

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7336436号
(P7336436)

(45)発行日 令和5年8月31日(2023.8.31)

(24)登録日 令和5年8月23日(2023.8.23)

(51)国際特許分類	F I
C 0 8 G 18/18 (2006.01)	C 0 8 G 18/18
C 0 8 G 18/00 (2006.01)	C 0 8 G 18/00 H
C 0 8 G 18/32 (2006.01)	C 0 8 G 18/32
C 0 8 G 101/00 (2006.01)	C 0 8 G 101:00

請求項の数 11 (全27頁)

(21)出願番号	特願2020-513593(P2020-513593)	(73)特許権者	505318547 ハンツマン ペトロケミカル エルエルシー Huntsman Petrochemical LLC アメリカ合衆国 77380 テキサス ザ ウッドランズ ウッドロック フォレスト ドライブ 10003
(86)(22)出願日	平成30年9月5日(2018.9.5)	(74)代理人	110000741 弁理士法人小田島特許事務所
(65)公表番号	特表2020-532634(P2020-532634 A)	(72)発明者	リー, チェン - クアン アメリカ合衆国テキサス州77380 ザ ウッドランズ・ウッドロックフォレスト ドライブ10003
(43)公表日	令和2年11月12日(2020.11.12)	(72)発明者	セラノ, チャールズ・イー アメリカ合衆国テキサス州77380 ザ 最終頁に続く
(86)国際出願番号	PCT/US2018/049582		
(87)国際公開番号	WO2019/050970		
(87)国際公開日	平成31年3月14日(2019.3.14)		
審査請求日	令和3年8月10日(2021.8.10)		
(31)優先権主張番号	62/554,153		
(32)優先日	平成29年9月5日(2017.9.5)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

(54)【発明の名称】 ヒドロハロオレフィン発泡剤を含むポリオールプレミックスのための触媒系

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

- 少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤；
- ポリオール；ならびに
- 2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン、及びN, N-ジメチルシクロヘキシルアミンを含む触媒系であって、2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテルと、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミンと、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンとの重量比が5:6:1である、触媒系
を合わせることを含むポリオールプレミックスの製造方法。

【請求項2】

請求項1の方法により得られるポリオールプレミックス。

【請求項3】

- 少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤；
- ポリオール；
- 2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン、及びN, N-ジメチルシクロヘキシルアミンを含む触媒系であって、2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテルと、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミンと、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンとの重量比が5:6:1である、触媒系；ならびに

- 少なくとも1種のイソシアナートを含むポリウレタン調製物。

【請求項4】

請求項3のポリウレタン調製物を硬化して得られる、硬化ポリウレタン。

【請求項5】

- 少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤；

- ポリオール；ならびに

- 2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン、及びN, N-ジメチルシクロヘキシルアミンを含む触媒系であって、2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテルと、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミンと、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンとの重量比が5:6:1である、触媒系を含むポリオールプレミックス。

10

【請求項6】

少なくとも1種の発泡剤がトランス-1-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペン(HFCO 1233zd)、トランス-1, 3, 3, 3-テトラフルオロプロペン(HFO 1234ze)及びそれらの組み合わせから選ばれる請求項5に記載のプレミックス。

【請求項7】

触媒系がポリオールプレミックスの重量に基づいて0.1から15重量%までの範囲の量でポリオールプレミックス中に存在する請求項5に記載のプレミックス。

20

【請求項8】

触媒系がさらにアルカノールアミンから選ばれるヒドロキシル含有化合物を含む請求項5に記載のプレミックス。

【請求項9】

触媒系が、エチレングリコール；ジチレングリコール；2, 2-ジプロピレングリコール；1, 2-ジプロピレングリコール；1, 3-ジプロピレングリコール；1, 4-ブタンジオール；1, 3-ブタンジオール；1, 2-ブタンジオール；1, 4-シクロヘキサンジメタノール及びそれらの組み合わせから選ばれるジオールであるヒドロキシル含有化合物を含み、かつ前記ポリオールが、ポリエーテルポリオール、アミンポリエーテルポリオール、ポリエステルポリオール、ポリアルキレンカーボネートに基づくポリオール、ホスフェートに基づくポリオール、及び天然油ポリオールから選択される、請求項5に記載のプレミックス。

30

【請求項10】

プレミックス中で、金属触媒、イミダゾール又はイミダゾール誘導体ならびに/或いはテトラグアニジン及びその誘導体が、1重量%未満である、請求項5に記載のプレミックス。

【請求項11】

請求項5のポリオールプレミックスを少なくとも1種のイソシアナートと接触させることを含むポリウレタン又はポリイソシアヌレートフォームの製造方法。

40

【発明の詳細な説明】

【関連出願へのクロスリファレンス】

【0001】

本出願は、2017年9月5日に出願された米国特許仮出願番号第62/554,153号明細書の利益を主張し、その記載事項全体は引用することにより明らかに本明細書の内容となる。

【連邦政府による資金提供を受けた研究開発の記載】

【0002】

該当なし。

【技術分野】

50

【 0 0 0 3 】

分野

本開示は一般的にヒドロハロオレフィン発泡剤を用いるポリウレタン及び/又はポリイソシアヌレートフォームの製造において有用な触媒系に関する。特に本開示は、触媒系、ポリオール及びヒドロハロオレフィン発泡剤を含むポリオールプレミックス組成物に関する。本開示の (presently disclosed) ポリオールプレミックスは、ポリオールプレミックスをイソシアナートと合わせることによりポリウレタン及び/又はポリイソシアヌレートフォームを製造するために用いられる場合がある。

【背景技術】

【 0 0 0 4 】

10

背景

ポリウレタン及びポリイソシアヌレートフォームは、屋根システム、建築パネル (building panels)、建築外面断熱材、噴霧適用フォーム、一及び二成分フロスフォーム (froth foams)、冷蔵庫及び冷凍庫のための断熱材及び例えば自動車又は航空宇宙機客室部品の製造に用いられるいわゆるスキン層 (integral skin) を含む多数の断熱用途に有用性を有する。

【 0 0 0 5 】

発泡剤、触媒及び任意的に他の成分の存在下でポリイソシアナートを1種以上のポリオールと反応させることにより硬質又は半硬質ポリウレタン及びポリイソシアヌレートフォームを製造することは当該技術分野において既知である。典型的に、そのようなポリウレタン又はポリイソシアヌレートフォームのための成分は「A側 (A side)」及び「B側 (B side)」と呼ばれる予備配合された調製物において存在する。A側は1種以上のポリイソシアナート及び任意的に1種以上のイソシアナート適合性成分を含む。「B側」は一般に：(i) 1種以上のポリオール、(ii) 1種以上の触媒、(iii) 1種以上の発泡剤及び任意的に(iv) 1種以上の例えば界面活性剤、難燃剤、着色剤、相溶化剤及び可溶化剤のような補助成分を含む。B側は多くの場合に「ポリオールプレミックス」とも呼ばれる。

20

【 0 0 0 6 】

ポリウレタン及びポリイソシアヌレートフォームは、手による混合 (小規模製造のため) 及び/又は機械混合法の使用によりA側とB側を一緒にし、例えばブロック、スラブ、ラミネート (laminates)、噴霧適用フォーム、フロス及び現場注入パネルならびに他の品目 (items) を形成することにより製造される。難燃剤、着色剤、補助発泡剤及び他のポリオールのような任意的な成分をA側又はB側中に予備混合するのではなく、混合時に加えることができる。

30

【 0 0 0 7 】

歴史的にクロロフルオロカーボン (CFCs) 及びヒドロフルオロカーボン (HFCs) のような液体発泡剤が、それらの使用の容易さ及び有益な機械的性質及び断熱性を有するフォームを与える能力の故にポリウレタン及びポリイソシアヌレートフォームの製造に用いられてきた。しかしながら、CFCs 及びHFCs が環境に悪いという懸念の故に、新世代のハロゲン化ヒドロオレフィン性発泡剤 (「ヒドロハロオレフィン」とも呼ばれる) がCFCs 及びHFCs に取って代わるために開発された。特定の理論に縛られるつもりはないが、一般にそのようなヒドロハロオレフィンは下層大気中で固有の化学的不安定性を有し、低い地球温暖化係数 (GWP) 及びゼロ又はゼロ近辺のオゾン破壊係数 (ODP) を生じ、それによりヒドロハロオレフィンをCFCs 及びHFCs より環境に良いものとしていると思われる。

40

【 0 0 0 8 】

ヒドロハロオレフィン発泡剤の範囲の中に、例えばトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン (1234ze (E)) 及び1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロブテ - 2 - エン (1336mzzm (Z)) を含む特に興味深いある種のヒドロフルオロオレフィン (HFOs) がある。ヒドロハロオレフィン発泡剤の範囲の中に例えば1 - ク

