

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02014/171509

発行日 平成29年2月23日 (2017. 2. 23)

(43) 国際公開日 **平成26年10月23日 (2014. 10. 23)**

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
|-----------------------------|------------|-------------|
| CO8G 64/14 (2006.01) | CO8G 64/14 | 2G059 |
| CO8L 69/00 (2006.01) | CO8L 69/00 | 4J002 |
| CO8K 5/524 (2006.01) | CO8K 5/524 | 4J029 |
| GO1N 21/59 (2006.01) | GO1N 21/59 | Z |

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 26 頁)

| | | | |
|--------------|------------------------------|----------|--|
| 出願番号 | 特願2015-512518 (P2015-512518) | (71) 出願人 | 000183646 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号 |
| (21) 国際出願番号 | PCT/JP2014/060926 | (74) 代理人 | 100078732 弁理士 大谷 保 |
| (22) 国際出願日 | 平成26年4月17日 (2014. 4. 17) | (74) 代理人 | 100118131 弁理士 佐々木 渉 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2013-88408 (P2013-88408) | (72) 発明者 | 丸山 淳平 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 |
| (32) 優先日 | 平成25年4月19日 (2013. 4. 19) | (72) 発明者 | 田代 裕統 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 |
| (33) 優先権主張国 | 日本国 (JP) | (72) 発明者 | 官川 利文 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2013-88426 (P2013-88426) | (72) 発明者 | 柴田 誠之 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 |
| (32) 優先日 | 平成25年4月19日 (2013. 4. 19) | | |
| (33) 優先権主張国 | 日本国 (JP) | | |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液晶部材用ポリカーボネート樹脂、それを含む液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物及び液晶部材

(57) 【要約】

天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造され、YI値が1.1以下であるか又は波長400nmの光線透過率が85%以上である、液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

天然物から得られる 3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造され、以下の測定方法における Y I 値が 1 . 1 以下である、液晶部材用ポリカーボネート樹脂。
< Y I 値の測定方法 >

ポリカーボネート樹脂にビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを 500 質量 ppm 添加して、ベント付き 40 mm の単軸押出機によって樹脂温 280、スクリュウ回転数 100 rpm で溶融混練押し出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み 3 mm の成形品を成形し、分光測色計で測定面積 30、C2 光源の透過法で測定する。

10

【請求項 2】

天然物から得られる 3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造され、以下の測定方法における波長 400 nm の光線透過率が 85 % 以上である、液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 波長 400 nm の光線透過率の測定方法 >

ポリカーボネート樹脂にビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを 500 質量 ppm 添加して、ベント付き 40 mm の単軸押出機によって樹脂温 280、スクリュウ回転数 100 rpm で溶融混練押し出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み 3 mm の成形品を成形し、分光光度計を用い、全光線透過率を測定する。

20

【請求項 3】

前記ポリカーボネート樹脂に含まれる全末端基に占める OH 由来の末端基組成量が 5 . 0 mol % 以下である、請求項 1 又は 2 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 4】

3 - ペンタデシルフェノールの純度が 97 . 5 質量 % 以上である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 5】

3 - ペンタデシルフェノールの純度が 97 . 75 質量 % 以上である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 6】

3 - ペンタデシルフェノールの純度が 99 . 33 質量 % 以上である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

30

【請求項 7】

蒸留及び晶析を行うことによって得られた 3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造される、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 8】

蒸留の後に晶析を行う、請求項 7 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 9】

前記晶析において、炭化水素系溶媒を用いる、請求項 7 又は 8 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

40

【請求項 10】

前記晶析において、炭化水素系溶媒としてヘキサン又はヘプタンのうち 1 種以上を用いる、請求項 9 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 11】

前記晶析において、3 - ペンタデシルフェノール 1 質量部に対して 2 質量部以上 20 質量部以下の溶媒を用いる、請求項 7 ~ 10 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 12】

前記晶析において、3 - ペンタデシルフェノール 1 質量部に対して 4 質量部以上 10 質

50

量部以下の溶媒を用いる、請求項 7 ~ 10 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 13】

前記末端停止剤が、p - t - ブチルフェノール又は p - クミルフェノールを含む、請求項 1 ~ 12 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 14】

請求項 1 ~ 13 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂及びそれ以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む、液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項 15】

請求項 1 ~ 13 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂又は請求項 14 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物を成形してなる、液晶部材。

10

【請求項 16】

請求項 1 ~ 13 のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂が導光板用である、導光板用ポリカーボネート樹脂。

【請求項 17】

請求項 16 に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂及びそれ以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む、導光板用ポリカーボネート樹脂組成物。

【請求項 18】

請求項 16 に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂又は請求項 17 に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂組成物を成形してなる、導光板。

20

【請求項 19】

天然物から得られ、純度が 97.5 質量%以上である 3 - ペンタデシルフェノールを末端停止剤として用いる、液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

【請求項 20】

3 - ペンタデシルフェノールの純度が 97.75 質量%以上である、請求項 19 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

【請求項 21】

3 - ペンタデシルフェノールの純度が 99.33 質量%以上である、請求項 19 又は 20 に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】

【0001】

本発明は、液晶部材用ポリカーボネート樹脂、それを含む液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物及びそれを成形してなる液晶部材に関し、より詳細には、天然物から得られる特定のフェノール化合物を用いて製造された、流動性及び色調に優れる液晶部材用ポリカーボネート樹脂、それを含む液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物及びそれを成形してなる液晶部材に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリカーボネート樹脂は、透明性、耐熱性、機械特性など優れた特徴を有し、OA 及び家電の筐体や電気電子分野の部材、レンズなどの光学材料など、幅広い用途に使用されている。一方、近年、成形品の薄型化、大型化や成形サイクルの向上といった要望に対し、さらにポリカーボネート樹脂の流動性を向上させることが必要となっている。ポリカーボネート樹脂の流動性を向上させる方法として、可塑剤を使用したり、ABS、HIPS、AS 等のスチレン系樹脂のような流動性に優れる樹脂を使用したりする方法が用いられている。しかし、これらの方法は、ポリカーボネート樹脂の流動性を向上できるが、ポリカーボネート樹脂が本来有する優れた耐衝撃性を低下させるという問題があった。

40

また、上記の問題点を回避するために、ポリカーボネート樹脂自体の構造を変えることにより流動性を向上させることが知られている。その方法の一つに、末端停止剤として長鎖アルキル基を有する一価フェノールを用い、長鎖アルキル末端基をポリカーボネートの

50

末端に導入することで流動性を向上させることが知られている。例えば、特許文献1には、アルキル基の炭素数が8～20のアルキルフェノール、カルボン酸又は酸ハロゲン化物が末端停止剤として使用することが記載されている。しかしながら、その実施例には、アルキル基の炭素数が9～17の酸クロライドを用いた記載しかない。また、特許文献2には、m-ペンタデシルフェノキシ末端基を有するポリカーボネートを光学記録媒体とすることが記載されているが、液晶部材、特に薄肉化した液晶機器に使用される液晶部材に使用できることは記載されていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特公昭52-50078号公報

【特許文献2】特開2003-041011号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いてなる、液晶部材用ポリカーボネート、特に薄肉部に好適に用いることができる液晶部材用ポリカーボネートを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

<1>天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造され、以下の測定方法におけるYI値が1.1以下である、液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<YI値の測定方法>

ポリカーボネート樹脂にビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを500質量ppm添加して、ベント付き40mmの単軸押出機によって樹脂温280、スクリュウ回転数100rpmで溶融混練押出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み3mmの成形品を成形し、分光測色計で測定面積30、C2光源の透過法で測定する。

<2>天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造され、以下の測定方法における波長400nmの光線透過率が85%以上である、液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<波長400nmの光線透過率の測定方法>

ポリカーボネート樹脂にビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを500質量ppm添加して、ベント付き40mmの単軸押出機によって樹脂温280、スクリュウ回転数100rpmで溶融混練押出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み3mmの成形品を成形し、分光光度計を用い、全光線透過率を測定する。

<3>前記ポリカーボネート樹脂に含まれる全末端基に占めるOH由来の末端基組成量が5.0mol%以下である、上記<1>又は<2>に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<4>3-ペンタデシルフェノールの純度が97.5質量%以上である、上記<1>～<3>のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<5>3-ペンタデシルフェノールの純度が97.75質量%以上である、上記<1>～<3>のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<6>3-ペンタデシルフェノールの純度が99.33質量%以上である、上記<1>～<3>のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

<7>蒸留及び晶析を行うことによって得られた3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて製造される、上記<1>～<6>のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

