

【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】令和 3 年 4 月 22 日 (2021.4.22)

【公表番号】特表 2020-510127 (P2020-510127A)

【公表日】令和 2 年 4 月 2 日 (2020.4.2)

【年通号数】公開・登録公報 2020-013

【出願番号】特願 2019-550675 (P2019-550675)

【国際特許分類】

C 0 8 G 18/48 (2006.01)

C 0 8 G 18/76 (2006.01)

C 0 8 G 18/28 (2006.01)

C 0 8 G 18/40 (2006.01)

C 0 8 G 18/18 (2006.01)

C 0 8 G 18/00 (2006.01)

C 0 8 G 101/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 18/48 0 0 4

C 0 8 G 18/76 0 1 4

C 0 8 G 18/28 0 1 5

C 0 8 G 18/48 0 3 3

C 0 8 G 18/40 0 0 9

C 0 8 G 18/18

C 0 8 G 18/00 H

C 0 8 G 101:00

【手続補正書】

【提出日】令和 3 年 3 月 11 日 (2021.3.11)

【手続補正 1】

【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】

粘弾性ポリウレタンフォームを調製する方法であって、

( 1 ) トルエンジイソシアネートと、

( 2 ) イソシアネート反応性成分であって、

( a ) 1 0 0 重量 % の成分 ( 2 ) ( a ) および ( 2 ) ( b ) に対して 2 0 ~ 1 0 0 重量 % のポリオール混合物であって、 5 6 m g K O H / g ポリオール ~ 1 2 0 m g K O H / g ポリオール未満のヒドロキシル価、 2 超の平均官能性を有し、

( i ) 単官能ポリエーテルであって、 5 6 m g K O H / g ポリオール以下のヒドロキシル価を有し、前記単官能ポリエーテル ( a ) ( i ) の総重量に対して 2 0 % 以下の共重合オキシエチレンを含有する単官能ポリエーテル、

( i i ) ポリエーテルポリオールであって、 4 7 m g K O H / g ポリオール ~ 3 0 0 m g K O H / g ポリオールのヒドロキシル価、 2 の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール ( a ) ( i i ) の総重量に対して 5 ~ 4 5 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール、および

( i i i ) ポリエーテルポリオールであって、 4 7 m g K O H / g ポリオール ~ 3 0 0 m g K O H / g ポリオールのヒドロキシル価、 2 超 ~ 8 の公称官能性を有し

、前記ポリエーテルポリオール (a) (iii) の総重量に対して 5 ~ 45 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオールを含んでなり、

前記ポリオール混合物 (a) が前記単官能ポリエーテル (i) を 20 ~ 50 重量 % 含んでなり、残部が成分 (ii) および (iii) を含んでなり、残部の 10 ~ 90 重量 % が成分 (ii) を含んでなり、残部の 90 ~ 10 重量 % が成分 (iii) を含んでなる、ポリオール混合物、

および、任意選択で、

(b) 100 重量 % の成分 (2) (a) および (2) (b) に対して最大 80 重量 % のポリエーテルポリオールであって、2 ~ 8 の平均官能性、20 mg KOH / g ポリオール ~ 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価を有し、前記ポリエーテルポリオール (2) (b) の総重量に対して少なくとも 50 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール

を含んでなる、イソシアネート反応性成分とを、

(3) 発泡剤、

(4) 触媒、および

(5) 界面活性剤

の存在下で、反応させることを含んでなり、

得られた粘弾性フォームにおける 15 での貯蔵弾性率の 30 での貯蔵弾性率に対する比が 4 以下 ~ 約 1 であり、かつ、得られた粘弾性フォームにおける 95 超 ~ 110 の NCO 指数で  $1.0 \text{ lb / ft}^3 \sim 6.0 \text{ lb / ft}^3$  の密度範囲にわたってタンデルタによって測定される  $T_g$  が 20 未満であるように、成分 (2) (a) (i)、(2) (a) (ii) および (2) (a) (iii) の量、OH 価および官能性が選択される、ただし、前記 NCO 指数が約 105 以上の場合、前記イソシアネート反応性成分 (2) が少なくとも約 3 重量 % の (2) (b) を含んでなる、方法。

#### 【請求項 2】

前記単官能ポリエーテル (2) (a) (i) が、28 mg KOH / g ポリオール以下のヒドロキシル価を有し、前記単官能ポリエーテル (2) (a) (i) の総重量に対して少なくとも 2 % ~ 15 % 以下の共重合オキシエチレンを含有し、

