

【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 19 年 11 月 8 日 (2007.11.8)

【公表番号】特表 2003-507550 (P2003-507550A)
 【公表日】平成 15 年 2 月 25 日 (2003.2.25)
 【出願番号】特願 2001-518782 (P2001-518782)
 【国際特許分類】

C 0 8 G 65/30 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 65/30 Z A B

【手続補正書】
 【提出日】平成 19 年 8 月 23 日 (2007.8.23)
 【手続補正 1】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】特許請求の範囲
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリエーテルの製造方法であって、以下の工程

- a) 少なくとも 1 つの活性水素含有基を有する開始剤化合物をセシウム重合触媒と反応させて、活性水素含有基の水素原子の少なくとも一部をセシウムカチオンで置換してアルコキシド開始剤を形成すること、
 - b) 前記アルコキシド開始剤を少なくとも 1 種のアルキレンオキシドと反応させて粗製ポリエーテルを形成すること、
 - c) エマルジョンが形成しかつセシウム重合触媒が水相中に溶解又は懸濁した水酸化セシウムに変換されるような条件下に、前記粗製ポリエーテルを水と混合すること、
 - d) 前記エマルジョンが水酸化セシウムを含有する水性相と、セシウム重合触媒を実質的に含まないポリエーテル相とに分離されるような条件下に、前記エマルジョンを凝集媒質に通過させること、及び
 - e) 工程 d) において得られた水酸化セシウムの少なくとも一部を工程 a) に再循環してもどすこと
- を含む方法。

【請求項 2】 工程 d) において得られた水酸化セシウムを含有する水相を水の除去により濃縮することによって濃縮された水酸化セシウム溶液を形成し、そして濃縮された水酸化セシウム溶液を工程 e) において工程 a) に再循環させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 水酸化セシウムを含有する水相から除去された水の少なくとも一部を再循環し、工程 c) において使用してエマルジョンを形成する、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】 前記凝集媒質が粒状二酸化ジルコニウムを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】 粗製ポリエーテルを形成しかつこの粗製ポリエーテルからセシウム触媒を除去する方法であって、以下の工程

- a) 少なくとも 1 種の開始剤化合物及び有効量のセシウム重合触媒の存在下において少なくとも 1 種のアルキレンオキシドを重合させて粗製ポリエーテルを形成すること、
- b) エマルジョンが形成するような条件下において、前記粗製ポリエーテルを水と混合すること、
- c) エマルジョンが水酸化セシウムを含有する水相と、セシウム重合触媒を実質的に含まないポリエーテル相とに分離されるような条件下において、前記エマルジョンを凝集媒質に通過させること、

d) 減圧及び高温を含む条件下においてポリエーテル相から残留水を除去して、部分的に精製されたポリエーテルと、アルキレンオキシドを含有するが他の無機不純物を実質的に含まない水再循環流体を生成すること、

e) 水再循環流体の少なくとも一部分を工程b)に再循環して戻すこと、及び

f) 工程d)からの部分的に精製されたポリエーテルを処理して残留水、アリルアルコール及び他の有機不純物を除去することを含む方法。

【請求項6】 前記アルキレンオキシドがプロピレンオキシドを含む、請求項5に記載の方法。

【請求項7】 前記凝集媒質が粒状二酸化ジルコニウムを含む、請求項6に記載の方法。

【請求項8】 工程c)において得られたセシウム触媒を含有する水相からのセシウム触媒を工程a)に再循環させる、請求項7に記載の方法。

【請求項9】 粗製ポリエーテルを凝集プロセスに付すまでの重合反応が完結する間粗製ポリエーテルを保持する、重合反応において粗製ポリエーテルを製造し、凝集プロセスにおいて粗製ポリエーテルからセシウム触媒を除去する方法であって、以下の工程

a) 少なくとも1種の開始剤化合物及び有効量のセシウム重合触媒の存在下において少なくとも1種のアルキレンオキシドを重合させて、セシウム重合触媒残留物を含有する粗製ポリエーテルを生成すること、

b) 前記粗製ポリエーテルを十分な水と混合して、セシウム触媒残留物を水中に溶解又は懸濁した水酸化セシウムに変換し、これによりポリエーテルと水性水酸化セシウムの溶液又は懸濁液を形成すること、

c) エマルジョンが形成するような、必要に応じて、より多くの水を添加することを含む条件に、ポリエーテルと水酸化セシウム溶液との混合物を暴露すること、

d) 工程c)の前又は後に、ポリエーテルとアルカリ金属水酸化物溶液との混合物を所定の時間の間保持すること、及び

e) エマルジョンが水酸化セシウムを含有する水性相と、セシウム重合触媒を実質的に含まないポリエーテル相とに分離されるような条件下において、前記エマルジョンを凝集媒質に通過させることを含む方法。

【請求項10】 粗製ポリエーテルを凝集プロセスに付すまでの重合反応が完結する間の保持期間が少なくとも4時間である、請求項9に記載の方法。

【請求項11】 工程e)において得られたセシウム触媒を含有する水相からの水の少なくとも1部を工程b)、工程c)又は工程b)及びc)の両方に再循環して戻す、請求項10に記載の方法。

【請求項12】 前記凝集媒質が粒状二酸化ジルコニウムである、請求項9に記載の方法。

【請求項13】 工程e)において得られたセシウム触媒を含有する水相からの水の少なくとも1部を工程a)に再循環して戻す、請求項12に記載の方法。

【請求項14】 非酸化性雰囲気下において実施する、請求項13に記載の方法。

【請求項15】 非酸化雰囲気下において実施する、粗製ポリエーテルを製造し、この粗製ポリエーテルからセシウム触媒を除去する方法であって、以下の工程

a) 少なくとも1種の多価開始剤化合物及び有効量のセシウム重合触媒の存在下において少なくとも1種のアルキレンオキシドを重合させて、粗製ポリエーテルを形成すること、

b) エマルジョンが形成するような条件下において、前記粗製ポリエーテルを水と混合すること、及び

c) エマルジョンが水酸化セシウムを含有する水相と、セシウム重合触媒を実質的に含まないポリエーテル相とに分離されるような条件下において、前記エマルジョンを凝集媒質に通過させること

を含む方法。

【請求項 16】 前記凝集媒質が粒状二酸化ジルコニウムを含む、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】 セシウム触媒を含有する水相からの水を工程b)に再循環させる、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】 粗製ポリエーテルからセシウム触媒を除去する方法であって、以下の工程

a) エマルジョンが形成するような条件下において、セシウム触媒残留物を含有する粗製ポリエーテルを十分な水と混合してエマルジョンを形成すること、及び

b) エマルジョンが水酸化セシウムを含有する水性相と、セシウム重合触媒を実質的に含まないポリエーテル相とに分離されるような条件下において、前記エマルジョンをジルコニウム酸化物と接触させること

を含む方法。