10

20

30

40

50

< 8 > 蒸留の後に晶析を行う、上記< 7 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 9 > 前記晶析において、炭化水素系溶媒を用いる、上記< 7 >又は< 8 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 10 > 前記晶析において、炭化水素系溶媒としてヘキサン又はヘプタンのうち1種以上を用いる、上記< 9 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 11 > 前記晶析において、3 - ペンタデシルフェノール1質量部に対して2質量部以上20質量部以下の溶媒を用いる、上記< 7 > ~ < 10 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 12 > 前記晶析において、3 - ペンタデシルフェノール1質量部に対して4質量部以上10質量部以下の溶媒を用いる、上記< 7 > ~ < 10 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

10

< 13 > 前記末端停止剤が、p - t - ブチルフェノール又はp - クミルフェノールを含む、上記< 1 > ~ < 12 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂。

< 14 > 上記< 1 > ~ < 13 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂及びそれ以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む、液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物。

< 15 > 上記< 1 > ~ < 13 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂又は上記< 14 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物を成形してなる、液晶部材。

< 16 > 上記< 1 > ~ < 13 >のいずれかに記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂が導光板用である、導光板用ポリカーボネート樹脂。

20

< 17 > 上記< 16 >に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂及びそれ以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む、導光板用ポリカーボネート樹脂組成物。

< 18 > 上記< 16 >に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂又は上記< 17 >に記載の導光板用ポリカーボネート樹脂組成物を成形してなる、導光板。

< 19 > 天然物から得られ、純度が97.5質量%以上である3 - ペンタデシルフェノールを末端停止剤として用いる、液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

< 20 > 3 - ペンタデシルフェノールの純度が97.75質量%以上である、上記< 19 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

< 21 > 3 - ペンタデシルフェノールの純度が99.33質量%以上である、上記< 19 >又は< 20 >に記載の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法。

30

【発明の効果】

【0006】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、流動性及び色調に優れるため、成形性に優れ、特に、厚みの薄い液晶部材の製造に適する。また、本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂とそれ以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物も、流動性及び色調に優れるため、成形性に優れ、特に、厚みの薄い液晶部材の製造に適する。

【発明を実施するための形態】

【0007】

40

[液晶部材用ポリカーボネート樹脂]

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて得られる。以下、天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いて得られる本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂について説明する。

<天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールについて>

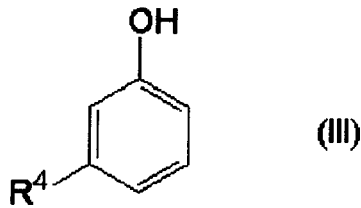
本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤が用いられる。天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールは、カシューナッツの殻液等の天然物に由来する抽出物であるカルダノールが用いられる。カシューナッツ殻液に含まれるカルダノールは、主に、下記式(III)に記載した、

50

3 - ペンタデシルフェノール、3 - ペンタデシルフェノールモノエン、3 - ペンタデシルフェノールジエン、および3 - ペンタデシルフェノールトリエンの混合物である。

【0008】

【化1】



10

上記式 (III) 中、 R^4 が $-(CH_2)_{14}CH_3$ である場合は、3 - ペンタデシルフェノールであり、 R^4 が $-(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_5CH_3$ である場合は、3 - ペンタデシルフェノールモノエンであり、 R^4 が $-(CH_2)_7CH=CHCH_2CH=CH(CH_2)CH_3$ である場合は、3 - ペンタデシルフェノールジエンであり、 R^4 が $-(CH_2)_7CH=CHCH_2CH=CHCH_2CH=CH_2$ である場合は、3 - ペンタデシルフェノールトリエンである。

【0009】

上述したとおり、カシューナッツ殻液に含まれるカルダノールの主成分は、飽和及び不飽和二重結合を1～3個有する、炭素数が15の炭化水素基を3位(メタ位)に有するフェノール誘導体からなる。

20

本発明の3 - ペンタデシルフェノールを効率的に得るためには、天然物の中でもカシューナッツ殻液に含まれるカルダノールを水素添加反応処理することにより得られる3 - ペンタデシルフェノールを用いて、本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造する際の、末端停止剤とすることができる。また、前記カルダノールを水素添加反応処理することにより得られる3 - ペンタデシルフェノール中には、不純物として、レゾルシノール誘導体や3 - ペンタデシルフェノール以外のフェノール誘導体を7～10質量%程度含有しており、液晶部材の中でも透明性が重要となる液晶部材、例えば、導光板や光拡散板として用いる場合には、前記不純物をできるだけ低減させることが好ましい。3 - ペンタデシルフェノールの純度は、好ましくは97.5質量%以上、より好ましくは97.75質量%以上、更に好ましくは99.33質量%以上である。なお、3 - ペンタデシルフェノールの純度は理想的には100質量%である。

30

【0010】

前記カルダノールの水素添加反応方法としては、特に限定されるものではなく、通常の水素添加方法を用いることができる。触媒としては、パラジウム、ルテニウム、ロジウム、白金などの貴金属またはニッケル、或いはこれらから選ばれる金属を活性炭素、活性アルミナ、珪藻土などの担体上に担持したものが挙げられる。反応方式としては、粉末状の触媒を懸濁撹拌しながら反応を行うパッチ方式や、成形した触媒を充填した反応塔を用いた連続方式を採用することができる。水素添加の際の溶媒は、水素添加の方式によっては用いなくてもよいが、溶媒を使用する場合は、通常、アルコール類、エーテル類、エステル類、飽和炭化水素類が挙げられる。水素添加の際の反応温度は、特に限定されないが、通常20～250℃、好ましくは50～200℃に設定できる。反応温度が低すぎると水素化速度が遅くなり、逆に高すぎると分解生成物が多くなる傾向がある。水素添加の際の水素圧は、通常、常圧～80kgf/cm²(常圧～78.4×10⁵Pa)、好ましくは3～50kgf/cm²(2.9×10⁵～49.0×10⁵Pa)に設定できる。

40

【0011】

上記の水素添加処理方法によって得られる3 - ペンタデシルフェノール中には、不純物として、レゾルシノール誘導体や3 - ペンタデシルフェノール以外のフェノール誘導体が含まれる。これらの不純物を除去して、3 - ペンタデシルフェノールの純度を上げるには、蒸留によって純度を上げる方法、晶析によって純度を上げる方法、蒸留した後に晶析に

50

よって純度を上げる方法等を挙げることができる。中でも、蒸留の後に晶析を行うことが好ましい。

蒸留によって純度を上げる方法としては、例えば常圧蒸留や減圧蒸留を行う方法があり、減圧蒸留を用いることが好ましい。減圧蒸留を行うに当っては、主分画を200～260の温度及び1～10mmHgの圧力とし、減圧蒸留塔内に充填剤を用いて処理することが好ましく、このとき還流比（還流量/留出量）を0.5～1.0とするのが好ましい。減圧蒸留塔内に用いられる充填剤としては、マクマホンパッキング、ディクソンパッキング、ラシヒリング、ボールリング、コイルパック、ヘリパック等の充填剤を用いることができるが、マクマホンパッキングを用いることが好ましい。

【0012】

晶析によって純度を上げる方法としては、晶析槽中で前記不純物を含む3-ペンタデシルフェノールを晶析溶媒に溶解した溶液の温度を低下させ、高純度化を目的とする3-ペンタデシルフェノール溶液の過飽和状態と、該化合物の飽和濃度との差を利用して、3-ペンタデシルフェノールを析出させて3-ペンタデシルフェノールの結晶を生成させ、次いで結晶状態の3-ペンタデシルフェノールを溶液から固液分離することにより、純度を上げた3-ペンタデシルフェノールを得ることができる。晶析操作は、用いる晶析溶媒の沸点から融点までの幅広い温度域で行なうことができる。また、晶析溶媒は3-ペンタデシルフェノールを溶解することのできる溶媒であれば、特に限定されず、アセトン、酢酸エチル、炭化水素系溶媒、アセトニトリル、メタノール、エタノールなどを用いることができる。これらの中でも好ましい溶媒としては、炭化水素系溶媒、更に好ましくはヘキサン又はヘプタンのうち1種以上を挙げることができる。なお、晶析槽中で不純物を含む3-ペンタデシルフェノールを晶析溶媒に溶解した溶液の温度を低下させるに当たって、その冷却速度は適宜設定することができる。晶析溶媒量は適宜設定することができるが、好ましくは3-ペンタデシルフェノール1質量部に対し2～20質量部、さらに好ましくは4～10質量部の溶媒を用いることで所望の純度を確保しつつ効率よく生産できる。また、種晶を添加しなくても晶析は可能であるが、種晶を投入することで効率よく晶析が可能となる。

