

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4081235号  
(P4081235)

(45) 発行日 平成20年4月23日(2008.4.23)

(24) 登録日 平成20年2月15日(2008.2.15)

(51) Int.Cl.		F I	
CO8G 18/00	(2006.01)	CO8G 18/00	G
CO8G 18/65	(2006.01)	CO8G 18/65	F
CO8G 101/00	(2006.01)	CO8G 101:00	

請求項の数 6 (全 13 頁)

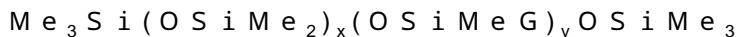
(21) 出願番号	特願2000-390779 (P2000-390779)	(73) 特許権者	591035368
(22) 出願日	平成12年12月22日(2000.12.22)		エア プロダクツ アンド ケミカルズ
(65) 公開番号	特開2001-181362 (P2001-181362A)		インコーポレイテッド
(43) 公開日	平成13年7月3日(2001.7.3)		AIR PRODUCTS AND CHEMICALS INCORPORATED
審査請求日	平成15年9月29日(2003.9.29)		アメリカ合衆国 ペンシルヴェニア アレ
(31) 優先権主張番号	09/471980		ンタウン ハミルトン ブールヴァード
(32) 優先日	平成11年12月23日(1999.12.23)		7201
(33) 優先権主張国	米国 (US)		7201 Hamilton Boulevard, Allentown, Pennsylvania 18195-1501, USA
前置審査		(74) 代理人	100091731
			弁理士 高木 千嘉
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリウレタン軟質成形フォームを製造するためのシリコーン界面活性剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ウレタン触媒、発泡剤として水、式：



{ 式中、Gは式 - D(OR)<sub>m</sub>A [ここで、Dは3～5個の炭素原子を有するアルキレン基であり、R はアルキレン基であり、mは1～5の平均値を有し、Aは - OR または - OOCR 基(ここで、R はメチルまたはエチルである)を示す] を有する基であり、xは1.5の平均値を有し、そしてyは0.5の平均値を有し、x/yの値は3であり、そしてx+yの値は2である} を有するシリコーン界面活性気泡安定剤、および場合により気泡開放剤、の存在下で、有機ポリイソシアネートを、トリオールとポリマーポリオールとからなるポリオールと反応させ、シリコーン界面活性気泡安定剤がポリオール100重量部当たり0.01～0.8重量部の量で使用されることからなるポリウレタン軟質成形フォームの製造法。

【請求項2】

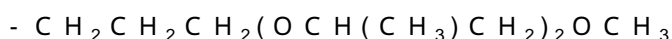
mが2～3である請求項1に記載の方法。

【請求項3】

R がプロピレン基である請求項2に記載の方法。

【請求項4】

Gが、構造



を有する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

R がプロピレン基であり、m が 2 ~ 3 の平均値を有する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

D がプロピレン基であり、R がプロピレン基であり、m が 2 の平均値を有し、そして A が  $-OCH_3$  である請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】

本発明は、気泡安定剤として特定のシリコーンポリエーテルコポリマーを用いたポリウレタン軟質成形フォームの製造に関する。本発明は、改善された表面品質を有する水により発泡したポリウレタン軟質成形フォームを製造するための方法を提供する。

10

【0002】

【本発明の背景】

ポリウレタンフォームの製造には、樹脂およびイソシアネート成分を計量して多くの液体成分または流れ中に調合し、ミキサーにポンピングして、ここでそれらを完全に混合し、分配することが含まれる。典型的な処方物は、イソシアネートおよび樹脂からなる 2 つの流れからなる。樹脂流れは、ポリオール、架橋剤、例えばジエタノールアミン (DEOA)、界面活性剤、触媒、水、補助発泡剤および他の可能な添加剤の混合物である。

