【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20年12月18日(2008.12.18)

【公開番号】特開2003-183388(P2003-183388A)
【公開日】平成15年7月3日(2003.7.3)
【出願番号】特願2002-332324(P2002-332324)
【国際特許分類】
Ｃ０８Ｇ　69/28　(2006.01)
Ｃ０８Ｋ　5/098　(2006.01)
Ｃ０８Ｌ　77/06　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０８Ｇ　69/28
Ｃ０８Ｋ　5/098
Ｃ０８Ｌ　77/06

【誤訳訂正書】
【提出日】平成20年11月5日(2008.11.5)
【誤訳訂正１】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】特許請求の範囲
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】　ａ）溶解容器中で、ｍ－キシレンジアミンと、アジピン酸と芳香族ジカルボン酸とを含むジカルボン酸とに水と添加物とを加えて溶解し、芳香族ジカルボン酸の量が添加した前記ジカルボン酸に対して２～１５モルパーセントの混合物を作製する工程と、
ｂ）前記混合物を反応容器に移し、前記反応容器中で前記混合物を重縮合する工程と、
ｃ）前記重縮合体を粒状化する工程と、
ｄ）粒状化により得られた粒状物を乾燥する工程と、
を含み、
前記重縮合工程は、１００００ｈＰａ以下における気圧、２５５℃～２７０℃の温度範囲における温度で行われ、前記反応容器を２５５℃～２７０℃の温度範囲の温度に加熱している間に前記気圧に達し、混合物の温度が前記最高温度に達した直後、気圧は大気条件に減じる一方で温度は２５５℃～２７０℃の温度範囲における温度に維持され、前記重縮合工程は、前記温度下で、８００ｈＰａ未満の気圧下で継続し、
乾燥工程の前に、前記粒状物が水中結晶化され、
前記重縮合工程は、１０００～６０００ｈＰａの気圧範囲にある気圧下、高くとも２５５℃～２７０℃の温度範囲の温度下で行われ、反応容器を２６０℃～２７０℃の温度に加熱する間に前記気圧に達し、前記混合物が最高温度に達した直後に前記気圧は減じ、２６０℃～２７０℃の温度に維持されている間に大気条件になり、
前記重縮合工程は、前記温度下で、５００ｈＰａ未満の気圧下で継続する、ポリアミド成形コンパウンドの製造方法。
【請求項２】　ａ）溶解容器中で、ｍ－キシレンジアミンと、アジピン酸と芳香族ジカルボン酸とを含むジカルボン酸とに水と添加物とを加えて溶解し、芳香族ジカルボン酸の量が添加した前記ジカルボン酸に対して２～１５モルパーセントの混合物を作製する工程と、
ｂ）前記混合物を反応容器に移し、前記反応容器中で前記混合物を重縮合する工程と、
ｃ）前記重縮合体を粒状化する工程と、

ｄ）粒状化により得られた粒状物を乾燥する工程と、
を含み、
前記重縮合工程は、１００００ｈＰａ以下における気圧、２５５℃～２７０℃の温度範囲における温度で行われ、前記反応容器を２５５℃～２７０℃の温度範囲の温度に加熱している間に前記気圧に達し、混合物の温度が前記最高温度に達した直後、気圧は大気条件に減じる一方で温度は２５５℃～２７０℃の温度範囲における温度に維持され、前記重縮合工程は、前記温度下で、８００ｈＰａ未満の気圧下で継続し、
乾燥工程の前に、前記粒状物が水中結晶化され、
前記重縮合工程は、１０００～３０００ｈＰａの気圧範囲にある気圧下、高くとも２５５℃～２７０℃の温度範囲の温度下で行われ、反応容器を設備の＋／－制御精度で２７０℃の温度に加熱する間に前記気圧に達し、前記混合物が最高温度に達した直後に前記気圧は減じ、設備の＋／－制御精度で２６５℃の温度に維持されている間に大気条件になり、
前記重縮合工程は、この温度で、３００ｈＰａ未満の気圧下で継続する、ポリアミド成形コンパウンドの製造方法。