50

ロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペン (1 2 3 3 z d) (シス及びトランス両異性体ならびにそれらの組み合わせを含む) を含む興味深いある種のヒドロクロロフルオロオレフィン (H C F O s) もある。トランス - 1 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロプロペンの製造方法は特許文献 1 及び特許文献 2 に開示されており、その記載事項全体は引用することにより本明細書の内容となる (本開示と矛盾しない程度まで)。トランス - 1 - クロロ - 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペンの製造方法は特許文献 3 及び特許文献 4 に開示されており、その記載事項全体は引用することにより本明細書の内容となる (本開示と矛盾しない程度まで)。

【 0 0 0 9 】

ポリウレタン及びポリイソシアヌレートフォームのためのポリオールプレミックスにおける H F O s 及び H F C O s の使用は、特許文献 5、特許文献 6 及び特許文献 7 のような多数の出願に記載されており、それらの記載事項全体は引用することにより本明細書の内容となる (本開示と矛盾しない程度まで)。しかしながらヒドロハロオレフィン発泡剤及び典型的なアミン触媒を含むポリオールプレミックス (すなわち B 側) が混合及びポリイソシアナート (すなわち A 側) との反応の前に古くなる (a g e d) と有害な影響が起り得ることが見出された。例えばそのような調製物は古くなると反応性時間 (r e a c t i v i t y t i m e) における望ましくない増加 (すなわち反応の完了における遅延) 及び / 又は望ましくない性質を有する発泡性組成物を生ずることが見出された。

10

【 0 0 1 0 】

そのような有害な影響を避けるために、アミン触媒、溶媒及び / 又は例えば特許文献 5 に開示されているテトラアルキルグアニジンのような他の成分のある種の組み合わせがアミン触媒の存在下でヒドロハロオレフィン発泡剤の安定化を助け得ることが以前に見出された。しかしながら近年、そのような安定化組み合わせを含むポリオールプレミックスをイソシアナートと接触させる時、そのような組み合わせ中の成分がその中に含まれる触媒の初期段階反応性に負に影響し得ることが見出された。

20

【 0 0 1 1 】

従って、ヒドロハロオレフィン発泡剤を含むポリオールプレミックス中で用いられる触媒を適切に安定化することができ、それでもポリオールプレミックス中の触媒が例えばポリウレタン及び / 又はポリイソシアヌレートフォームの製造のために用いられる同等の触媒 / ポリオールプレミックスより向上した初期段階反応性を有することを可能にする触媒系を提供するのが有利である。

30

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 1 2 】

【 文献 】 米国特許第 7 , 2 3 0 , 1 4 6 号明細書

米国特許第 7 , 1 8 9 , 8 8 4 号明細書

米国特許第 6 , 8 4 4 , 4 7 5 号明細書

米国特許第 6 , 4 0 3 , 8 4 7 号明細書

米国特許公開第 2 0 1 2 / 0 2 2 0 6 7 7 号明細書

米国特許公開第 2 0 1 5 / 0 1 9 7 6 1 4 号明細書

米国特許公開第 2 0 1 6 / 0 3 7 6 3 9 7 号明細書

40

【 発明の概要 】

【 0 0 1 3 】

詳細な記述

本開示の少なくとも 1 つの態様を詳細に説明する前に、本開示はその適用において以下の記述中に示されるか又は図面中に例示される成分又は段階又は方法の構成及び配置の詳細に制限されないことが理解されるべきである。本開示は他の態様が可能であるか或いは種々の方法で実施されるか又は行われることが可能である。また、本明細書で用いられる表現法及び用語法は説明の目的のためであり、制限とみなされるべきではないことが理解されるべきである。

50

【 0 0 1 4 】

本明細書中で他のように定義されなければ、本開示と関連して用いられる技術用語は当業者により通常理解される意味を有するものとする。さらに文脈により他のように要求されなければ、単数用語は複数を含むものとし、複数用語は単数を含むものとする。

【 0 0 1 5 】

明細書中で言及されるすべての特許、公開特許出願及び非特許出版物は、本開示が関連する当業者の技術のレベルの指標である。本出願のいずれかの部分で引用されるすべての特許、公開特許出願及び非特許出版物は、引用することによりそれらの全体が、個々の特許又は出版物が引用されることによりそれらが本開示と矛盾しない程度まで本明細書の内容となることが特定の且つ個々に示されたと同じ程度まで明らかに本明細書の内容となる。

10

【 0 0 1 6 】

本開示を見て、本明細書に開示されるすべての組成物及び/又は方法を必要以上の実験なしで調製し、実施することができる。本開示の組成物及び方法を好ましい態様に関して記載してきたが、本開示の概念、精神及び範囲から逸脱することなく本明細書に記載される組成物及び/又は方法に、ならびに方法の段階又は段階の連続において変動を適用する可能性があることは当業者に明らかであろう。当業者に明らかなすべてのそのような類似の置き換え及び修正は本開示の精神、範囲及び概念の範囲内であるとみなされる。

【 0 0 1 7 】

本開示に従って用いられる場合、他のように示されなければ以下の用語は以下の意味を有すると理解されるべきである。

20

【 0 0 1 8 】

「含む (comprising)」、「含む (including)」、「有する (having)」又は「含む (containing)」という用語 (又はそのような用語の変形) と一緒に用いられる場合、「a」又は「an」という用語の使用は「1つ」を意味する可能性があるが、「1つ以上 (one or more)」、「少なくとも1つ」及び「1つ以上 (one or more than one)」の意味とも一致する。

【 0 0 1 9 】

「又は」という用語の使用は、二者択一的案 (alternatives) のみを指すことが明白に示され且つ二者択一的案が互いに排他的であるのみの場合でなければ、「及び/又は」を意味するために用いられる。

30

【 0 0 2 0 】

本開示全体を通じて、「約」という用語は、値が定量装置、機構又は方法に関する誤差の固有の変動又は測定されるべき対象の中に存在する固有の変動を含むことを示すために用いられる。例えば、しかし制限としてではなく、「約」という用語が用いられる場合、それが指す指定される値はプラスマイナス10パーセント又は9パーセント又は8パーセント又は7パーセント又は6パーセント又は5パーセント又は4パーセント又は3パーセント又は2パーセント又は1パーセント又はそれらの間の1つ以上の分数 (fractions) で変わる場合がある。

【 0 0 2 1 】

「少なくとも1つ」の使用は1つならびに1つより大きいいずれかの量を含み、1、2、3、4、5、10、15、20、30、40、50、100などを含むがこれらに限られないと理解されるであろう。「少なくとも1つ」という用語は、それが指す用語に依存して最高で100又は1000又はそれより多くに拡大される場合がある。さらに100/1000の量は制限とは考えられず、それはもっと低いか又は高い制限が満足な結果を与える場合もあるからである。

40

【 0 0 2 2 】

さらに、「X、Y及びZの少なくとも1つ」という句は、Xのみ、Yのみ及びZのみならびにX、Y及びZのいずれかの組み合わせを含むと理解されるであろう。同様に、「X及びYの少なくとも1つ」という句は、Xのみ、YのみならびにX及びYのいずれか

50

の組み合わせを含むと理解されるであろう。さらに、「の少なくとも1つ」という句をいずれの数の成分と共に用いることもでき、且つ上記で示したと類似の意味を有することが理解されるべきである。

【0023】

序数用語（すなわち「第一」、「第二」、「第三」、「第四」など）の使用は単に2つ以上の品目の間の区別目的のためであり、他にことわらなければ1つの品目への別の品目又は追加の順序を超える順序（sequence）又は順序（order）又は重要性を意味するものではない。

【0024】

本明細書で用いられる場合、「含む（comprising）」という用語（ならびに“comprise”及び“comprises”のようなcomprisingのいずれかの形態）、「有する（having）」という用語（ならびに“have”及び“has”のようなhavingのいずれかの形態）、「含む（including）」（ならびに“includes”及び“include”のようなincludingのいずれかの形態）或いは「含む（containing）」という用語（ならびに“contains”及び“contain”のようなcontainingのいずれかの形態）は包含的又は開放的（open-ended）であり、追加の挙げられていない要素又は方法段階を排除しない。

【0025】

「又はそれらの組み合わせ」ならびに「及びそれらの組み合わせ」という句は、本明細書で用いられる場合、前記用語に先行して挙げられる品目のすべての順列と組み合わせを指す。例えば「A、B、C又はそれらの組み合わせ」は：A、B、C、AB、AC、BC又はABC及び特定の状況において順序が重要な場合はまたBA、CA、CB、CBA、BCA、ACB、BAC又はCABの少なくとも1つを含むことが意図されている。この例を踏襲すると、BB、AAA、CC、AABB、AACC、ABCCCC、CBBAAA、CABBBなどのような1つ以上の品目又は用語の繰り返しを含む組み合わせは明らかに含まれる。当業者は、状況から他のように明らかでなければ典型的にいずれの組み合わせにおいても品目又は用語の数に制限がないことを理解するであろう。同じ観点において、「及びそれらの組み合わせ」という用語は、「からなる群より選ばれる」という句と一緒に用いられる場合、前記句に先行して挙げられる品目のすべての順列と組み合わせを指す。

