

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7403644号
(P7403644)

(45)発行日 令和5年12月22日(2023.12.22)

(24)登録日 令和5年12月14日(2023.12.14)

(51)国際特許分類 F I
C 0 8 F 2/40 (2006.01) C 0 8 F 2/40

請求項の数 15 (全10頁)

(21)出願番号	特願2022-525840(P2022-525840)	(73)特許権者	508079739 ローディア オペレーションズ フランス国 リヨン 6 9 0 0 3 , イメ ブル シレックス 2 ソルヴェイ, リュ デ キュイラシエ 9
(86)(22)出願日	令和1年11月6日(2019.11.6)	(74)代理人	110002077 園田・小林弁理士法人
(65)公表番号	特表2023-505016(P2023-505016 A)	(72)発明者	ジャン, ジン 中華人民共和国 シャンハイ, シンザン インダストリアル ゾーン, ジンデュ ロード 3 9 6 6
(43)公表日	令和5年2月8日(2023.2.8)	(72)発明者	ワン, デイン 中華人民共和国 シャンハイ, シンザン インダストリアル ゾーン, ジンデュ ロード 3 9 6 6
(86)国際出願番号	PCT/CN2019/115862		
(87)国際公開番号	WO2020/038496		
(87)国際公開日	令和2年2月27日(2020.2.27)		
審査請求日	令和4年10月4日(2022.10.4)		

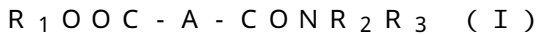
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 フリーラジカル重合の即時停止のための組成物及びその使用

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

(i)式(I):



(式中、Aは、C₂~C₅アルキレンであり、同一の若しくは異なる、R₁、R₂及びR₃は、C₁~C₆アルキルである)

の少なくとも1種の化合物と;

(ii)少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤と

を含み、

前記少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤は、フェノチアジン誘導体、パラ-メトキシフェノール及びTEMPO誘導体からなる群から選択される、組成物。

【請求項2】

1種のフェノチアジン誘導体及びパラ-メトキシフェノール、又は1種のフェノチアジン誘導体及びTEMPO誘導体を含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

前記少なくとも1種の式(I)の化合物は5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチルである、請求項1又は2に記載の組成物。

【請求項4】

式(I)の化合物の量は、前記組成物の総重量を基準として少なくとも30重量%である、請求項1~3のいずれか1項に記載の組成物。

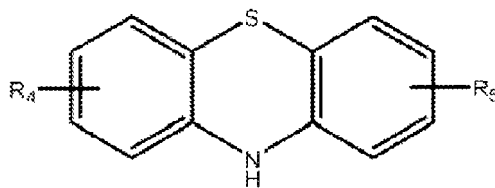
10

20

【請求項 5】

前記フェノチアジン誘導体は、一般式 (II)

【化 1】



式 (II)

10

(式中、 R_4 及び R_5 は、それぞれ、同一であるか又は異なり、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキルからなる群から選択される)

の化合物である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 6】

前記組成物の総重量を基準として少なくとも 5 重量%のフリーラジカル重合防止剤を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 7】

前記組成物の総重量を基準として 2.5 ~ 12.5 重量%のパラ - メトキシフェノールを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の組成物。

20

【請求項 8】

グリコールエーテル溶媒を更に含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 9】

ヒドロキノン、カテコール、2,6 - ジ - tert - ブチル - 4 - メチルフェノール (BHT)、tert - ブチルヒドロキノン (TBHQ)、4 - tert - ブチルカテコール (TBC)、トコフェロール誘導体、ビタミン E、パラ - ベンゾキノン、フェニレンジアミンの誘導体、芳香族ニトロ又はニトロソ誘導体、マンガニ錯体からなる群から選択される、少なくとも 1 種の更なる防止剤を含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の組成物を、少なくとも 1 種のフリーラジカル重合性モノマーを含む組成物に添加することによるフリーラジカル重合の即時停止方法。

30

【請求項 11】

前記フリーラジカル重合性モノマーは、アクリロニトリル、アクロレイン、メタクロレイン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル及び/又はメタクリル酸エステルを含む、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

フリーラジカル重合性モノマーを安定させるための、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の組成物の使用。

【請求項 13】

フリーラジカル重合性モノマーのフリーラジカル重合を即時に停止させるための、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の組成物の使用。