前記ポリエーテルポリオール (2) (a) (ii) が、70 mg KOH / g ポリオール ~ 240 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価を有し、前記ポリエーテルポリオール (2) (a) (ii) の総重量に対して 10 % ~ 40 重量 % の共重合オキシエチレンを含有し、

前記ポリエーテルポリオール (2) (a) (iii) が、70 mg KOH / g ポリオール ~ 240 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価、3 ~ 6 の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール (2) (a) (iii) の総重量に対して 10 % ~ 40 重量 % の共重合オキシエチレンを含有する、請求項 1 に記載の方法。

#### 【請求項 3】

前記イソシアネート反応性成分 (2) が、

(c) 10 mg KOH / g ポリオール ~ 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価、2 ~ 8 の平均官能性を有し、100 重量 % の成分 (c) に対して 0 ~ 45 重量 % の共重合オキシエチレンを含有し、ポリエーテルポリオール (a) (ii) および (a) (iii) とは異なるポリエーテルポリオール、および / または

(d) 充填ポリオール

のうち少なくとも 1 種をさらに含んでなる、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

#### 【請求項 4】

前記ポリオール混合物 (a) が、25 ~ 45 重量 % の前記単官能ポリエーテル (i) を含んでなり、残部が成分 (ii) および (iii) を含んでなり、残部の 15 ~ 85 重量 % が成分 (ii) を含んでなり、残部の 85 % ~ 15 重量 % が成分 (iii) を含んでなる、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項 5】

前記ポリエーテルポリオール (b) が、 $30 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  $\sim 170 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価、 $2.5 \sim 6$  の平均官能性を有し、 $100$  重量%の成分 (c) に対して  $50\% \sim 99$  重量%の共重合オキシエチレンを含有する、請求項 1  $\sim$  4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

前記ポリオール混合物 (a) が、*in-situ* 形成ポリオール混合物を含んでなる、請求項 1  $\sim$  5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記 *in-situ* 形成ポリオール混合物 (a) が、

A) 反応容器に、

(1)  $56 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール未満のヒドロキシル価を有する単官能化合物を含んでなる初期スターター ( $S_i$ )、および

(2) DMC (複合金属シアン化物) 触媒、  
を含んでなる混合物を入れること、

B) 前記反応容器に、

(1) プロピレンオキシドおよびエチレンオキシドを  $100:0 \sim 20:80$  の重量比で含んでなるエポキシド  
を供給すること、

C) 前記エポキシド混合物と前記初期スターター ( $S_i$ ) とを反応させ、前記単官能化合物の当量が、少なくとも  $10$  重量%増加し、約  $1,500$  と約  $6,000$  との間の値に達するまで前記エポキシドを供給することによって重合し続けること、

D) 引き続き、

(1)  $2$  超  $\sim 6$  の公称官能性および  $28 \sim 400$  の当量を有する低分子量スターター ( $S_c$ ) を、前記反応容器に、エポキシドを供給し続けながら加えること、 E) 前記スターター ( $S_c$ ) の添加を完了すること、

ならびに

F) 前記混合物を前記反応容器中で重合し続け、それによって

(a) *in-situ* 形成ポリオール混合物であって、 $56 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  $\sim 120 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール未満の全体のヒドロキシル価、 $2$  超の平均官能性を有し、

(i) 単官能ポリエーテルであって、 $56 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール以下のヒドロキシル価を有し、 $100$  重量%の前記単官能ポリエーテル (a) (i) に対して  $20$  重量%以下の共重合オキシエチレンを含有する単官能ポリエーテル、

(ii) ポリエーテルポリオールであって、 $47 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  $\sim 300 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価、 $2$  の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール (a) (ii) の総重量に対して  $5 \sim 45$  重量%の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール、および

(iii) ポリエーテルポリオールであって、 $47 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  $\sim 300 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価、 $2$  超  $\sim 8$  の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール (a) (iii) の総重量に対して  $5 \sim 45$  重量%の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオールを含んでなり、

前記ポリオール混合物 (a) が前記単官能ポリエーテル (i) を  $20 \sim 50$  重量%含んでなり、(a) の残部が成分 (ii) および (iii) を含んでなり、残部の  $10 \sim 90$  重量%が成分 (ii) を含んでなり、残部の  $90 \sim 100$  重量%が成分 (iii) を含んでなる、*in-situ* 形成ポリオール混合物を形成すること、