【0003】

良好な安定性を示すフォームは、より改善された等方性の物理的性質を有し、そして既存の装置でさらに容易に加工される。さらに詳しくは、良好な嵩、通気孔および剪断安定性を有する成形フォームは、フォーム内部全体にわたって小さな均一の気泡構造を有することを特徴としている。表面安定化に優れたポリウレタンフォームは、フォーム外側の表面に隣接して細かい気泡の層を有する。寸法安定性であり、また典型的には連続気泡であるフォームは、金型から除去した直後の収縮傾向が低減されることを示している。非成形軟質フォームでは、良好な嵩安定化および寸法安定性が必要であり、これらがないとフォームは圧潰されるかまたは高密度化される。軟質フォームの添加剤の放出を減らすと、自動車内部のフロントガラス上の曇りを減らすことができる。

20

【0004】

従来、嵩、剪断力、通気孔、表面および寸法安定性を最適化するために処方物の変数を選び出す化学的戦略は、多くの用途で非常に成功を収めてきた。鍵となる変数としては、界面活性剤および触媒を賢明に選択することが含まれる。現在、フォーム産業では、原料および/または加工コストを減らすと同時にフォーム物性を維持する戦略に変わってきた。アプローチとしては、より濡れの少ない化学物質を使用するかまたは液体二酸化炭素を注入することによって、密度を減らすこと、比較的高価なグラフト共重合体の量を低下させること、TDI/MDI のブレンドを使用すること、およびイソシアネート末端プレポリマーを配合することが含まれる。これらのアプローチはすべて、添加剤における挑戦が増えており、これは知られている先行技術を使用して十分に満足することができなかった。

30

【0005】

軟質ポリウレタンフォームの製造に使用されるシリコーン界面活性剤は、典型的にポリジメチルシロキサン、有機官能性ポリジメチルシロキサンまたはシロキサンポリエーテルコポリマーである。

40

【0006】

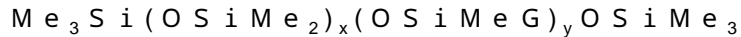
米国特許第 3 402 192 号は、ポリウレタンフォームの製造に有用なポリオキシアルキレンシロキサン分枝コポリマーを開示している。

【0007】

米国特許第 4 031 044 号は、ポリエーテルベースの高弾性軟質フォームを作るための気泡安定剤としてシロキサン - オキシアルキレンコポリマー界面活性剤を開示している。米国特許第 0 44 号には、非常に大まかな種類の構造が教示されているが、本発明と密

50

接に関連がある一般的な種類は、式



{式中、Gは式-D(OR)<sub>m</sub>A [ここで、Dは二価の結合基、例えばアルキレン基であり、Rはプロピレン基ならびにエチレンおよびブチレン基からなる群より選ばれる基(ここで、エチレンおよびブチレンの量は、全(OR)基の35重量%未満である)から構成され、mは1~15までの平均値を有し、そしてAは-OR、-OOCRまたは-OOCOOR基(ここで、Rは炭化水素および炭化水素オキシ基からなる群より選ばれる脂肪族不飽和を含まない基である)のいずれかである]を有する基である}によって記載できる。xの平均値が0~7である時に、yは1~5の平均値を有し、x=0の時、y=1~5であり、x=1または2の時、y=1~4であり、x=3または4の時、y=1~3であり、xが5である時、yは1~2であり、そしてxが6または7の時、y=1である。特定の実施態様については実施例7を参照のこと。

10

【0008】

米国特許第4139503号は、高弾性の連続気泡ポリウレタンフォームを製造するために特定のシロキサン成分を0.01~2g/ポリオール100gで使用することを開示している。この特許は、ポリジメチルシリコーンについての例を示すだけである。

【0009】

米国特許第4347330号は、ポリシロキサン-ポリオキシアルキレンコポリマー、ポリメチルシロキサン、ならびにポリエーテルポリオールの少なくとも約80重量パーセントの量でポリオキシエチレン基を含むポリエーテルポリオール気泡変性剤からなる3つの気泡変性剤を配合することにより改善された高弾性連続気泡軟質成形ポリウレタンフォームを開示している。

20

【0010】

米国特許第4690955号は、成形された軟質フォームを安定化させるため混合ヒドロキシアルコキシキャップ形成を伴うシロキサンポリエーテルコポリマー界面活性剤を開示している。