また、晶析槽中で粗ペンタデシルフェノールを晶析溶媒に溶解した溶液の温度を低下させるに当たって、制御冷却法、直線冷却法、自然冷却法などが知られているが、冷却法は特に限定されず、また冷却速度は適宜設定することができる。その中でも、制御冷却法は結晶量が少ない初期には温度変化を小さく（冷却速度を遅く）し、結晶量が多くなる終期には温度変化を大きく（冷却速度を速く）することにより、飽和溶液の過飽和度が終始低く一定に保たれるので、二次核の発生が抑制されて、単分散粒子のみが得られるため好ましい。冷却速度として初期段階では好ましくは0（温度一定）～-10/h、さらには0（温度一定）～-5/hに設定することが好ましく、終期では好ましくは-5/h～-30/h、さらには-10～-20/hで降温させることが好ましい。

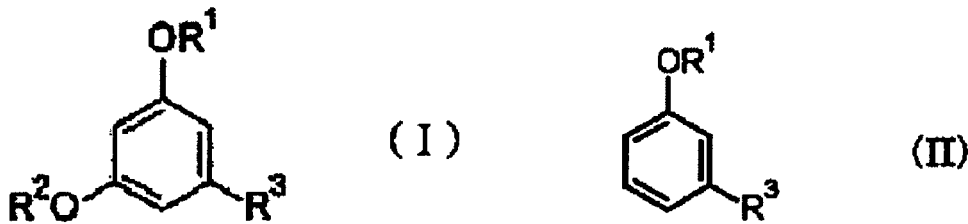
【0013】

上記に記載した高純度化方法により、粗ペンタデシルフェノールから、天然物から得られ、純度が好ましくは97.5質量%以上である3-ペンタデシルフェノールを得ることができる。

本発明に用いられる3-ペンタデシルフェノール中には、下記一般式(I)で表わされるレゾルシノール誘導体の含有量が1質量%以下及び/又は下記一般式(II)で表わされるフェノール誘導体の含有量が2.5質量%以下であり、かつ該レゾルシノール誘導体と該フェノール誘導体との合計量が2.5質量%以下であることが好ましい。該レゾルシノール誘導体及び該フェノール誘導体の含有量が、上記範囲外であると、ポリカーボネート樹脂等の高分子材料の原料として用いた際に、透明性や外観を悪化させるおそれがある。また、高純度3-ペンタデシルフェノールの純度が99.2質量%以上の場合、該レゾルシノール誘導体の含有量が0.8質量%以下及び/又は該フェノール誘導体の含有量が0.8質量%以下であり、かつ該レゾルシノール誘導体と該フェノール誘導体との合計量が0.8質量%以下であることが好ましい。

【 0 0 1 4 】

【 化 2 】



[上記一般式 (I) 及び (II) 中、 R^1 及び R^2 は、水素原子、又は炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素基である。 R^3 は、水素原子、又は飽和もしくは不飽和の炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素基である。 R^1 、 R^2 、 R^3 は同一であっても異なってもよい。但し、一般式 (II) において、 $R^1 = H$ 、 $R^3 = C_{15}H_{31}$ で表される 3 - ペンタデシルフェノールは除く。]

【 0 0 1 5 】

R^1 又は R^2 で表される炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基等のアルキル基を例示することができる。 R^3 で表される飽和

もしくは不飽和の炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素基としては、上記 R^1 、 R^2 で例示したアルキル基の他に、前記アルキル基中に炭素 - 炭素の不飽和二重結合を 1 個、もしくは複数個有するモノエン、ジエン、トリエンである不飽和脂肪族炭化水素基を例示することができる。

上記一般式 (I) に含まれる化合物としては、 R^1 、 R^2 が共に水素原子である化合物としては、5 - ペンタデシルレゾルシノール、5 - メチルレゾルシノール、5 - エチルレゾルシノール、5 - プロピルレゾルシノール、5 - ブチルレゾルシノール、5 - ヘキシルレゾルシノール、5 - オクチルレゾルシノール、5 - デシルレゾルシノール、5 - ドデシルレゾルシノール、5 - テトラデシルレゾルシノール、5 - オクタデシルレゾルシノール、5 - ノニルレゾルシノール等の R^3 が炭素数 1 ~ 20 のアルキル基である化合物を

【 0 0 1 6 】

また、上記一般式 (I) において、 R^1 が炭素数 1 ~ 20 の脂肪族炭化水素基であり、 R^2 が水素原子であり、 R^3 が炭素数 1 ~ 20 の飽和もしくは不飽和の脂肪族炭化水素基である化合物として、例えば、3 - メトキシ - 5 - ペンタデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - ペンタデシルフェノール、3 - プロポキシ - 5 - ペンタデシルフェノール、3 - ブトキシ - 5 - ペンタデシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - ヘキシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - オクチルフェノール、3 - メトキシ - 5 - デシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - ドデシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - テトラデシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - ヘプタデシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - オクタデシルフェノール、3 - メトキシ - 5 - ノニルデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - ヘキシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - オクチルフェノール、3 - エトキシ - 5 - デシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - ドデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - テトラデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - ヘプタデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - オクタデシルフェノール、3 - エトキシ - 5 - ノニルデシルフェノール等の化合物を例示ことができ、また前記 5 位のアルキル基中に、炭素 - 炭素の不飽和二重結合を 1 個、もしくは複数個有するモノエン、ジエン、トリエン等の不飽和脂肪族炭化水素基であってもよい。

【 0 0 1 7 】

10

20

30

40

50

上記一般式(II)に含まれる化合物としては、 R^1 が水素であり、 R^3 が飽和もしくは不飽和の炭素数1~20の脂肪族炭化水素基である化合物としては、3-ヘキシルフェノール、3-オクチルフェノール、3-デシルフェノール、3-ドデシルフェノール、3-トリデシルフェノール、3-テトラデシルフェノール、3-ヘキサデシルフェノール、3-オクタデシルフェノール、3-ノニルデシルフェノール等のアルキル基を3位に有する化合物や前記アルキル基中に炭素-炭素の不飽和二重結合を1個、もしくは複数個有するモノエン、ジエン、トリエン等の不飽和脂肪族炭化水素基であってもよい。

また、 R^1 が炭素数1~20の脂肪族炭化水素基である化合物としては、例えば、3位がヘキシル基である場合、1-メトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-エトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-プロポキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-ブトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-ペントキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-ヘキトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-オクトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-デトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-ドデトキシ-3-ヘキシルベンゼン、1-ブチロデトキシ-3-ヘキシルベンゼン等の化合物を挙げることができる。3位がペンタデシル基である場合、1-メトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-エトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-プロポキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-ブトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-ペントキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-ヘキトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-オクトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-デトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-ドデトキシ-3-ペンタデシルベンゼン、1-ブチロデトキシ-3-ペンタデシルベンゼン等の化合物を挙げることができる。

【0018】

なお、前記一般式(I)及び一般式(II)中において、例示したアルキル基は、直鎖状アルキル基であってもよいし、分岐状アルキル基であってもよい。

【0019】

<液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法>

次に、本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造方法について説明する。本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造するためには、前記末端基となる天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いることが必要である。特に、上述したように蒸留及び晶析を行うことによって得られた3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いることが好ましい。天然物から得られる3-ペンタデシルフェノール以外の末端停止剤(他の末端停止剤)としては、従来から使用されているポリカーボネート樹脂を製造するための末端停止剤を用いることができ、例えば、フェノール、p-クレゾール、p-t-ブチルフェノール、p-クミルフェノール、トリプロモフェノール、ノニルフェノール、p-t-オクチルフェノールなどが挙げられる。これらの他の末端停止剤を前記天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールと併用して用いてもよく、併用して用いる場合の他の末端停止剤としては、p-t-ブチルフェノールとp-クミルフェノールが特に好ましい。天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールと他の末端停止剤とを併用して用いる場合、その使用比率は、(3-ペンタデシルフェノール):(他の末端停止剤)のモル比は、好ましくは99:1~20:80、より好ましくは90:10~30:70である。

また、ポリカーボネート樹脂に含まれる全末端基に占めるOH由来の末端基組成量は、好ましくは5.0mol%以下、さらに好ましくは3.0mol%以下、特に好ましくは1.0mol%以下である。OH由来の末端基組成量が前記の範囲内であれば、得られるポリカーボネート樹脂はより高い熱安定性を示す。

【0020】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造するためには、主鎖を構成するための二価フェノールを用いる必要がある。二価フェノールとしては、各種の公知の二価フェノールを用いることができるが、下記一般式(1)で表される二価フェノールを用いることが好ましい。