【請求項３】　前記芳香族ジカルボン酸は、前記添加されるジカルボン酸に対して５～１５モル％の範囲内のイソフタル酸及び／又はテレフタル酸の形で添加される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項４】　前記芳香族ジカルボン酸は、前記添加されるジカルボン酸に対して１０～１５モル％の範囲内のイソフタル酸の形で添加される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項５】　前記芳香族ジカルボン酸は、前記添加されるジカルボン酸に対して１２モル％の範囲内のイソフタル酸の形で添加される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項６】　前記芳香族ジカルボン酸は、前記添加されるジカルボン酸として、１２モル％の範囲内のイソフタル酸の形で添加される、請求項４に記載の方法。

【請求項７】　前記水中結晶化工程は、５５℃～８０℃の範囲内の温度で実施される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項８】　前記水中結晶化工程は、７０℃～８０℃の範囲内の温度で実施される、請求項７に記載の方法。

【請求項９】　前記水中結晶化工程は、少なくとも２時間及び／又は粒状物が不透明になるまで行われる、請求項７に記載の方法。

【請求項１０】　前記ａ）工程において、ｐＫａ４．７６を超えるｐＫａ値を有するモノカルボン酸の形の調整剤を前記混合物に添加して、ポリマ鎖を閉じ、鎖長を調整する、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項１１】　調整剤として、プロピオン酸を使用する、請求項１０に記載の方法。

【請求項１２】　前記ａ）工程において、亜リン酸及び／又はフェノールの熱安定剤が前記混合物に添加される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項１３】　テトラキス［（３、５－ジ－テルト・ブチル－４－ヒドロキシ）ヒドロ桂皮酸メチルエーテル］メタン及び又はトリ（２、４－ジ－テルト・ブチルフェニル）亜リン酸が熱安定剤として使用される、請求項１２に記載の方法。

【請求項１４】　前記工程ａ）において、ピロジェニックケイ酸の形の核生成添加物を前記混合物に添加する、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項１５】　次亜リン酸ナトリウムを重縮合触媒及び熱安定剤として使用する、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項１６】　前記粒状物は、不活性ガスフロー下、又は、真空下で固相第２縮合の対象とされ、前記粒状物は、少なくとも略第２縮合温度の温度プロフィールにあらかじめ加熱されて、移送され、１６０℃～２００℃の温度範囲の温度で第２縮合される、請求項１又は２に記載の方法。

【請求項１７】　不活性ガスとして窒素を使用する、請求項１６に記載の方法。

【請求項１８】　前記固相の第２縮合体は、８００ｈＰａ未満の減圧下で作成される

、請求項１６に記載の方法。
【請求項１９】　固相第２縮合工程の後、鉄、コバルト、又は、ニッケルのカルボン酸塩の形態の脱酸素剤が前記粒状物に混合される、請求項１６に記載の方法。
【請求項２０】　請求項１又は２に記載の方法を用いて作成された粒状物。
【請求項２１】　請求項１９に記載の方法を用いて作成された粒状物。
【請求項２２】　食品、化学品、塗料、化粧品の群から選ばれる少なくとも一つを包むパッケージ又はパッケージ材料を作製するために用いられる、請求項２０に記載の粒状物の用途。
【請求項２３】　ポリエチレンテレフタレート製ボトルに酸素及び／又は二酸化炭素の拡散抑制層を作成するための、請求項２０に記載の粒状物の用途。
【請求項２４】　ポリエチレンテレフタレート製ボトルに酸素及び／又は二酸化炭素の拡散抑制層を作成するために用いられる、請求項２１に記載の粒状物の用途。
【請求項２５】　ポリエチレンテレフタレート製ビール容器に酸素及び／又は二酸化炭素の拡散抑制層を作成するために用いられる、請求項２１に記載の粒状物の用途。
【誤訳訂正２】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】０００６
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【０００６】
【発明の実施例】
全ての実施例において、透明で均質な塩溶液のための２５重量％の水、発泡を抑制する発泡防止剤、重縮合を加速する触媒、及びジアミンの損失を補う過剰のジアミン等の添加物が上記方法に従って添加された。
【誤訳訂正３】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】０００７
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【０００７】
実施例１
実施例１（酢酸を使用する構成１）では、イソフタル酸（７．９３４ｋｇ）、酢酸（０．２９８ｋｇ）、アジピン酸（５１．２０３ｋｇ）及びｍ－キシレンジアミン（５４．８４６ｋｇ）が溶解室内で溶解された均質な混合物は、オートクレーブに移されて、２８０℃まで加熱された。加熱の間、水の蒸発によって圧力が上昇した。排気バルブを用いて適当な調整を行うことによって、蒸気圧が２００００ｈＰａ（２０ｂａｒ）を越えないように、及び／又は、蒸気圧が２００００ｈＰａ（２０ｂａｒ）に維持した。最大温度２８０℃に達した後、速やかに蒸気が排出され、混合物は大気条件まで拡張された。同時に、重縮合が開始し、重縮合の到達程度に応じてオートクレーブの攪拌器のトルクが増加した。その後、重縮合体は粒状化され、周知の方法で乾燥された。
【誤訳訂正４】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】０００９
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【０００９】
実施例２
実施例２では、化合物１の重縮合物は、圧力３０００ｈＰａ（３ｂａｒ）、温度２７０℃で作成された。米国特許第２９９７４６３号に記載の方法より劇的に低い圧力で改善された結果が得られる。混合物が最大温度に達した直後、その圧力は、大気条件まで減じ、

