

【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24年5月17日(2012.5.17)

【公表番号】特表2011-516642(P2011-516642A)

【公表日】平成23年5月26日(2011.5.26)

【年通号数】公開・登録公報2011-021

【出願番号】特願2011-502264(P2011-502264)

【国際特許分類】

C 08 F 136/06 (2006.01)

C 08 F 4/54 (2006.01)

C 08 F 4/606 (2006.01)

【F I】

C 08 F 136/06

C 08 F 4/54

C 08 F 4/606

【手続補正書】

【提出日】平成24年3月19日(2012.3.19)

【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】

1, 4 - シス単位含有量が92%より高く、

ムーニー粘度が30~70であり、

M_w / M_n が1.9~4であり、

分岐指数値(g_M)が0.4~0.9であり、

スチレン中での絶対粘度(温度25の5%溶液)が100~450cPである、

という特性を有するポリブタジエンを調製する方法であって、前記調製が、

その場で調製された触媒系の存在下、脂肪族及び/又は脂環式の溶媒中のブタジエンの重合によって行われ、前記触媒系が、

(i) 可変量の水を含有し、 H_2O / Nd モル比が0.001/1~0.3/1である

、前記プロセス溶媒に可溶なネオジムのカルボキシレート、

(ii) アルミニウムのアルキル化合物、

(iii) Alの少なくとも1つの結合がAl-C1結合から成るアルミニウムのアルキル化合物を含み、

総Al/Ndモル比が4/1~12/1であり、C1/Ndモル比が2/1~6/1であり、

前記調製が、連続的に70~130で行われることを特徴とする方法。

【請求項2】

前記ポリブタジエンが、95%より高い1,4-シス単位含有量を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記ポリブタジエンが、ムーニー粘度40~60、 M_w / M_n 比2~3、及び分岐指数値(g_M)0.5~0.80を有する、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記プロセス溶媒に可溶な前記ネオジムカルボキシレートが、ネオジムバーサテートで

ある、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記 H_2O / Nd モル比が、0.001 / 1 ~ 0.30 / 1 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記アルミニウムのアルキル化合物(i i)が、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、水素化ジエチルアルミニウム及び水素化ジイソブチルアルミニウムから選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記化合物(i i i)が、ジエチルアルミニウムクロライド、エチルアルミニウムセスキクロライド及びエチルアルミニウムジクロライドから選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記脂肪族及び / 又は脂環式の溶媒が、ブタン、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、シクロヘキサン、シクロペンタン及び関連する混合物から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記ネオジムカルボキシレートが、重合対象であるブタジエン 1000 グラムあたり 0.1 ~ 5 mmol 、好ましくは 1 ~ 3 mmol の量で使用される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記触媒系が、以下の產品：(a) アルキル化剤(i i)の一部、(b) 塩素化剤(i i i)及び残りのアルキル化剤(i i)から成る混合物、並びに、最終的に(c) 前記 Nd カルボキシレート(i)の溶液、を別々に反応環境内に供給することによってその場で調製される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記 A_1 / C_1 モル比が、0.5 / 1 ~ 5 / 1 、好ましくは 0.5 / 1 ~ 1.5 / 1 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記温度が 80 ~ 95 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記ネオジムカルボキシレートが遊離カルボン酸を含有し、 $RCOOH / Nd$ モル比が、0.5 / 1 より低い、好ましくは 0.3 / 1 より低い、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

連続的な条件の代わりとして、バッチ反応器中で、温度を制御することに気を付けながら、溶媒 - モノマー混合物を蒸発させることにより行われ、該温度は前記で指示した値の範囲内に維持されなければならず、該混合物は凝縮され、前記反応器に再度送られる、請求項 1 に記載の方法。