

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6647343号  
(P6647343)

(45) 発行日 令和2年2月14日(2020.2.14)

(24) 登録日 令和2年1月16日(2020.1.16)

(51) Int. Cl.	F I
<b>CO8G 18/00 (2006.01)</b>	CO8G 18/00 H
<b>CO8G 18/48 (2006.01)</b>	CO8G 18/48
<b>CO8G 18/42 (2006.01)</b>	CO8G 18/42
<b>CO8J 9/14 (2006.01)</b>	CO8J 9/14 CFF
<b>CO8G 101/00 (2006.01)</b>	CO8G 101:00

請求項の数 3 外国語出願 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2018-97520 (P2018-97520)	(73) 特許権者	515269383
(22) 出願日	平成30年5月22日 (2018.5.22)		ザ ケマーズ カンパニー エフシー リ
(62) 分割の表示	特願2016-177245 (P2016-177245) の分割		ミテッド ライアビリティ カンパニー
原出願日	平成20年7月17日 (2008.7.17)		アメリカ合衆国 デラウェア州 1989
(65) 公開番号	特開2018-150554 (P2018-150554A)		9 ウィルミントン マーケット ストリ
(43) 公開日	平成30年9月27日 (2018.9.27)	(74) 代理人	100127926
審査請求日	平成30年5月22日 (2018.5.22)		弁理士 結田 純次
(31) 優先権主張番号	60/961,356	(74) 代理人	100140132
(32) 優先日	平成19年7月20日 (2007.7.20)		弁理士 竹林 則幸
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)	(72) 発明者	ゲアリー・ロー
			アメリカ合衆国デラウェア州19702. ニューアーク. ロバートレットウェイ5

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シス-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテン発泡成形用組成物、およびポリイソシアネートベースの発泡体の製造における組成物の使用

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

シス-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンと2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物とを含む発泡成形用組成物であって、ここで、低い相溶性の活性水素含有化合物は、シス-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの溶解度が25重量%を超えない活性水素含有化合物を意味し、該発泡成形用組成物は、2個以上の活性水素を有する高度に相溶性の活性水素含有化合物をさらに含み、ここで、高度に相溶性の活性水素含有化合物は、シス-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの溶解度が40重量%超である活性水素含有化合物を意味し、ここで、該2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物がポリエステルポリオールであり、該2個以上の活性水素を有する高度に相溶性の活性水素含有化合物は、ポリエーテルポリオールである、発泡成形用組成物。

【請求項2】

請求項1に記載の発泡成形用組成物と、適当なポリイソシアネートとの反応から製造される独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体。

【請求項3】

請求項1に記載の発泡成形用組成物と、ポリイソシアネートとを反応させる工程を含む独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

## 【 0 0 0 1 】

本発明での開示は、フルオロオレフィン発泡剤と活性水素含有化合物とを含む発泡成形用組成物、ならびにポリウレタンおよびポリイソシアヌレート発泡体を製造するためのかかる組成物の使用に関する。より詳しくは、本発明の開示は、シス - 1 , 1 , 1 , 4 , 4 , 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンと2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物とを含む発泡成形用組成物、ならびにポリウレタンおよびポリイソシアヌレート発泡体を製造するためのかかる組成物の使用に関する。

## 【 背景技術 】

## 【 0 0 0 2 】

独立気泡ポリイソシアネートベースの発泡体は、断熱目的のために、例えば、ビルディング建築におよびエネルギー効率的な電化製品の製造に広く使用されている。建設業界では、ポリウレタン/ポリイソシアヌレート・ボードストックは、その断熱および荷重負荷容量のために屋根材料および羽目板に使用されている。現場打ちおよび溶射ポリウレタンフォームは、断熱屋根、貯蔵タンクなどの断熱性の大構造物、冷蔵庫および冷凍庫などの断熱電化製品、断熱性の冷蔵トラックおよび列車などをはじめとする様々な用途向けに広く使用されている。