【0026】

「1つの態様において（in one embodiment）」、「1つの態様において（in an embodiment）」、「1つの態様に従うと」などの句は一般に、句に続く特定の特徴、構造又は特性が本開示の少なくとも1つの態様に含まれ、且つ本開示の1つより多い態様に含まれる場合があることを意味する。重要なことに、そのような句は非制限的であり、必ずしも同じ態様を指さず、もちろん1つ以上の前の及び/又は後の態様を指すことができる。例えば添付の請求項において、特許請求される態様のいずれをもいずれの組み合わせにおいても用いることができる。

【0027】

本明細書で用いられる場合、「重量%（% by weight）」、「重量%（wt%）」、「重量パーセント（weight percentage）」又は「重量パーセント（percentage by weight）」という用語は互換的に用いられる。

【0028】

「実質的に含まない」という句は、言及される組成物の合計重量に基づいて1重量パーセント未満又は0.1重量パーセント未満又は0.01重量パーセント未満或いはまた0.001重量パーセント未満の量で存在することを意味するために本明細書で用いられるべきである。

【0029】

本明細書で用いられる場合、「室温」という用語は、硬化を助長するために硬化性組成

10

20

30

40

50

物に熱を直接適用する結果として起こるいずれの温度変化をも除く回りの作業環境の温度（例えば硬化性組成物が用いられる領域、建築物又は室の温度）を指す。室温は典型的に約 10 と約 30 の間、より具体的に約 15 と約 25 の間である。

【0030】

「初期段階反応性」という句は、ポリウレタン又はポリイソシアヌレートフォームの製造のための反応プロセスの開始と定義される。特にスプレーフォーム (spray foam) 調製物は、フォームが噴霧される時にそれがたるむか又は流れるかしないように反応断面上での非常に速い初期段階反応性を必要とする。フォームが噴霧された表面を流れ落ちるか又は噴霧された天井から滴り落ちるのを防ぐために、それは迅速に硬化しなければならない。ポリオールプレミックスとイソシアナートの混合後にポリウレタン又はポリイソシアヌレートフォームのクリーム時間及びトップオブカップ時間 (top of cup time) を測定することにより「初期段階反応性」を評価することができる。

10

【0031】

予期せぬことに、2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンならびにジオール（例えばエチレングリコール）及び/又はアルカノールアミン（例えばメチルジエタノールアミン）から選ばれるヒドロキシル含有化合物を含む触媒系が、イソシアナートと接触させる時にポリオールプレミックスの初期段階反応性を同等の触媒/ポリオールプレミックスより向上させながらヒドロハロオレフィン発泡剤を含むポリオールプレミックスを安定化させ得ることが見出された。

【0032】

1つの側面に従うと、本開示は2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンならびにジオール、アルカノールアミン及びそれらの組み合わせから選ばれるヒドロキシル含有化合物を含む触媒系を目的とする。

20

【0033】

ジオールの制限されない例にはエチレングリコール；ジエチレングリコール；例えば2, 2-ジプロピレングリコール、1, 2-ジプロピレングリコール及び1, 3-ジプロピレングリコールのようなプロピレングリコール；例えば1, 4-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール及び1, 2-ブタンジオールのようなブタングリコール；1, 4-シクロヘキサジメタノール、1-エチル-；ならびにそれらの組み合わせが含まれる。

【0034】

1つの態様において、ジオールはエチレングリコールである。

30

【0035】

アルカノールアミンの制限されない例にはメチルジエタノールアミン、エチルジエタノールアミン、イソプロピルジエタノールアミン、例えば牛脂アミンエトキシレートのような、しかし制限されない脂肪アルコールに基づくアミンエトキシレートならびにそれらの誘導体及び/又は組み合わせが含まれる。

【0036】

1つの態様において、アルカノールアミンはメチルジエタノールアミンである。

【0037】

1つの態様において、ヒドロキシル含有化合物はジオールとアルカノールアミンの混合物であり、ここでジオール対アルカノールアミンの重量比は10:1から1:10まで又は9:1から1:9まで又は8:1から1:8まで又は7:1から1:7まで又は6:1から1:6まで又は5:1から1:5まで又は4:1から1:4まで又は3:1から1:3まで又は1:2から2:1まで又は大体1:1の範囲内である。

40

【0038】

1つの特定の態様において、ヒドロキシル含有化合物はエチレングリコールとメチルジエタノールアミンの混合物である。

【0039】

ヒドロキシル含有化合物は触媒系の重量に基づいて約1から約25重量%まで又は約2から約20重量%まで又は約5から約15重量%までの範囲の量で触媒系中に存在する。

50

【 0 0 4 0 】

1つの態様において、2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル(JEFFCAT(登録商標) DMDEE触媒)とN, N-ジメチルシクロヘキシルアミン(JEFFCAT(登録商標) DMCHA触媒)の重量比は10:1から1:10まで又は5:1から1:5まで又は3.5:1から1:3.5まで又は3.5:1から1:1までの2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル対N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンの範囲であることができる。前記のJEFFCAT(登録商標)触媒はHuntsman Petrochemical LLC又はその関連会社(Affiliate)(The Woodlands, TX)から入手可能である。

【 0 0 4 1 】

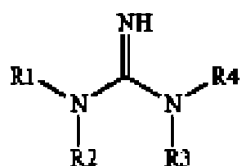
別の側面において、本開示は2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン及び任意的にN, N-ジメチルシクロヘキシルアミンを含む触媒系を目的とする。触媒系はさらにジオール(例えばエチレングリコール)及び/又はアルカノールアミン(例えばメチルジエタノールアミン)から選ばれるヒドロキシル含有化合物を含むことができる。

【 0 0 4 2 】

1つの態様において、触媒系はさらに1種以上の追加の触媒を含む。そのような触媒の制限されない例にはN, N-ジメチルエタノールアミン(JEFFCAT(登録商標) DMEA触媒)、ビス-(2-ジメチルアミノエチル)エーテル(JEFFCAT(登録商標) ZF-20触媒)、トリエチレンジアミン(JEFFCAT(登録商標) TEDA触媒)、N, N-ジメチルエタノールアミンと(ani)エチレンジアミンのブレンド(JEFFCAT(登録商標) TD-20触媒のような)、N, N, N'-トリメチル-N'-ヒドロキシエチルビスアミノエチルエーテル(JEFFCAT(登録商標) ZF-10触媒)、ペンタメチルジエチレントリアミン(JEFFCAT(登録商標) PMDETA触媒)、N, N, N', N', N"-ペンタメチルジエチレントリアミン(JEFFCAT(登録商標) ZR-40触媒)、1, 4-ジアザジシクロ[2, 2, 2]オクタン(DABCO)、2-(2-ジメチルアミノエトキシ)-エタノール(DMAFE)、2-(2-ジメチルアミノエトキシ)-エチルメチル-アミノ)エタノール、1-(ビス(3-ジメチルアミノ)-プロピル)アミノ-2-プロパノール、N, N', N"-トリス(3-ジメチルアミノ-プロピル)ヘキサヒドロトリアジン、ベンジルジメチルアミン(JEFFCAT(登録商標) BDMA触媒)、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン(JEFFCAT(登録商標) DPA触媒)、N, N, N', N', N"-ペンタメチルジプロピレントリアミン、N, N'-ジエチルピペラジン、N, N'-ジメチルピペラジン(JEFFCAT(登録商標) DMP触媒)及び1, 4-ジ-(1-ピロリジニル)ブタン("BDQ")が含まれる。特に立体障害型第1級、第2級又は第3級アミン、例えばジシクロヘキシルメチルアミン、エチルジイソプロピルアミン、ジメチルシクロヘキシルアミン、ジメチルイソプロピルアミン、メチルイソプロピルベンジルアミン、メチルシクロペンチルベンジルアミン、イソプロピル-sec-ブチル-トリフルオロエチルアミン、ジエチル-フェニルエチル)アミン、トリ-n-プロピルアミン、ジシクロヘキシルアミン、t-ブチルイソプロピルアミン、ジ-t-ブチルアミン、シクロヘキシル-t-ブチルアミン、de-sec-ブチルアミン、ジシクロペンチルアミン、ジ-トリフルオロメチルエチル)アミン、ジ-(フェニルエチル)アミン、トリフェニルメチルアミン及び1, 1-ジエチル-n-プロピルアミンが有用である。他の立体障害型アミンにはモルホリン、イミダゾール、ジモルホリノジエチルエーテルのようなエーテル含有化合物、N-エチルモルホリン(JEFFCAT(登録商標) NEM触媒)、N-メチルモルホリン(JEFFCAT(登録商標) NMM触媒)、4-メトキシエチルモルホリン、ビス(ジメチルアミノエチル)エーテル、イミダゾール、n-メチルイミダゾール、1, 2-ジメチルイミダゾール、ジモルホリノジメチルエーテル、N, N, N', N', N", N"-ペンタメチルジエチレントリアミン、N, N, N', N', N", N"-ペンタエチルジエチレントリアミン、N, N, N', N', N", N"-