40

【請求項 14】

前記フリーラジカル重合性モノマーは、アクリロニトリル、アクロレイン、メタクロレイン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル及び/又はメタクリル酸エステルを含む、請求項 12 ~ 13 のいずれか一項に記載の使用。

【請求項 15】

- 20 ~ 50 の温度での請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の組成物の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

50

【 0 0 0 1 】

本発明は、フリーラジカル重合の即時停止のための組成物、フリーラジカル重合に抗してフリーラジカル重合性モノマーの安定化のためのその使用及びフリーラジカル重合の即時停止方法に関する。

【背景技術】

【 0 0 0 2 】

アクリル酸、エステル及びビニルモノマーは、非常に反応性が高く、重合する傾向がある。熱及び光の両方がフリーラジカル重合を開始させることができるので、意図的でないフリーラジカル重合が、例えば、前記モノマーの貯蔵及び/又は取扱い中に起こり得る。望ましくないフリーラジカル重合を避けるために、前記モノマーは、特に少量の重合防止剤、例えばパラ-メトキシフェノール(PMP)の添加によって、通常安定化される。いったん開始すると、望ましくないフリーラジカル重合は、高度に発熱であり、これが制御されない場合に火災及び/又は爆発のリスクが存在する。輸送及び/又は貯蔵中に、そのような暴走重合が起こる場合に、モノマーのいかなる意図されないフリーラジカル重合をも効率的に且つ迅速に停止させるための解決策が既に提案されている。その方法は、今まで、フェノチアジン、少なくとも50重量%のN-アルキルピロリドン及び2.5~12.5重量%のパラ-メトキシフェノールを含有する防止剤組成物の使用を記載している米国特許第6518374号明細書に記載されているようにとりわけ、公知の防止剤溶液の添加を伴う。米国特許出願公開第2015/0337056号明細書は、フェノチアジン化合物及び/又はPMP並びに少なくとも50重量%の溶媒を含む組成物であって、この溶媒がアルキレングリコールの及び/又はポリアルキレングリコールの末端エーテル化誘導体である組成物の使用を記載している。公文書米国特許出願公開第2018/0171035号明細書は、望ましくないフリーラジカル重合を停止させることができる並びにフェノチアジン誘導体、非プロトン性溶媒、及びイオン液体を含む組成物を開示しており、この公文書は、前記組成物が許容できる粘度、高い重合防止剤濃度を示し、モノマーに対して不活性であることを明記している。これらの及び他の公知のフェノチアジン停止溶液は、酢酸エチル、酢酸イソプロピル、アセトン及びグリコール溶媒をベースとしている。

【 0 0 0 3 】

しかしながら、各溶液は、有毒である、可燃性である又は刺激性であるのいずれかである溶媒の使用を必要とし、特にアルキルピロリドンは、ヒトの健康に影響を及ぼすことがある。

【 0 0 0 4 】

望ましくない重合を即時に停止させることができる組成物であって、とりわけ重合防止剤濃度、粘度の観点から、同様の若しくは改善された特性を示す又は広範囲の温度にわたって使用することができる組成物を提供することが本発明の目的である。加えて、本発明の組成物は、より安全であり及び取り扱うのがより容易であり、並びに環境へのより低い影響を有する。

【発明の概要】

【 0 0 0 5 】

本発明の第1の目的は、

(i) 式(I) :



(式中、Aは、C₂~C₅アルキレンであり、同一の若しくは異なる、R₁、R₂及びR₃は、C₁~C₆アルキルである)

の少なくとも1種の化合物と ;

(ii) 少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤とを含む組成物に関する。

【 0 0 0 6 】

本発明はまた、本発明による組成物を、少なくとも1種のフリーラジカル重合性モノマーを含む組成物に添加することによるフリーラジカル重合の即時停止方法に関する。

10

20

30

40

50

【0007】

本発明の別の目的は、フリーラジカル重合性モノマーを安定させるための及び／又はフリーラジカル重合性モノマーのフリーラジカル重合を即時に停止させるための本発明による組成物の使用に関する。

【0008】

本発明の更に別の目的は、フリーラジカル重合性モノマーを安定させるための及び／又はフリーラジカル重合性モノマーのフリーラジカル重合を即時に停止させるための組成物における式(I)の化合物の使用に関する。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本開示では、特に明記しない限り、表現「...～...に含まれる」は、境界を含む。本開示では、特に明記しない限り、表現「含む」は、「からなる」の意味を含む。

