

【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 28 年 3 月 24 日 (2016.3.24)

【公表番号】特表 2014-515044 (P2014-515044A)

【公表日】平成 26 年 6 月 26 日 (2014.6.26)

【年通号数】公開・登録公報 2014-033

【出願番号】特願 2014-500241 (P2014-500241)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/38 (2006.01)

C 0 8 G 18/66 (2006.01)

C 0 9 K 21/12 (2006.01)

C 0 7 F 9/6574 (2006.01)

C 0 8 G 101/00 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 18/38 F

C 0 8 G 18/66 F

C 0 9 K 21/12

C 0 7 F 9/6574 Z

C 0 8 G 101:00

【誤訳訂正書】

【提出日】平成 28 年 2 月 4 日 (2016.2.4)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

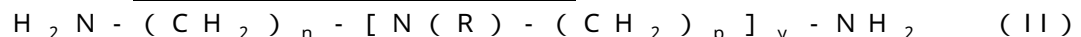
【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(1) (a) 少なくとも 5 のヒドロキシル官能価を有する第 1 のポリオールまたは (b) 2 のアミン官能価及び式 (II) の構造を有するポリアミンである少なくとも 1 つの活性水素含有化合物と、ここで、前記式 (II) は、



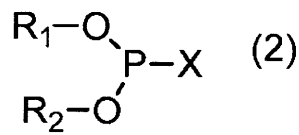
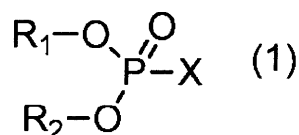
であり、式中、n および p はそれぞれ独立に 2 ~ 6 の整数であり、R は水素または 2 ~ 6 個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり、y は 1 である；

(2) 一般式 (1)、(2) またはそれらの組合せを有する少なくとも 1 つのリン含有化合物と

を含む反応混合物の反応生成物を含むリン含有難燃剤であって、

前記一般式 (1)、(2) は、

【化 1】

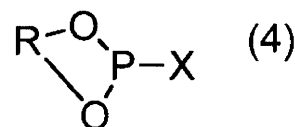
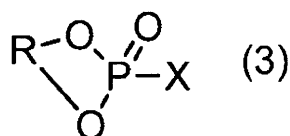


であり、式中、X は脱離基であり、R₁ および R₂ は、相互に独立して、C₁ ~ C₈ - アルキル、C₁ ~ C₄ - アルコキシエチル、C₁ ~ C₄ - アルキル置換 C₆ ~ C₁₀ - アリ

ールラジカル、アルキル置換アリール、アリール置換アルキル、ニトロアルキル、ヒドロキシルアルキル、アルコキシアルキル、ヒドロキシルアルコキシアルキルであり、または R_1 および R_2 は、一緒になって 6 員環内に R を形成し、前記 6 員環は一般式 (3)、(4) またはそれらの組合せを有し、

前記一般式 (3)、(4) は、

【化 2】

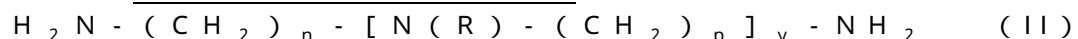


であり、式中、R は 3 ~ 9 個の炭素原子を含む直鎖状または分枝状の 2 価アルキレン基である、前記リン含有難燃剤。

【請求項 2】

リン含有難燃剤の製造方法であって、該方法は、少なくとも、

(1) (a) 少なくとも 5 のヒドロキシル官能価を有する第 1 のポリオールまたは (b) 2 のアミン官能価及び式 (II) の構造を有するポリアミンである少なくとも 1 つの活性水素含有化合物と、ここで、前記式 (II) は、

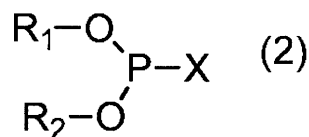
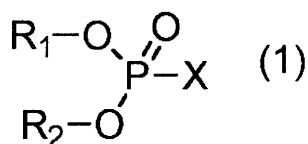