10

## 【 0 0 0 3 】

これらの様々なタイプのポリウレタン/ポリイソシアヌレート発泡体の全てが、それらの製造のために発泡剤を必要とする。断熱性発泡体は、ポリマーを発泡させるためにのみならず、主としてそれらの低い蒸気熱伝導性、断熱値について非常に重要な特性に関しててもハロカーボン発泡剤の使用に依存する。歴史的に、ポリウレタンフォームは、主発泡剤としてCFC（クロロフルオロカーボン、例えばCFC - 11、トリクロロフルオロメタン）およびHCFC（ハイドロクロロフルオロカーボン、例えばHCFC - 141b、1,1 - ジクロロ - 1 - フルオロエタン）を使用した。しかしながら、成層圏オゾンの破壊におけるCFCおよびHCFCなどの塩素含有分子のかかわり合いが原因で、CFCおよびHCFCの生産および使用は、モントリオール議定書（Montreal Protocol）によって制限されてきた。最近、成層圏オゾンの破壊の一因とならない、ハイドロフルオロカーボン（HFC）がポリウレタンフォーム用の発泡剤として用いられてきている。この用途に用いられるHFCの例は、HFC - 245fa（1,1,1,3,3 - ペンタフルオロプロパン）である。HFCは、成層圏オゾンの破壊の一因とならないが、「温室効果」へのそれらの関与、すなわち、それらが地球温暖化の一因となるために関心事である。地球温暖化へのそれらの関与の結果として、HFCは監視下に置かれ、それらの広範囲に及ぶ使用もまた将来には制限されるかもしれない。

20

30

## 【 0 0 0 4 】

炭化水素もまた発泡剤として提案されてきた。しかしながら、これらの化合物は可燃性であり、多くは光化学的に反応性であり、その結果として地表面オゾン（すなわち、スモッグ）の生成の一因となる。かかる化合物は典型的には、揮発性有機化合物（VOC）と言われ、環境規制の対象である。

## 【 0 0 0 5 】

オゾン層破壊係数（ODP）を実質的に持たない、かつ、地球温暖化係数（GWP）を持たないかまたは非常に低いGWPを有する発泡剤を使用することによって低い可燃性、良好な断熱性および高い寸法安定性を提供する発泡体の製造が必要とされている。シス - 1 , 1 , 1 , 4 , 4 , 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンは、優れた候補の1つである。

40

## 【 0 0 0 6 】

特許文献1は、ポリウレタンフォームを形成するための高度に相溶性のポリエーテルポリオールと一緒に発泡剤としてのシス - 1 , 1 , 1 , 4 , 4 , 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンの使用を開示している。

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 7 】

50

【特許文献1】特開平5 - 179043号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物と一緒に発泡剤としてシス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンを使用することによるポリウレタン/ポリイソシアヌレート発泡体の製造が必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本開示は、シス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンと2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物とを含む発泡成形用組成物を提供する。

10

【0010】

本開示はまた、有効量の発泡成形用組成物と、好適なポリイソシアネートとの反応から製造された独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体を提供する。

【0011】

本開示はまた、独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体の製造方法を提供する。本方法は、有効量の発泡成形用組成物と、好適なポリイソシアネートとを反応させる工程を含む。

20

【発明を実施するための形態】

【0012】

本開示の組成物は、シス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンと、ヒドロキシル基の形態で、2個以上の活性水素を有する低い相溶性の活性水素含有化合物とを含む発泡成形用組成物である。本開示では、シス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンが発泡剤として使用される。

【0013】

シス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンは既知の化合物であり、その製造方法は、例えば、全体が参照により本明細書によって援用される、2007年4月26日出願の米国特許出願第60/926293号明細書[FL1346 US PR V]に開示された。

30

【0014】

「低い相溶性の」とは、それへのシス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンの溶解度が25重量%を超えない活性水素含有化合物を意味することを意図される。

【0015】

「高度に相溶性の」とは、それへのシス - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンの溶解度が40重量%超である活性水素含有化合物を意味することを意図される。