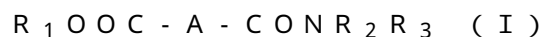
【0010】

本開示では、特に明記しない限り、表現「アルキル」は、 C_nH_{2n+1} の一般式の非環式の、線状若しくは分岐のアルキルを言う。 $C_1 \sim C_6$ アルキルは、線状若しくは分岐の、1～6個の炭素原子、好ましくは1～4個の炭素原子を含むアルキル基を言う。とりわけ表現「 $C_1 \sim C_4$ アルキル」は、メチル、エチル、プロピル、イソ-プロピル、*n*-ブチル、*s*-ブチル、*tert*-ブチルを言う。

【0011】

本発明の第1の目的は、本発明は、

(i) 式(I)：



(式中、Aは、 $C_2 \sim C_5$ アルキレンであり、同一の若しくは異なる、 R_1 、 R_2 及び R_3 は、 $C_1 \sim C_6$ アルキルである)

の少なくとも1種の化合物と；

(ii) 少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤とを含む組成物に関する。

【0012】

好ましくは少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤は、フェノチアジン誘導体、パラ-メトキシフェノール及びTEMPO誘導体からなる群から選択される。

【0013】

本発明によれば、式(I)の化合物は、エステルアミド化合物である。本発明の好ましい態様では、Aは、 C_4 アルキレン基であり、好ましくはAは、式-CHMe-CH₂-CH₂-の又は式-CH₂-CH₂-CHMe-のアルキレン基である。本発明の好ましい態様では、 R_1 、 R_2 及び R_3 は、 $C_1 \sim C_4$ アルキル、好ましくはメチル、エチル、プロピル、イソ-プロピル、*n*-ブチル、*s*-ブチル、*tert*-ブチルである。最も好ましい実施形態では、 R_1 、 R_2 及び R_3 はメチル基である。

【0014】

本発明の態様では、本発明は、5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチルと、好ましくはフェノチアジン誘導体、パラ-メトキシフェノール及びTEMPO誘導体からなる群から選択される、少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤とを含む組成物に関する。

【0015】

本発明による組成物は、少なくとも1種の、特に正確に1種の、フェノチアジン誘導体を含む。フェノチアジン誘導体は、フリーラジカル重合に対して効果的な防止剤である。好適なフェノチアジン誘導体は、一般式(II)：

10

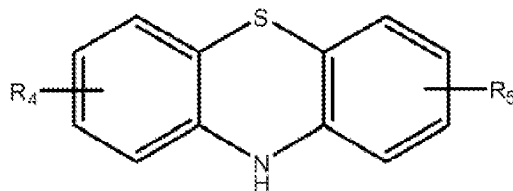
20

30

40

50

【化 1】



式 (II)

(式中、 R_4 及び R_5 はそれぞれ、同一であるか若しくは異なり、 H 、 $C_1 \sim C_{12}$ アルキル、好ましくは $C_1 \sim C_6$ アルキル、より好ましくは $C_1 \sim C_4$ アルキルからなる群から選択される)

のものである。

【0016】

好適なフェノチアジン誘導体は、フェノチアジン、2-メチルフェノチアジン、2-オクチルフェノチアジン、2-ノニルフェノチアジン、2,8-ジエチルフェノチアジン、3,7-ジメチルフェノチアジン、3,7-ジエチルフェノチアジン、3,7-ジブチルフェノチアジン、3,7-ジオクチルフェノチアジン、2,8-ジオクチルフェノチアジン、3,7-ジノニルフェノチアジン、及び2,8-ジノニルフェノチアジンである。好ましくはフェノチアジン誘導体は、フェノチアジン ($R_4 = R_5 = H$) である。

【0017】

本発明の別の態様によれば、本発明による組成物は、少なくとも1種の、特に正確に1種の、TEMPO誘導体を含む。

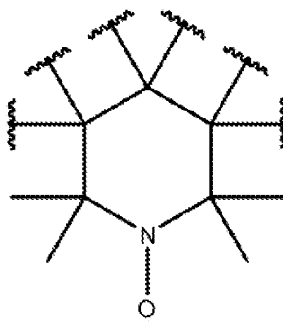
【0018】

本発明によれば、組成物は、2種のフリーラジカル重合防止剤、好ましくは1種のフェノチアジン誘導体及びパラ-メトキシフェノール、又は1種のフェノチアジン誘導体及びTEMPO誘導体を含む。