ンタメチル - ジプロピレントリアミン、ビス (ジエチルアミノエチル) エーテル、ビス (ジメチルアミノプロピル) エーテル、ペンタメチルグアニジン及び環状グアニジンを含むグアニジン、シアノグアニジン、グアニジン塩酸塩、グアニジンリン酸塩、グアニジン硫酸塩、1 - アセチルグアニジン、ニトログアニジン、1 - (o - トリル) ビグアニジン及びそれらの混合物ならびにテトラアルキルグアニジンを含むグアニジン誘導体 / 塩が含まれ、テトラアルキルグアニジンは以下 :

【化 1】



10

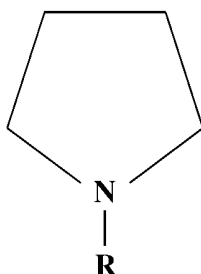
[式中、R 1、R 2、R 3 及び R 4 は独立して C 1 - C 1 0 アルキル基である]
 におけるような式を有し ; 代表的なテトラアルキルグアニジンにはテトラメチルグアニジン、Poly Cat (登録商標) 201, 204 (Evonik Industries AG) などならびにそれらの組み合わせが含まれる。前記の JEFFCAT (登録商標) 触媒は Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能である。

【0043】

20

さらに別の態様において、触媒系はさらにピロリジンに基づく触媒又はその誘導体を含む。1つの態様において、ピロリジンに基づく触媒は式 (I) :

【化 2】



(I)

30

[式中、R は : (CH₂)_n - R³、(CH₂)_n - OR³、(CH₂)_n - NR³COR⁴、(CH₂)_n - NR³SO₂R⁴、(CH₂)_n - COOR³、(CH₂)_n - COR³、(CH₂)_n - SR³、(CH₂)_n - SOR³、(CH₂)_n - SO₂R³、(CH₂)_n - SO₃H、(CH₂)_n - SONR³R⁴ 及び (CH₂)_n - SO₂NR³R⁴ からなる群より選ばれ ;

R³ 及び R⁴ は独立して :

H ;

任意的にハロゲン、ヒドロキシ、低級アルコキシ、N (低級アルキル)₂、NCO、オキソ、カルボキシ、カルボキシ低級アルキル、シクロアルキル及びヘテロアリールで置換された低級アルキル ;

40

任意的にハロゲン、低級アルコキシ、低級アルキル、カルボキシ、カルボキシ低級アルコキシ、カルボキシ低級アルキル、オキソ、CN、NCO 及び NH₂SO₂ - 低級アルキルで置換された低級シクロアルキル ;

任意的にハロゲン、ヒドロキシ、NH₂、NH - 低級アルキル、NCO 及び N - (低級アルキル)₂ で置換された低級アルケニル ;

任意的にハロゲン、ヒドロキシ、NH₂、NH - 低級アルキル、NCO 及び N - (低級アルキル)₂ で置換された低級アルキニル ;

任意的にハロゲン、低級アルコキシ、低級アルキル、カルボキシ、カルボキシ低級アルコキシ、オキソ、NCO 及び CN で置換された低級シクロアルケニル ;

50

任意的にハロゲン、低級アルコキシ、ヒドロキシ、低級アルキル、低級アルケニル、シクロアルキル、カルボキシ、カルボキシ低級アルコキシ、カルボキシ低級アルキル、オキソ、CN及びCONR⁵R⁶で置換されており、ここでR⁵及びR⁶はそれぞれアルキル又はアリール基であるアリール、

任意的にハロゲン、低級アルコキシ、低級アルキル、カルボニル、カルボキシ、カルボキシ低級アルキル、カルボキシ低級アルコキシ、オキソ及びCNで置換されたヘテロアリール；

任意的にハロゲン、低級アルキル、低級アルコキシ、カルボキシ、カルボキシ低級アルコキシ、オキソ、NCO、CN、SO₂-低級アルキル及びオキソで置換された低級アルキルで置換された複素環；ならびに

ピロリジン環（すなわちC₄H₈N⁻）

から選ばれ；そして

nは1から6までの整数である]

の化合物である。

【0044】

1つの態様において、触媒系は十分な量の有機酸を用いて部分的に酸遮蔽されている（acid blocked）ことができる。そのような部分的に酸遮断された触媒系は十分に高い温度に達するまでいくらかの触媒系の活性を低下させ、十分に高い温度に達した時点で触媒の反応性はもはや低下しないか又はそのような低下は少なくなる。

【0045】

1つの制限されない態様において、触媒系は実質的にテトラアルキルグアニジン及びその誘導体、イミダゾール及びイミダゾール誘導体ならびに/又は金属触媒を含まない。

【0046】

別の側面に従うと、本開示は（i）少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤、（ii）ポリオールならびに（iii）2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N, N-ジメチルシクロヘキシルアミンならびにジオール、アルカノールアミン及びそれらの組み合わせから選ばれるヒドロキシル含有化合物を含む上記の触媒系を含むポリオールプレミックスを目的とする。

【0047】

別の側面において、本開示は（i）少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤、（ii）ポリオールならびに（iii）2, 2'-ジモルホリノジエチルエーテル、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N, N-ジイソプロパノールアミン及び任意的にN, N-ジメチルシクロヘキシルアミンを含む触媒系を含むポリオールプレミックスを目的とする。

【0048】

1つの態様において、少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤はヒドロフルオロオレフィン、ヒドロクロロフルオロオレフィン又はそれらの組み合わせである。

【0049】

少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤の制限されない例には3、4、5又は6個の炭素を含むヒドロフルオロオレフィン（HFO）発泡剤が含まれ、さらに例えば制限されないがペンタフルオロプロペン、1, 3, 3, 3-テトラフルオロプロペン（HFO 1234ze, E及びZ異性体）、2, 3, 3, 3-テトラフルオロプロペン（HFO 1234yf）、1, 2, 3, 3-テトラフルオロプロペン（HFO 1234ye）のようなテトラフルオロプロペン；3, 3, 3-トリフルオロプロペン（1243zf）のようなトリフルオロプロペン；HFO 1345のようなテトラフルオロブテン；HFO 1354のようなペンタフルオロブテン異性体；HFO 1336（例えばz-1336mzz）のようなヘキサフルオロブテン異性体；HFO 1327のようなヘプタフルオロブテン異性体；HFO 1447のようなヘプタフルオロペンテン異性体；HFO 1438のようなオクタフルオロペンテン異性体；HFO 1429のようなノナフルオロペンテン異性体；1-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペン（HCF O-1233zd）、2-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペン（HCF O 1233xf）、HC

10

20

30

40

50

FO 1223、1, 2 - ジクロロ - 1, 2 - ジフルオロエテン (E 及び Z 異性体)、3, 3 - ジクロロ - 3 - フルオロプロペン、2 - クロロ - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロブテン - 2 (E 及び Z 異性体) ならびに 2 - クロロ - 1, 1, 1, 3, 4, 4, 4 - ヘプタフルオロブテン - 2 (E 及び Z 異性体) のようなヒドロクロロフルオロオレフィン (HCF O) 発泡剤が含まれる。

【0050】

ポリオールプレミックス中の少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤を単独で或いは：(a) 例えばジフルオロメタン (HFC - 32)；1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロエタン (HFC - 125)；1, 1, 1 - トリフルオロエタン (HFC 143a)；1, 1, 2, 2 - テトラフルオロタン (HFC - 134)；1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (HFC - 134a)；1, 1 - ジフルオロエタン (HFC - 152a)；1, 1, 1, 2, 3, 3, 3 - ヘプタフルオロプロパン (HFC - 227ea)；1, 1, 1, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (HFC - 245fa)；1, 1, 1, 3, 3 - ペンタフルオロブタン (HFC - 365mfc) 及び 1, 1, 1, 2, 2, 3, 4, 5, 5, 5 - デカフルオロペンタン (HFC - 4310mee) を含むヒドロフルオロカーボン；(b) 例えばペンタン異性体 (イソ - ペンタン、n - ペンタン、シクロ - ペンタン) 及びブタン異性体を含む炭化水素；(c) 例えば $C_4F_9OCH_3$ (HFE - 7100)、 $C_4F_9OC_2H_5$ (HFE - 7200)、 $CF_3CF_2OCH_3$ (HFE - 245cb2)、 $CF_3CH_2CHF_2$ (HFE - 245fa)、 $CF_3CH_2OCF_3$ (HFE - 236fa)、 $C_3F_7OCH_3$ (HFE - 7000)、2 - トリフルオロメチル - 3 - エトキシデカフルオロヘキサン (HFE - 7500)、1, 1, 1, 2, 3 - ヘキサフルオロ - 4 - (1, 1, 2, 3, 3, 3 - ヘキサフルオロプロポキシ) - ペンタン (HFE - 7600)、1, 1, 1, 2, 2, 3, 5, 5, 5 - デカフルオロ - 3 - メトキシ - 4 - (トリフルオロメチル) ペンタン (HFE - 7300)、エチルノナフルオロイソブチルエーテル/エチルノナフルオロブチルエーテル (HFE - 8200)、 CHF_2OCHF_2 、 CHF_2OCH_2F 、 CH_2FOCH_2F 、 CH_2FOCH_3 、シクロ - $CF_2CH_2CF_2O$ 、シクロ - $CF_2CF_2CH_2O$ 、 $CHF_2CF_2CHF_2$ 、 $CF_3CF_2OCH_2F$ 、 $CHF_2OCHF_2CF_3$ 、 $CHF_2OCF_2CHF_2$ 、 $CH_2FOCF_2CHF_2$ 、 $CF_3OCF_2CH_3$ 、 $CHF_2CHF_2OCH_2F$ 、 $CF_3OCHFCH_2F$ 、 $CF_3CHF_2OCH_2F$ 、 $CF_3OCH_2CHF_2$ 、 $CHF_2OCH_2CF_3$ 、 $CH_2FCF_2OCH_2F$ 、 $CHF_2OCF_2CH_3$ 、 $CHF_2CF_2OCH_3$ (HFE 254 pc)、 $CH_2FOCHFCH_2F$ 、 $CHF_2CHF_2OCH_2F$ 、 $CF_3OCHFCH_3$ 、 $CF_3CHF_2OCH_3$ 、 $CHF_2OCH_2CHF_2$ 、 $CF_3OCH_2CH_2F$ 、 $CF_3CH_2OCH_2F$ 、 $CF_2HCF_2CF_2OCH_3$ 、 $CF_3CHF_2CF_2OCH_3$ 、 $CHF_2CF_2CF_2OCH_3$ 、 $CHF_2CF_2CH_2OCHF_2$ 、 $CF_3CF_2CH_2OCH_3$ 、 $CHF_2CF_2OCH_2CH_3$ 、 $(CF_3)_2CFOCH_3$ 、 $(CF_3)_2CHOCHF_2$ 、 $(CF_3)_2CHOCH_3$ 及びそれらの混合物を含むヒドロフルオロエーテル (HFE)；(d) C1 ないし C5 アルコール、C1 ないし C4 アルデヒド、C1 ないし C4 ケトン、C1 ないし C4 エーテル及びジエーテル、C1 ないし C6 炭化水素、例えばイソ - 、ノルマル、シクロ - ペンタン；(e) 水、(f) 二酸化炭素；(g) トランス - 1, 2 - ジクロロエチレン；ならびに (h) ギ酸メチル、酢酸メチル、ギ酸エチル及びジメトキシメタンを含むがこれらに限られない他の発泡剤と組み合わせて用いることができる。