【0011】

米国特許第5633292号は、アルコキシ置換基よりむしろアルキル置換基を含む界面活性剤を使用して高弾性ポリウレタンフォームを製造する方法を開示している。

【0012】

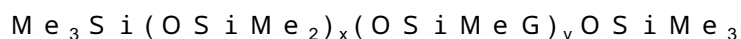
本発明には、軟質ポリウレタンフォームの表面品質を改良するため特定の構造範囲に属する特定の狭い種類のシリコーンポリエーテルコポリマーを使用することが含まれる。

30

【0013】

【発明の概要】

本発明は、特定の構造範囲に属するシリコーンポリエーテルコポリマー界面活性剤の種類を使用してポリウレタン軟質成形フォームを製造する方法である。方法は、触媒組成物、発泡剤、シリコーンポリエーテルコポリマー界面活性剤気泡安定剤および場合により気泡開放剤の存在下で有機ポリイソシアネートとポリオールとを反応させることからなる。適切なシリコーンポリエーテルコポリマーは、式：



{式中、Gは式-D(OR)<sub>m</sub>A [ここで、Dは二価の有機結合基であり、Rはアルキレン基であり、mは1~5の平均値を有し、Aは-ORまたは-OOCR基(ここで、Rはメチル、エチルならびにメチルおよびエチルの組合せからなる群より選ばれ、xは1~3の平均値を有し、そしてyは0.25~1の平均値を有し、x/yの値は2.5~5であり、そしてx+yの値は1.5~3.5である)を示す]を有する基である}を有する。

40

【0014】

ポリウレタンフォームは、慣用の成形軟質ポリウレタンフォームプロセスまたは「準プレポリマー」成形軟質ポリウレタンフォームプロセスを使用して製造できる。

【0015】

50

本発明の別の実施態様には、上記の定義された構造のシリコンポリエーテル界面活性剤が含まれる。

【0016】

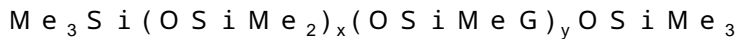
ポリウレタン軟質成形フォームを作る際にこれらの特定のシリコン界面活性剤を使用すると、以下の利点が得られる：

・圧潰力（FTC）値がより高くなることなく表面品質が改善され、これによって、さらに良好な気泡構造およびよりよい寸法安定性が得られフォーム品質にとって有益となる。

【0017】

【発明の詳述】

軟質成形フォームの製造において、使用される気泡安定剤には、式：



（式中、 $x$  は 1 ~ 3 の平均値を有し、そして  $y$  は 0.25 ~ 1 の平均値を有し、 $x/y$  の値は 2.5 ~ 5、好ましくは 2.5 ~ 3.5、特に約 3 であり、そして  $x+y$  の値は 1.5 ~ 3.5 好ましくは 1.5 ~ 2.5、特に約 2 である）を有するシリコンポリエーテルコポリマーが含まれる。G は式  $-\text{D}(\text{OR})_m\text{A}$ （ここで、D は二価の有機結合基であり、そして R は、アルキレン基である）を有する基である。二価の有機結合基 D の例としては、3 ~ 5 個の炭素原子を有するアルキレン基である。D がプロピレンであるのが、特に好ましい。R はアルキレン基であり、そして  $m$  は 1 ~ 5、好ましくは 2 ~ 3 の平均値を有する。アルキレン基 R はエチレン、プロピレン、ブチレンまたはそれらの組合せであるが、R がプロピレンであるのが特に好ましい。上記の式中では、A は  $-\text{OR}$  基または  $-\text{OOCR}$  基（ここで、R はメチル、エチルまたはその組合せからなる群より選ばれる）である。好ましくは、G は、式



を有する基である。

【0018】

シリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、ポリオール 100 重量部当たり 0.01 ~ 0.8、好ましくは 0.05 ~ 0.4 重量部（pphp）の量で使用される。