【0019】

本発明によれば、表現「TEMPO誘導体」は、式(III)のものである：

【化 2】



式 (III)

【0020】

好ましいTEMPO誘導体は、2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-1-オキシル(TEMPO)、4-ヒドロキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-1-オキシル(OH-TEMPO)、及び4-オキソ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン-1-オキシル(オキソ-TEMPO)からなる群から選択される。

【0021】

本発明によれば、組成物は、3種のフリーラジカル重合防止剤を含む。

【0022】

10

20

30

40

50

本発明によれば、組成物は、ヒドロキノン、カテコール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール(BHT)、tert-ブチルヒドロキノン(TBHQ)、4-tert-ブチルカテコール(TBC)、トコフェロール誘導体、ビタミンE、パラベンゾキノン、フェニレンジアミンの誘導体、芳香族ニトロ又はニトロソ誘導体、マンガン錯体、好ましくは酢酸マンガンの誘導体、2の酸化状態を有する銅錯体、好ましくはジブチルジチオカルバミン酸銅又は酢酸銅からなる群から特に選択される少なくとも1種の防止剤を更に含むことができる。

【0023】

本発明によれば、組成物は、組成物の総重量を基準として少なくとも5重量%、好ましくは少なくとも10重量%、より好ましくは少なくとも15重量%、更により好ましくは少なくとも20重量%、非常に特に少なくとも30重量%、特に少なくとも35重量%のフリーラジカル重合防止剤を含む。一般に組成物は、組成物の総重量を基準として70重量%未満、好ましくは60重量%未満、より好ましくは50重量%未満、更により好ましくは45重量%未満のフリーラジカル重合防止剤を含む。

10

【0024】

本発明によれば、組成物は、組成物の総重量を基準として少なくとも5重量%、好ましくは少なくとも10重量%、より好ましくは少なくとも15重量%、更により好ましくは少なくとも20重量%、非常に特に少なくとも25重量%、特に少なくとも30重量%のフェノチアジン誘導体を含む。一般に組成物は、組成物の総重量を基準として70重量%未満、好ましくは60重量%未満、より好ましくは50重量%未満、更により好ましくは45重量%未満のフェノチアジン誘導体を含む。

20

【0025】

本発明の態様によれば、組成物は、組成物の総重量を基準として少なくとも5重量%、好ましくは少なくとも10重量%、より好ましくは少なくとも15重量%、更により好ましくは少なくとも20重量%、非常に特に少なくとも25重量%、更により特に少なくとも30重量%、最も好ましくは少なくとも35重量%のTEMPO誘導体を含む。一般に組成物は、組成物の総重量を基準として70重量%未満、好ましくは60重量%未満、より好ましくは50重量%、更により好ましくは45重量%未満のTEMPO誘導体を含む。

【0026】

一般に、パラ-メトキシフェノールの量は、組成物の総重量を基準として2.5~12.5重量%である。

30

【0027】

本発明によれば、式(I)の化合物の量は、組成物の総重量を基準として少なくとも30重量%、好ましくは少なくとも40%、より好ましくは少なくとも50%、更により好ましくは少なくとも60%のものである。

【0028】

本発明によれば、5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチルの量は、組成物の総重量を基準として少なくとも30重量%、好ましくは少なくとも40%、より好ましくは少なくとも50%、更により好ましくは少なくとも60%のものである。

40

【0029】

本発明によれば、組成物は、グリコールエーテル溶媒、特にジエチレングリコールモノメチルエーテル(DEGME)、又はジエチレングリコールモノブチルエーテル(DEGBE)を更に含むことができる。有利には、グリコールエーテル溶媒の使用は、フリーラジカル重合防止剤の溶解性を向上させることができる。好ましくは、式(I)の化合物/グリコールエーテル溶媒の比は、少なくとも50/50のものである。一般に式(I)の化合物/グリコールエーテル溶媒の比は、80/20未満である。好ましい態様では、5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチル/グリコールエーテル溶媒の比は、少なくとも50/50である。一般に5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチル/グリコールエーテル溶媒の比は、80/20未満である。

50

【 0 0 3 0 】

本発明による組成物中のフリーラジカル重合防止剤のより高い濃度は、有毒な、可燃性の及び刺激性の溶液の在庫及び取扱い並びに前記組成物用の貯蔵タンクを減らすことを可能にするので有利である。高濃度組成物はまた、とりわけ制御されていない/望ましくない重合の場合に、フリーラジカル重合性モノマーへの防止剤組成物の組込みを改善することができる。