【0021】

10

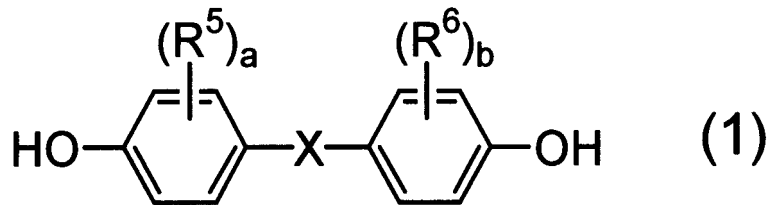
20

30

40

50

【化 3】



【 0 0 2 2 】

10

ここで、一般式(1)中、 R^5 及び R^6 は、それぞれ独立に炭素数1~6のアルキル基又はアルコキシ基、Xは単結合、炭素数1~8のアルキレン基、炭素数2~8のアルキリデン基、炭素数5~15のシクロアルキレン基、炭素数5~15のシクロアルキリデン基、 $-S-$ 、 $-SO-$ 、 $-SO_2-$ 、 $-O-$ 又は $-CO-$ 、a及びbは0~4の整数を示す。

【 0 0 2 3 】

一般式(1)で表される二価フェノールとしては、特に限定されないが、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン〔通称：ビスフェノールA〕が好適である。

ビスフェノールA以外の二価フェノールとしては、例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)オクタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ジフェニルメタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)ナフチルメタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシ-t-ブチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-プロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジメチルフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-クロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジプロモフェニル)プロパン等のビス(ヒドロキシアリアル)アルカン類、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロペンタン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,5,5-トリメチルシクロヘキサン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ノルボルナン、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロドデカン等のビス(ヒドロキシアリアル)シクロアルカン類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルエーテル、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルフェニルエーテル等のジヒドロキシアリアルエーテル類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィド、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルジフェニルスルフィド等のジヒドロキシジアリアルスルフィド類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルホキシド、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルジフェニルスルホキシド等のジヒドロキシジアリアルスルホキシド類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、4,4'-ジヒドロキシ-3,3'-ジメチルジフェニルスルホン等のジヒドロキシジアリアルスルホン類、4,4'-ジヒドロキシジフェニル等のジヒドロキシジフェニル類、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)フルオレン等のジヒドロキシジアリアルフルオレン類、1,3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)アダマンタン、1,3-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-5,7-ジメチルアダマンタン等のジヒドロキシジアリアルアダマンタン類、4,4'-[1,3-フェニレンビス(1-メチルエチリデン)]ビスフェノール、10,10-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-9-アントロン、1,5-ビス(4-ヒドロキシフェニルチオ)-2,3-ジオキサペンタン等が挙げられる。

20

30

40

これらの二価フェノールは、単独で又は二種以上を混合して用いてもよい。

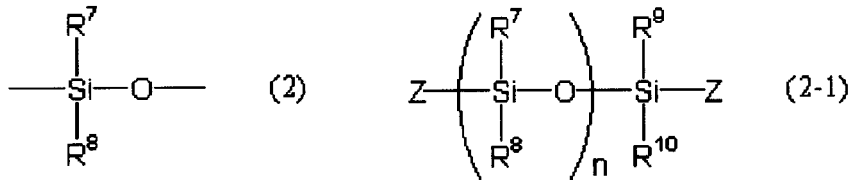
【 0 0 2 4 】

50

さらに、上記一般式(1)で表される二価フェノールに含まれない二価フェノールとして、下記式(2)で表される構成単位を含む二価フェノールを一般式(1)で表される二価フェノールと併用して用いることができる。このような構成単位を有する共重合体とすることにより、得られる本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の難燃性を向上させることができる。下記一般式(2)で表される構成単位を含む二価フェノールは、下記一般式(2-1)で表されるポリオルガノシロキサンで表わされる。

【0025】

【化4】



10

【0026】

上記一般式(2)又は一般式(2-1)中、 R^7 、 R^8 、 R^9 及び R^{10} は、それぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~6のアルキル基、炭素数1~6のアルコキシ基又は炭素数6~12のアリール基を示す。Zは、アリル基を有するフェノール化合物から誘導される、トリメチレン基を有するフェノール残基を示す。nは70~1000を示す。

20

上記一般式(2-1)で表されるポリオルガノシロキサンは、末端が水素のポリオルガノシロキサンの末端を、例えば、2-アリルフェノール及びオイゲノール等のアリル基を有するフェノール化合物で変性したものである。末端がアリル基を有するフェノール化合物で変性されたポリオルガノシロキサンは、特許第2662310号公報に記載の方法により合成することができる。

上記ポリオルガノシロキサンとしては、ポリジメチルシロキサンが好適である。

【0027】

更に、上記の二価フェノールに対して、分岐化剤を用いて、該ポリカーボネート樹脂の主鎖中に分岐構造を有することもできる。この分岐化剤の添加量は、上記の二価フェノールに対して、好ましくは0.01~3モル%、より好ましくは0.1~1.0モル%である。

30

分岐化剤としては、例えば、1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、4,4'-[1-[4-[1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-メチルエチル]フェニル]エチリデン]ビスフェノール、 $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})_3$ -トリス(4-ヒドロキシフェニル)-1,3,5-トリイソプロピルベンゼン、1-[1-メチル-4-(4'-ヒドロキシフェニル)エチル]-4-[1,3-ビス(4''-ヒドロキシフェニル)エチル]ベンゼン、フロログリシン、トリメリット酸、イサチンビス(o-クレゾール)等の官能基を3つ以上有する化合物が挙げられる。

【0028】

本発明のポリカーボネート樹脂は、カーボネート原料と二価フェノールとを反応させることによって製造される。カーボネート原料とは、縮合反応や交換反応などの重合体生成反応によってポリカーボネート主鎖中にカーボネート結合を生成し得る化合物のことである。このような化合物としては、界面重縮合法によりポリカーボネートを製造する場合には、ホスゲンをはじめ、トリホスゲン、プロモホスゲン、ビス(2,4,6-トリクロロフェニル)カーボネート、ビス(2,4-ジクロロフェニル)カーボネート、ビス(2-シアノフェニル)カーボネート、クロロギ酸トリクロロメチルなどが挙げられる。

40

また、エステル交換反応法(溶融法)によるポリカーボネートの製造においては、カーボネート原料としては炭酸ジエステルが使用され、炭酸ジエステルとしては、炭酸ジアリール化合物、炭素ジアルキル化合物、炭酸アルキルアリール化合物等が挙げられる。

ここで、炭酸ジアリール化合物の具体例としては、ジフェニルカーボネート、ジトリル

50

カーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、m-クレジルカーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ビスフェノールAビスフェニルカーボネート等が挙げられる。炭酸ジアルキル化合物の具体例としては、ジエチルカーボネート、ジメチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシルカーボネート、ビスフェノールAビスメチルカーボネート等が挙げられる。炭酸アルキルアリアル化合物の具体例としては、メチルフェニルカーボネート、エチルフェニルカーボネート、ブチルフェニルカーボネート、シクロヘキシルフェニルカーボネート、ビスフェノールAメチルフェニルカーボネート等が挙げられる。

【0029】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、通常のポリカーボネートの製造において慣用されている方法、例えば、ホスゲンまたはホスゲン誘導体を使用する界面重縮合法およびエステル交換法(溶融法)などを用いて製造することができるが、これらの中で界面重縮合法が好ましい。ホスゲンまたはホスゲン誘導体を用いる界面重縮合法としては、例えば、予め前記二価フェノールのポリカーボネートオリゴマーを前記二価フェノールとホスゲンまたはホスゲン誘導体とから合成しておき、このオリゴマーの不活性有機溶剤溶液に、前記二価フェノールを含有するアルカリ水溶液及び前記天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を加えて反応させる方法、または、前記二価フェノールのアルカリ水溶液、前記天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤及び不活性有機溶剤との混合液にホスゲンまたはホスゲン誘導体を加えて反応させる方法などが挙げられるが、これらの中で前者のオリゴマー法が好適である。

10

20

【0030】

次に、オリゴマー法により本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造する方法について説明すると、先ず、アルカリ金属水酸化物の水溶液に前記二価フェノールを溶解させ、二価フェノールのアルカリ水溶液(水酸化ナトリウム等の水溶液)を調整する。次いで、このアルカリ水溶液と不活性有機溶剤(塩化メチレン等の有機溶剤)との混合液にホスゲンまたはホスゲン誘導体を導入して、前記二価フェノールのポリカーボネートオリゴマーを合成する。この際、該アルカリ水溶液のアルカリ濃度は1~15質量%の範囲が好ましく、また有機相と水相との容積比は5:1~1:7、好ましくは2:1~1:4の範囲にあるのが望ましい。反応温度は水浴冷却し、通常0~50、好ましくは5~40の範囲で選ばれ、反応時間は15分ないし4時間、好ましくは30分ないし2時間程度である。このようにして得られたポリカーボネートオリゴマーの重合度は、通常20以下、好ましくは2~10程度である。