【0019】

これらのシリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、当分野でよく知られた技術に従って、例えば米国特許第 4 031 044（これは、参照により本明細書に組み込まれる）に教示されたようにして製造することができ、そして場合により、しかし好ましくはポリウレタンフォームを製造するための気泡安定剤としてよく知られた他のシリコン界面活性剤、例えばポリジメチルシロキサンおよび有機官能性ポリジメチルシロキサンおよび他のシリコンポリエーテルコポリマー、ならびに例えば米国特許第 5,192,812 号および同第 5,852,065 号（これらは、参照により本明細書に組み込まれている）に教示されたようなシリコン気泡開放剤と組み合わせて使用できる。このような組合せで使用する場合、本発明によるシリコン気泡安定剤は、全シリコン界面活性剤組成物の約 5 ~ 95 重量%を構成できる。

【0020】

本発明のシリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、当分野で知られているやり方でポリエーテルおよびポリエステル軟質成形ポリウレタンフォームの製造に使用される。これらのシリコン界面活性剤を使用するポリウレタンフォームの製造においては、一つまたはそれ以上のポリエーテルまたはポリエステルポリオールが、ポリイソシアネートと反応してウレタン結合が得られる。本発明では、ポリオール組成物は、このようなポリオールを一つまたはそれ以上含むことができる。

【0021】

ポリウレタン組成物の成分として適切なポリオールの例は、ポリアルキレンエーテルおよびポリエステルポリオールである。ポリアルキレンエーテルポリオールには、ポリ（アルキレンオキシド）ポリマー、例えばポリ（エチレンオキシド）およびポリ（プロピレンオキシド）ポリマー、ならびにジオールおよびトリオール、例えばとりわけエチレングリコ

10

20

30

40

50

ール、プロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ペンタエリスリトール、グリセロール、ジグリセロール、トリメチロールプロパンおよび類似の低分子量ポリオールを含む多価化合物から誘導された末端ヒドロキシル基を有するコポリマーが含まれる。

【0022】

本発明の実施において、単一の高分子量ポリエーテルポリオールを使用できる。また、高分子量ポリエーテルポリオール、例えば二-および三官能性物質の混合物および/または異なる分子量もしくは異なる化学組成物質の混合物を使用することもできる。

【0023】

有用なポリエステルポリオールには、ジカルボン酸を過剰のジオールと反応させる、例えばアジピン酸をエチレングリコールまたはブタンジオールと反応させるか、またはラク톤を過剰のジオールと反応させる、例えばカプロラク톤をプロピレングリコールと反応させることにより製造されたものが含まれる。

【0024】

ポリエーテルおよびポリエステルポリオールに加えて、マスターバッチまたはプレミックス組成物には、しばしばポリマーポリオールが含まれる。ポリマーポリオールは、フォームの耐変形性を高めるため、すなわちフォームの耐荷重性を高めるために軟質ポリウレタンフォーム中で使用される。現在、2つの異なるタイプのポリマーポリオールが、耐荷重性を改善するために使用されている。グラフトポリオールとして記載される第1のタイプは、ビニルモノマーがグラフト共重合したトリオールからなる。スチレンおよびアクリロニトリルは、通常選択されるモノマーである。第二のタイプ(ポリ尿素変性ポリオール)は、ジアミンおよびTDIの反応により形成されたポリ尿素分散液を含むポリオールである。TDIを過剰に使用するので、いくらかのTDIはポリオールおよびポリ尿素の両方と反応できる。ポリマーポリオールのこの第二のタイプには、ポリオール中のTDIおよびアルカノールアミンの現場重合により形成されたPIPAポリオールと称する変種がある。耐荷重性の必要に応じて、ポリマーポリオールは、マスターバッチのポリオール部分の20~80%を含むことができる。

【0025】

ポリウレタン生成物は、例えばヘキサメチレンジイソシアネート、フェニレンジイソシアネート、トルエンジイソシアネート(TDI)および4,4'-ジフェニル-メタンジイソシアネート(MDI)を含む当分野でよく知られたいずれかの適切な有機ポリイソシアネートを使用して製造される。特に適切なものは、単独または商業的に入手可能な混合物として一緒にした2,4-および2,6-TDIのものである。他適切なイソシアネートは、「粗MDI」として商業的に知られており、PAPIとしても知られているジイソシアネートの混合物であり、これには、約60%の4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートと共に他の異性体および類似のより高級なポリイソシアネートが含まれる。また、ポリイソシアネートおよびポリエーテルまたはポリエステルポリオールの部分的に予備反応された混合物を含むこれらのポリイソシアネートの「プレポリマー」も適切である。