であり、式中、n および p はそれぞれ独立に 2 ~ 6 の整数であり、R は水素または 2 ~ 6 個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり、y は 1 である；

(2) 一般式 (1)、(2) またはそれらの組合せを有する、少なくとも 1 つのリン含有化合物とを反応させることを含み、

前記一般式 (1)、(2) は、

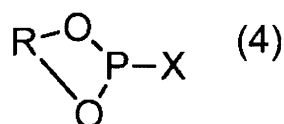
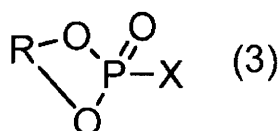
【化 3】



であり、式中、X は脱離基であり、 R_1 および R_2 は、相互に独立して、 $C_1 \sim C_8$ - アルキル、 $C_1 \sim C_4$ - アルコキシエチル、 $C_1 \sim C_4$ - アルキル置換 $C_6 \sim C_{10}$ - アリールラジカル、アルキル置換アリール、アリール置換アルキル、ニトロアルキル、ヒドロキシルアルキル、アルコキシアルキル、ヒドロキシルアルコキシアルキルであり、または R_1 および R_2 は、一緒になって 6 員環内に R を形成し、前記 6 員環は一般式 (3)、(4) またはそれらの組合せを有し、

前記一般式 (3)、(4) は、

【化 4】



であり、式中、R は、3 ~ 9 個の炭素原子を含む直鎖状または分枝状の 2 価アルキレン基である、前記方法。

【請求項 3】

R₁ および R₂ が独立に、プロピレン、2 - メチルプロピレン、またはネオペンチレンである、請求項 1 に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 4】

X が、C l、B r および I ならびにスルホネートから成る群より選択される、請求項 1 または 3 に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 5】

前記リン含有化合物が、2 - クロロ - 5 , 5 - ジメチル - 1 , 3 , 2 - ジオキサホスフィン、2 - クロロ - 5 , 5 - ジメチル - 1 , 3 , 2 - ジオキサホスフィン 2 - オキシド、ジエチルホスホクロリダイトまたはジエチルホスホクロリダートである、請求項 1 に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 6】

前記第 1 のポリオールが、6 0 ~ 2 5 0 0 当量を有するポリオキシアルキレンポリオールの少なくとも 1 つを含む、請求項 1 もしくは 3 ~ 5 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 7】

前記少なくとも 1 つのポリオキシアルキレンポリオールが、グリセロール、スクロース、ソルビトールまたはそれらの組合せで開始され、前記ポリオキシアルキレンが、ポリオキシエチレンおよびポリオキシプロピレンの少なくとも 1 つを含む、請求項 6 に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 8】

前記第 1 のポリオールが、1 0 0 ~ 2 0 0 当量を有するソルビトール開始ポリオキシプロピレンポリオールを含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 9】

前記第 1 のポリオールが、グリセロールとスクロースとのブレンドで開始され、1 0 0 ~ 3 0 0 当量を有し、且つポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールの重量を基準として 1 5 % ~ 4 0 % のポリオキシエチレン割合を有するポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールを含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 1 0】

前記リン含有難燃剤は、前記第 1 のポリオールが平均で、前記少なくとも 1 つのリン含有化合物がポリオール O H 部位と反応するようなキャッピング指数を有する、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 1 1】

前記リン含有難燃剤は、前記第 1 のポリオールが平均で、そのポリオール O H 部位の少なくとも半分が前記少なくとも 1 つのリン含有化合物によってキャップされるようなキャッピング指数を有する、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 1 2】

前記リン含有難燃剤は、前記第 1 のポリオールが平均で、そのポリオール O H 部位の実質的に全てが前記少なくとも 1 つのリン含有化合物によってキャップされるようなキャッピング指数を有する、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項 1 3】

第 2 の反応混合物の反応生成物を含むポリウレタン生成物であって、前記第 2 の反応混合物は、

少なくとも 1 つのイソシアネート；および

ポリオールブレンド

を含み、前記ポリオールブレンドは、

請求項 1 および 3 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の少なくとも 1 つのリン含有難燃剤；