【0051】

1つの特定の態様において、少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤はトランス - 1 - クロロ - 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン (HFCO 1233zd)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン (HFO 1234ze) 又はそれらの組み合わせから選ばれる。

【0052】

少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤はポリオールプレミックスの重量に基づいて約1から約35重量%まで又は約2から約30重量%まで又は約3から約25重量%まで又は約4から約20重量%まで又は約5から約15重量%まで又は約7から約15重

10

20

30

40

50

量%までの範囲の量でポリオールプレミックス中に存在する。

【0053】

ポリオールはポリウレタン及び/又はポリイソシアヌレートフォームの製造において既知の様式でイソシアナートと反応する1種以上のポリオールであることができる。1つの態様において、ポリオール成分は硬質PIR/PUR(ポリイソシアヌレート及び/又はポリウレタン)フォームの製造のために典型的に用いられるポリオールを含む。

【0054】

1つの態様において、ポリオールは1種以上のポリエーテルポリオールを含む。ポリエーテルポリオールの制限されない例には、多価化合物(例えばジオール、トリオール、テトラオール、ペンタオールなど)に由来する末端ヒドロキシル基を有するポリ(エチレンオキシド)、ポリ(プロピレンオキシド)のようなポリ(アルキレンオキシド)ポリマー及び/又はコポリマー;ポリヒドロキシ末端アセタール樹脂;ヒドロキシ末端アミン;ヒドロキシ末端ポリアミン;又はそれらの組み合わせが含まれる。

10

【0055】

別の態様において、ポリオール成分はエチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリレンジアミン、ジフェニルメタンジアミン、トリエタノールアミンなどのようなアミンをエチレンオキシド又はプロピレンオキシドと反応させると製造され得るアミンポリエーテルポリオールを含む。

【0056】

さらに別の態様において、ポリオール成分は、ジカルボン酸を過剰のジオールと反応させると、例えばテレフタル酸、アジピン酸、フタル酸、無水フタル酸をエチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール又はブタンジオールと反応させると、或いはカプロラク톤をプロピレングリコールと反応させるようにラク톤を過剰のジオールと反応させると製造されるポリエステルポリオールを含む。

20

【0057】

別の態様において、ポリオールはポリアルキレンカーボネートに基づくポリオール、ホスフェートに基づくポリオール又はそれらの組み合わせであるか又はそれらを含む。

【0058】

さらに別の態様において、ポリオールは天然油ポリオールであるか又はそれらを含む。天然油ポリオールは12と24の間の炭素鎖長を有する飽和及び/又は不飽和酸のトリグリセリドを含む。飽和酸はラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキジン酸、リグノセリン酸又はそれらの組み合わせである。不飽和酸は一不飽和(例えばパルミトレイン酸、オレイン酸又はそれらの組み合わせ)ならびに/或いは多不飽和(例えばリノール酸、リノレン酸、アラキドン酸又はそれらの組み合わせ)である。

30

【0059】

ポリオールはポリオールプレミックスの重量に基づいて約20から約95重量%まで又は約25から約95重量%まで又は約30から約95重量%まで又は約35から約95重量%まで又は約40から約95重量%まで又は約45から約95重量%まで又は約50から約90重量%まで又は約60から約90重量%まで又は約70から約90重量%までの範囲の量でポリオールプレミックス中に存在する。

40

【0060】

1つの制限されない態様において、ポリオールプレミックスはテトラアルキルグアニジン及びその誘導体、イミダゾール及びイミダゾール誘導体ならびに/又は金属触媒を実質的に含まない。

【0061】

ポリオールプレミックス中に存在する触媒系の量は、ポリオールプレミックスの重量に基づいて約0.1から約20重量%まで又は約0.1から約15重量%まで又は約0.2から約15重量%まで又は0.3から約10重量%まで又は約0.5から約7重量%までの範囲であることができる。

50

【 0 0 6 2 】

1つの態様において、ポリオールプレミックスは例えば、しかし制限されず難燃剤、染料、充填剤、顔料、分散剤及び気泡安定剤のような追加の成分をさらに含むことができる。

【 0 0 6 3 】

別の側面に従うと、本開示は少なくとも1種のヒドロハロオレフィン発泡剤、ポリオール及び触媒系を合わせることを含む上記のポリオールプレミックスの製造方法を目的とする。

【 0 0 6 4 】

さらに別の側面において、本開示は上記のポリオールプレミックスの1つを少なくとも1種のイソシアナートと接触させることを含むポリウレタン又はポリイソシアヌレートフォームの製造方法を目的とする。

10

【 0 0 6 5 】

少なくとも1種のイソシアナートとして脂肪族及び芳香族ポリイソシアナートを含むいずれのポリイソシアナートを用いることもできる。適した有機ポリイソシアナートには、ポリウレタン化学の分野において周知である脂肪族、脂環式、芳香脂肪族 (a r a l i p h a t i c)、芳香族及び複素環式イソシアナートが含まれる。

【 0 0 6 6 】

少なくとも1種のイソシアナートとして用いられ得るポリイソシアナートの制限されない例には式 $Q(NCO)_a$ により示されるものが含まれ、式中、 a は 2 - 5、好ましくは 2 - 3 の数であり、 Q は 2 - 18 個の炭素原子を含む脂肪族炭化水素基、5 - 10 個の炭素原子を含む脂環式炭化水素基、8 - 13 個の炭素原子を含む芳香脂肪族炭化水素基又は 6 - 15 個の炭素原子を含む芳香族炭化水素基である。

20

【 0 0 6 7 】

ポリイソシアナートの追加の例にはエチレンジイソシアナート；1, 4 - テトラメチレンジイソシアナート；1, 6 - ヘキサメチレンジイソシアナート；1, 12 - ドデカンジイソシアナート；シクロブタン - 1, 3 - ジイソシアナート；シクロヘキサン - 1, 3 - 及び - 1, 4 - ジイソシアナートならびにこれらの異性体の混合物；イソホロンジイソシアナート；2, 4 - 及び 2, 6 - ヘキサヒドロトルエンジイソシアナートならびにこれらの異性体の混合物；ジシクロヘキシルメタン - 4, 4' - ジイソシアナート (水素化 MDI 又は HMDI)；1, 3 - 及び 1, 4 - フェレンジイソシアナート；2, 4 - 及び 2, 6 - トルエンジイソシアナートならびにこれらの異性体の混合物 (TDI)；ジフェニルメタン - 2, 4' - 及び / 又は - 4, 4' - ジイソシアナート (MDI)；ナフチレン - 1, 5 - ジイソシアナート；トリフェニルメタン - 4, 4', 4'' - トリイソシアナート；アニリンをホルムアルデヒドと縮合させ、続いてホスゲン化することにより得られる場合がある型のポリフェニル - ポリメチレン - ポリイソシアナート (粗 MDI)；ノルボルナンジイソシアナート； m - 及び p - イソシアナトフェニルスルホニルイソシアナート；過塩素化アリアルポリイソシアナート；カルボジイミド基、ウレタン基、アロファネート基、イソシアヌレート基、ウレア基又はビウレット基を含む修飾ポリイソシアナート；テロマー化反応により得られるポリイソシアナート；エステル基を含むポリイソシアナート；ならびに高分子脂肪酸基を含むポリイソシアナートが含まれるがこれらに限られない。当業者は、上記のポリイソシアナートの混合物を用いることも可能であることを認識するであろう。