30

【0031】

次いで、このようにして得られたポリカーボネートオリゴマーを含む有機相に、前記二価フェノールのアルカリ水溶液、前記天然物から得られる3-ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤、所望により不活性有機溶剤を加えて攪拌等を行うことにより接触させて、通常0~50、好ましくは5~40の範囲の温度において、10分ないし6時間程度界面重縮合させる。この際、該アルカリ水溶液のアルカリ濃度は1~15質量%が好ましく、また有機相と水相との容積比は7:1~1:2、好ましくは4:1~1:1の範囲にあるのが望ましい。そして、前記二価フェノールとポリカーボネートオリゴマーとの割合は、(二価フェノール)/(ポリカーボネートオリゴマーのクロロホーメート基)のモル比が、通常0.4~0.55、好ましくは0.45~0.5になるように選ばれる。また、アルカリ金属水酸化物とポリカーボネートオリゴマーとの割合は、(アルカリ金属水酸化物)/(ポリカーボネートオリゴマーのクロロホーメート基)のモル比が、通常1.0~2.0、好ましくは1.2~1.7になるように選ばれる。また、末端停止剤の使用量は、(末端停止剤)/(ポリカーボネートオリゴマーのクロロホーメート基)のモル比が、通常0.02~0.20、好ましくは0.04~0.17になるように選ばれる。さらに、この反応において、所望に応じて触媒を用いることができる。触媒の使用量は、(触媒)/(ポリカーボネートオリゴマーのクロロホーメート基)のモル比が、通常 1.0×10^{-3} ~ 10.0×10^{-3} 、好ましくは 1.0×10^{-3} ~ 5.0×10^{-3} になるように

40

50

選ばれる。

【0032】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造において用いられるアルカリ金属の水酸化物としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化セシウムなどが挙げられる。これらの中では、水酸化ナトリウムと水酸化カリウムが好適である。また、不活性有機溶剤としては、各種のものがある。例えば、ジクロロメタン（塩化メチレン）；クロロホルム；1, 1 - ジクロロエタン；1, 2 - ジクロロエタン；1, 1, 1 - トリクロロエタン；1, 1, 2 - トリクロロエタン；1, 1, 1, 2 - テトラクロロエタン；1, 1, 2, 2 - テトラクロロエタン；ペンタクロロエタン、クロロベンゼンなどの塩素化炭化水素や、アセトフェノンなどが挙げられる。これらの有機溶剤はそれぞれ単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。これらの中では、クロロホルムや塩化メチレンが好ましく、特に塩化メチレンが好適である。

10

【0033】

前記触媒としては、各種のものを用いることができる。具体的には四級アンモニウム塩、四級ホスホニウム塩あるいは三級アミンなどで、例えば、四級アンモニウム塩としては、トリメチルベンジルアンモニウムクロライド、トリエチルベンジルアンモニウムクロライド、トリブチルベンジルアンモニウムクロライド、トリオクチルメチルアンモニウムクロライド、テトラブチルアンモニウムクロライド、テトラブチルアンモニウムプロマイドなどが挙げられる。また、四級ホスホニウム塩としては、例えば、テトラブチルホスホニウムクロライド、テトラブチルホスホニウムプロマイドなどが、そして、三級アミンとしては、例えば、トリエチルアミン、トリブチルアミン、N, N - ジメチルシクロヘキシルアミン、ピリジン、ジメチルアニリンなどが挙げられる。

20

前記触媒の中では、三級アミンが好ましく、特にトリエチルアミンが好適である。

このようにして得られたポリカーボネート樹脂を含む有機溶媒溶液から、通常の方法に従って回収操作を行うことにより、本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂を得ることができる。

【0034】

エステル交換反応法（溶融法）によるポリカーボネートの製造においては、二価フェノール、炭酸ジエステル、及び前記3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤と、必要に応じ分岐剤等を用いて、溶融状態でエステル交換反応させ、副生するフェノールを減圧条件等で系外に除去することで、ポリカーボネート樹脂を得ることができる。エステル交換反応法では、反応促進のためエステル交換触媒を使用することもできる。エステル交換触媒としては、ナトリウム、カルシウム及びセシウム等の塩やアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましい。

30

【0035】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、天然物から得られる3 - ペンタデシルフェノールを含む末端停止剤を用いてなるものであり、その粘度平均分子量は、特に限定されるものではないが、薄肉の液晶部材を成形する際の流動性と強度を保つ上から、8, 000 ~ 30, 000、好ましくは8, 000 ~ 22, 000、より好ましくは8, 000 ~ 19, 000、特に好ましくは8, 000 ~ 14, 000とすることが望ましい。

40

【0036】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は色調に優れ、以下の測定方法におけるYI値が好ましくは1.1以下、より好ましくは1.0以下である。また、以下の測定方法における波長400nmの光線透過率が好ましくは85%以上、より好ましくは87%以上、更に好ましくは88.1%以上である。

< YI値の測定方法 >

ポリカーボネート樹脂にビス(2, 6 - ジ - t - ブチル - 4 - メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを500質量ppm添加して、ベント付き40mmの単軸押出機によって樹脂温280、スクリー回転数100rpmで溶融混練押出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み3mmの成形品を成形し、分光測色計で測定面

50

積 30、C2光源の透過法で測定する。

<波長400nmの光線透過率の測定方法>

ポリカーボネート樹脂にビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイトを500質量ppm添加して、ベント付き40mmの単軸押出機によって樹脂温280、スクリー回転数100rpmで熔融混練押出し、ペレットを得、得られたペレットを用い、厚み3mmの成形品を成形し、分光光度計を用い、全光線透過率を測定する。

【0037】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、該液晶部材用ポリカーボネート樹脂以外の芳香族ポリカーボネート樹脂と任意の割合で混合して、液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物とすることができる。本発明の前記液晶部材用ポリカーボネート樹脂又は前記液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物には、必要に応じて、酸化防止剤、紫外線吸収剤、難燃剤、離型剤、無機充填材(ガラス繊維、タルク、酸化チタン、マイカ等)、着色剤、光拡散剤等の添加剤を目的とする液晶部材に必要とされる特性に応じて用いることができる。

上記の液晶部材用ポリカーボネート樹脂又は液晶部材用ポリカーボネート樹脂と該液晶部材用ポリカーボネート樹脂以外の芳香族ポリカーボネート樹脂を含む液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物は、射出成形、射出圧縮成形、押出成形、ブロー成形等の各種成形方法により、携帯電話、液晶テレビ、パソコン、電子辞書、電子書籍等に用いられる液晶表示装置の液晶部材とすることができる。

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂及びそれを用いた液晶部材用ポリカーボネート樹脂組成物は、流動性及び色調に優れるため、特に、厚みの薄い成形体を製造する場合は、射出成形により成形することが望ましく、液晶表示装置の導光板や光拡散板用の樹脂として好適に用いることができる。

【実施例】

【0038】

以下に実施例、比較例を挙げ、本発明を更に詳しく説明する。なお、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。なお、実施例及び比較例中の測定評価は以下に示す方法で行った。

【0039】

<粘度平均分子量(M_v)の測定>

粘度平均分子量(M_v)は、ウベローデ型粘度計を用いて、20における塩化メチレン溶液の粘度を測定し、これより極限粘度[]を求め、次式にて算出するものである。

$$[] = 1.23 \times 10^{-5} M_v^{0.83}$$

【0040】

<3-ペンタデシルフェノールの純度及び不純物量の測定方法>

3-ペンタデシルフェノール、及びレゾルシノール誘導体は、液体クロマトグラフィー(アジレント・テクノロジー社製、製品名:「AGILENT 1200」)を用い、カラムとして「L-column ODS」(一般財団法人化学物質評価研究機構製、4.6mm ID×150mm、粒径3μm)、移動相としてアセトニトリル/ギ酸バッファ=95/5(vol/vol)を用いて測定した。

フェノール誘導体は、ガスクロマトグラフ質量分析計(日本電子株式会社製、製品名:「JMS-Q1000GC」)にて、長さ30m×内径250μm×膜厚0.25μmのカラム「VF-1」を用いて測定した。

<末端基組成量の測定>

NMR装置(日本電子株式会社製、製品名:「JNM-LA500」)を用い、¹H-NMRを測定して、ポリカーボネート樹脂の末端基組成量を算出した。

<未反応PDP量の測定>

ポリカーボネート樹脂ペレット2gをクロロホルム15mlで溶解し、ヘキサン25mlを加え、ポリカーボネート樹脂を析出させた。その後、上澄み液を20ml採取し、濃

10

20

30

40

50

縮乾固し、THF、水、アセトニトリル = 9 / 7 / 14 (体積比) で混合した混合溶媒を 10 mL 加えた。前記混合溶液中に含まれる PDP 量を、高速液体クロマトグラフィー (日本分光株式会社製、製品名: 「LC-2000」) を用いて定量し、ポリカーボネート樹脂中の未反応 PDP 量を算出した。