【 0 0 3 1 】

その上、他の溶媒と比較して式 (I) の化合物の、特に 5 - (ジメチルアミノ) - 2 - メチル - 5 - オキソペンタン酸メチルの高沸点は、この組成物がアクリル酸、エステル及びモノマーからより容易に分離されることを可能にし、それらの即再使用を可能にする。

【 0 0 3 2 】

有利には、本発明による組成物は、0 で 1 2 0 ~ 2 5 0 m P a . s (m P a = ミリパスカル) の粘度を有する。粘度は、Brookfield 粘度計 LV を用いて測定され得る。有利には本発明による組成物は、1 0 で 3 0 ~ 1 0 0 m P a . s の粘度を有する。有利には本発明による組成物は、2 0 で 4 0 ~ 6 5 m P a . s の粘度を有する。有利には本発明による組成物は、3 0 で 2 5 ~ 3 5 m P a . s の粘度を有する。有利には、粘度は、改善されるか又は既存のシステム (とりわけ N - メチルピロリドン中にフェノチアジンを含む) の粘度と少なくとも同等である。特に、改善された粘度は、とりわけポンプ送液によって、フリーラジカル重合性モノマーへの組成物の容易な導入を可能にする。

【 0 0 3 3 】

有利には本発明による組成物は、- 2 5 ~ 5 5 、好ましくは - 2 0 ~ 5 0 に含まれる温度で貯蔵することができる。有利には、本発明の組成物は、広範囲の温度にわたって貯蔵することができ、フリーラジカル重合防止剤の望ましくない結晶化又は沈澱は全く観察されない。特に結晶化なしは、少なくとも 3 週間観察される。

【 0 0 3 4 】

本発明による組成物は、広範囲のフリーラジカル重合性モノマーと相溶性がある。本発明による組成物は、フリーラジカル重合性モノマーの望ましくない重合を即時に停止させるために効率的である。特に本発明による組成物は、公知のシステム、特にフェノチアジン単独、又は N - メチルピロリドン中にフェノチアジンを含む組成物と少なくとも同じくらい効率的である。

【 0 0 3 5 】

本発明によれば、表現「フリーラジカル重合性モノマー」は、その重合が、光、熱又は望まれないラジカルによって開始され得る、ラジカルプロセスを受けるモノマーを言う。本発明によれば、フリーラジカル重合性モノマーは、少なくとも 9 5 重量% 又は少なくとも 9 8 重量% 又は少なくとも 9 9 重量% のビニルモノマー、特に (メタ) アクリルモノマー及び/又はスチレンを含むそれらの物質を言う。用語「(メタ)アクリルモノマー」は、アクロレイン、メタクロレイン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸エステル及び/又はメタクリル酸エステルを含む物質を意味すると理解されるべきである。特にメチルアクリレート、エチルアクリレート、n - ブチルアクリレート、2 - エチルヘキシルアクリレート、ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート、ジメチルアミノメチルアクリレート、又は任意の他のメタクリレート誘導体、メチルメタクリレート、ブチルメタクリレート、ラウリルメタクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート、及びステアリルメタクリレート。用語ビニルモノマーは、ビニル基 - C H = C H 2 を含む物質、とりわけアクリロニトリルを意味すると理解されるべきである。

【 0 0 3 6 】

本発明の別の目的は、式 (I) の少なくとも 1 種の化合物と、好ましくはフェノチアジン誘導体、パラ - メトキシフェノール及び T E M P O 誘導体からなる群から選択される、少なくとも 1 種のフリーラジカル重合防止剤とを含む組成物の調製方法に関する。

【 0 0 3 7 】

本発明の別の目的は、5 - (ジメチルアミノ) - 2 - メチル - 5 - オキソペンタン酸メ

10

20

30

40

50

チルと、好ましくはフェノチアジン誘導体、パラ - メトキシフェノール及びTEMPO誘導体からなる群から選択される、少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤とを含む組成物の調製方法に関する。