【0016】

「クリーム時間」とは、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合から始まって、発泡が起こり始め、混合物の色が変化し始めるときに終わる期間を意味することを意図される。

40

【0017】

「立上り時間」とは、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合から始まって、発泡体立上りが止まるときに終わる期間を意味することを意図される。

【0018】

「不粘着時間」とは、活性水素含有化合物とポリイソシアネートとの混合から始まって、発泡体の表面がもはや粘着性ではないときに終わる期間を意味することを意図される。

【0019】

50

「初期R値」とは、発泡体が形成され、不粘着になった後24時間内に75°Fの平均温度で測定されるポリマー発泡体の断熱値(耐熱性)を意味することを意図される。

【0020】

本発明の活性水素含有化合物は、参照により本明細書によって援用される、米国特許第4,394,491号明細書に記載されるなどの、イソシアネート基とよく反応する活性水素原子を含有する2個以上の基を有する化合物を含むことができる。かかる化合物の例は、1分子当たり少なくとも2個のヒドロキシル基を有し、より具体的には、ポリエーテルポリオールまたはポリエステルポリオールなどの、ポリオールを含む。かかるポリオールの例は、約50~約700の、普通は約70~約300の、より典型的には約90~約270の当量を有し、そして少なくとも2個のヒドロキシル基、通常は3~8個のかかる基を持っているものである。

10

【0021】

好適なポリオールの例は、芳香族ポリエステルポリオール、例えば、ポリエチレンテレフタレート(PET)スクラップをジエチレングリコールなどのグリコールとエステル交換させることによって製造された、または無水フタル酸をグリコールと反応させることによって製造されたものなどのポリエステルポリオールを含む。生じたポリエステルポリオールは、追加の内部アルキレンオキシ基を含有する延長ポリエステルポリオールを形成するためにエチレンオキシドおよび/またはプロピレンオキシドとさらに反応させられてもよい。

【0022】

好適なポリオールの例はまた、とりわけ、末端ヒドロキシル基を持ったポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、混合ポリエチレン-プロピレンオキシドなどのポリエーテルポリオールを含む。他の好適なポリオールは、エチレンオキシドおよび/またはプロピレンオキシドを、例えば、グリセロール、ペンタエリスリトールおよびソルビトール、グルコース、スクロースおよび類似のポリヒドロキシ化合物などの炭水化物中に存在するような2~16個、一般には3~8個のヒドロキシル基を有する開始剤と反応させることによって製造することができる。好適なポリエーテルポリオールはまた、脂肪族または芳香族アミンベースのポリオールを含むことができる。

20

【0023】

本発明はまた、有効量の発泡成形用組成物を好適なポリイソシアネートと反応させることによる独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体の製造方法に関する。

30

【0024】

典型的には、好適なポリイソシアネートと反応させる前に、本明細書で上に記載された活性水素含有化合物および任意選択的に他の添加剤が、発泡成形用組成物を形成するために発泡剤シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンと混合される。かかる発泡成形用組成物は典型的には、イソシアネート反応性プレブレンド物、またはB-サイド組成物として当該技術分野で知られている。本発明の発泡成形用組成物は、所望量の各成分を単に量り取り、その後、それらを適切な温度および圧力で適切な容器中で組み合わせることをはじめとする、当業者に便利な任意の方法で調製することができる。

40

【0025】

ポリイソシアネートベースの発泡体を製造するとき、ポリイソシアネート反応剤は普通、活性水素含有化合物のそれに対して、イソシアネート基の当量対活性水素基の当量の比、すなわち、発泡体指数が約0.9~約1.0、ほとんどの場合に約1から約4であるような割合で選択される。

【0026】

任意の好適なポリイソシアネートを即時法で用いることができるが、ポリイソシアネートベースの発泡体を製造するために有用な好適なポリイソシアネートの例は、とりわけ、芳香族、脂肪族および脂環式ポリイソシアネートの少なくとも1つを含む。これらの化合物の代表的なメンバーは、とりわけ、メタ-またはパラ-フェニレンジイソシアネート、

