

【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30年6月7日(2018.6.7)

【公表番号】特表2017-514959(P2017-514959A)

【公表日】平成29年6月8日(2017.6.8)

【年通号数】公開・登録公報2017-021

【出願番号】特願2016-565481(P2016-565481)

【国際特許分類】

C 0 8 J 3/20 (2006.01)

C 0 8 G 18/48 (2006.01)

C 0 8 G 18/00 (2006.01)

C 0 8 G 18/62 (2006.01)

【F I】

C 0 8 J 3/20 Z

C 0 8 G 18/48

C 0 8 G 18/00 H

C 0 8 G 18/00 F

C 0 8 G 18/62

【手続補正書】

【提出日】平成30年4月19日(2018.4.19)

【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】

少なくとも 1 種の溶融した熱可塑性スチレン - アクリロニトリル - コポリマー (T P) と、少なくとも 1 種のポリオール (P) とを、

少なくとも 1 種のポリオール P 2、及び P 2 中における少なくとも 1 種のマクロマー M、スチレン及びアクリロニトリルの (任意に開始剤及び / 又は連鎖移動剤を伴う) 反応生成物を含む 少なくとも 1 種のポリオール C S P を、全ての成分の総量に対して 10 ~ 70 質量 %、好ましくは 30 ~ 60 質量 %、より好ましくは 40 ~ 55 質量 % 含む、 少なくとも 1 種の安定剤 (S) の存在下に混合する工程を含む、ポリマーポリオールを連続的に製造する方法であって、

安定剤 (S) のマクロマー M の含有量が全ての成分の総量に対して 30 ~ 70 質量 %、好ましくは 35 ~ 54 質量 % であり、及び / 又はポリオール C S P は好ましくはくし型構造であり、

マクロマーが 1 個以上の重合性二重結合及び 1 個以上のヒドロキシル - 末端ポリエーテル尾部を含む分子と定義され、そして

第 1 工程 (1) において、T P、P 及び S を押出機 (E) に供給して初期分散液を形成し、そして、その後、第 2 工程 (2) において、押出機から得られた初期分散液を、少なくとも 1 つのロータ - ステータ結合体を含む少なくとも一基のロータ - ステータ装置 (R S) に供給し、そして (3) 分散液を、全てのロータ - ステータ装置 (R S) に通した後、熱可塑性スチレン - アクリロニトリル - コポリマー (T P) の T g 未満に冷却し、最終ポリマーポリオールを得ることを特徴とする方法。

【請求項 2】

押出機 (E) が少なくとも 2 つ、好ましくは少なくとも 3 つの分離した処理ゾーン、よ

り好ましくは少なくとも4つの分離した処理ゾーン、及び押出機ヘッドに分割されている請求項1に記載の方法。

【請求項3】

T Pを押出機Eの第1処理ゾーンZ1に供給し、Sを第2処理ゾーンZ2又はその後の処理ゾーンに供給し、そしてPを、Sを添加した処理ゾーンの後の処理ゾーンの1つに供給する(但し、この用語「第1」及び「第2」は押出機Eにおける反応混合物の流れ方向を意味する)請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】

安定剤Sの添加とポリオールPの添加の間に、成分が添加されることの無い押出機Eの処理ゾーンが少なくとも1つ存在する請求項1～3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

Pが押出機Eの少なくとも2つの異なる処理ゾーンに供給される請求項1～4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】

押出機(E)が、処理ゾーンの少なくとも1つ、好ましくは第1以外の処理ゾーンの全てにおいて、160～250、好ましくは180～210の範囲のバレル温度で操作される請求項1～5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】

押出機(E)は、400～1200rpm、好ましくは500～900rpmの回転速度を有する請求項1～6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】

揮発物質を除去するために、ロータ-ステータ装置の後にストリップ塔又はストリップ容器を使用する請求項1～7のいずれか1項に記載の方法。

【請求項9】

少なくとも1つのロータ-ステータ装置(RS)の少なくとも1つ、好ましくは全てを、160～250、好ましくは180～220の範囲の設定温度で操作する請求項1～8のいずれか1項に記載の方法。

【請求項10】

少なくとも1つのロータ-ステータ装置の少なくとも1つ、好ましくは全てが、10～60s⁻¹、好ましくは20～50s⁻¹の範囲の円周速度を有する請求項1～9のいずれか1項に記載の方法。

【請求項11】

少なくとも1つのロータ-ステータ装置の少なくとも1つ、好ましくは全てが、少なくとも2つ、好ましくは少なくとも3つのロータ-ステータ結合体を有する請求項1～10のいずれか1項に記載の方法。

