

【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 26 年 12 月 18 日 (2014.12.18)

【公表番号】特表 2013-541628 (P2013-541628A)  
 【公表日】平成 25 年 11 月 14 日 (2013.11.14)  
 【年通号数】公開・登録公報 2013-062  
 【出願番号】特願 2013-537141 (P2013-537141)  
 【国際特許分類】

C 0 8 J 9/12 (2006.01)

【F I】

C 0 8 J 9/12 C E R

C 0 8 J 9/12 C E Z

C 0 8 J 9/12 C F F

【手続補正書】  
 【提出日】平成 26 年 10 月 31 日 (2014.10.31)  
 【手続補正 1】  
 【補正対象書類名】明細書  
 【補正対象項目名】0 1 0 9  
 【補正方法】変更  
 【補正の内容】  
 【0 1 0 9】

後の図および実施例において、本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されない。

図 1 は、二成分系の圧力依存状態図である。

図 2 は、n - デカン / 二酸化炭素系の圧力依存状態図である。

図 3 は、オクタメチルシクロテトラシロキサン / 二酸化炭素系の圧力依存状態図である。

。

図 4 は、n - ドデカン含有系の相挙動を示す。

図 5 は、別の n - ドデカン含有系の相挙動を示す。

図 6 は、別の n - ドデカン含有系の相挙動を示す。

図 7 は、オクタメチルシクロテトラシロキサン含有系の相挙動を示す。

図 8 ~ 10 は、本発明に従って使用できる密閉型を示す。

図 11 ~ 15 は、得られた発泡体の顕微鏡写真である。

本発明の好ましい態様は、以下を包含する。

〔1〕・A) 形成されたマトリックスは室温で固体である、マトリックス形成用成分、  
 B) 界面活性剤成分、および

C) 成分 A) に乳化した超臨界または近臨界二酸化炭素含有発泡剤成分

を含んでなるエマルジョン状組成物を供給する工程；および

・発泡剤成分 C) の二酸化炭素を、圧力低下によって未臨界状態にする工程  
 を含む、発泡材料の製造方法であって、

発泡剤成分 C) が、150 bar 以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、40 bar 以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A) に不溶性である、疎水性共成分 D) を更に含んでなり、

共成分 D) が、発泡剤成分の 3 重量% ~ 35 重量% の割合で存在することを特徴とする、方法。

〔2〕成分 A) が、ポリイソシアネートと反応する化合物とポリイソシアネートとを含んでなる、上記〔1〕に記載の方法。

〔3〕ポリイソシアネートと反応する化合物がポリオールであり、ポリオールが、ポリエ

ーテルポリオール、ポリエステルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリエーテルエステルポリオールおよびポリアクリレートポリオールからなる群から選択され、ポリオールのヒドロキシル価が  $100 \text{ mg KOH/g} \sim 800 \text{ mg KOH/g}$  であり、ポリオールの平均ヒドロキシル官能価が 2 以上である、上記〔2〕に記載の方法。

〔4〕成分 A) が、アクリルアミド、エポキシドおよび / またはフェノール、メラミンおよび / またはウレア - ホルムアルデヒドを含んでなる、上記〔1〕に記載の方法。

〔5〕成分 A) が、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレンテレフタレート、ポリメチルメタクリレート、熱可塑性ポリウレタン、ポリプロピレン、ポリエチレン、および / またはスチレン、ブタジエン、アクリロニトリル、メチルメタクリレート、酢酸ビニルのコポリマー、および / またはこれらポリマーの混合物を含んでなる、上記〔1〕に記載の方法。

〔6〕界面活性剤成分 B) が、アルコキシル化アルカノール、アルコキシル化アルキルフェノール、アルコキシル化脂肪酸、脂肪酸エステル、ポリアルキレンアミン、アルキルスルフェート、アルキルポリエーテル、アルキルポリグルコシド、ホスファチジルイノシトール、フッ素化界面活性剤、ポリシロキサン基含有界面活性剤およびビス(2 - エチル - 1 - ヘキシル)スルホスクシネートからなる群から選択される、上記〔1〕に記載の方法。

〔7〕共成分 D) が、7 ~ 20 個の炭素原子を有する、アルカン、アルケン、芳香族化合物、エステル、エーテル、ケトン、および 3 ~ 20 個のケイ素原子を有する直鎖、分岐または環式ポリシロキサンからなる群から選択される、上記〔1〕に記載の方法。

〔8〕エマルション状組成物を、 $50 \text{ bar} \sim 200 \text{ bar}$  の圧力および  $20 \sim 80$  の温度で調製する、上記〔1〕に記載の方法。

〔9〕密閉型内で発泡剤成分 C) の二酸化炭素を未臨界状態にし、密閉型は、混合装置のミキシングヘッドの一部ではなく、混合物導入後に、その内部容積および / またはその内部圧力を外部作用によって変えることができるように設計されている、上記〔1〕に記載の方法。