50

トルエン - 2, 4 - ジイソシアネート、トルエン - 2, 6 - ジイソシアネート、ヘキサメチレン - 1, 6 - ジイソシアネート、テトラメチレン - 1, 4 - ジイソシアネート、シクロヘキサン - 1, 4 - ジイソシアネート、ヘキサヒドロトルエンジイソシアネート（および異性体）、ナフタレン - 1, 5 - ジイソシアネート、1 - メチルフェニル - 2, 4 - フェニルジイソシアネート、ジフェニルメタン - 4, 4 - ジイソシアネート、ジフェニルメタン - 2, 4 - ジイソシアネート、4, 4 - ビフェニレンジイソシアネートおよび 3, 3 - ジメトキシ - 4, 4 - ビフェニレンジイソシアネートならびに 3, 3 - ジメチルジフェニルプロパン - 4, 4 - ジイソシアネートなどのジイソシアネート；トルエン - 2, 4, 6 - トリイソシアネートなどのトリイソシアネートならびに 4, 4 - ジメチルジフェニルメタン - 2, 2, 5, 5 - テトライソシアネートおよび様々なポリメチレンポリフェニルポリイソシアネート、それらの混合物などのポリイソシアネートを含む。

10

## 【0027】

トルエンジアミンを含む混合物のホスゲン化によって得られる粗トルエンジイソシアネート、または粗ジフェニルメタンジアミンのホスゲン化によって得られる粗ジフェニルメタンジイソシアネートなどの、粗ポリイソシアネートもまた本発明の実施に使用されてもよい。かかる化合物の具体的な例は、ポリウレタンを架橋するそれらの能力のために、メチレン橋架けポリフェニルポリイソシアネートを含む。

## 【0028】

ポリイソシアネートベースの発泡体を製造する際に少量の添加剤を用いることは多くの場合に望ましい。これらの中で添加剤は、とりわけ当該技術分野で周知の、触媒、界面活性剤、難燃剤、防腐剤、着色剤、酸化防止剤、強化剤、フィラー、帯電防止剤からなる群からの1つ以上のメンバーを含む。

20

## 【0029】

組成物に依存して、界面活性剤は、硬化の間ずっと発泡反応混合物を安定化させるために用いることができる。かかる界面活性剤は普通は、液体または固体有機シリコン化合物を含む。界面活性剤は、発泡反応混合物を崩壊から安定化させるのに、かつ、大きい、一様でない気泡の形成を防ぐのに十分な量で用いられる。本発明の一実施態様では、全発泡成分（すなわち、発泡剤 + 活性水素含有化合物 + ポリイソシアネート + 添加剤）の総重量を基準として約 0.1 重量% ~ 約 5 重量% の界面活性剤が使用される。本発明の別の実施形態では、全発泡成分の総重量を基準として約 1.5 重量% ~ 約 3 重量% の界面活性剤

30

## 【0030】

活性水素含有化合物、例えばポリオールと、ポリイソシアネートとの反応のための1つ以上の触媒もまた用いられてもよい。任意の好適なウレタン触媒が用いられてもよいが、具体的な触媒は、第三級アミン化合物および有機金属化合物を含む。例示的なかかる触媒は、例えば、その開示が参照により本明細書に援用される、米国特許第 5, 164, 419 号明細書に開示されている。例えば、アルカリ金属アルコキシド、アルカリ金属カルボン酸塩、または第四級アミン化合物などの、ポリイソシアネートの三量化のための触媒もまた任意選択的に本明細書で用いられてもよい。かかる触媒は、ポリイソシアネートの反応の速度を計れる程度に増大させる量で使用される。触媒の典型的な量は、全発泡成分の総重量を基準として約 0.1 重量% から約 5 重量% である。

