

【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24年11月29日(2012.11.29)

【公表番号】特表2012-513525(P2012-513525A)

【公表日】平成24年6月14日(2012.6.14)

【年通号数】公開・登録公報2012-023

【出願番号】特願2011-543518(P2011-543518)

【国際特許分類】

C 0 8 F 20/28 (2006.01)

C 0 8 G 65/48 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 20/28

C 0 8 G 65/48

【手続補正書】

【提出日】平成24年10月9日(2012.10.9)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0075

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0075】

実施例4

Cerenol(商標)H1740およびアクリロイル塩化物から出発するポリ(トリメチレンエーテル)グリコールのアクリル酸エステルの合成

49.8gのポリ(トリメチレンエーテル)グリコール(Mn=1740)および6.9gのトリエチルアミン(Aldrich、99.5%)を三ツ口ガラス反応器に取った。その後、氷浴を用いて混合物を8℃に冷却した。乾燥窒素ガスを1時間にわたり反応混合物上に通して、空気および水分を除去した。混合物を完全に攪拌するとともに温度を12℃未満に保ちつつ、6.3gのアクリロイル塩化物(Aldrich、98%)をゆっくり添加した。添加が完了した後、氷浴の氷を水と交換して、抑制された方法で反応温度を上げ、温度のいかなる急上昇も避けた。反応を28℃にもっていった後、反応混合物を30分にわたり攪拌した。反応温度を60℃にゆっくり上げ、その温度で6時間にわたり維持した。反応混合物を約35℃に冷却し、その後、50mLの5%KOH溶液、100mLのジクロロメタンおよび50mLの水を添加した。混合物を30分にわたり完全に攪拌し、分液漏斗に移送した。得られた生成物を放置して一晚沈殿させた。混合物の有機部分を単離し、500ppmの4-メトキシフェノールを添加した。30℃において、減圧(300~500mTorr)下でロータリーエバポレータを用いて溶媒を除去した。200ppmのBHTを最終生成物に添加した。得られた生成物を表1において示した通りNMRを用いて分析した。

【表 1】

表 1

実施例	粗/精製	生成物 Mn	エステル化 (モル%)	未反応アクリル酸 重量%
1	粗	376	85.4	1.2
	精製	390	88.9	0.3
2	粗	1484	71.7	4.1
	精製	1508	71.7	0.3
3	粗	1509	75.4	2
4	精製	1844	100	0

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

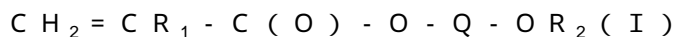
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0076】

以下、本発明を要約すると下記のとおりである。

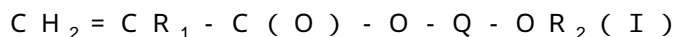
## 1. 式 (I)



[式中、Qはヒドロキシル基引抜き後のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールを表し、 $\text{R}_1$ はHまたは $\text{CH}_3$ であり、 $\text{R}_2$ の各々はHまたは $\text{CH}_2 = \text{CR}_1 - \text{C}(\text{O})$ である]

のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールの(メタ)アクリル酸エステルを、開始剤の存在下で、メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、*sec*-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、*tert*-ブチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、ヘプチルアクリレート、2-ヘプチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルブチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ヘキサデシルアクリレート、イソボルニルアクリレートおよびシクロヘキシルアクリレートからなる群から選択される1つまたはそれ以上のアクリレートエステルモノマーと反応させることを含む方法。

## 2. 式 (I)



[式中、Qはヒドロキシル基引抜き後のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールを表し、 $\text{R}_1$ はHまたは $\text{CH}_3$ であり、 $\text{R}_2$ の各々はHまたは $\text{CH}_2 = \text{CR}_1 - \text{C}(\text{O})$ である]

のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールの(メタ)アクリル酸エステルを、開始剤の存在下で、アクリロニトリル、ブタジエン、スチレン、塩化ビニル、塩化ビニリデンおよび酢酸ビニルからなる群から選択される1つまたはそれ以上のモノマーと反応させることを含む方法。

3. ポリ(トリメチレンエーテル)グリコールの(メタ)アクリル酸エステルの量が1~99質量%である、上記1または2に記載の方法。

4. 開始剤が、過氧化物、ヒドロペルオキシド、アゾ化合物、レドックス開始剤および光開始剤からなる群から選択される、上記1または2に記載の方法。

5. 上記 1 に記載の方法の生成物を含むセラミック材料。
6. 上記 1 に記載の方法の生成物を含むレザー製品。
7. 上記 1 に記載の方法の生成物を含む織布または不織布。
8. 上記 1 に記載の方法の生成物を含む塗料材料。
9. 上記 1 に記載の方法の生成物を含むパーソナルケア製品調合物。
10. 上記 1 に記載の方法の生成物を含むインク。

【手続補正 3】

【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】

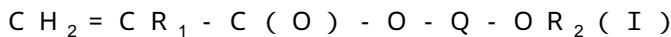
式 (I)



[ 式中、Q はヒドロキシル基引抜き後のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールを表し、 $\text{R}_1$  は H または  $\text{CH}_3$  であり、 $\text{R}_2$  の各々は H または  $\text{CH}_2 = \text{CR}_1 - \text{C}(\text{O})$  である ] のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールの(メタ)アクリル酸エステルを、開始剤の存在下で、メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、イソプロピルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、*sec*-ブチルアクリレート、イソブチルアクリレート、*tert*-ブチルアクリレート、ヘキシルアクリレート、ヘプチルアクリレート、2-ヘプチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルブチルアクリレート、ドデシルアクリレート、ヘキサデシルアクリレート、イソボルニルアクリレートおよびシクロヘキシルアクリレートからなる群から選択される 1 つまたはそれ以上のアクリレートエステルモノマーと反応させることを含む方法。

【請求項 2】

式 (I)



[ 式中、Q はヒドロキシル基引抜き後のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールを表し、 $\text{R}_1$  は H または  $\text{CH}_3$  であり、 $\text{R}_2$  の各々は H または  $\text{CH}_2 = \text{CR}_1 - \text{C}(\text{O})$  である ] のポリ(トリメチレンエーテル)グリコールの(メタ)アクリル酸エステルを、開始剤の存在下で、アクリロニトリル、ブタジエン、スチレン、塩化ビニル、塩化ビニリデンおよび酢酸ビニルからなる群から選択される 1 つまたはそれ以上のモノマーと反応させることを含む方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含むセラミック材料。

【請求項 4】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含むレザー製品。

【請求項 5】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含む織布または不織布。

【請求項 6】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含む塗料材料。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含むパーソナルケア製品調合物。

【請求項 8】

請求項 1 に記載の方法の生成物を含むインク。