【0041】

< 流れ値 (Q 値) の測定 >

高架式フローテスターを用い、JIS K7210 に準拠して、280、15.7 MPa の圧力下で、直径 1 mm、長さ 10 mm のノズルより流出する溶融樹脂量 ($\times 10^{-2}$ mL / 秒) を測定した。

【0042】

< 薄肉成形性の評価 >

参考例 1 ~ 12、実施例 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 3 で得られたポリカーボネート樹脂に、アデガスタブ PEP36 [株式会社 ADEKA 製、ビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイト] を 500 質量 ppm 添加し、ベント付き 40 mm の単軸押出機によって樹脂温度 280、スクリー回転数 100 rpm で溶融混練押出し、それぞれのペレットを得た。得られた各ペレットを用い、50 mm \times 90 mm \times 0.4 mm の平板を成形し、その成形性を下記の判断基準により、~ x で評価した。

: 厚み 0.4 mm の平板の面積 100% に樹脂を充填でき、平板を成形できた。

: 厚み 0.4 mm の平板の面積 75% ~ 100% 未満に樹脂を充填できた。

: 厚み 0.4 mm の平板に面積 50% ~ 75% 未満しか樹脂を充填できなかった。

x: 厚み 0.4 mm の平板に面積 50% 未満しか樹脂を充填できなかった。

【0043】

< YI 値の測定 >

参考例 1 ~ 12、実施例 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 3 で得られたポリカーボネート樹脂に、アデガスタブ PEP36 [株式会社 ADEKA 製、ビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイト] を 500 質量 ppm 添加し、ベント付き 40 mm の単軸押出機によって樹脂温 280、スクリー回転数 100 rpm で溶融混練押出し、それぞれのペレットを得た。得られたペレットを用い、厚み 3 mm の成形品を 320 にて成形し、分光測色計 (日本電色工業株式会社製、製品名: 「90」) で測定面積 30、C2 光源の透過法で測定した。

< 波長 400 nm の光線透過率の測定方法 >

参考例 1 ~ 12、実施例 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 3 で得られたポリカーボネート樹脂に、アデガスタブ PEP36 [株式会社 ADEKA 製、ビス(2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイト] を 500 質量 ppm 添加し、ベント付き 40 mm の単軸押出機によって樹脂温 280、スクリー回転数 100 rpm で溶融混練押出し、それぞれのペレットを得た。得られたペレットを用い、厚み 3 mm の成形品を 320 にて成形し、分光光度計 (株式会社日立ハイテクノロジーズ製、製品名: 「U-4100」) を用い、全光線透過率を測定した。

【0044】

参考例 1

(1) ポリカーボネートオリゴマーの製造

濃度 5.6 質量% 水酸化ナトリウム水溶液に、後に溶解するビスフェノール A (BPA) に対して 0.2 質量% の亜二チオン酸ナトリウムを加え、ここに BPA 濃度が 13.5 質量% になるように BPA を溶解し、BPA の水酸化ナトリウム水溶液を調製した。内径 6 mm、管長 30 m の管型反応器に、上記 BPA の水酸化ナトリウム水溶液を 40 L / h r 及び塩化メチレンを 15 L / h r の流量で連続的に通すと共に、ホスゲンを 4.0 kg / h r の流量で連続的に通した。管型反応器はジャケット部分を有しており、ジャケットに冷却水を通して反応液の温度を 40 以下に保った。

管型反応器から送出された反応液は、後退翼を備えた内容積 40 L のバッフル付き槽型

10

20

30

40

50

反応器へ連続的に導入され、ここにさらにBPAの水酸化ナトリウム水溶液を2.8 L / hr、25質量%水酸化ナトリウム水溶液を0.07 L / hr、水を1.7 L / hr、1質量%トリエチルアミン水溶液を0.64 L / hr、及び20質量%のp-t-ブチルフェノール(P T B P)の塩化メチレン溶液149.2 kg / hrの流量で供給し、29~32で反応を行った。槽型反応器から反応液を連続的に抜き出し、静置することで水相を分離除去し、塩化メチレン相を採取した。このようにして得られたポリカーボネートオリゴマー溶液は、オリゴマー濃度315 g / L、クロロホーメート基濃度0.75 mol / Lであった。

【0045】

(2) 液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造

邪魔板、パドル型攪拌翼を備えた内容積1 Lの槽型反応器に上記ポリカーボネートオリゴマー溶液333 mL、塩化メチレン217 mLを仕込み、3-ペンタデシルフェノール(m-PDP)[東京化成工業株式会社製、純度:92.10質量%、レゾルシノール誘導体:2.15質量%、フェノール誘導体:5.11質量%]14 gを溶解後、トリエチルアミン111 μ Lを加え、ここに6.4質量%水酸化ナトリウム水溶液33.3 gを攪拌下で添加し、10分間反応を行った。次いで、BPAの水酸化ナトリウム水溶液(NaOH 14 gと亜二チオン酸ナトリウム55 mgを水203 mLに溶解した水溶液に、BPA 27.4 gを溶解したものを)を添加し、50分間重合反応を行った。

希釈のため塩化メチレン200 mLを加え10分間攪拌した後、ポリカーボネート樹脂を含む有機相と過剰のビスフェノールA及びNaOHを含む水相に分離し、有機相を単離した。得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液を、その溶液に対し順次15容量%の0.03 mol / L・NaOH水溶液と0.2 mol / L塩酸で洗浄し、次いで洗浄後の水相中の電気伝導度が0.05 μ S / m以下になるまで純水で洗浄を繰り返した。洗浄により得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液を濃縮・粉碎し、得られたフレークを減圧下、100で乾燥し、ポリカーボネート樹脂を得た。得られたポリカーボネート樹脂について、末端停止剤として使用したm-PDP及びP T B Pに由来するポリカーボネート樹脂の末端組成は、m-PDP由来が6.87 mol %、P T B P由来が1.44 mol %であった。また、得られたポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(M_v)は8700であり、流れ値(Q値)は165 $\times 10^{-2}$ mL / 秒であり、薄肉成形性はであった。これらの測定結果を表1に示す。

【0046】

参考例2

参考例1の(2)においてm-PDPの量を8.8 gに代えた以外は参考例1と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0047】

参考例3

参考例1の(2)においてm-PDPの量を7.6 gに代えた以外は参考例1と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0048】

参考例4

参考例1の(2)においてオリゴマー溶液を349 mL、塩化メチレンを191 mL、m-PDPを1.6 g、トリエチルアミンを110 μ L、6.4質量%水酸化ナトリウム水溶液を33 g、BPAの水酸化ナトリウム水溶液をNaOH 14 gと亜二チオン酸ナトリウム54 mgを水199 mLに溶解した水溶液にBPA 26.9 gを溶解したものに代え、BPAの水酸化ナトリウム水溶液を加えると同時にP T B P 2.4 gを塩化メチレン10 mLに溶解したものを添加した以外は参考例1と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0049】

参考例5

参考例3において、m-PDPを3.2 gに、P T B Pを1.6 gに代えた以外は参考

10

20

30

40

50

例 3 と同様に行った。その測定結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 0 】

参考例 6

参考例 5 において、m - P D P を 4 . 9 g に、P T B P を 0 . 8 g に代えた以外は参考例 5 と同様に行った。その測定結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 1 】

参考例 7

参考例 1 の (2) のポリカーボネートオリゴマー溶液を 1 3 . 4 L、塩化メチレン 9 . 8 L、m - P D P を 2 8 0 g、トリエチルアミンを 4 . 1 m L、6 . 4 質量 % 水酸化ナトリウム水溶液を 8 5 g、B P A の水酸化ナトリウム水溶液を N a O H 5 4 5 g と亜二チオン酸ナトリウム 2 . 2 g を水 8 L に溶解した水溶液に B P A 1 1 7 6 g を溶解したものに代えた以外は参考例 1 と同様に行った。その測定結果を表 1 に示す。

10

【 0 0 5 2 】

参考例 8

参考例 1 の (2) のポリカーボネートオリゴマー溶液を 1 4 3 m L、塩化メチレン 8 2 m L、m - P D P を 2 g、トリエチルアミンを 2 μ L、6 . 4 質量 % 水酸化ナトリウム水溶液を 2 6 . 8 g、B P A の水酸化ナトリウム水溶液を N a O H 4 . 7 g と亜二チオン酸ナトリウム 2 0 m g を水 6 9 m L に溶解した水溶液に B P A 9 . 8 g を溶解したものに代えた以外は参考例 1 と同様に行った。その測定結果を表 1 に示す。