40

## 【0031】

ポリイソシアネートベースの発泡体を製造するための本発明の方法において、活性水素含有化合物（例えば、ポリオール）、ポリイソシアネートおよび他の成分は、接触させられ、十分に混合され、発泡させられ、多孔質ポリマーへ硬化させられる。混合装置は決定的に重要であるわけではなく、様々な従来タイプの混合ヘッドおよびスプレー装置が用いられる。従来装置とは、フルオロトリクロロメタン（ $\text{CCl}_3\text{F}$ 、 $\text{CFC-11}$ ）などの、従来のイソシアネートベースの発泡体発泡剤が用いられる、イソシアネートベースの発泡体の製造に従来用いられた装置、設備、および手順を意味する。かかる従来装置は、H. Bodenらによって、G. Oerter 編 Polyurethane Handbo

50

ok, Hanser Publishers, New York, 1985年の第4章; SPI 34th Annual Technical/Marketing Conference, 1992年10月21日-10月24日, New Orleans, LouisianaからのPolyurethanes 92に発表された“Fine Celled CFC-Free Rigid Foam-New Machinery with Low Boiling Blowing Agents”という表題のH. Grunbauerらによる論文; および Proceedings of the SPI/ISOPAから Polyurethanes World Congress 1991, 1991年9月24-26日, Acropolis, Nice, Franceで発表された“Soluble or Insoluble Alternative Blowing Agents? Processing Technologies for Both Alternatives, Presented by the Equipment Manufacturer”という表題のM. Tavernaらによる論文に議論されている。これらの開示は、参照により本明細書によって援用される。

10

**【0032】**

本発明の一実施態様では、ある種の原料のプレブレンド物は、ポリイソシアネートと活性水素含有成分とを反応させる前に調製される。例えば、ポリオール、発泡剤、界面活性剤、触媒および、ポリイソシアネートを除く、他の発泡成分をブレンドし、次にこのブレンド物をポリイソシアネートと接触させることが多くの場合に有用である。あるいはまた、発泡成分が全て、ポリイソシアネートとポリオールとが接触させられる混合ゾーンに個別に導入されてもよい。ポリオールの全てまたは一部をポリイソシアネートと前もって反応させてプレポリマーを形成することもまた可能である。

20

**【0033】**

本発明組成物および方法は、例えば、インテグラルスキン、RIMおよび可撓性発泡体、ならびに現場注入電化製品発泡体として、または硬質の断熱性ボードストックおよびラミネートとして、スプレー断熱に有用な特に硬質の独立気泡ポリマー発泡体をはじめとする、あらゆる種類の発泡ポリウレタンフォームの製造に適用できる。

**【0034】**

本発明はまた、有効量の本開示の発泡成形用組成物と、好適なポリイソシアネートとの反応から製造された独立気泡ポリウレタンまたはポリイソシアヌレートポリマー発泡体に関する。

30

**【実施例】****【0035】**

本開示は、以下の実施例でさらに明確にされる。これらの実施例は、好ましい実施形態を示すが、例示のつもりで示されるにすぎないことが理解されるべきである。上記の議論およびこれらの実施例から、当業者は、好ましい特徴を確認することができ、その精神および範囲から逸脱することなく、様々な使用および条件にそれを適合させるために様々な変更および修正を行うことができる。

**【0036】**

ポリオールAは、STEPAN Inc. (22W Frontage Road, Northfield, IL 60093) から購入した芳香族ポリエステルポリオール (Stepanpol PS2502-A) である。ポリオールAは25で3,000センチポアズの粘度を有する。ポリオールA中のヒドロキシル基の含有率は、ポリオールAの1グラム当たり240mg KOHに等しい。

40

**【0037】**

ポリオールBは、Dow Chemicals Inc. (Midland, MI, 49641-1206) から購入したスクロス/グリセリン開始ポリエーテルポリオール (Voranol 360) である。ポリオールBは25で3,600センチポアズの粘度を有する。ポリオールB中のヒドロキシル基の含有率は、ポリオールBの1グラム当たり360mg KOHに等しい。

50

## 【0038】

シリコン型界面活性剤は、Air Products Inc. (7201 Hamilton Blvd, Allentown PA 18195) から購入したポリシロキサン (Dabco DC193) である。