および

少なくとも1つのポリオールを含む、ポリウレタン生成物。

【請求項14】

Cal 117試験またはDin 4102試験に合格する、請求項13に記載のポリウレタン生成物。

【請求項15】

前記リン含有難燃剤が、0.1重量%～35重量%の前記ポリオールブレンドを含む、請求項13または14に記載のポリウレタン生成物。

【請求項16】

Xが、Cl、BrおよびIならびにスルホネートから成る群より選択される、請求項2に記載の方法。

【請求項17】

前記第1のポリオールが、60～2500当量を有するポリオキシアルキレンポリオールの少なくとも1つを含む、請求項2または16に記載の方法。

【請求項18】

前記第1のポリオールが、グリセロールとスクロースとのブレンドで開始され、100～300当量を有し、且つポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールの重量を基準として15%～40%のポリオキシエチレン割合を有するポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールを含む、請求項2または16に記載の方法。

【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0074

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0074】

Cal 117試験について表2に示すように、ポリウレタンフォーム系へのFR Bの添加は、FRの性能を劇的に上昇させる（実施例2）。10部FR Bを有する実施例2は、30部TCP Pを有する比較例5よりも良好なFR性能を有する。すべての比較例は、Cal 117 FR試験に不合格であった。結果は、FR Bがハロゲン含有TCP Pと比較して少ない添加量でより良好なFR性能を与えることを示している。加えて、FR Bの添加は、測定されたPUフォームの機械的特性に負の影響を有さない。

【表 2】

表 2	比較例 4	比較例 5	実施例 2
ボラノール 3010	100	100	100
ダブコ 33LV、ニアックス(NIAX)A1(3:1)	0.36	0.36	0.27
水	4	4	4
ニアックス(NIAX)L 620	1.2	1.2	1.2
ダブコ T-9	0.22	0.22	0.22
TCP		30	
FR B			10
ボラネート (VORANATE)T-80	51.1	51.1	51.1
TDI 指数	95	95	95
特性			
密度(Kg/m ³)	27.5	33.2	26.8
上昇時間(秒)	85	105	86
引張強度(KPa)	81.7	85.8	95.4
引張伸長(%)	130.1	155.5	164.2
引裂強度(N/m)	377.0	360.4	389.0
Cal 117	>10	0	7
エージング前 AFT(秒)	>10	0	0
	>10	0	0
	>10	0	2
	>10	0	3
	>10	0	3
エージング後 AFT(秒)	>10	>10	3
	>10	>10	1.5
	>10	>10	2
	>10	>10	1
	>10	3	1
エージング前炭化長 (mm)	燃焼完了	35	125
	燃焼完了	25	50
	燃焼完了	30	65
	燃焼完了	20	95
	燃焼完了	35	85
エージング後炭化長 (mm)	燃焼完了	燃焼完了	90
	燃焼完了	燃焼完了	90
	燃焼完了	燃焼完了	85
	燃焼完了	燃焼完了	85
	燃焼完了	70	80
合格または不合格	不合格	不合格	合格

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0087

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【 0 0 8 7 】

上述は本発明の実施形態に関するが、本発明の他のおおよびさらなる実施形態は、その基本的範囲から逸脱することなく考案することができ、その範囲は続いての請求の範囲によって決定される。

なお、本発明には以下の態様も含まれる。

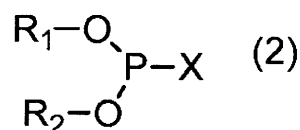
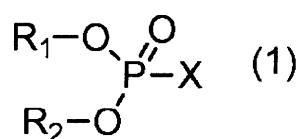
[1]

第 1 の反応混合物の反応生成物を含むリン含有難燃剤であって、前記反応混合物が、少なくとも 3 のヒドロキシル官能価を有する第 1 のポリオール、少なくとも 2 のアミン官能価を有するポリアミン、および少なくとも 2 のアミン官能価とヒドロキシル官能価との合計を有するアミノアルコールの群より選択される、少なくとも 1 つの活性水素含有化合物；