〔10〕エマルション状組成物において、成分が下記割合：

A) ジフェニルメタンジイソシアネートおよび / または重合体ジフェニルメタンジイソシアネートと  $250 \text{ mg KOH/g}$  以上の平均ヒドロキシル価を有するポリオールとの反応性樹脂混合物 60 重量% ~ 95 重量%、

B) ポリシロキサン基含有界面活性剤 4 重量% ~ 30 重量%、

C) 二酸化炭素 5 重量% ~ 30 重量%、および

D) ドデカン 0.3 重量% ~ 10 重量%

を有し、これらの重量割合の合計が 100 重量% 以下である、上記〔1〕に記載の方法。

〔11〕A) 形成されたマトリックスは室温で固体である、マトリックス形成用成分、

B) 界面活性剤成分、および

C) 成分 A) に乳化した超臨界または近臨界二酸化炭素含有発泡剤成分

を含んでなる、発泡材料の製造に適したエマルション状組成物であって、

発泡剤成分 C) が、 $150 \text{ bar}$  以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、 $40 \text{ bar}$  以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A) に不溶性である、疎水性共成分 D) を更に含んでなり、

共成分 D) が、発泡剤成分の 3 重量% ~ 35 重量% の割合で存在することを特徴とする、組成物。

〔12〕固体マトリックスおよびマトリックス中に分布した気泡を含んでなる、上記〔1〕 ~ 〔10〕のいずれかに記載の方法によって得ることができる発泡材料であって、マトリックスと気泡との界面の気泡内部に面する側に、 $150 \text{ bar}$  以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、 $40 \text{ bar}$  以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A) に不溶性である、疎水性共成分 D) が配置されていることを特徴とする、発泡材料。

〔13〕 $10^7$  細孔 /  $\text{cm}^3 \sim 10^{18}$  細孔 /  $\text{cm}^3$  の細孔密度を有する、上記〔12〕

に記載の発泡材料。

〔 1 4 〕固体マトリックスがポリウレタンポリマーを含んでなる、上記〔 1 2 〕に記載の発泡材料。

〔 1 5 〕下記割合：

A ) M D I および / または p M D I と 2 5 0 m g K O H / g 以上の平均ヒドロキシル価を有するポリオールとの反応性樹脂混合物 6 0 重量 % ~ 9 5 重量 %、

B ) ポリシロキサン基含有界面活性剤 4 重量 % ~ 3 0 重量 %、

C ) 二酸化炭素 5 重量 % ~ 3 0 重量 %、および

D ) ドデカン 0 . 3 重量 % ~ 1 0 重量 %

を有する成分を、これらの重量割合の合計が 1 0 0 重量 % 以下となるように含んでなるエマルジョン状組成物から得ることができる、上記〔 1 4 〕に記載の発泡材料。

【 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 】

・ A ) 形成されたマトリックスは室温で固体である、マトリックス形成用成分、

B ) 界面活性剤成分、および

C ) 成分 A ) に乳化した超臨界または近臨界二酸化炭素含有発泡剤成分

を含んでなるエマルジョン状組成物を供給する工程；および

・ 発泡剤成分 C ) の二酸化炭素を、圧力低下によって未臨界状態にする工程

を含む、発泡材料の製造方法であって、

発泡剤成分 C ) が、 1 5 0 b a r 以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、 4 0 b a r 以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A ) に不溶性である、疎水性共成分 D ) を更に含んでなり、

共成分 D ) が、発泡剤成分の 3 重量 % ~ 3 5 重量 % の割合で存在することを特徴とする、方法。

【 請 求 項 2 】

A ) 形成されたマトリックスは室温で固体である、マトリックス形成用成分、

B ) 界面活性剤成分、および

C ) 成分 A ) に乳化した超臨界または近臨界二酸化炭素含有発泡剤成分

を含んでなる、発泡材料の製造に適したエマルジョン状組成物であって、

発泡剤成分 C ) が、 1 5 0 b a r 以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、 4 0 b a r 以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A ) に不溶性である、疎水性共成分 D ) を更に含んでなり、

共成分 D ) が、発泡剤成分の 3 重量 % ~ 3 5 重量 % の割合で存在することを特徴とする、組成物。

【 請 求 項 3 】

固体マトリックスおよびマトリックス中に分布した気泡を含んでなる、請求項 1 に記載の方法によって得ることができる発泡材料であって、マトリックスと気泡との界面の気泡内部に面する側に、 1 5 0 b a r 以上の圧力で超臨界二酸化炭素に可溶性であって、 4 0 b a r 以下の圧力で未臨界二酸化炭素に不溶性であって、成分 A ) に不溶性である、疎水性共成分 D ) が配置されていることを特徴とする、発泡材料。