## 【0039】

カリウム触媒 (Potassium HEX-CEM 977) は、25重量%のジエチレングリコールと75重量%の2-エチルヘキサン酸カリウムとを含有し、OMG Americas Inc. (127 Public Square, 1500 Key Tower, Cleveland, OH 44114) から購入する。

## 【0040】

アミンベースの触媒は、Air Products Inc. (7201 Hamilton Blvd, Allentown PA 18195) から購入したトリス-2,4,6-(ジメチルアミノメチル)フェノールである。

## 【0041】

ポリメチレンポリフェニルイソシアネート (PAPI 580N) は、Dow Chemicals, Inc. (Midland, MI, 49641-1206) から購入する。

## 【0042】

初期R値は、75°Fの平均温度でLaserComp FOX 304 Thermal Conductivity Meter (熱伝導率計) によって測定する。R値の単位はフィート<sup>2</sup>-時間-°F/BTU-インチである。

## 【0043】

## 実施例1

## 相溶性試験

ポリオール-発泡剤 (シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテン) 相溶性試験は、Aerotech Labによって製造された3オンスのエアゾール密封ガラス容器中で行った。50グラムのポリオールをガラス容器に装填した。ガラス容器を次に大気圧下に室温で密封した。シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンをポリオールへ加える前に、50グラムのポリオールを含有するガラス容器を25±2で15分間保ち、無色透明な外観について目視により確認した。シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを次に、2.5 (ポリオールの重量を基準として5重量%) グラム増分でガラス容器に注入した。各注入後に、容器を15分間振盪して完全な混合を確実にした。容器を次に25±2で15分間保ち、分離および/またはエマルジョンについて目視により検査した。安定なエマルジョンまたは分離を観察するか、または合計30グラム (ポリオールの重量を基準として60重量%) のシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを加えるまで上記の工程を繰り返した。

## 【0044】

この試験は、ポリオールBがシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンと良好な相溶性を有し、合計30グラム (ポリオールの重量を基準として60重量%) のシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを注入した後にエマルジョンまたは分離のいかなる兆候もなしに外観の点で無色透明のままであることを示した。ポリオールAはシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンと低い相溶性を有し、合計12.5グラム (ポリオールの重量を基準として25重量%) のシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを注入した後に安定なエマルジョンを示し、本発明の記載される発泡成形用組成物を形成した。

## 【0045】

## 実施例2

## 高度に相溶性のポリオールBから製造されるポリウレタンフォーム

ポリオールB、界面活性剤、触媒、水およびシス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを手動によりブレミックスし、次にポリイソシアネートと混合した。

10

20

30

40

50

生じた混合物を 8 インチ × 8 インチ × 2 . 5 インチの紙箱に注ぎ込み、ポリウレタンフォームを形成した。発泡体の調合物および特性を下の表 1 および 2 に示す。

【 0 0 4 6 】

【表 1】

表1 ポリウレタン調合物 - ポリオールB

成分	重量部
ポリオールB	100
シリコン型界面活性剤	6.2
カリウム触媒	2.8
水	1.5
シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテン発泡剤	30
ポリメチレンポリフェニルイソシアネート	130

10

【 0 0 4 7 】

【表 2】

表2 ポリウレタンフォーム特性 - ポリオールB

発泡体指数	1.16
クリーム時間(秒)	15
立上り時間(秒)	200
不粘着時間(秒)	249
泡密度(1立方フィート当たりのポンド)	1.9
初期R値(フィート <sup>2</sup> -時間-°F/BTU-インチ)	6.5

20

【 0 0 4 8 】

実施例 3

低い相溶性のポリオール A を含有する発泡成形用組成物から製造されるポリウレタンフォーム

30

ポリオール A を使用して実施例 2 に記載されるのと同じ方法でポリウレタンフォームを製造した。ポリウレタン調合物および特性を下の表 3 および 4 に示す。シス - 1 , 1 , 1 , 4 , 4 , 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンと低い相溶性のポリオール ( ポリオール A ) とを含む発泡成形用組成物を使用することによって、発泡体の R 値は、実施例 2 の 6 . 5 から 7 . 6 に改善された。