【請求項12】

単一のロータ-ステータ結合体は、異なる歯を有し、且つ、好ましくは第1のロータ-ステータ結合体は粗い刃を有し、流れ方向に次のロータ-ステータ結合体は中程度の細かい刃を有し、そして流れ方向に第3のロータ-ステータ結合体は細かい刃を有する請求項1～11のいずれか1項に記載の方法。

【請求項13】

ポリオール(P)は、100を超える、好ましくは150を超える温度で押出機(E)に導入される請求項1～12のいずれか1項に記載の方法。

【請求項14】

安定剤(S)は、100を超える、好ましくは150を超える温度で押出機(E)に導入される請求項1～13のいずれか1項に記載の方法。

【請求項15】

ポリオール(P)は室温で液体である請求項1～14のいずれか1項に記載の方法。

【請求項16】

ポリオール(P)は、スラブストックフォームの用途に使用されるポリオール及び成形

フォームに用途に使用されるポリオールからなる群から選択される請求項 1 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

ポリオール (P) は、20 と 300 mg KOH / g との間、好ましくは 25 と 100 mg KOH / g との間の平均 OH 価を有する請求項 1 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 18】

ポリオール (P) は、2 と 6 との間、好ましくは 2.5 と 4 との間の平均官能価を有する請求項 1 ~ 17 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 19】

生成物は、25 μ m 未満、優先的には 10 μ m 未満、最も優先的には 5 μ m 未満の D50 の平均粒径 (静的レーザ回折により決定される) を有する請求項 1 ~ 18 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 20】

安定剤 S に含まれるポリオール P2 は、ポリエーテルポリオール (PEOLs) から、好ましくは 1000 と 6000 g/mol との間の分子量を有する PEOLs からなる群から、より好ましくは 2000 と 5000 g/mol との間の分子量を有する PEOLs からなる群から選択される請求項 1 ~ 19 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

安定剤 S に含まれるマクロマー M は、1000 ~ 50000 g/mol の範囲、好ましくは 2000 ~ 30000 g/mol の範囲、より好ましくは 3000 ~ 20000 g/mol の範囲の平均分子量を有する請求項 1 ~ 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

安定剤 S に含まれるマクロマー M は、1, 1 - ジメチルメタイソプロペニルベンジルイソシアネート (TMI) と、3 ~ 6 官能基を有するポリエーテルポリオールからなる群より、好ましくはグリセリン、ソルビトール及び 1, 1, 1 - トリメチロールプロパン (TMP) からなる群より選択されるポリエーテルポリオール PM とを、任意にルイス酸触媒の存在下に、反応させることにより得られる請求項 1 ~ 21 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

安定剤 S に含まれるポリオール CSP 中のアクリロニトリルに対するスチレンの比が、1 : 1 より大きく、優先的には 1 : 1.5 より大きく、最も優先的には 1 : 2 より大きい請求項 1 ~ 22 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 24】

安定剤 S の製造に任意に使用される連鎖移動剤が、ドデカンチオール、イソプロパノール及び 2 - ブタノールからなる群より選択され、及び / 又は安定剤 S の製造に任意に使用される開始剤がアゾイソブチロニトリル (AIBN) 及び 2, 2' - アゾビス (2 - メチルプロピオネート) からなる群より選択される請求項 1 ~ 23 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 25】

スチレン - アクリロニトリル - コポリマー (TP) 中のアクリロニトリルに対するスチレンの比が、1 : 1 より大きく、優先的には 1 : 1.5 より大きく、最も優先的には 1 : 2 より大きい請求項 1 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 26】

分散液は、ロータ - ステータ装置 (RS) の全てを通過した後、最大が 4 時間の範囲内、好ましくは最大が 2 時間の範囲内、より好ましくは最大が 1 時間の範囲内に、熱可塑性スチレン - アクリロニトリル - コポリマー (TP) の Tg 未満に冷却される請求項 1 ~ 25 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 27】

分散液は、ロータ - ステータ装置 (RS) の全てを通過した後、最大が 4 時間の範囲内、好ましくは最大が 2 時間の範囲内、より好ましくは最大が 1 時間の範囲内に、60 以

下、好ましくは 50 未満の温度に冷却される請求項 1 ~ 26 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 28】

ポリマーポリオールは、単峰性、双峰性、多峰性の粒径分布、好ましくは単峰性の粒径分布を有する請求項 1 ~ 27 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 29】

請求項 1 ~ 28 のいずれか 1 項に記載の方法により得られるポリマーポリオール。

【請求項 30】

請求項 1 ~ 28 のいずれか 1 項に記載の方法により得られる少なくとも 1 種のポリマーポリオール及び任意に少なくとも 1 種のさらなるポリエーテルポリオールを、少なくとも 1 種のジ - 又はポリイソシアネート及び任意に発泡剤と反応させる工程を含む、ポリウレタンの製造方法。