

【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1月26日(2012.1.26)

【公表番号】特表2011-506693(P2011-506693A)

【公表日】平成23年3月3日(2011.3.3)

【年通号数】公開・登録公報2011-009

【出願番号】特願2010-538396(P2010-538396)

【国際特許分類】

C 08 G 18/09 (2006.01)

C 07 D 251/34 (2006.01)

C 07 D 229/00 (2006.01)

【F I】

C 08 G 18/09

C 07 D 251/34 L

C 07 D 229/00

【手続補正書】

【提出日】平成23年12月1日(2011.12.1)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0046】

実施例3(本発明による)

頂上に取り付けられた冷却器および乾燥管、窒素装置、温度計および攪拌装置を有する5リットル4口丸底フラスコに1200gのHDIを投入し、この初期投入を3時間減圧下で脱気し、いずれの場合にもN<sub>2</sub>でブランケットした。2400gの軽質ベンゼン(沸点80~95)を流し込み、該投入を60に加熱した。強攪拌を、希釀剤中のイソシアネート成分の微細な分割(分散)を行うために400rpmで行った。60の温度で開始の際、該二相反応混合物を、約60分間にわたる27gの触媒溶液(トリメチルベンジルアノニウム水酸化物、2-エチルヘキサノール/2-エチル-1,3-ヘキサンジオール中に0.5%強度)の部分添加により反応させた。温度を60~65で穏やかな冷却により温水浴を用いて維持した。顕著な発熱は観測されなかった。70分の反応時間の間、反応混合物は、極めて高い流動性のため、易攪拌性を保った。13.7%のNCO含量が混合物全体について達した際、反応混合物を5.5gのHDI中のジブチルホスフェートの2重量%強度溶液の添加により停止し、次いで30分間攪拌した。相分離に次いで、軽質ベンゼン相を分離し、まず、軽質ベンゼンで飽和したポリイソシアネート相から低ボイラーレを80/10mbarで除去し、この後、粗製トリマーを薄膜蒸留によって仕上げを行う。これにより以下の特性を有するポリイソシアネートを得る:

NCO含量: 19.9%

粘度: 4300mPas

遊離HDI含量: <0.03% (GC分析)

本発明の好ましい態様は、以下を包含する。

[1] 1.0重量%未満の残留モノマーイソシアネート含量を有するポリイソシアネートの製造方法であって、

A)少なくとも60重量%の1以上のジイソシアネートおよび40重量%以下の1以上のモノイソシアネートおよび/または官能価3を有する1以上のイソシアネートから構成されるイソシアネート成分と、

B ) 必要に応じて、触媒 B 1 ) および / または必要に応じて反応性成分 B 2 ) とを、液滴の形態で、希釈剤 C ) 中において、0 ~ 200 の温度でオリゴマー化を伴って反応させ、次いで、相分離を行い、相分離前、相分離中または相分離後に前記反応を必要に応じて触媒毒 D ) の添加により中断し、次いでイソシアネート相中に存在するポリイソシアネートから過剰なモノマーを除去することを特徴とする、前記方法。

[ 2 ] 成分 A ) として、専ら HDI、IPDI、2,4'-および / または 4,4'-ジイソシアナトジシクロヘキシルメタンのみを用いることを特徴とする、[ 1 ] に記載の方法。

[ 3 ] 希釈剤 C ) として、必要に応じてフッ素化またはパーフッ素化されたアルカンを用いることを特徴とする、[ 1 ] または [ 2 ] に記載の方法。

[ 4 ] パーフルオロオクタンを、アルカンとして C ) に用いることを特徴とする、[ 3 ] に記載の方法。

[ 5 ] イソシアネート成分 A ) と希釈剤 C ) との重量比を 1 : 10 ~ 1 : 1 に設定することを特徴とする、[ 1 ] ~ [ 4 ] のいずれかに記載の方法。

[ 6 ] 前記重量比は 1 : 5 ~ 1 : 2 であることを特徴とする、[ 5 ] に記載の方法。

[ 7 ] 前記反応を連続的に行うことの特徴とする、[ 1 ] ~ [ 6 ] のいずれかに記載の方法。

## 【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】

1. 0 重量 % 未満の残留モノマーイソシアネート含量を有するポリイソシアネートの製造方法であつて、

A ) 少なくとも 60 重量 % の 1 以上のジイソシアネートおよび 40 重量 % 以下の 1 以上のモノイソシアネートおよび / または官能価 3 を有する 1 以上のイソシアネートから構成されるイソシアネート成分と、

B ) 必要に応じて、触媒 B 1 ) および / または必要に応じて反応性成分 B 2 ) とを、液滴の形態で、希釈剤 C ) 中において、0 ~ 200 の温度でオリゴマー化を伴って反応させ、次いで、相分離を行い、相分離前、相分離中または相分離後に前記反応を必要に応じて触媒毒 D ) の添加により中断し、次いでイソシアネート相中に存在するポリイソシアネートから過剰なモノマーを除去することを特徴とする、前記方法。

【請求項 2】

成分 A ) として、専ら HDI、IPDI、2,4'-および / または 4,4'-ジイソシアナトジシクロヘキシルメタンのみを用いることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

希釈剤 C ) として、必要に応じてフッ素化またはパーフッ素化されたアルカンを用いることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

イソシアネート成分 A ) と希釈剤 C ) との重量比を 1 : 10 ~ 1 : 1 に設定することを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

前記反応を連続的に行うことの特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。