【 0 0 4 9 】

【表 3】

表3 ポリウレタン調合物 - ポリオールA

成分	重量部
ポリオールA	100
シリコン型界面活性剤	6.2
カリウム触媒	2.8
水	1.5
シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテン発泡剤	30
ポリメチレンポリフェニルイソシアネート	100

40

【 0 0 5 0 】

## 【表4】

表4 ポリウレタンフォーム特性 - ポリオールA

発泡体指数	1.17
クリーム時間(秒)	12
立上り時間(秒)	130
不粘着時間(秒)	160
泡密度(1立方フィート当たりのポンド)	1.9
初期R値(フィート <sup>2</sup> -時間-°F/BTU-インチ)	7.6

10

## 【0051】

## 実施例4

高度に相溶性のポリオールBから製造されるポリウレタンフォームを改善するための発泡成形用組成物の使用

少量の低い相溶性のポリオールAを、実施例2に記載されるような高度に相溶性のポリオールBを含有する調合物に添加した。実施例2の発泡成形用組成物への低い相溶性のポリオールAの組み入れは、R値を実施例2の6.5から7.0に改善した。ポリウレタン調合物および特性を、下の表5および6に示す。

## 【0052】

## 【表5】

20

表5 発泡成形用組成物を使用するポリウレタン調合物

成分	重量部
ポリオールB	80
ポリオールA	20
シリコン型界面活性剤	6.2
カリウム触媒	2.8
水	1.5
シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテン発泡剤	30
ポリメチレンポリフェニルイソシアネート	125

30

## 【0053】

## 【表6】

表6 発泡成形用組成物を使用したポリウレタンフォーム特性

発泡体指数	1.17
クリーム時間(秒)	15
立上り時間(秒)	150
不粘着時間(秒)	190
泡密度(1立方フィート当たりのポンド)	1.8
初期R値(フィート <sup>2</sup> -時間-°F/BTU-インチ)	7.0

40

## 【0054】

## 実施例5

低い相溶性のポリオールAを含有する発泡成形用組成物を使用して製造されるポリイソシアヌレート発泡体

ポリイソシアヌレート発泡体を、実施例2に記載されるのと同じ方法で発泡成形用組成物を使用して製造した。ポリイソシアヌレート調合物および特性を下の表7および8に示す。この発泡成形用組成物は、7.7のR値のポリイソシアヌレートフォームを生成した

50

。【 0 0 5 5 】

【 表 7 】

表7 ポリイソシアヌレート調合物 - ポリオールA

成分	重量部
ポリオールA	100
シリコン型界面活性剤	6.2
カリウム触媒	2.8
アミンベースの触媒	0.7
シス-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテン発泡剤	40
ポリメチレンポリフェニルイソシアネート	158

10

【 0 0 5 6 】

【 表 8 】

表8 ポリイソシアヌレート発泡体特性 - ポリオールA

発泡体指数	2.48
クリーム時間(秒)	15
立上り時間(秒)	110
不粘着時間(秒)	120
泡密度(1立方フィート当たりのポンド)	2.1
初期R値(フィート <sup>2</sup> -時間-°F/BTU-インチ)	7.7

20

---

フロントページの続き

(72)発明者 ジョーゼフ・アンソニー・クレアッツォ  
アメリカ合衆国デラウェア州19810・ウィルミントン・クウェイルコート5

審査官 工藤 友紀

(56)参考文献 国際公開第2007/053674(WO, A1)  
国際公開第2007/053675(WO, A1)  
国際公開第2007/053670(WO, A1)  
特開平05-179043(JP, A)  
特開2000-128951(JP, A)  
特開2017-052946(JP, A)  
特表2010-534253(JP, A)  
特開2015-061917(JP, A)  
特表2011-505471(JP, A)  
特開2015-071780(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C08G 18/00 - 18/87  
CAplus/REGISTRY(STN)