【0038】

特に少なくとも1種のフリーラジカル重合防止剤は、任意選択的にグリコールエーテル溶媒の存在下で、式(I)の少なくとも1種の化合物に添加される。添加は、攪拌あり又はなしで行うことができる。好ましくは添加は、室温、好ましくは15~30、好ましくは18~28、より好ましくは20~25で行われる。添加は、通常、大気圧で行われる。添加は、空気下、又は不活性雰囲気下で行われ得る。

【0039】

本発明の別の目的は、少なくとも1種のフリーラジカル重合性モノマーを含む組成物を安定させるための、又は少なくとも1種のフリーラジカル重合性モノマーを含む組成物のフリーラジカル重合を即時に停止させるための本発明による組成物の使用に関する。

【0040】

別の態様では、本発明は、本発明による組成物をフリーラジカル重合システムに添加することによるフリーラジカル重合の即時停止方法に関する。

【0041】

望ましくない重合の開始は、フリーラジカル重合システムにおける温度上昇の検出によって記録され得る。望ましくない重合は、反応器中で又はフリーラジカル重合システムの貯蔵、輸送又は取扱い中に起こり得る。

【0042】

有利には、本発明による組成物は、最も迅速な均一な分布を達成するために、スプレーノズルを介して少なくとも1種のフリーラジカル重合性モノマーを含む組成物に添加することができる。組成物はまた、ポンプ送液及び/又は攪拌によって添加され得る。

【0043】

最後に、本発明は、フリーラジカル重合性モノマーを安定させるための及び/又はフリーラジカル重合性モノマーのフリーラジカル重合を即時に停止させるための組成物での式(I)の化合物の使用に関する。

【実施例】

【0044】

実施例1(比較): 米国特許第6 518 374号明細書に従った60重量%のN - メチル - 2 - ピロリドン中に35%フェノチアジン、5%パラ - メトキシフェノールを含む組成物。

【0045】

実施例2(発明): 65重量%のRhodiaSolv(登録商標)Polarclean(5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチルを含む)中に30%フェノチアジン、5%パラ - メトキシフェノールを含む組成物。

【0046】

実施例3(発明): 70重量%のRhodiaSolv(登録商標)Polarclean(5-(ジメチルアミノ)-2-メチル-5-オキソペンタン酸メチルを含む)中に30%フェノチアジンを含む組成物。

【0047】

実施例4(発明): RhodiaSolv(登録商標)Polarclean/ジエチレングリコールモノメチルエーテル(80/20)中に30重量%のフェノチアジンを含む組成物。

【0048】

結果:

【0049】

10

20

30

40

50

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
相溶性試験	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし
-20℃での 貯蔵安定性	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし
5℃での 貯蔵安定性	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし
20℃での 貯蔵安定性	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし
50℃での 貯蔵安定性	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし	沈澱なし
応用試験	ゲル化なし	ゲル化なし	ゲル化なし	ゲル化なし
0℃での 粘度(mPa.s)	229	188	58	51

10

20

【0050】

相溶性試験：組成物を1000ppmのフェノチアジンでアクリル酸に溶解させること。沈澱又は層化の目視検査。

【0051】

貯蔵安定性：組成物を-20、5、20又は50で3週間保つこと。沈澱の目視検査。

【0052】

応用試験：組成物を50ppmフェノチアジンローディングでアクリル酸へ溶解させること。100で72時間加熱すること。モノマーにおけるゲル化又は粘度増加の目視検査。

30

【0053】

粘度：0でBrookfield粘度計LVを用いて粘度を測定し、粘度試験手順を以下に列挙する：

1. およそ35mlの試料を40mlのガラス瓶に入れること。
2. ガラス瓶を氷と水との混合物中に30分間保って試料の温度が確実に0に達するようにすること。
3. 粘度計のスイッチを入れ、スピンドルタイプS63を選択してインストールし、次いで速度を100rpmにセットすること。
4. ガラス瓶の溶液レベルが確実にスピンドルのチェックマークを浸すようにガラス瓶をスピンドル下に置くこと。
5. 試験を開始し、パネル上の示度を記録すること。

40

【0054】

実施例2～4の結果は、より低い粘度並びに改善された環境上及び健康上の利益を示しながら、本発明の組成物が実施例1の組成物と少なくとも同等であることを実証している。

50

フロントページの続き

- (72)発明者 ヴァンジン, デーヴィッド
アメリカ合衆国 37064 テネシー, フランクリン, ブリッジウェイ ドライブ 321
審査官 堀内 建吾
- (56)参考文献 特表2019-528360(JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C08F 2/40