【0026】

本発明において、有用な適切なウレタン触媒は、第三級アミン、例えばトリエチレンジアミン、N-メチルイミダゾール、1,2-ジメチルイミダゾール、N-メチルモルホリン、N-エチルモルホリン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、ペンタメチルジエチレントリアミン、ペンタメチルジプロピレントリアミン、トリエタノールアミン、ジメチルエタノールアミンおよびビスジメチルアミノジエチルエーテル、ならびに有機スズ、例えばオクタン酸第一スズ、酢酸第一スズ、オレイン酸第一スズ、ラウリン酸第一スズ、ジブチルチンジラウレート、および他のこのようなスズ塩を含む当業者によく知られたものである。

【0027】

ポリウレタンフォーム処方物において使用できる他の典型的な剤には、連鎖延長剤、例え

10

20

30

40

50

ばエチレングリコールおよびブタンジオール、架橋剤、例えばジエタノールアミン、ジイソプロパノールアミン、トリエタノールアミンおよびトリプロパノールアミン、気泡開放剤、例えばシリコーン、および特に発泡剤、例えば水、液体二酸化炭素、アセトン、ペンタン、HFC、HCFC、CFC、塩化メチレンなどが含まれる。

本発明に従って製造される好ましいポリウレタン軟質成形フォームは、高弾性フォームである。

#### 【0028】

本発明によるシリコーン界面活性剤組成物を含む  $1 \sim 3 \text{ lb / ft}^3$  ( $16 \sim 48 \text{ kg / m}^3$ ) の密度 (例えば自動車の座席) を有する一般的なポリウレタン軟質成形フォーム処方物は、以下の成分を重量部 (pbw) で含む：

軟質フォーム処方物	pbw
ポリオール	20~100
ポリマーポリオール	80~0
気泡安定剤	0.01~0.8、好ましくは0.05~0.4
シリコーン気泡開放剤	0~3
発泡剤	2~4.5
架橋剤	0.5~2
触媒組成物	0.3~2
イソシアネート指数	70~115

#### 【0029】

本発明において、軟質成形フォームを製造するための好ましい発泡剤は、場合により他の発泡剤と共に、ポリオール100部あたりの1~6部 (pphpp)、特に2~4.5 ppphの水である。

もちろん、他の添加剤もフォームに特定の性質を与えるために使用できる。例としては、難燃剤、着色剤、充填剤および硬度変性剤といったような物質である。

#### 【0030】

本発明のポリウレタンフォームは、当分野で知られているいずれかの加工技術、例えば特に「ワンショット」技術に従って形成できる。この方法に従えば、発泡生成物は、発泡操作と同時にポリイソシアネートとポリオールの反応を実施することによって得られる。もう一つの実施態様では、成形された軟質フォームは、米国特許第5708045号および同第5650452号 (それらは、参照により本明細書に組み込まれている) に教示されているように、「準プレポリマープロセス」によっても製造できる。いずれの場合も、一つまたはそれ以上の発泡剤、ポリオール、水および触媒成分のプレミックスとしてシリコーン界面活性剤 (気泡開放剤および気泡安定剤) を反応混合物に加えることは、しばしば都合がよい。

#### 【0031】

フォーム処方物の種々の成分の相対的な量が厳密には重要でないことは理解されるべきである。ポリオールおよびポリイソシアネートは、フォーム-製造処方物中で主要な量として存在する。混合物中のこれらの2成分の相対的な量は、当分野でよく知られている。発泡剤、触媒およびシリコーン界面活性気泡開放剤および気泡安定剤は、それぞれ反応混合物を発泡させるのに十分少ない量で存在する。触媒は、触媒量、すなわち妥当な速度でウレタンおよび尿素を製造するために反応に触媒作用を及ぼすのに必要な量で存在し、そして界面活性剤は、所望の性質を付与し、そして反応しているフォームを安定化させるのに十分な量、例えば0.01~0.8 ppphで存在する。

