

【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12月13日(2012.12.13)

【公表番号】特表2012-510539(P2012-510539A)

【公表日】平成24年5月10日(2012.5.10)

【年通号数】公開・登録公報2012-018

【出願番号】特願2011-538716(P2011-538716)

【国際特許分類】

C 09 K 21/08 (2006.01)

C 08 K 5/03 (2006.01)

C 08 L 101/00 (2006.01)

C 07 C 25/18 (2006.01)

【F I】

C 09 K 21/08

C 08 K 5/03

C 08 L 101/00

C 07 C 25/18

【手続補正書】

【提出日】平成24年10月23日(2012.10.23)

【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】

(a) 式

$\text{Ar} - \text{CH}_2 [- \text{CH}_2 \text{CH}(\text{Ar})]_n - \text{CH}_2 \text{CH}_2 - \text{Ar}$

[式中、Arは各々、分布物中の各分子について、フェニル基であり、「n」は0から6の範囲の整数であり、かつ、ここで、

(i) 前記分子の少なくとも4 GPC面積%は、0と等しい「n」値を有し、

(ii) 前記分子の1から2 GPC面積%は、1と等しい「n」値を有し、

また、

(iii) 前記分子の0から1 GPC面積%は、2と等しい「n」値を有する。]の分子の分布物、

(b) 式

$\text{Ar} - \text{CH}_2 [- \text{CH}_2 \text{CH}(\text{Ar})]_n - \text{CH}_2 \text{CH}_2 - \text{Ar} ;$

[式中、Arは各々、分布物中の各分子について、フェニル基であり、「n」は0から6の範囲の整数であり、かつ、ここで、分布物中分子の「n」値0を有する過半数および分布物中の分子の4 GPC面積%未満の「n」値1、2、3、4、5または6を有する少数がこの分布物を特徴づけ、ただし、1と等しい「n」の前記GPC面積% > 2と等しい「n」の前記GPC面積% > 3と等しい「n」の前記GPC面積% > 4と等しい「n」の前記GPC面積% > 5と等しい「n」の前記GPC面積% > 6と等しい「n」の前記GPC面積%。]の分子の分布物

(c) 式

$\text{Ar} - \text{CH}_2 [- \text{CH}_2 \text{CH}(\text{Ar})]_n - \text{CH}_2 \text{CH}_2 - \text{Ar}$

[式中、Arは各々フェニル基であり、分布物中の各分子については、「n」は0から6の範囲の整数である。]の分子の非ポリマーおよび非オリゴマーの、「n」値が1から

6を有する分子を含む分布物

の1つまたは複数を特徴とするテロマー分布物を臭素化することを含む、臭素化難燃剤組成物を製造する方法。

【請求項2】

分子の前記分布物が、「 n 」=0を有する分子が4 6から7 GPC面積%；「 n 」=1を有する分子が1 6から2 GPC面積%；および「 n 」=2を有する分子が1から14 GPC面積%の含有率を有することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

分子の前記分布物が、(i)0と等しい「 n 」値を有する分子の7 6から9 GPC面積% (ii)1と等しい「 n 」値を有する分子の1 7から5 GPC面積%、および(iii)2と等しい「 n 」値を有する分子の5から0 GPC面積%の含有率を有することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

分子の前記分布物が、(i)0と等しい「 n 」値を有する前記分子の9 5から9 GPC面積%、および(ii)1と等しい「 n 」値を有する前記分子の5から1 GPC面積%の含有率を有することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

テロマー分布物が、臭素化剤として臭素および触媒としてAlBr₃の合同または別々の供給(複数可)に近接してかつ同時に溶質として供給され、そのような供給が溶媒で予備装填した反応器になされ、かつそのような供給が、予備装填した溶媒に加え、粗反応物を少なくとも部分的に形成し、(i)分子の分布物の供給によって得られる反応生成物およびその不純物、臭素化剤およびAlBr₃；(ii)溶媒；および(iii)AlBr₃；および(iv)場合によって、未反応臭素化剤を含み、かつそのような供給が、反応物レベルの液面下になされ、かつ反応物が-20から5の範囲内の温度を有する、請求項1-4のいずれかに記載の方法。

【請求項6】

テロマー分布物供給および合同または別々の供給が衝突供給である、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

テロマー分布物がジクロロメタンを含む溶液で供給される、請求項5に記載の方法。

【請求項8】

臭素化剤およびAlBr₃の少なくとも一部がこれらを含む溶液として合同で供給される、請求項5に記載の方法。

【請求項9】

臭素化剤およびAlBr₃がこの2つを含む溶液として合同で供給される、請求項5に記載の方法。

【請求項10】

テロマー分布物供給および合同供給が衝突供給である、請求項9に記載の方法。

【請求項11】

臭素化が-10から0の範囲内の温度で生じる、請求項5に記載の方法。

【請求項12】

臭素化剤が臭素である、請求項5に記載の方法。

【請求項13】

(1)反応物を水中にクエンチしAlBr₃触媒を失活させ、水相および有機スラリー相を形成すること(2)有機スラリー相および水相を互いに分離することをさらに含む、請求項5に記載の方法。

【請求項14】

クエンチングに続いて、分離された有機スラリー相が、(i)新しい水の複数の部分を用いて洗浄されるか、または(ii)蒸留されて遊離臭素を除去し、その後塩基性NaBH₄水溶液を用いて、36から65の範囲内の温度で処理され、有効なN-プロモア

ミンを含む有効な活性臭素種を還元する、請求項 1 3 に記載の方法。

【請求項 1 5】

塩基性 NaBH₄水溶液を用いる処理に続いて、有機スラリー相が分離され、分離された洗浄水が 1.0 以下の pH を示すまで水洗浄される、請求項 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 6】

分離された有機スラリー相が、水性媒体の全重量に基づいて最大 0.1 重量 % の量の水素化ホウ素ナトリウムを場合によって含有する水性媒体を含有する容器に供給され、蒸留または共沸蒸留によって、存在し得る任意の蒸留可能な不純物を含有する溶媒を同時に除去して固体生成物を形成する、請求項 1 5 に記載の方法。

【請求項 1 7】

沈澱および溶媒の同時共沸蒸留に続いて、固体生成物が、固液分離手法によって単離され、場合によって、粉碎されまたは細分化されて所望の粒子粒度分布を得、固体生成物を不活性雰囲気下で 135 から 185 の範囲の温度で恒量まで乾燥し、前記粉碎または細分化が、固体中に存在し得る閉じ込められた臭素の、乾燥中の除去を、さらに容易にする、請求項 1 6 に記載の方法。