

【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 08 J 3/20 (2006.01)

C 08 G 18/48 (2006.01)

C 08 G 18/00 (2006.01)

C 08 G 18/62 (2006.01)

【F I】

C 08 J 3/20 Z

C 08 G 18/48

C 08 G 18/00 H

C 08 G 18/00 F

C 08 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(TP)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P2、及びP2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CSP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CSP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、TP、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(RS)に供給し、そして(3)分散液を、全てのロータ-ステータ装置(RS)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(TP)のTg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 Z 1 に供給し、S を第 2 処理ゾーン Z 2 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 ~ 1200 rpm、好ましくは 500 ~ 900 rpm 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 ~ 60 s<sup>-1</sup> 、好ましくは 20 ~ 50 s<sup>-1</sup> 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 値を有する請求項 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 μm 未満、優先的には 10 μm 未満、最も優先的には 5 μm 未満の D 5 0 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 P 2 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 (TM1) 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、单峰性、双峰性、多峰性の粒径分布、好ましくは单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。