30

40

【 0 0 6 8 】

少なくとも1種のイソシアナートの流れ (A側) 及びポリオールプレミックスの流れ (B側) を混合することにより、ポリオールプレミックスと少なくとも1種のイソシアナートを接触させる場合がある。噴霧装置においてポリオール成分と発泡剤を合わせるためのスタティックミキサー (s t a t i c m i x e r) を有するか又は有していないミックスヘッド (m i x h e a d) あるいは容器により混合を行い、次いで反応混合物を基材上に噴霧するか又は他の方法で堆積させる (d e p o s i t i n g) ことができる。この基材は例えば製造ラインに沿って又はコンベアベルト上に直接、連続的又は断続的に運ばれ

50

る類似の又は異なるポリウレタンの別の層を含む箔又は別の材料から作られる硬質又は軟質表面シート (facing sheet) の場合がある。

【0069】

あるいはまた、混合し、開放金型中に注ぐか或いは敷設置装置 (laydown equipment) を介して開放金型中に分配するか或いは構造物の内部及び外部壁の間のようなそれが望まれている位置に又はその中に単に堆積させる、すなわち現場注入適用により、少なくとも1種のイソシアナートとポリオールプレミックスを接触させる場合がある。表面シート上の堆積の場合、堆積した混合物の上に第2のシートを適用する場合がある。他の態様において、ポリオールプレミックスと少なくとも1種のイソシアナートを混合し、キャビティー充填のための真空の補助を用いるか又は用いずに閉鎖金型中に注入する場合がある。金型を用いる場合、最も典型的にそれは加熱される。

10

【0070】

一般にそのような適用は通常の混合法と一緒に用いられる既知のワンショットプレポリマー又は半プレポリマー法 (one-shot prepolymer or semi-prepolymer techniques) を用いて行われる場合がある。混合物は反応すると金型の形をとるか又は基材に接着してポリウレタンポリマー又は多少あらかじめ規定された構造を与え、それは次いで所定の位置で (in place) 又は金型中で部分的に又は完全に硬化することを許される。最適硬化条件は、ポリマーの製造に用いられる触媒及び量ならびにまた製造される製品の寸法及び形を含む特定の成分に依存するであろう。

20

【0071】

結果は、パイプ又は断熱壁又は船体構造を含むがこれらに限られないスラブストック、成形品、充填されたキャビティー (filled cavity) の形態における硬質フォーム、スプレーフォーム、フロスフォーム (frothed foam) 或いはラミネート又はハードボード、プラスターボード、プラスチック、紙、金属又はそれらの組み合わせのような他の材料を用いて成形される積層品を含むがこれらに限られない連続的又は断続的に製造される積層品の場合がある。

【発明を実施するための形態】

【0072】

下記に実施例を与える。しかしながら、本開示はその適用において下記に開示される特定の実験、結果及び実験法に限定されないと理解されるべきである。むしろ、実施例は単に種々の態様の1つとして与えられ、例であり、網羅的ではないものとする。

30

【0073】

上記から、目的を実施し且つ本明細書に挙げられる利点ならびに本開示に固有の利点を達成するのに十分に本開示が適合することが明らかである。開示の目的で本開示の代表的な態様を記載してきたが、当業者が容易に思いつく多くの変更が成される場合があり、それは本開示及び添付の請求項の範囲から逸脱することなく成され得ることが理解されるであろう。

【0074】

安定性分析

挙げられる成分を周囲条件において約1分間、手で混合することにより下記の表1中の試料を調製した。

40

【表 1】

表 1

試料 #	JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒 ⁽¹⁾ (g)	JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒 ⁽²⁾ (g)	エチレン グリコール (g)	メチルジエ タノール アミン (g)	トリエタ ノール アミン (g)	Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤 ⁽³⁾ (g)
1	10.2	3	1.8	-	-	15
2 (比較用)	10.2	3	-	-	1.8	15
3 (比較用)	10.2	4.8	-	-	-	15
4 (比較用)	4.8	10.2	-	-	-	15
5 (比較用)	10.2	-	4.8	-	-	15
6 (比較用)	10.2	-	-	-	4.8	15
7	10.2	3	-	1.8	-	15
8 (比較用)	15	-	-	-	-	15

(1) JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒は、硬質フォームの製造に用いられる N, N - ジメチルシクロヘキシルアミンであり、Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能である。

(2) JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒は 2, 2' - ジモルホリノジエチルエーテルであり、Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能である。

(3) Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤は、Honeywell International Inc. (Morristown, NJ) からの発泡剤である。

【0075】

表 1 中の試料を周囲条件における 14 日間のエージング (aging) の後にそれらの物理的外観に関して評価し、それを表 2 に示す。

10

20

30

40

50

【表 2】

表 2

試料 #	外観、色、透明性においてほとんど変化なし	壁上に多くの微細な白色固体又は沈殿	均一に曇った液体	1つのみの小沈殿が形成された
1	X			
2		X		
3		X		
4			X	
5	X			
6				X
7	X			
8			X	

10

【0076】

表 2 により示される通り、すべてのポリオールが Solstice (登録商標) 1233zd のようなヒドロハロオレフィンの存在下で JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び JEFFCAT (登録商標) DMCHA の組み合わせを安定化することができるわけではないことが明らかである。予期せぬことに、エチレングリコール及びメチルジエタノールアミンの両方は Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤の存在下で JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び JEFFCAT (登録商標) DMCHA の組み合わせと一緒に優れた安定性を有することができるが、例えばトリエタノールアミンのような他のポリオールは Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤の存在下で JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び JEFFCAT (登録商標) DMCHA の両方と一緒に比較的劣った安定性を有することが見出された。

20

【0077】

触媒反応性及び安定性

種々の量の JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒、JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒及びエチレングリコールを周囲条件において一緒に手で混合することにより触媒系 A - D を調製した。

30

【0078】

触媒系 A : 20 g の JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒、20 g の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒及び 10 g のエチレングリコールと一緒に混合して触媒系 A を調製した。

【0079】

触媒系 B : 23 g の JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒、23 g の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒及び 6 g のエチレングリコールと一緒に混合して触媒系 B を調製した。

40

【0080】

触媒系 C : 10 g の JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒、34 g の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒及び 6 g のエチレングリコールと一緒に混合して触媒系 C を調製した。

【0081】

触媒系 D : 34 g の JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒、10 g の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒及び 6 g のエチレングリコールと一緒に混合して触媒系 D を調製した。

【0082】

50

次いでカップ中のそれぞれ1.6gの触媒系A-Dを表3中で定義される50gのポリオールブレンドと手で混合し、触媒系A-Dのポリオールプレミックスを調製することにより、フォームを製造した。

【表3】

表3-ポリオールブレンド

成分	重量%
Terol (登録商標) 649 ポリオール	59.12
JEFFOL (登録商標) R425X ポリオール	14.78
PHT4-diol (商標) LV ジオール	4
トリス (1-クロロ-2-プロピル) ホスフェート ("TCPP")	4
ヒドロハロオレフィン安定シリコーン界面活性剤	1
水	1.7
Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤	11

(4) Terol (登録商標) 649 ポリオール: Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能な高芳香族、高官能基ポリエステルポリオール。

(5) JEFFOL (登録商標) R-425X ポリオール: Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能な低粘度、高官能基、汎用マンニヒ塩基化 (mannich based) 芳香族アミンポリオール。

(6) PHT4-diol (商標) LV ジオール: Chemtura Corp. (Philadelphia, PA) から入手可能な硬質ポリウレタンフォーム中で難燃剤として働くテトラプロモフタレートジオール。

(7) トリス (1-クロロ-2-プロピル) ホスフェートはリン難燃剤である。

【0083】

次いでポリオールプレミックスをそれぞれ50gのRUBINATE (登録商標) M イソシアナート (Huntsman International LLC 又はその関連会社から入手可能) と3秒間混合した。混合後、クリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間 (string gel time)、不粘着時間及び立ち上がり終了時間 (end of rise time) を決定した。結果を表4に示す。

10

20

30

40

50

【表 4】

表 4

試料	クリーム 時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり 終了時間 (秒)
触媒系Aのポリオールプレミックス及びイソシアナート	6	13	21	26	39
触媒系Bのポリオールプレミックス及びイソシアナート	6	13	20	25	37
触媒系Cのポリオールプレミックス及びイソシアナート	7	18	31	43	59
触媒系Dのポリオールプレミックス及びイソシアナート	5	9	14	18	28

10

【0084】

表 4 においてわかる通り、JEFFCAT (登録商標) DMCHA 触媒と JEFFCAT (登録商標) DMDEE 触媒の特定の比率が他より有意に優れた結果を有することが見出された。