#### 【0032】

10

20

30

40

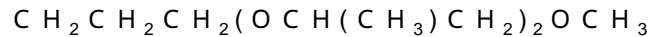
50

典型的な製造では、ポリオール、水、シリコン界面活性剤、アミン触媒、場合によりスズ触媒および場合により他の発泡剤と一緒にブレンドし、最後にTDIを混入し、そして組成物をフォームにして重合させる。

【0033】

本発明は、以下の特徴を有する：

・シリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、 $x/y$ の値が2.5以上で5以下であり、そして $x+y$ の値が1.5以上で3.5以下である時、フォームを圧潰するのに必要な力を増加することなく予想外に良好な表面安定化性質を有する。これにより、加工後の収縮がより少ないより開放されたフォームが得られる。通常、表面安定化の改善には、フォームを圧潰するのに必要な力の増加が伴う。好ましい構造は、 $x = 1.5$ および $y = 0.5$ で、Rが構造



を有する場合である。

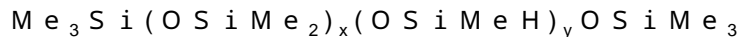
シリコン界面活性剤は、さらなる利点および最適化された性能を得るために、ジメチルシリコン液、気泡開放剤、他のシリコンポリエーテルコポリマーまたは希釈剤と配合できる。

【0034】

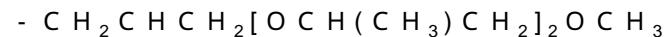
【実施例】

実施例 1

表1Bのシリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、米国特許第4,031,044号に開示された方法に従って、式



を有するトリメチルシロキシ-エンドブロックされたポリジメチルシロキサン-ポリメチル水素シロキサンコポリマーおよび式



を有する不飽和ポリエーテルをヒドロシリル化触媒の存在下で反応させることによって製造した。

【0035】

シリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、以下のやり方で製造した：3つ口丸底フラスコは、還流冷却器、エア供給された機械式攪拌機および熱監視制御を伴う温度計を備えていた。温度計ウエルを、横のアームガス入口突起に取り付け、これを制御された窒素源にはめ込んだ。上記した(下の表1Bに記載した $x$ および $y$ の値を有する)トリメチルシロキシ-エンドブロックされたポリジメチルシロキサン-ポリメチル水素シロキサンコポリマーおよび上記した不飽和ポリエーテルを下表1Aに記載された量でフラスコに入れ、そして窒素で雰囲気の不活性化した。ジプロピレングリコールを通して還流冷却器の最上部から出る窒素ガスのバブリングをモニターすることによって、混合物上で窒素をわずかに掃引しながら維持した。速度は、一秒につき約1個の泡で維持した。次いで混合物を攪拌し、そして混合物を75 に加熱した。次に、0.1M溶液として調製された触媒(0.5gの塩化白金酸/10mlのイソプロピルアルコール(IPA))31.86マイクロリットルで混合物に触媒作用を及ぼした。次いで、発熱ピーク(約140~160)で1時間、温度を維持した。次いで、得られた生成物を冷やし、それから約100の温度で約120mmHgの真空を適用することによって、ストリップし、そして揮発性物質を除去するために約1時間保持した。次いで生成物を冷まし、FTIR、GPCおよび粘度を使用することによって特徴づけた。製造したシリコンポリエーテルを、表1Bに記載した。

【0036】

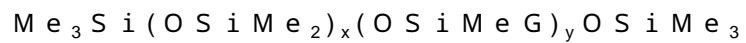
【表1】

表 1 A

実施例	シロキサン(g)	不飽和ポリエーテル(g)	
A	51.07	48.93	
B	68.12	31.88	
C	61.02	38.98	
D	57.90	42.10	10
E	39.86	60.14	
G1	52.89	47.12	
Q	49.61	50.39	
R	62.58	37.42	
S	67.96	32.04	
T	36.34	63.66	20

## 【0037】

表1Bのシリコンポリエーテルコポリマー界面活性剤は、式



(式中、Gは基 -  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2)_2\text{OCH}_3$ を示し、そしてxおよびyは下の表1Bに定義した通りである)を有する。

