択で1つまたは複数のさらなるウレタン触媒、および必要に応じて1つまたは複数の三量化補助触媒、あるいは必要に応じてそれらの組合せを含み、73 以下の範囲の三量化活性化温度を有する三量化触媒系の存在下における、イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される1つまたは複数のモノマーとポリオールとの反応生成物を含む、ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体。

[6] イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオン、およびイソシアネート三量体誘導アニオンを含む三量化触媒系であって、必要に応じて1つまたは複数の界面活性剤、必要に応じて1つまたは複数の難燃剤、必要に応じて水、必要に応じて1つまたは複数の抗酸化剤、必要に応じて1つまたは複数の発泡助剤、必要に応じて1つまたは複数のさらなるポリウレタン触媒、および必要に応じて1つまたは複数の三量化触媒、あるいは必要に応じてそれらの組合せを含む三量化触媒系の存在下における、イソシアネート、ジイソシアネート、トリイソシアネート、イソシアネートオリゴマー、それらの任意のものの塩、およびそれらの任意のものの混合物からなる群から選択される1つまたは複数のモノマーとポリオールとの反応生成物を含み、硬質発泡体の上表面から深さ12 mmにおけるATR - FTIR分光法で測定されるポリイソシアヌレート三量体比 (Abs_{1410} / Abs_{1595}) が少なくとも5である、ポリイソシアヌレート/ポリウレタン硬質発泡体

°

[7] 前記イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンが以下の構造

【化 8】



(式中、EはC₂またはC₆不飽和結合であり、XはH、C₁~C₁₈、P、Si、Nおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択され、R₁はH、C₁~C₁₈、Siおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択され、R₂はH、C₁~C₁₈、Siおよびそれらの任意の組合せからなる群から選択される)

を有する、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系。

[8] 前記イミダゾリウムまたはイミダゾリニウムカチオンが、テトラエチルイミダゾリウムもしくはイミダゾリニウムカチオンまたはテトラブチルイミダゾリウムもしくはイミダゾリニウムカチオンである、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系。

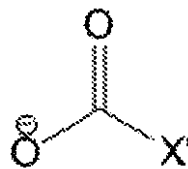
[9] 前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、カルボキシレート、カルボネート、フェノキシド、アミド、アミジネート、イミド、ホスフィド、チオシアネート、チオイソシアネート、イソシアネート、シアネート、およびフルオリドからなる群から選択される、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系。

[10]

前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、カルボキシレート、カルボネート、フェノキシド、およびフルオリドからなる群から選択される、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系。

[11] 前記イソシアネート三量体誘導アニオンが、以下の構造

【化 9】



(式中、X'はH、C₁~C₁₈、脂肪族、芳香族、環式、非環式、アシルおよびそれらの誘導体からなる群から選択される)

を有するカルボキシレートである、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系。

[12] 前記カルボキシレートが、ホルメート、アセテート、オクタノエート、2-エチルヘキサノエート、ベンゾエート、およびそれらの置換された誘導体からなる群から選択される、[11]に記載の三量化触媒系。

[13] 前記イソシアネート三量体誘導アニオンがアセテートである、[12]に記載の三量化触媒系。

[14] テトラブチルイミダゾリウムアセテートもしくはテトラブチルイミダゾリニウムアセテート、またはテトラフェニルイミダゾリウムアセテートもしくはテトラフェニルイミダゾリニウムアセテートである、[1]から[6]のいずれかに記載の三量化触媒系

°

[15] 前記発泡体が断熱材として用いられる、[4]から[6]のいずれかに記載の硬質ポリイソシアヌレート発泡体。