

【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 08 G 18/38 (2006.01)

C 08 G 18/66 (2006.01)

C 09 K 21/12 (2006.01)

C 07 F 9/6574 (2006.01)

C 08 G 101/00 (2006.01)

【F I】

C 08 G 18/38 F

C 08 G 18/66 F

C 09 K 21/12

C 07 F 9/6574 Z

C 08 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、

$\text{H}_2\text{N}-\left(\text{CH}_2\right)_n-\left[\text{N}(\text{R})-\left(\text{CH}_2\right)_p\right]_y-\text{NH}_2$  (II)

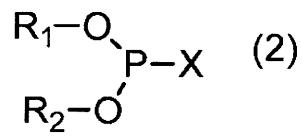
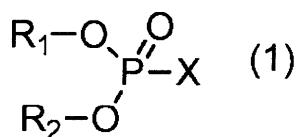
であり、式中、nおよびpはそれぞれ独立に2~6の整数であり、Rは水素または2~6個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり、yは1である；

(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、

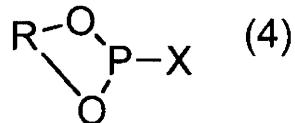
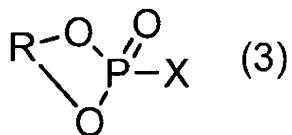
【化1】



であり、式中、Xは脱離基であり、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、相互に独立して、C<sub>1</sub>~C<sub>8</sub>-アルキル、C<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>-アルコキシエチル、C<sub>1</sub>~C<sub>4</sub>-アルキル置換C<sub>6</sub>~C<sub>10</sub>-アリ

一ルラジカル、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】

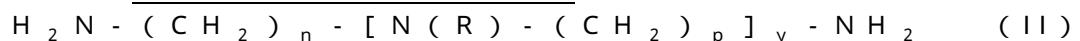


であり、式中、 $R$  は 3 ~ 9 個の炭素原子を含む直鎖状または分枝状の 2 倍アルキレン基である、前記リン含有難燃剤。

【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、

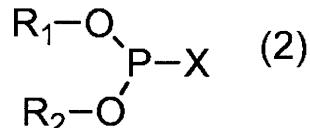
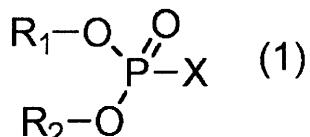


であり、式中、 $n$  および  $p$  はそれぞれ独立に 2 ~ 6 の整数であり、 $R$  は水素または 2 ~ 6 個の炭素を有するヒドロキシアルキルであり、 $y$  は 1 である；

(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、

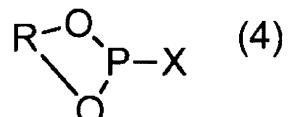
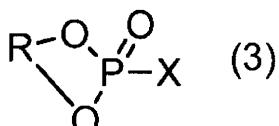
【化 3】



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、 $C_1$  ~  $C_8$  - アルキル、 $C_1$  ~  $C_4$  - アルコキシエチル、 $C_1$  ~  $C_4$  - アルキル置換  $C_6$  ~  $C_{10}$  - 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】

R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>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、C1、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、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、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、100～200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、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、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1～5のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤。

【請求項10】

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OH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11】

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OH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12】

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OH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13】

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3～12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 1 4】

C a l 1 1 7 試験または D i n 4 1 0 2 試験に合格する、請求項 1 3 に記載のポリウレタン生成物。

【請求項 1 5】

前記 リン含有難燃剤が、0.1 重量 % ~ 3.5 重量 % の前記ポリオールブレンドを含む、  
請求項 1 3 または 1 4 に記載のポリウレタン生成物。

【請求項 1 6】

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 2 に記載の方法。

【請求項 1 7】

前記第 1 のポリオールが、6.0 ~ 25.00 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 1 6 に記載の方法。

【請求項 1 8】

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、1.00 ~ 3.00 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 1 6 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】0 0 7 4