20

【0085】

予期せぬことに、ある比率が最高水準 (the current art) と同等の安定性を保持しながら最高水準より向上した初期段階反応性を有することも見出され、それを下記の表 5 - 8 に示す。

【0086】

特に触媒系 B 及び D を同等の触媒 BDO3 ならびに 2 種の業界トップのポリウレタンフォーム触媒：(i) Evonik Industries AG (Essen, Germany) から Polycat (登録商標) 204 として入手可能なテトラメチルグアニジン含有触媒及び (ii) Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能な JEFFCAT (登録商標) H-1 アミン触媒と比較した。

30

【0087】

JEFFCAT (登録商標) H-1 アミン触媒は 1, 2 - ジメチルイミダゾール、2, 2' - ジモルホリニルジエチルエーテル及びエチレングリコールの混合物である。BDO3 触媒は主に 1, 4 - ジ - (1 - ピロリジニル) ブタンを含むウレタン触媒である。

【0088】

それぞれ 14.1 g の触媒系 B、触媒系 D、テトラメチルグアニジン含有触媒、JEFFCAT (登録商標) H-1 アミン触媒及び BDO3 触媒を表 3 中に示される 307.2 g のポリオールブレンドと個別に混合することによりポリオールプレミックスを調製した。

40

【0089】

4 つの条件において：i) 周囲条件において 4 日の後；ii) 55 において 2 週間の熱的エージングの後；iii) 40 において 4 週間の熱的エージングの後；及び iv) 55 において 4 週間の熱的エージングの後にポリオールプレミックスを評価した。条件付けられない (unconditioned) 及び熱的にエージングされたポリオールプレミックスをカップ中で RUBINATE (登録商標) M イソシアナートと個別に 3 秒間混合した後にクリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間、不粘着時間及び立ち上がり終了時間を決定することによりポリオールプレミックスを評価した。

【0090】

50

以下の量の各ポリオールプレミックスを上記のイソシアナートと混合し；45.81gのJEFFCAT（登録商標）H-1アミン触媒ポリオールプレミックスを54.20gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合し；41.74gのテトラメチルグアニジン含有触媒ポリオールプレミックスを58.22gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合し；48.39gの触媒系Bポリオールプレミックスを51.61gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合し；45.82gの触媒系Dポリオールプレミックスを54.19gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合し；そして45.82gのBDO3触媒ポリオールプレミックスを54.81gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合し、次いでそれらに関してクリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間、不粘着時間及び立ち上がり終了時間を決定した。

10

【0091】

実施例（examples）を周囲条件におけるそれらの初期段階反応性に関して、及びまたそれらの触媒安定性に関して分析した。伝統的に触媒安定性は、ポリオールプレミックスを熱的エージングに供し、次いでイソシアナートと反応させる時のクリーム時間、トップオブカップ時間、ゲル化時間の变化の程度（すなわち初期段階反応性の反応性変動（reactivity drift））を決定することにより確かめられる。クリーム時間及びトップオブカップ時間に関する反応性変動が小さい程、組成物はより安定である。

【0092】

表5はRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合する前に周囲条件で4日間保たれたポリオール混合物に対応する。

20

【表5】

表5

試料	クリーム時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり 終了時間 (秒)
JEFFCAT（登録商標）H-1アミン触媒ポリオールプレミックス及びイソシアナート	7	15	18	21	31
テトラメチルグアニジン含有触媒ポリオールプレミックス及びイソシアナート	8	20	24	31	44
触媒系Bポリオールプレミックス及びイソシアナート	6	10	13	15	21
触媒系Dポリオールプレミックス及びイソシアナート	5	8	10	12	26
BDO3触媒ポリオールプレミックス及びイソシアナート	5	8	10	12	26

30

40

【0093】

表5においてわかる通り、周囲条件に保たれた本開示の触媒系（すなわち触媒系B及びD）を含む混合物の初期段階反応性はBDO3触媒のそれと類似であり、JEFFCAT（登録商標）H-1アミン触媒及びテトラメチルグアニジン含有触媒を含む混合物より有意に向上している。

【0094】

表6はRUBINATE（登録商標）Mイソシアナートと混合する前に55 におい

50

て2週間熱的にエージングされたポリオールプレミックスに対応する。

【表6】

表6

試料	クリーム 時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり 終了時間 (秒)
J E F F C A T (登録商標) H-1アミン触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	7	15	18	21	29
テトラメチルグアニジン 含有触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	-	26	30	41	53
触媒系B ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	7	15	19	26	34
触媒系D ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	7	12	15	18	27
B D O 3 触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	9	17	20	23	32

【0095】

表6においてわかる通り、触媒系B及びDを含む混合物の反応性は55における2週間の熱的エージングの後にJ E F F C A T (登録商標) H-1アミン触媒と同等の反応性を有し、本開示の触媒系が優れた安定性を有することを示唆し、実際にB D O 3触媒より向上した安定性及びテトラメチルグアニジン含有触媒より有意に向上した反応性を有する。

【0096】

表7はR U B I N A T E (登録商標) Mイソシアナートと混合する前に40において4週間熱的にエージングされたポリオールプレミックスに対応する。

10

20

30

40

50

【表 7】

表 7

試料	クリーム 時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり 終了時間 (秒)
J E F F C A T (登録商 標) H-1アミン触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	8	15	18	22	32
テトラメチルグアニジン 含有触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	9	28	32	50	66
触媒系B ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	8	17	23	30	41
触媒系D ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	8	15	18	28	30
B D O 3 触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	10	19	22	29	39

【 0 0 9 7 】

表 7 からわかる通り、触媒系 B 及び D を含む混合物の反応性は、40 における 4 週間の熱的エージングの後に J E F F C A T (登録商標) H-1アミン触媒及び B D O 3 触媒と同等であり、本開示の触媒が優れた安定性を有することを示唆し、実際にテトラメチルグアニジン含有触媒より有意に向上した安定性を有する。

【 0 0 9 8 】

表 8 は R U B I N A T E (登録商標) M イソシアナートと混合する前に 55 において 4 週間熱的にエージングされたポリオールプレミックスに対応する。

10

20

30

40

50

【表 8】

表 8

試料	クリーム 時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり 終了時間 (秒)
J E F F C A T (登録商標) H-1アミン触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	8	15	18	21	31
テトラメチルグアニジン 含有触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	8	34	41	55	77
触媒系B ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	12	25	28	33	46
触媒系D ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	11	21	25	33	41
B D O 3 触媒 ポリオールプレミックス 及びイソシアナート	13	29	33	42	52

【 0 0 9 9 】

触媒系 B 及び D を含む混合物の反応性は、より厳しい 5 5 で 4 週間の条件で熱的に条件づけられた後に J E F F C A T (登録商標) H - 1 アミン触媒よりわずかに劣っていたが、それでも触媒系 B 及び D の反応性は J E F F C A T (登録商標) H - 1 アミン触媒と同等であり、実際に B D O 3 触媒及びテトラメチルグアニジン含有触媒よりやはり優れており、それにより本開示の触媒系の安定性が業界標準の触媒と同等且ついくつかの場合にはそれより優れていることを示唆している。

【 0 1 0 0 】

(i) J E F F C A T (登録商標) D M C H A 触媒、 J E F F C A T (登録商標) D M D E E 触媒及びメチルジエタノールアミン (M D E A) を含む触媒系ならびに (i i) J E F F C A T (登録商標) D M C H A 触媒、 J E F F C A T (登録商標) D M D E E 触媒及びエチレングリコールを含む触媒系の使用を比較するために、追加の実施例を準備した。

【 0 1 0 1 】

特に、各試料に関して挙げられる成分を周囲条件において 3 0 秒間手で混合することにより、以下の表 9 中のポリオールプレミックスを調製した。

10

20

30

40

50

【表 9】

表 9

試料 #	ポリオールブレンド ⁽⁹⁾ (g)	JEFFCAT (登録商標) H-1 アミン触媒 (g)	MDEA ⁽¹⁰⁾ (g)	EG ⁽¹¹⁾ (g)	JEFFCAT (登録商標) DMDLC ⁽¹²⁾ (g)	触媒混合物及び EG ⁽¹³⁾	触媒混合物及び MDEA ⁽¹⁴⁾
9	43.86	0.99	-	-	-	-	-
10	43.86	-	1.13	-	-	-	-
11	43.86	-	-	1.17	-	-	-
12	43.86	-	-	-	1.11	-	-
13	43.86	-	-	-	-	0.98	-
14	43.86	-	-	-	-	-	0.97

(9) ポリオールブレンドは表 3 において規定されるポリオールブレンドである。

(10) MDEA はメチルジエタノールアミンである。

(11) EG はエチレングリコールである。

(12) JEFFCAT (登録商標) DMDLC は Huntsman Petrochemical LLC 又はその関連会社 (The Woodlands, TX) から入手可能な JEFFCAT (登録商標) DMDEE のローカラーバージョン (low color version) である。

(13) 触媒混合物及び EG は、周囲条件において 10 日間保存された 68% の JEFFCAT (登録商標) DMCHA、20% の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び 12% の EG (エチレングリコール) の混合物である。

