

【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23年8月18日(2011.8.18)

【公開番号】特開2009-144132(P2009-144132A)

【公開日】平成21年7月2日(2009.7.2)

【年通号数】公開・登録公報2009-026

【出願番号】特願2008-178780(P2008-178780)

【国際特許分類】

C 0 8 G 63/78 (2006.01)

C 0 8 L 101/16 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 63/78

C 0 8 L 101/16

【手続補正書】

【提出日】平成23年6月30日(2011.6.30)

【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】

乳酸を主原料として、無溶媒下、直接重縮合により、ポリ乳酸系樹脂を製造する方法であって、下記 3 つの工程からなることを特徴とするポリ乳酸系樹脂の製造方法。

(A) 第 1 工程として、下記から選ばれる少なくとも 3 つ以上の条件下で、重量平均分子量 1 万未満の低分子量体を製造する工程。

(a - 1) 無触媒

(a - 2) 100 ~ 180 の温度

(a - 3) 0.13 ~ 1300 Pa の圧力

(a - 4) 0.3 ~ 15 時間の反応時間

(B) 第 2 工程として、触媒存在下、重量平均分子量 1 万超、10 万未満のプレポリマーを製造する工程。

(C) 第 3 工程として、プレポリマーの融点以下の温度で固相重合を行い、重量平均分子量 10 万以上のポリマーを製造する工程。

【請求項 2】

前記 (B) 第 2 工程の触媒として、錫化合物、チタン化合物、鉛化合物、亜鉛化合物、コバルト化合物、鉄化合物、リチウム化合物、希土類化合物、およびスルホン酸化合物から選択されるいずれか 1 種以上を用いることを特徴とする請求項 1 に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 3】

前記 (B) 第 2 工程の触媒として、錫化合物から選択される 1 種以上および / またはスルホン酸化合物から選択される 1 種以上を用いることを特徴とする請求項 1 ~ 2 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 4】

錫化合物が、酢酸錫 (II) および / またはオクチル酸錫 (II) であり、スルホン酸化合物が、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、プロパンスルホン酸、およびナフタレンジスルホン酸から選択されるいずれか 1 種以上であることを特徴とする請求項 3 に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 5】

前記 (B) 第 2 工程を、下記の条件下で行うことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

(b - 1) 140 ~ 240 の温度

(b - 2) 0.13 ~ 1300 Pa の圧力

【請求項 6】

前記 (C) 第 3 工程を、120 ~ 160 の温度条件下で行うことを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 7】

前記 (B) 第 2 工程終了後かつ (C) 第 3 工程開始前に、50 ~ 150 の温度で結晶化処理を行うことを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 8】

前記 (A) 第 1 工程開始時から (C) 第 3 工程終了後のいずれかの段階において、触媒失活剤を添加することを特徴とする請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 9】

前記 (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程において、反応槽と還流装置を接続した装置を用いることを特徴とする請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 10】

前記 (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程で用いる反応槽が、二つ以上の反応室から構成されていることを特徴とする請求項 9 に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【請求項 11】

前記 (A) 第 1 工程、(B) 第 2 工程および (C) 第 3 工程から選ばれるいずれか一つ以上の工程において、揮発成分のうち、水を除去し、かつ、乳酸およびラクチドまたはそれらの低分子量重合体を (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程の反応槽に戻すことを特徴とする請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

すなわち、本発明のポリ乳酸系樹脂の製造方法は、

(1) 乳酸を主原料として、無溶媒下、直接重縮合により、ポリ乳酸系樹脂を製造する方法であって、下記 3 つの工程からなることを特徴とするポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(A) 第 1 工程として、下記から選ばれる少なくとも 3 つ以上の条件下で、重量平均分子量 1 万未満の低分子量体を製造する工程。

(a - 1) 無触媒

(a - 2) 100 ~ 180 の温度

(a - 3) 0.13 ~ 1300 Pa の圧力

(a - 4) 0.3 ~ 15 時間の反応時間

(B) 第 2 工程として、触媒存在下、重量平均分子量 1 万超、10 万未満のプレポリマーを製造する工程。

(C) 第 3 工程として、プレポリマーの融点以下の温度で固相重合を行い、重量平均分子量 10 万以上のポリマーを製造する工程。

(2) 前記 (B) 第 2 工程の触媒として、錫化合物、チタン化合物、鉛化合物、亜鉛化合物、コバルト化合物、鉄化合物、リチウム化合物、希土類化合物、およびスルホン酸化合物から選択されるいずれか 1 種以上を用いることを特徴とする (1) に記載のポリ乳酸系

樹脂の製造方法、

(3) 前記 (B) 第 2 工程の触媒として、錫化合物から選択される 1 種以上および / またはスルホン酸化合物から選択される 1 種以上を用いることを特徴とする (1) ~ (2) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(4) 錫化合物が、酢酸錫 (I I) および / またはオクチル酸錫 (I I) であり、スルホン酸化合物が、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、プロパンスルホン酸、およびナフタレンジスルホン酸から選択されるいずれか 1 種以上であることを特徴とする (3) に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(5) 前記 (B) 第 2 工程を、下記の条件下で行うことを特徴とする (1) ~ (4) に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(b - 1) 1 4 0 ~ 2 4 0 の温度

(b - 2) 0 . 1 3 ~ 1 3 0 0 P a の圧力

(6) 前記 (C) 第 3 工程を、1 2 0 ~ 1 6 0 の温度条件下で行うことを特徴とする (1) ~ (5) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(7) 前記 (B) 第 2 工程終了後かつ (C) 第 3 工程開始前に、5 0 ~ 1 5 0 の温度で結晶化処理を行うことを特徴とする (1) ~ (6) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(8) 前記 (A) 第 1 工程開始前から (C) 第 3 工程終了後のいずれかの段階において、触媒失活剤を添加することを特徴とする (1) ~ (7) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(9) 前記 (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程において、反応槽と還流装置を接続した装置を用いることを特徴とする (1) ~ (8) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

(1 0) 前記 (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程で用いる反応槽が、二つ以上の反応室から構成されていることを特徴とする (9) に記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

、

(1 1) 前記 (A) 第 1 工程、(B) 第 2 工程および (C) 第 3 工程から選ばれるいずれか一つ以上の工程において、揮発成分のうち、水を除去し、かつ、発生する乳酸およびラクチドまたはそれらの低分子量重合体を (A) 第 1 工程および / または (B) 第 2 工程の反応槽に戻すことを特徴とする (1) ~ (1 0) のいずれかに記載のポリ乳酸系樹脂の製造方法、

である。