## 【0038】

## 【表2】



表 1 B

シリコーン 界面活性剤	<u>x</u>	<u>y</u>	<u>x/y</u>	<u>x+y</u>	
A*	1	1	1	2	
B	1.5	0.5	3	2	
C**	3	1	3	4	10
D	4.5	1.5	3	6	
E	3	3	1	6	
G1	2.7	1.3	2.1	4	
Q	4.6	2.3	2	6.9	
R***	3	0.9	3.3	3.9	
S	0.78	0.39	2	1.17	20
T	1.5	2.5	0.6	4	

\* 米国特許第4 031 044号の実施例7の界面活性剤(3)に相当する

\*\* 米国特許第4 031 044号の実施例7の界面活性剤(2)に相当する

\*\*\* 米国特許第4 031 044号の実施例7の界面活性剤(2)にほぼ相当する

#### 【0039】

下の実施例では、表1Bのシリコーン界面活性剤を、HR軟質成形フォームを製造する際に典型的に使用される商業上のシリコーン界面活性剤と比較した。実施例および表では、以下の物質を使用した：

Lyondell (OH # = 35) からのArcol E 656ポリエーテルポリオール

Lyondell (OH # = 24) からのArcol E 688 SANポリオール

Air Products and Chemicals, Inc. (APCI)からのDABCO 33LV(R)触媒

APCIからのDABCO(R) BL-11触媒

APCIからのDABCO BL-17触媒

APCIからのDABCO™ DEOA-LF-ジエタノールアミン/水(85/15)

APCIからのPOLYCAT(R) 77触媒。

ChemTrendからのPRC-798溶剤ベースの離型剤

Dow ChemicalからのSpecflex NC630慣用のトリオール

Dow ChemicalからのSpecflex NC700ポリマーポリオール

BayerからのTDI 80/20

#### 【0040】

表1Cは、活性重量部(pbw)で成分を用いた実施例で使用したHR軟質フォーム処方物AおよびBを示している。

#### 【0041】

#### 【表3】

30

40

表 1 C

処方物	A	B	
Arcol E-656	50		
Arcol E-688	50		
Specflex NC630		60	
Specflex NC700		40	10
水	3.8	3.15	
Dabco 33 LV	0.15	0.3	
Dabco BL 17	0.2		
Dabco BL 11		0.2	
Polycat 77	0.15		
Dabco DEOA-LF	1.3		20
TDI 80/20	100	100	
	指数	指数	

## 【 0 0 4 2 】

## 実施例 2

処方物 B に記載されたポリオールは、早目に合わせて 70 ~ 73 °F ( 21 ~ 23 ) でインキューベートされた容器中に保存した。また、水、架橋剤およびアミン触媒の別の混合物を調製した。フォームは、典型的には、3 インチ ( 7.6 cm ) ディスク混合ブレードを有する Servodyne 分散装置を使用して、1 / 2 ガロン ( 1890 ml ) 紙コップ中で、最初にポリオールおよび界面活性剤を 6000 rpm で 20 秒間混合することによって作った。次いで、水 - アミンプレンドを同じ紙コップに入れ、そして 6000 rpm でさらに 20 秒混合した。次に、TDI を紙コップに加えて 5 秒間混合した。最後に、PRC - 798 離型剤で前処理された 12 x 12 x 4 インチ ( 30 x 30 x 10 cm ) の寸法を有する 155 °F ( 68 ) の 5 孔アルミニウム金型に、全カップ内容物を 5 秒間注いだ。金型を、直ちに閉じた。330 秒後、フォームパッドを金型から除去し、そして空気抜きおよび表面観察のためだけに金属板を使用して手で圧潰した。圧潰力 ( FTC ) は 50 インチ<sup>2</sup> ( 323 cm<sup>2</sup> ) の表面積を有する試験プレートを用いて絶対ポンド ( ニュートン ) で評価した。硬化したフォームを、後で嵩、空気抜きおよび表面安定性の観察のため 1 インチ ( 2.54 cm ) 切片へカットした。安定性および表面測定は、内部標準に対してフォームを適