一般式 (1)、(2) またはそれらの組合せを有する、少なくとも 1 つのリン含有化合物

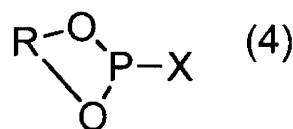
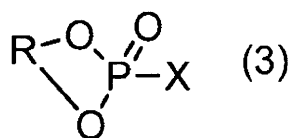
を含むリン含有難燃剤；

[化 7]



(式中、X は脱離基であり、R₁ および R₂ は、相互に独立して、C₁ ~ C₈ - アルキル、C₁ ~ C₄ - アルコキシエチル、C₁ ~ C₄ - アルキル置換 C₆ ~ C₁₀ - アリールラジカル、アルキル置換アリール、アリール置換アルキル、ニトロアルキル、ヒドロキシルアルキル、アルコシアルキル、ヒドロキシルアルコシアルキルであり、または R₁ および R₂ は、一緒になって 6 員環内に R を形成し、前記 6 員環は一般式 (3)、(4) またはそれらの組合せを有する。)

[化 8]



(式中、R は、3 ~ 約 9 個の炭素原子を含む直鎖状または分枝状の 2 価アルキレン基である。)。

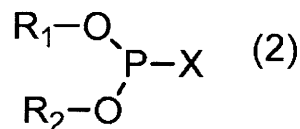
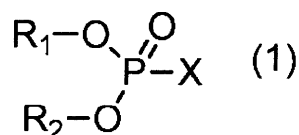
[2]

リン含有難燃剤の製造方法であって、該方法は、少なくとも、

少なくとも 3 のヒドロキシル官能価を有する第 1 のポリオール、少なくとも 2 のアミン官能価を有するポリアミン、および少なくとも 2 のアミン官能価とヒドロキシル官能価との合計を有するアミノアルコールの群より選択される少なくとも 1 つの活性水素含有化合物を；

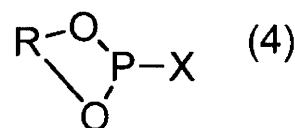
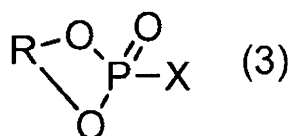
一般式 (1)、(2) またはそれらの組合せを有する、少なくとも 1 つのリン含有化合物と反応させることを含む方法；

[化 9]



(式中、Xは脱離基であり、R₁およびR₂は、相互に独立して、C₁～C₈-アルキル、C₁～C₄-アルコキシエチル、C₁～C₄-アルキル置換C₆-C₁₀-アリーールラジカル、アルキル置換アリーール、アリーール置換アルキル、ニトロアルキル、ヒドロキシルアルキル、アルコシアルキル、ヒドロキシルアルコシアルキルであり、またはR₁およびR₂は、一緒になって6員環内にRを形成し、前記6員環は一般式(3)、(4)またはそれらの組合せを有する。)

[化10]



(式中、Rは、3～約9個の炭素原子を含む直鎖状または分枝状の2価アルキレン基である。)

[3]

Rが、プロピレン、2-メチルプロピレン、ネオペンチレンおよび2-ブチル-2-エチルプロピレンの少なくとも1つである、上記[1]に記載のリン含有難燃剤または項2に記載の方法。

[4]

Xが、Cl⁻、Br⁻およびI⁻ならびにスルホネートから成る群より選択される、上記[1]もしくは上記[3]に記載のリン含有難燃剤または上記[2]もしくは上記[3]に記載の方法。

[5]

前記リン含有化合物が、2-クロロ-5,5-ジメチル-1,3,2-ジオキサホスフィナン、2-クロロ-5,5-ジメチル-1,3,2-ジオキサホスフィナン2-オキシド、ジエチルホスホロクロリダイトまたはジエチルホスホロクロリダートである、上記[1]に記載のリン含有難燃剤または上記[2]に記載の方法。

[6]