20

【 0 0 5 3 】

参考例 9

参考例 1 の (2) において、ポリカーボネートオリゴマー溶液を 2 8 6 m L、塩化メチレンを 1 6 4 m L、m - P D P を 4 g、トリエチルアミンを 9 0 μ L に代え、6 . 4 質量 % 水酸化ナトリウム水溶液の代わりに B P A の水酸化ナトリウム水溶液を N a O H 1 2 . 9 g と亜二チオン酸ナトリウム 4 4 m g を水 1 8 8 m L に溶解した水溶液に B P A 2 2 g を添加し、重合を 6 0 分を行った以外は参考例 1 と同様に行った。その測定結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 4 】

参考例 1 0

(1) ポリカーボネートオリゴマーの製造

30

濃度 5 . 6 質量 % 水酸化ナトリウム水溶液に、後に溶解する B P A に対して 0 . 2 質量 % の亜二チオン酸ナトリウムを加え、ここに B P A 濃度が 1 3 . 5 質量 % になるように溶解し、モノマーの水酸化ナトリウム水溶液を調製した。内径 6 m m、管径 3 0 m の管型反応器に、上記モノマーの水酸化ナトリウム水溶液を 4 0 L / h r 及び塩化メチレンを 3 5 L / h r の流量で連続的に通すと共に、ホスゲンを 4 . 0 k g / h r の流量で連続的に通した。管型反応器はジャケット部分を有しており、ジャケットに冷却水を通して反応液の温度を 4 0 以下に保った。

管型反応器から送出された反応液は、静置することで水相を分離除去し、塩化メチレン相を採取した。このようにして得られたポリカーボネートオリゴマー溶液は、オリゴマー濃度 2 2 5 g / L、クロロホーメート基濃度 0 . 7 3 m o l / L だった。

40

【 0 0 5 5 】

(2) 液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造

邪魔板、パドル型攪拌翼を備えた内容積 1 L の槽型反応器に上記オリゴマー溶液 4 8 9 m L、塩化メチレン 6 1 m L を仕込み、3 - ペンタデシルフェノール (m - P D P) [東京化成工業株式会社製、純度 : 9 2 . 1 0 質量 %] 9 . 6 g を溶解後、トリエチルアミン 1 4 9 μ L を加え、ここに 6 . 4 質量 % 水酸化ナトリウム水溶液 4 7 g を攪拌下で添加し、1 0 分間反応を行った。次いで、B P A の水酸化ナトリウム水溶液 (N a O H 1 8 . 4 g と亜二チオン酸ナトリウム 7 3 m g を水 2 6 9 m L に溶解した水溶液に、B P A 3 6 . 6 g を溶解したものを) を添加し、5 0 分間重合反応を行った。

希釈のため塩化メチレン 2 0 0 m L を加え 1 0 分間攪拌した後、ポリカーボネートを含

50

む有機相と過剰のビスフェノールA及びNaOHを含む水相に分離し、有機相を単離した。得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液を、その溶液に対し順次15容量%の0.03mol/L・NaOH水溶液と0.2mol/L塩酸で洗浄し、次いで洗浄後の水相中の電気伝導度が0.05 μ S/m以下になるまで純水で洗浄を繰り返した。洗浄により得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液を濃縮・粉碎し、得られたフレークを減圧下、100で乾燥し、ポリカーボネート樹脂を得た。得られたポリカーボネート樹脂について、末端停止剤として使用したm-PDPに由来するポリカーボネート樹脂の末端組成、粘度平均分子量(M_v)、流れ値(Q値)及び薄肉成形性の評価についての結果を表1に示す。

【0056】

参考例11

参考例10の(2)において、m-PDPを10.1gに代えた以外は参考例10と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0057】

参考例12

参考例10の(2)において、塩化メチレンを55mL、m-PDPを7.9g、トリエチルアミン134.5 μ L、6.4質量%の40.3g、BPAの水酸化ナトリウム水溶液をNaOH 16.7gと亜二チオン酸ナトリウム66mgを水245mLに溶解した水溶液にBPA 33gを溶解したものに代えた以外は参考例10と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0058】

比較例1

参考例8において、m-PDPの代わりにPTBPを2.61g、トリエチルアミンを35 μ L、BPAの水酸化ナトリウム水溶液をNaOH 15gと亜二チオン酸ナトリウム51mgを水219mLに溶解した水溶液にBPA 25.7gを溶解したものに代えた以外は参考例8と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0059】

比較例2

比較例1の(2)においてPTBPを3.3gに代えた以外は比較例1と同様に行った。その測定結果を表1に示す。

【0060】

10

20

30

【表 1】

表1

| | 参考例 | | | | | | | | | | | | 比較例 | |
|------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 1 | 2 |
| m-PDP | 6.87 | 5.63 | 4.82 | 0.95 | 1.93 | 2.86 | 4.03 | 3.08 | 3.03 | 5.58 | 5.99 | 4.53 | 0 | 0 |
| PTBP | 1.44 | 2.88 | 3.23 | 5.84 | 4.54 | 3.17 | 2.43 | 2.91 | 3.04 | 0 | 0 | 0 | 5.88 | 6.71 |
| m-PDP/PTBP | 4.77 | 1.95 | 1.49 | 0.16 | 0.43 | 0.90 | 1.66 | 1.06 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | - | - |
| Mv | 8700 | 10400 | 11800 | 12700 | 12600 | 12900 | 13100 | 14500 | 15600 | 14500 | 14000 | 17000 | 14100 | 12500 |
| Q値(280°C) | 165 | 150 | 142 | 72 | 75.1 | 64.3 | 90 | 50 | 62.5 | 72 | 85 | 37 | 32 | 40 |
| 薄肉成形性 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ○ | ○ | ◎ | ○ | ○ | ○ | ◎ | △ | × | △ |

10

20

30

40

実施例 1

(1) 3-ペンタデシルフェノール(m-PDP)の精製

内径30mm、容量500mLのカラムに6mmマクマホンパッキング(Mc.MAHON Packing)を充填して精留塔とし、内温測定装置の付いた2Lフラスコに取り付け、充填塔頂には還流比(還流量/流出量)を調整する器具と塔頂温度を測定する装置、更には減圧度調整装置を取り付けた。東京化成工業株式会社製の水添カルダノール[3-ペンタデシルフェノール:92.10質量%、レゾルシノール誘導体:2.15質量%、フェノール誘導体:5.11質量%]1006.96gをフラスコに供給し、窒素置換後、加熱減圧を開始した。減圧度2mmHg、還流量/流出量=1に設定し、塔頂温度205~210の留分を分取した。この時、フラスコ温度は230~245であった。分取量は825.71g(仕込みの82%)、3-ペンタデシルフェノールの純度は93.61%であった。

10

次に、得られた粗3-ペンタデシルフェノール(純度:93.61%)を60の湯浴にて融解させ規格瓶に70g秤量した後、420gのn-ヘキサンを加え溶解させた。室温にて12時間静置し、析出した固体を減圧濾過した後、室温にて8時間減圧乾燥することにより対応する純度97.75質量%の3-ペンタデシルフェノール48gを得た。このとき、不純物として、レゾルシノール誘導体0.03質量%、フェノール誘導体2.04質量%を含有していた。

この方法で得られた純度97.75質量%の3-ペンタデシルフェノール70gを60の湯浴にて融解させ、規格瓶に70g秤量した後、420gのn-ヘキサンを加え溶解させた。室温にて12時間静置し、析出した固体を減圧濾過した後、室温にて8時間減圧乾燥することにより、純度99.33質量%の3-ペンタデシルフェノール54gを得た。このとき、不純物として、レゾルシノール誘導体0.07質量%、フェノール誘導体0.28質量%を含有していた。

20

【0062】

(2) 液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造

邪魔板、パドル型攪拌翼を備えた内容積50Lの槽型反応器に参考例1の(1)で得られたオリゴマー溶液18L、塩化メチレン10.1Lを仕込み、上記(1)3-ペンタデシルフェノール(m-PDP)の精製により得られた純度97.75質量%の3-ペンタデシルフェノール(m-PDP)381gを溶解後、トリエチルアミン5mLを加え、ここに6.4質量%水酸化ナトリウム水溶液1.6kgを攪拌下で添加し、10分間反応を行った。次いで、BPAの水酸化ナトリウム水溶液(NaOH 665gと亜ジチオン酸ナトリウム2.6gを水9.7Lに溶解した水溶液に、BPA 1.3kgを溶解したものを)を添加し、50分間重合反応を行った。

