

(19) (KR)
(12) (B1)

(51) . Int. Cl. ⁷
C08G 65/20

(45) 2002 10 25
(11) 10 - 0358552
(24) 2002 10 15

(21) 10 - 2000 - 7001429 (65) 2001 - 0022827
(22) 2000 02 11 (43) 2001 03 26
2000 02 11
(86) PCT/JP1999/03081 (87) WO 1999/65968
(86) 1999 06 09 (87) 1999 12 23

(81) : , , ,
EP : , , , , , , , , , , , ,
, , , , , , , , , , , , , ,
(30) 98 - 181351 1998 06 15 (JP)
98 - 183295 1998 06 16 (JP)
(73) 가 가 가
1 2 6
(72) 가 가 13 - 24
(74)

(54)

4 ppm

(heteropoly - acid) ('THF')

THF (THF) , , Al, Cr)

가 , ()

, , THF
4568775 , 4658065 5416240

4677231

(production lot)
THF

, THF

가

THF (depolymerization), 가 THF 가 THF (depolymeriz

THE

가

THF

THF

THF

4 ppm

AI

1 %

THF , THF , Al

THF

20 ppm

HF , THF , T

Al

THF Al , THF , (1)
가 , , , (2) Al , THF , Dawson , THF
Keggin 가 , THF , Keg
gin

Al 4 ppm

가 , , , THF , ,
(,)

Al 4 ppm
THF , Al , , , THF , , , Al 4 ppm

Al 4 ppm , THF
Al 4 ppm , 2 ppm

THF , Cr , Cr , ,

Cr 1 ppm , THF

Cr 1 ppm , 0.8 ppm

THF

Al Cr , X -

THF , 15 가

1 % THF

16 가

()

, , , ,
1 % THF
, THF

1 %, Al 4 ppm THF
1 %, Al 4 ppm, Cr 1 ppm THF

, THF , THF THF

1 - 5

180 | 가 300 Mℓ 300 ppm 200 g THF , A
 , Cr (配位水) 1 Al Cr X - ,
 4 | ³¹ P - NMR . 60
 , THF
 (PTMG) . OH
 (Mn), (APHA) 1 .

1 2 1 2

Al 4 ppm, Cr 1 ppm, 1 T
 HF . PTMG , (APHA) 1 .

Al 4 ppm THF , , , Cr
1 ppm THF , , APHA 50

6 - 9

1 , 가 300 Mℓ 300 ppm 200 g
 THF , 180 가 100 g 가
 . Al , 2 . 60
 5 , . THF
 . 50 % , 1.25 n - 가 , 40 4 ,
 0.2 μm , 2

, PTMG OH (\overline{Mn}), 2

3 4 3 4

2 , 6 THF . 0.
 $2 \mu\text{m}$, 5 15 . 1 μm ,
, 2 50 ppm .

		헤테로폴리산				PTMG Mn	반응 전화율	색상 (APHA)
		Al	Cr	유리 H_3PO_4	배위수 (配位水)			
실시예 1	인텅스텐산	3.0 ppm	0.9 ppm	1.5 몰%	4 몰%	1600	20.0%	10
실시예 2	인텅스텐산	2.0 ppm	3.5 ppm	1.4 몰%	4 몰%	1600	20.5%	60
비교예 1	인텅스텐산	16 ppm	1.0 ppm	4.7 몰%	4 몰%	1600	12.0%	15
비교예 2	인텅스텐산	540 ppm	2.0 ppm	12.7 몰%	4 몰%	1600	9.0%	50
실시예 3	인몰리브덴 산	4.0 ppm	1.0 ppm	2.0 몰%	10 몰%	1500	18.5%	10
실시예 4	실리코 몰리브덴산	3.0 ppm	0.7 ppm	ND*	10 몰%	1500	18.0%	10
실시예 5	실리코 텅스텐산	3.0 ppm	0.9 ppm	ND	10 몰%	1500	19.0%	15

* 검출불능

		헤테로폴리산			PTMG \overline{Mn}	반응 전화율	잔존 촉매
		Al	유리 인산	배위수 (配位水)			
실시예 6	인팅스텐산	3.0 ppm	0.9 몰%	6	1490	20 %	16 ppm
실시예 7	인팅스텐산	12 ppm	1.0 몰%	4	1605	14 %	30 ppm
비교예 3	인팅스텐산	16 ppm	2.35 몰%	6	1500	11 %	94 ppm
비교예 4	인팅스텐산	2.5 ppm	6.35 몰%	6	1510	18 %	155 ppm
실시예 8	인몰리브덴 산	4.0 ppm	0.7 몰%	10	1595	19 %	15 ppm
실시예 9	인몰리브덴 산	6.0 ppm	0.9 몰%	10	1600	12 %	12 ppm

가

() , 가 ,

(57)

1.

m

, Al 4 ppm

2.

1 , Cr 1 ppm

3.

, 1 %

4.

3 , Al 4 ppm

5.

4

,

Cr

1 ppm

.