合させることにより評価され、両性質についてはより高い値が好ましい。

## 【 0 0 4 3 】

## 【表 4】

表 2

シリコーン 界面活性剤	$x/y$	$x+y$	使用レベル (pphp)*	初期FTC (1b、N)	嵩 安定性	表面 品質
A	1	2	0.06	119;533	4.1	2
B	3	2	0.06	114;511	4.25	4
D	3	6	0.06	301;1349	4.5	4.5
E	1	6	0.06	226;1012	4.5	4.5
G1	2.08	4	0.06	210;941	4.5	4.25
Q	2	6.8	0.06	289;1295	4.5	4.5
R	3.41	4	0.06	236;1057	4.5	4
S	1.95	1.2	0.06	90;403	3.75	2.5
T	0.6	4	0.06	161;721	4.25	1.5

10

20

\* シリコーン界面活性剤

## 【0044】

高い $x+y$ 値を有するシリコーン界面活性剤D、E、G1、QおよびRを使用して製造されたフォームでは、良好な表面値4が得られたことを示しているが、これは許容できないほど高いFTC値を伴った。しかし、 $x/y$ 値が3であるシリコーン界面活性剤Bでは、良好な表面を有するフォームが得られ、そして低 $x+y$ 値から低FTCが得られた。

## 【0045】

実施例3

実施例2は、処方物Bの代わりに処方物Aを使用して行った。

30

## 【表5】

表 3

シリコーン 界面活性剤	$x/y$	$x+y$	使用レベル (pphpp)*	初期FTC (1b、N)	嵩 安定性	表面 品質
A	1	2	0.06	142;636	1.65	1
B	3	2	0.06	128;573	1.65	1.5
B	3	2	0.4	104;465	4.25	4.5
D	3	6	0.06	212;950	4.25	4.5
E	1	6	0.06	129;578	2	1.5
G1	2.08	4	0.06	122;547	1.25	4
Q	2	6.8	0.06	222;995	4.5	4.5
R	3.41	4	0.06	116;520	1.1	3
S	1.95	1.2	0.06	62 ;278	1.65	1
T	0.6	4	0.06	132;591	3.25	1

10

20

\* シリコーン界面活性剤

## 【0046】

0.06pphppの使用レベルで、表3に対して表2の各々の界面活性剤の性能を比較することによって観察できるように、この実施例3のフォーム処方物で使用されたポリオールでは、多くの低いFTC値が得られた。本実施例の処方物Aはポリオールタイプのため固有安定性がより低いため、界面活性剤Bの利点を示すためには表の他の界面活性剤と比較するとより高いレベルで界面活性剤を使用しなければならなかった。この実施例中のデータの統計分析は、前の実施例中と同じ一般的な傾向を示した（高 $x/y$ および低 $x+y$ 値では、低FTC値を有する優秀な嵩および表面安定性が提供される）が、この傾向は、0.06の使用レベルで表3のデータを調べることによって、明らかになるものではない。さらに、界面活性剤Bが0.4より高い使用レベルで使用される時（表3を参照）は、嵩安定性および表面品質は、比較的低いFTC値で優秀であることがわかる。嵩安定性および表面品質の両方について高評価を有する表3の他の界面活性剤では、高FTC値を伴った。

30

---

フロントページの続き

- (72)発明者 ジョン・ハーバート・フレイ  
アメリカ合衆国ペンシルベニア州18106 . アレンタウン . フィールドストーンストリート16  
27
- (72)発明者 デイヴィッド・ロバート・パティス  
アメリカ合衆国ミシガン州48651 . ブルーデンビル . ポーニートレイル103
- (72)発明者 アレン・ロバート・アーノルド・ジュニア  
アメリカ合衆国ペンシルベニア州18032 . カタソークワ . エドワードレーン263

審査官 松浦 新司

- (56)参考文献 特開昭50 - 134098 (JP, A)  
特開昭57 - 087413 (JP, A)  
特開2001 - 081151 (JP, A)  
特開2001 - 106789 (JP, A)  
特開平05 - 125189 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)  
C08G18/00 ~ 18/87