ならびに、任意選択で、

(II) 前記 *in-situ* 形成ポリオール混合物 (a) を、

(b)  $100$  重量%の成分 (a) および (b) に対して最大  $80$  重量%のポリエーテルポリオールであって、 $2 \sim 8$  の平均官能性、 $20 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  $\sim 300 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価を有し、前記ポリエーテルポリオール (

b) の総重量に対して少なくとも 50 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール

と混ぜ合わせること

によって調製される、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

得られた *in-situ* 形成ポリオール混合物が、

(c) 約 10 mg KOH / g ポリオール ~ 約 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価、約 2 ~ 約 8 の平均官能性を有し、100 重量 % の成分 (c) に対して 0 ~ 45 重量 % の共重合オキシエチレンを含有する 1 種以上のポリエーテルポリオール、および

(d) 1 種以上の充填ポリオール

のうち少なくとも 1 種とさらに混合される、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

A) (1) 前記初期スターター ( $S_i$ ) が、1 種以上の  $C_{12}$ 、 $C_{13}$ 、 $C_{14}$ 、および / または  $C_{15}$  長鎖アルコールを含んでなるスターターから調製される、請求項 7 又は 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記低分子量スターター ( $S_c$ ) が、グリセリン、プロピレングリコール、エチレングリコール、スクロース、ソルビトール、またはそれらの混合物を含んでなる、請求項 7 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

得られた粘弾性ポリウレタンフォームにおけるタンデルタによって測定される  $T_g$  が 18 未満である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

得られた粘弾性ポリウレタンフォームにおける 15 での貯蔵弾性率の 30 での貯蔵弾性率に対する比が 3 以下 ~ 1.1 である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

得られた粘弾性ポリウレタンフォームにおけるタンデルタによって測定される  $T_g$  が 17 未満である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 14】

得られた粘弾性ポリウレタンフォームにおける 15 での貯蔵弾性率の 30 での貯蔵弾性率に対する比が 3 以下 ~ 1.2 である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 15】

粘弾性ポリウレタンフォームであって、

(1) トルエンジイソシアネートと、

(2) イソシアネート反応性成分であって、

(a) 100 重量 % の成分 (2) (a) および (2) (b) に対して 20 ~ 100 重量 % のポリオール混合物であって、56 mg KOH / g ポリオール ~ 120 mg KOH / g ポリオール未満のヒドロキシル価、2 超の平均官能性を有し、

(i) 単官能ポリエーテルであって、56 mg KOH / g ポリオール以下のヒドロキシル価を有し、前記単官能ポリエーテル (a) (i) の総重量に対して 20 % 以下の共重合オキシエチレンを含有する単官能ポリエーテル、

(ii) ポリエーテルポリオールであって、47 mg KOH / g ポリオール ~ 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価、2 の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール (a) (ii) の総重量に対して 5 ~ 45 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール、および

(iii) ポリエーテルポリオールであって、47 mg KOH / g ポリオール ~ 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価、2 超 ~ 8 の公称官能性を有し、前記ポリエーテルポリオール (a) (iii) の総重量に対して 5 ~ 45 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオールを含んでなり、

前記ポリオール混合物 ( a ) が前記単官能ポリエーテル ( i ) を 20 ~ 50 重量 % 含んでなり、残部が成分 ( i i ) および ( i i i ) を含んでなり、残部の 10 ~ 90 重量 % が成分 ( i i ) を含んでなり、残部の 90 ~ 10 重量 % が成分 ( i i i ) を含んでなる、ポリオール混合物

および、任意選択で、

( b ) 100 重量 % の成分 ( 2 ) ( a ) および ( 2 ) ( b ) に対して最大 80 重量 % のポリエーテルポリオールであって、2 ~ 8 の平均官能性、20 mg KOH / g ポリオール ~ 300 mg KOH / g ポリオールのヒドロキシル価を有し、前記ポリエーテルポリオール ( 2 ) ( b ) の総重量に対して少なくとも 50 % の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオール

を含んでなる、イソシアネート反応性成分との、

( 3 ) 発泡剤、

( 4 ) 触媒、および

( 5 ) 界面活性剤

の存在下における反応の生成物を含んでなり、

得られた粘弾性フォームにおける 15 での貯蔵弾性率の 30 での貯蔵弾性率に対する比が 4 以下 ~ 1 であり、かつ、得られた粘弾性フォームにおける 95 超 ~ 110 の NCO 指数で  $1.0 \text{ lb / ft}^3 \sim 6.0 \text{ lb / ft}^3$  の密度範囲にわたってタンデルタによって測定される  $T_g$  が 20 未満であるように、成分 ( 2 ) ( a ) ( i )、( 2 ) ( a ) ( i i ) および ( 2 ) ( a ) ( i i i ) の量、OH 価および官能性が選択される、ただし、前記 NCO 指数が約 105 以上の場合、前記イソシアネート反応性成分 ( 2 ) が少なくとも約 3 重量 % の ( 2 ) ( b ) を含んでなる、粘弾性ポリウレタンフォーム。

#### 【請求項 16】

前記ポリオール混合物 ( a ) が、in-situ 形成ポリオール混合物を含んでなる、請求項 15 に記載の粘弾性ポリウレタンフォーム。

#### 【請求項 17】

( a ) 前記 in-situ 形成ポリオール混合物が、

A ) 反応容器に、

( 1 ) 56 mg KOH / g ポリオール未満のヒドロキシル価を有する単官能化合物を含んでなる初期スターター ( S<sub>i</sub> )、および

( 2 ) DMC ( 複合金属シアン化物 ) 触媒、  
を含んでなる混合物を入れること、

B ) 前記反応容器に、

( 1 ) プロピレンオキシドとエチレンオキシドを 100 : 0 ~ 20 : 80 の重量比で含んでなるエポキシド  
を供給すること、

C ) 前記エポキシド混合物と前記初期スターター ( S<sub>i</sub> ) とを反応させ、前記単官能化合物の当量が、少なくとも 10 重量 % 増加し、1,500 と 6,000 との間の値に達するまで前記エポキシドを供給することによって重合し続けること、

D ) 引き続き、

( 1 ) 2 超 ~ 6 の公称官能性および 28 ~ 400 の当量を有する低分子量スターター ( S<sub>c</sub> ) を、前記反応容器に、エポキシドを供給し続けながら加えること、 E ) 前記スターター ( S<sub>c</sub> ) の添加を完了すること、

ならびに

F ) 前記混合物を前記反応容器中で重合し続け、それによって

ポリオール混合物であって、56 mg KOH / g ポリオール ~ 120 mg KOH / g ポリオール未満の全体のヒドロキシル価、2 超の平均官能性を有し、

( i ) 単官能ポリエーテルであって、56 mg KOH / g ポリオール以下のヒドロキシル価を有し、100 重量 % の前記単官能ポリエーテル ( a ) ( i ) に対して 20 重量 % 以下の共重合オキシエチレンを含有する単官能ポリエーテル、

( i i ) ポリエーテルポリオールであって、 $47 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール  
～ $300 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価、2の公称官能性を有し、前記ポ  
リエーテルポリオール ( a ) ( i i ) の総重量に対して5～45重量%の共重合オキシエ  
チレンを含有するポリエーテルポリオール、および

( i i i ) ポリエーテルポリオールであって、 $47 \text{ mg KOH/g}$  ポリオー  
ル～ $300 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価、2超～8の公称官能性を有し  
、前記ポリエーテルポリオール ( a ) ( i i i ) の総重量に対して5～45重量%の共重  
合オキシエチレンを含有するポリエーテルポリオールを含んでなり、

前記ポリオール混合物 ( a ) が前記1種以上の単官能ポリエーテル ( i ) を20～  
50重量%含んでなり、( a ) の残部が成分 ( i i ) および ( i i i ) を含んでなり、残  
部の10～90重量%が成分 ( i i ) を含んでなり、残部の90～100重量%が成分 ( i  
i i ) を含んでなる、ポリオール混合物

ならびに、任意選択で、

( I I ) 前記 i n - s i t u 形成ポリオール混合物 ( a ) を、

( b ) 100重量%の成分 ( a ) および ( b ) に対して最大80重量%のポリエー  
テルポリオールであって、2～8の平均官能性、 $20 \text{ mg KOH/g}$  ポリオール～ $300$   
 $0 \text{ mg KOH/g}$  ポリオールのヒドロキシル価を有し、前記ポリエーテルポリオール ( b )  
の総重量に対して少なくとも50%の共重合オキシエチレンを含有するポリエーテル  
ポリオール

と混ぜ合わせること

によって調製される、請求項 16 に記載の粘弾性ポリウレタンフォーム。