

【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 0 8 F 136/06 (2006.01)

C 0 8 F 4/54 (2006.01)

C 0 8 F 4/606 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 F 136/06

C 0 8 F 4/54

C 0 8 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 ~ 450 cP 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) 可変数の水を含み、 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、
 (i i) アルミニウムのアルキル化合物、
 (i i i) A1 の少なくとも 1 つの結合が A1 - 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 A1 / 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のカルボキシレートが、ネオジムのパーサレートで

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、 $0.001 / 1 \sim 0.30 / 1$ 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 $0.1 \sim 5 \text{ mmol}$ 、好ましくは $1 \sim 3 \text{ mmol}$ 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、以下の産品：(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 $A1 / C1$ モル比が、 $0.5 / 1 \sim 5 / 1$ 、好ましくは $0.5 / 1 \sim 1.5 / 1$ である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記温度が $80 \sim 95$ 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、該温度は前記で指し示した値の範囲内に維持されなければならない、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。