前記少なくとも1つの第1のポリオールが、約60～2500当量を有するポリオキシアルキレンポリオールの少なくとも1つを含む、上記[1]もしくは上記[3]～上記[5]のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または上記[2]～上記[5]のいずれか一項に記載の方法。

[7]

前記少なくとも1つのポリオキシアルキレンポリオールが、グリセロール、スクロース、ソルビトールまたはそれらの組合せで開始され、前記ポリオキシアルキレンが、ポリオキシエチレンおよびポリオキシプロピレンの少なくとも1つを含む、上記[6]に記載のリン含有難燃剤または方法。

[8]

前記第1のポリオールが、約100～約200当量を有するソルビトール開始ポリオキシプロピレンポリオールを含む、上記[1]～上記[5]のいずれか一項に記載のリン含

有難燃剤または方法。

[9]

前記第 1 のポリオールが、グリセロールとスクロースとのブレンドで開始され、約 1 0 0 ~ 約 3 0 0 当量を有し、且つポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールの重量を基準として約 1 5 % ~ 約 4 0 % のポリオキシエチレン割合を有するポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオールを含む、上記 [1] ~ 上記 [5] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法。

[1 0]

前記リン含有難燃剤は、前記少なくとも 1 つの第 1 のポリオールが平均で、前記少なくとも 1 つのリン含有化合物がポリオール O H 部位と反応するようなキャッピング指数を有する、上記 [1] ~ 上記 [9] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法。

[1 1]

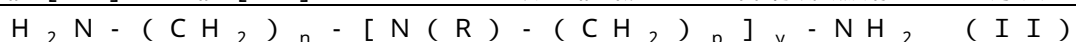
前記リン含有難燃剤は、前記少なくとも 1 つの第 1 のポリオールが平均で、そのポリオール O H 部位の少なくとも半分が前記少なくとも 1 つのリン含有化合物によってキャップされるようなキャッピング指数を有する、上記 [1] ~ 上記 [9] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法。

[1 2]

前記リン含有難燃剤は、前記少なくとも 1 つの第 1 のポリオールが平均で、そのポリオール O H 部位の実質的に全てが前記少なくとも 1 つのリン含有化合物によってキャップされるようなキャッピング指数を有する、上記 [1] ~ 上記 [9] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法。

[1 3]

前記少なくとも 2 のアミン官能価を有するポリアミンが、式 (I I) に示す構造を有する、上記 [1] ~ 上記 [5] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法：



(式中、n および p は独立して、2 ~ 6 の整数であり；R は、水素または 2 ~ 6 個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり；y は、0 ~ 2 5 の整数である。)

[1 4]

前記少なくとも 2 のアミン官能価とヒドロキシル官能価との合計を有するアミノアルコールが、式 (I I I) に示す構造を有する、上記 [1] ~ 上記 [5] のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法：



(式中、n および p は独立して、2 ~ 6 の整数であり；R は、水素または 2 ~ 6 個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり；y は、0 ~ 2 5 の整数であり；A は独立して、窒素または酸素であり、ただし、少なくとも 1 つの A は酸素であり、A が窒素である場合、m は 2 であり、A が酸素である場合、m は 1 である。)

[1 5]

第 2 の反応混合物の反応生成物を含むポリウレタン生成物であって、前記第 2 の反応混合物は、

少なくとも 1 つのイソシアネート；および

ポリオールブレンド

を含み、前記ポリオールブレンドは、

上記 [1] および上記 [3] ~ 上記 [1 4] のいずれか一項に記載の少なくとも 1 つのリン含有難燃剤；および

少なくとも 1 つの第 2 のポリオール

を含む、ポリウレタン生成物。

[1 6]

Cal 1 1 7 試験または Din 4 1 0 2 試験に合格する、上記 [1 5] に記載のポリウレタン生成物。

[1 7]

前記リン含有難燃剤が、約 0 . 1 重量 % ~ 3 5 重量 % の前記ポリオールブレンドを含む、上記 [1 5] または上記 [1 6] に記載のポリウレタン生成物。