30

希釈のため塩化メチレンを加え10分間攪拌した後、重合反応により生成したポリカーボネート樹脂を含む有機相と過剰のビスフェノールA及びNaOHを含む水相に分離し、有機相を単離した。得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液(有機相)を、その溶液に対し順次15容量%の0.03mol/L・NaOH水溶液と0.2mol/L塩酸で洗浄し、次いで洗浄後の水相中の電気伝導度が0.05μS/m以下になるまで純水で洗浄を繰り返した。洗浄により得られたポリカーボネート樹脂の塩化メチレン溶液を濃縮・粉砕し、得られたフレークを減圧下、100で乾燥し、ポリカーボネート樹脂を得た。¹H-NMRにより測定したm-PDPに由来する末端基組成量は4.53mol%であり、PTBPに由来する末端基組成量は2.92mol%であり、OHに由来する末端基組成量は0.03mol%であり、未反応PDPの量は6質量ppmであった。また、得られたポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量(Mv)は11900であり、280での流れ値(Q値)は123(x10⁻²mL/秒)であり、薄肉成形性はであった。また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂のYIを測定したところ、1.1であった。

40

また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂の波長400nmにおける全光線透過率を測定したところ、88.1%であった。

50

【0063】

実施例 2

実施例 1 の (2) 液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造において、純度 97.75 質量%の 3 - ペンタデシルフェノール (m - P D P) に代えて、実施例 1 の (1) で得られた純度 99.33 質量%の 3 - ペンタデシルフェノール (m - P D P) を用いた以外は、実施例 1 の (2) と同様にして、液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造した。得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂を ^1H - N M R により測定した m - P D P に由来する末端基組成量は 4.54 mol % であり、P T B P に由来する末端基組成量は 2.69 mol % であり、O H に由来する末端基組成量は 0.04 mol % であり、未反応 P D P の量は 6 質量 ppm であった。この液晶部材用ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量 (M v) は 11500 であり、流れ値 (Q 値) は 127 ($\times 10^{-2}$ mL / 秒) であり、薄肉成形性は であった。また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂 Y I を測定したところ、1.0 であった。

10

また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂の波長 400 nm における全光線透過率を測定したところ、88.6 % であった。

【0064】

比較例 3

実施例 1 の (2) 液晶部材用ポリカーボネート樹脂の製造において、純度 97.75 質量%の 3 - ペンタデシルフェノールに代えて、純度 92.10 質量%の 3 - ペンタデシルフェノール [東京化成工業株式会社製] を用いた以外は、実施例 1 の (2) と同様にして、液晶部材用ポリカーボネート樹脂を製造した。得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂を ^1H - N M R により測定した m - P D P に由来する末端基組成量は 4.55 mol % であり、P T B P に由来する末端基組成量は 2.90 mol % であり、O H に由来する末端基組成量は 0.06 mol % であり、未反応 P D P の量は 7 質量 ppm であった。この液晶部材用ポリカーボネート樹脂の粘度平均分子量 (M v) は 12000 であり、流れ値 (Q 値) は 123 ($\times 10^{-2}$ mL / 秒) であり、薄肉成形性は であった。また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂 Y I を測定したところ、4.6 であった。

20

また、得られた液晶部材用ポリカーボネート樹脂の波長 400 nm における全光線透過率を測定したところ、81.7 % であった。

【0065】

30

上記の参考例 1 ~ 12 及び実施例 1 ~ 2 で得られた、液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、流れ値 (Q 値) が高く、特に薄肉成形性に優れ、液晶部材用ポリカーボネート樹脂として好適に用いることができる。また、実施例 1 及び 2 から、高純度 m - P D P を用いた場合、Y I が低く、透明性に優れる液晶部材用ポリカーボネート樹脂とすることができ、導光板や光拡散板等に好適に用いることができる。

【産業上の利用可能性】

【0066】

本発明の液晶部材用ポリカーボネート樹脂は、流動性及び色調に優れるために、成形性に優れ、特に、厚みの薄い成形体、液晶表示装置の導光板、光拡散板やその他 O A 機器材料部材の製造に適する。

40

【 国際調査報告 】

| INTERNATIONAL SEARCH REPORT | | International application No. PCT/JP2014/060926 |
|--|---|---|
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C08G64/14(2006.01)i, C07C39/06(2006.01)i, F21S2/00(2006.01)i, G02F1/1333(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | |
| B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08G64/14, C07C39/06, F21S2/00, G02F1/1333 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2014 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2014 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2014 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X Y | JP 2004-331688 A (Teijin Chemicals Ltd.), 25 November 2004 (25.11.2004), claims; paragraphs [0028], [0046], [0072]; examples (Family: none) | 1-18 19-21 |
| Y | JP 2004-507585 A (General Electric Co.), 11 March 2004 (11.03.2004), claims; paragraphs [0016], [0017] & US 6255439 B1 & EP 1315692 A1 & WO 2002/018312 A1 & DE 60130345 T & AU 6858001 A & CN 1449367 A | 19-21 |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex. | | |
| * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | | |
| Date of the actual completion of the international search 02 May, 2014 (02.05.14) | | Date of mailing of the international search report 13 May, 2014 (13.05.14) |
| Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office | | Authorized officer |
| Facsimile No. | | Telephone No. |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/060926

| C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|---|--|-----------------------|
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | JP 2005-511811 A (General Electric Co.), 28 April 2005 (28.04.2005), the entire specification & US 2003/0105271 A1 & EP 1436342 A1 & WO 2003/048230 A1 & DE 60213270 T & KR 10-2005-0035139 A & CN 1697849 A & AU 2002351483 A | 1-21 |
| A | WO 2011/096089 A1 (Teijin Ltd.), 11 August 2011 (11.08.2011), the entire description & DE 102009027836 A | 1-21 |

| 国際調査報告 | | 国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 4 / 0 6 0 9 2 6 | | | | | | | | | |
|---|---|--|---------------|-----------|------------|-------------|------------|-------------|------------|-------------|------------|
| A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C08G64/14(2006.01)i, C07C39/06(2006.01)i, F21S2/00(2006.01)i, G02F1/1333(2006.01)i | | | | | | | | | | | |
| B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C08G64/14, C07C39/06, F21S2/00, G02F1/1333 | | | | | | | | | | | |
| 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2014年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2014年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2014年</td> </tr> </table> | | | | 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 | 日本国公開実用新案公報 | 1971-2014年 | 日本国実用新案登録公報 | 1996-2014年 | 日本国登録実用新案公報 | 1994-2014年 |
| 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 | | | | | | | | | | |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2014年 | | | | | | | | | | |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2014年 | | | | | | | | | | |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2014年 | | | | | | | | | | |
| 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) | | | | | | | | | | | |
| C. 関連すると認められる文献 | | | | | | | | | | | |
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求項の番号 | | | | | | | | | |
| X Y | JP 2004-331688 A (帝人化成株式会社) 2004.11.25, 特許請求の範囲、[0028]、[0046]、[0072]、実施例 ファミリーなし | 1-18 19-21 | | | | | | | | | |
| Y | JP 2004-507585 A (ゼネラル・エレクトリック・カンパニー) 2004.03.11, 特許請求の範囲、[0016]、[0017] & US 6255439 B1 & EP 1315692 A1 & WO 2002/018312 A1 & DE 60130345 T & AU 6858001 A & CN 1449367 A | 19-21 | | | | | | | | | |
| <input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。 | | | | | | | | | | | |
| * 引用文献のカテゴリー | | の日の後に公表された文献 | | | | | | | | | |
| 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの | | 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの | | | | | | | | | |
| 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの | | 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの | | | | | | | | | |
| 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) | | 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの | | | | | | | | | |
| 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 | | 「&」同一パテントファミリー文献 | | | | | | | | | |
| 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 | | | | | | | | | | | |
| 国際調査を完了した日 02.05.2014 | | 国際調査報告の発送日 13.05.2014 | | | | | | | | | |
| 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 | | 特許庁審査官 (権限のある職員) 繁田 えい子 | 4 J 9 3 4 2 | | | | | | | | |
| | | 電話番号 03-3581-1101 内線 3457 | | | | | | | | | |

| 国際調査報告 | | 国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 4 / 0 6 0 9 2 6 |
|-----------------------|---|--------------------------------------|
| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求項の番号 |
| A | JP 2005-511811 A (ゼネラル・エレクトリック・カンパニー) 2005.04.28, 明細書全体 & US 2003/0105271 A1 & EP 1436342 A1 & WO 2003/048230 A1 & DE 60213270 T & KR 10-2005-0035139 A & CN 1697849 A & AU 2002351483 A | 1-21 |
| A | WO 2011/096089 A1 (帝人株式会社) 2011.08.11, 明細書全体 & DE 102009027836 A | 1-21 |

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(72)発明者 山田 亜起
千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(72)発明者 菅 浩一
千葉県市原市姉崎海岸1番地1

(72)発明者 中山 ユミ
千葉県市原市姉崎海岸1番地1

Fターム(参考) 2G059 AA02 BB08 EE01 HH02 KK01
4J002 CG01W CG01X EW066 GP00 GQ00
4J029 AA10 AB02 AC04 AD01 AD10 AE04 BB13A FA07 HA01 HC01
JA091 JA201 JC031 JF031 KB12 KB22 KB25 KE09 LA04

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。