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 7 4】

C a l 1 1 7 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 F R B の添加は、F R の性能を劇的に上昇させる（実施例 2）。10 部 F R B を有する実施例 2 は、30 部 T C P P を有する比較例 5 よりも良好な F R 性能を有する。すべての比較例は、C a l 1 1 7 F R 試験に不合格であった。結果は、F R B がハロゲン含有 T C P P と比較して少ない添加量でより良好な F R 性能を与えることを示している。加えて、F R B の添加は、測定された P U 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
TCPP		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 <sup>3</sup> )	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
	>10	0	0
エージング前 AFT(秒)	>10	0	0
	>10	0	2
	>10	0	3
	>10	>10	3
	>10	>10	1.5
エージング後 AFT(秒)	>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】

## 【0087】

上述は本発明の実施形態に関するが、本発明の他の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。

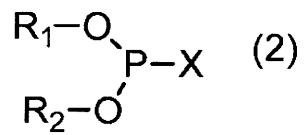
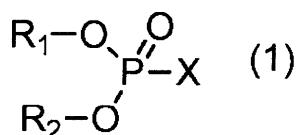
## [1]

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

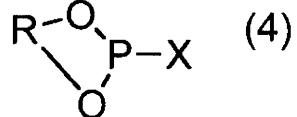
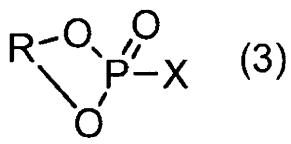
を含むリン含有難燃剤：

## [化7]



(式中、Xは脱離基であり、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、相互に独立して、C<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>-アルキル、C<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>-アルコキシエチル、C<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>-アルキル置換C<sub>6</sub>～C<sub>10</sub>-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<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>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。)。

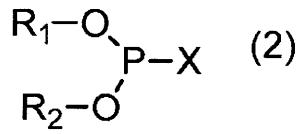
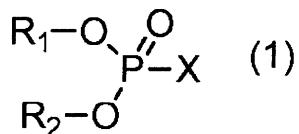
## [2]

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；

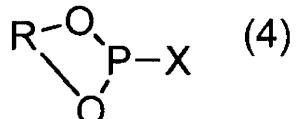
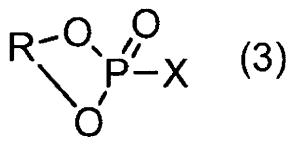
一般式(1)、(2)またはそれらの組合せを有する、少なくとも1つのリン含有化合物と反応させることを含む方法：

## [化9]



(式中、Xは脱離基であり、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は、相互に独立して、C<sub>1</sub>～C<sub>8</sub>-アルキル、C<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>-アルコキシエチル、C<sub>1</sub>～C<sub>4</sub>-アルキル置換C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-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<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>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、C<sub>1</sub>、Br<sup>-</sup>およびI<sup>-</sup>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-ジオキサホスフイナン、2-クロロ-5,5-ジメチル-1,3,2-ジオキサホスフイナン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100～約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約15%～約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、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。

[ 10 ]

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OH部位と反応するようなキャップング指数を有する、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。

[ 11 ]

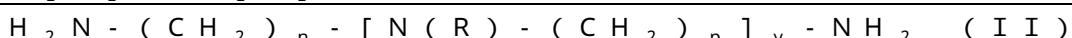
前記リン含有難燃剤は、前記少なくとも1つの第1のポリオールが平均で、そのポリオールOH部位の少なくとも半分が前記少なくとも1つのリン含有化合物によってキャップされるようなキャップング指数を有する、上記[1]～上記[9]のいずれか一項に記載のリン含有難燃剤または方法。

[ 12 ]

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OH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プング指数を有する、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。

[ 13 ]

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、0～25の整数である。)

[ 14 ]

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、0～25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。)。

[ 15 ]

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[14]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。

[ 16 ]

Ca1 117試験またはDin 4102試験に合格する、上記[15]に記載のポリウレタン生成物。

[ 17 ]

前記リン含有難燃剤が、約0.1重量%～35重量%の前記ポリオールブレンドを含む  
、上記[15]または上記[16]に記載のポリウレタン生成物。