(14) 触媒混合物及び MDEA は、周囲条件において 10 日間保存された 68% の JEFFCAT (登録商標) DMCHA、20% の JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び 12% の MDEA (メチルジエタノールアミン) の混合物である。

【0102】

表 9 の試料を次いでカップ中で 54.18 g の RUBINATE (登録商標) M イソシアナートと 5 秒間個別に混合し、クリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間、不粘着時間及び立ち上がり終了時間をそれらに関して決定し、表 10 に示す。

【表 10】

表 10

試料#	クリーム時間 (秒)	トップオブ カップ時間 (秒)	ストリング ゲル化時間 (秒)	不粘着時間 (秒)	立ち上がり終了 時間 (秒)
9 (比較用)	15	29	36	42	51
10 (比較用)	28	59	82	134	141
11 (比較用)	70	165	209	491	<491
12 (比較用)	9	44	79	111	117
13	10	17	20	28	33
14	10	16	19	25	30

【0103】

表 10 により示される通り、JEFFCAT (登録商標) DMCHA、JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及び MDEA を含む実験触媒系 (試料番号 14) は、JEFFCAT (登録商標) DMCHA、JEFFCAT (登録商標) DMDEE 及びエチレ

ングリコールを含む実験触媒系（試料番号13）と同等の結果を示し、両方ともJEFFCAT（登録商標）H-1アミン触媒より有意に向上した初期段階反応性を示した。

【0104】

(i)JEFFCAT（登録商標）DMDEE及びJEFFCAT（登録商標）DPAを含む触媒系ならびに(ii)JEFFCAT（登録商標）DMDEE、JEFFCAT（登録商標）DPA及びJEFFCAT（登録商標）DMCHAを含む触媒系の効果をJEFFCAT（登録商標）DPAのみを含む触媒系と比較して示すために追加の実施例を準備した。

【0105】

特に、単独の又は種々の組み合わせにおけるJEFFCAT（登録商標）DMDEE、JEFFCAT（登録商標）DPA及びJEFFCAT（登録商標）DMCHAの溶解性分析を行い、互いとの及びヒドロフルオロオレフィン発泡剤との組み合わせにおけるそのような触媒の安定性を決定した。（表11に示される）量の各成分を室温に加え、次いで約2分間手で激しく混合し、沈降させた。安定性試験の視覚による観察を下記の表11に示す。

【表11】

表11

試料#	JEFFCAT (登録商標) DPA (g)	JEFFCAT (登録商標) DMDEE (g)	JEFFCAT (登録商標) DMCHA (g)	Solstice (登録商標) 1233zd 発泡剤 (g)	観察
15	16	—	—	4	透明、可溶性
16	10	—	—	10	透明、可溶性
17	4	—	—	16	いくらかの固体
18	10	10	—	-	透明、可溶性
19	2	8	—	10	透明だが上部にいくらかのゲル化を有する
20	4	6	—	10	透明だが上部にいくらかのゲル化を有する
21	6	4	—	10	透明、可溶性
22	8	2	—	10	透明、可溶性
23	—	10	—	10	透明、可溶性
24	—	10	10	—	透明、可溶性
25	10	—	10	—	透明、可溶性
26	7	7	6	—	透明、可溶性
27	4	4	2	10	透明、可溶性
28	4	2	4	10	わずかに曇り、底にいくらかの固体がある
29	2	4	4	10	わずかに曇り、側面にいくらかのゲル化／固体がある
30	6	2	2	10	透明で側面に少しのゲル化がある
31	2	6	2	10	透明で側面に少量の固体がある
32	2	2	6	10	わずかに曇り、底にいくらかの固体がある
33	—	—	10	10	透明、可溶性

10

20

30

40

50

【0106】

上記に示される通り、単独のJEFFCAT（登録商標）DPAはSolstice（登録商標）1233zd発泡剤の存在下で、特に低濃度においていくつかの溶解性の問題を有し、低濃度でそれは沈殿を形成する。しかしながらJEFFCAT（登録商標）DMDEE又はJEFFCAT（登録商標）DMCHAと組み合わせると、JEFFCAT（登録商標）DPAは特に比較的高い濃度においてより良く行動する。濃度にかかわらず、JEFFCAT（登録商標）DMDEE、JEFFCAT（登録商標）DMCHA及びJEFFCAT（登録商標）DPAの組み合わせはSolstice（登録商標）1233zd発泡剤のような発泡剤の存在下で十分に安定である。

【0107】

次いで下記の表12に示されるような触媒を用いてポリオールプレミックスを調製した。試料のための各成分に関する量は表12において重量パーセンテージとして示され、試料38-41はJEFFCAT（登録商標）DMDEE触媒又はJEFFCAT（登録商標）DMCHA触媒なしでJEFFCAT（登録商標）DPA触媒を含む比較用試料である。

【表12】

表12-ポリオールプレミックス

成分	試料							
	34	35	36	37	38	39	40	41
Terol（登録商標）649 ポリオール	59.12	59.12	57.52	57.52	57.52	55.52	60.52	59.02
JEFFOL（登録商標） R425X ポリオール	14.78	14.78	14.78	14.78	14.78	14.78	14.78	14.78
PHT4-diol（商標）LV ジオール	4	4	4	4	4	4	4	4
トリス(1-クロロ-2- プロピル)ホスフェー ト("TCPP")	4	4	4	4	4	4	4	4
ヒドロハロオレフィン 安定シリコン界面活 性剤	1	1	1	1	1	1	1	1
水	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7
JEFFCAT（登録商標） DMDEE	3	2.5	3	2.5	-	-	-	-
JEFFCAT（登録商標） DPA	1.4	1.4	3	3	6	8	3	4.5
JEFFCAT（登録商標） DMCHA	-	0.5	-	0.5	-	-	-	-
Solstice（登録商標） 1233zd 発泡剤	11	11	11	11	11	11	11	11
合計重量%	100	100	100	100	100	100	100	100

【0108】

それぞれ50gの試料34-41のポリオールプレミックスを50gのRUBINATE（登録商標）Mイソシアナート（Huntsman International LLC又はその関連会社から入手可能）と3秒間混合した。混合したらクリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間、不粘着時間及び立ち上がり終了時間を決定した。

【0109】

さらに、試料34-37のポリオールプレミックスのいくらかを室温で2週間又は50で2週間エージングさせ、次いで50gのそのような試料を50gのRUBINATE

(登録商標) Mイソシアナートと3秒間混合した。混合したらクリーム時間、トップオブカップ時間、ストリングゲル化時間、不粘着時間及び立ち上がり終了時間を決定した。

【0110】

エージングされた及びエージングされないポリオールプレミックスを含む系に関し、結果を表13に示す。

【表13】

表13

試料#	クリーム時間(秒)	トップオブカップ時間(秒)	ストリングゲル化時間(秒)	不粘着時間(秒)	立ち上がり終了時間(秒)
34	6	25	35	41	53
35	8	16	23	26	36
36	6	11	17	23	32
37	6	12	16	19	23
38	10	13	15	18	28
39	7	9	11	13	20
40	13	21	25	29	38
41	10	15	18	20	29
50℃で2週間エージングされた34	9	29	43	52	64
50℃で2週間エージングされた35	10	24	32	37	49
室温で2週間エージングされた36	8	16	23	27	37
室温で2週間エージングされた37	8	14	18	21	29

【0111】

表13においてわかる通り、JEFFCAT(登録商標) DPAと組み合わせられたJEFFCAT(登録商標) DMDEE及び/又はJEFFCAT(登録商標) DMCHAを含む試料に関するクリーム時間は、予期せぬことに、単独で用いられるJEFFCAT(登録商標) DPAより向上したクリーム時間を有し、エージングされた後でさえより優れているか又は少なくとも類似であった。当業者が理解する通り、スプレーポリウレタンフォームを適用する場合 - 平均3秒は言うまでもなく - 1秒でさえ向上したクリーム時間は業界において(in the industry)有意である。クリーム時間におけるそのような向上は、スプレーポリウレタンフォームの望ましくない滴り(dripping)の例又は程度を減少させる。

【0112】

上記から、目的を実施し且つ本明細書に挙げられる利点ならびに本開示に固有の利点を達成するのに十分に本開示が適合することが明らかである。開示の目的で本開示の代表的な態様を記載してきたが、当業者が容易に思いつく多くの変更が成される場合があり、それは本開示及び添付の請求項の範囲から逸脱することなく成され得ることが理解されるであろう。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- ウッドランズ・ウッドロックフォレストドライブ10003
- (72)発明者 ファム, ダイアン・トラン
アメリカ合衆国テキサス州77380ザウッドランズ・ウッドロックフォレストドライブ10003
- (72)発明者 グリッグスピー, ロバート・エイ
アメリカ合衆国テキサス州77380ザウッドランズ・ウッドロックフォレストドライブ10003
- 審査官 今井 督
- (56)参考文献 特表2014-508838(JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C08G 18/00 - 18/87
C08G 101/00
CAplus/Registry(STN)