３００ｈＰａで重縮合が続けられる。分圧によって重縮合時間が短縮され、生成品質及び方法の加速の改善を補助することができる。
【誤訳訂正５】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００１０
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００１０】
この実施例２では、最大圧力１００００ｈＰａ（１０ｂａｒ）、最大温度２５０℃から２７０℃の条件が重縮合に好ましい。圧力１０００ｈＰａ（１ｂａｒ）から６０００ｈＰａ（６ｂａｒ）が重縮合の前の加熱には好ましく、圧力１０００ｈＰａ（１ｂａｒ）から３０００ｈＰａ（３ｂａｒ）がさらに好ましい。さらに、混合物が最大温度に達した直後、圧力が大気条件まで減じ、重縮合が８００ｈＰａ（８００ｍｂａｒ）未満の圧力下で継続し、好ましくは５００ｈＰａ（５００ｍｂａｒ）、さらに好ましくは３００ｈＰａ（３００ｍｂａｒ）、なおさらに好ましくは１００ｈＰａ（１００ｍｂａｒ）で継続することが重要である。上記圧力下での加熱の間のさらに好ましい温度範囲は、２６０℃から２７０℃であり、温度２７０℃を中心にして使用される機器の制御精度の＋／－範囲が特に好ましい。圧力及び／又は減圧段階を軽くするために、さらに２６０℃から２７０℃の温度範囲が好ましく、２６５℃を中心にして使用される機器の制御精度の＋／－範囲が特に好ましい。
【誤訳訂正６】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００１３
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００１３】
１０の連続するバッチの後でさえ、粒状物は、ほとんどインクルージョンを含まず、もはやこの実施例２からの結果である黄色を示めさなかった。０．５％のｍ－クレゾールで測定された相対粘度は１．５７であった。この値は、あまりに低いので、ＰＥＴボトルでバリア層を形成するには好ましくない。さらに、粒状物が乾燥の間に重縮合するため、作成方法について容易なハンドリングを考慮してさらなる改善を行わなければならない。
【誤訳訂正７】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００１４
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００１４】
実施例３
実施例３では、粒状物（組成物１、ただしプロピオン酸を使用、０．２８１ｋｇ）は、温度７５℃で、２時間、水中結晶化が行われた。得られた結果によれば、５５℃から８０℃の温度範囲が好ましく、７０℃から８０℃の温度範囲が特に好ましい。また、粒状化の滞留時間として、２～１２時間が有利であることがわかっている。水中での粒状化の滞留時間を正確に決めるために、本来は透明な粒状物が不透明になるまで水中結晶化を行うことが好ましい。選択された温度に対応して、水中結晶化の持続時間は、この構成に基づいて、この方法の間の休息で条件付けられるバッチ持続時間に調整される。粒状物は水中結晶化が行われ、もはや乾燥の間も重縮合することなく、流れるようにパッケージされ、さらに処理される。
【誤訳訂正８】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００２０

【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００２０】
ポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）で作製されたビールボトルで酸素についての拡散禁止層が必要な場合、即ち、バルク体のコンテナ内で特に酸素バリアの必要性が高い場合、この実施例３による粒状物を用いた拡散バリアでは依然として十分ではない。そのような拡散バリアとしては、有機金属化合物、例えば、鉄、コバルト、ニッケルのカルボン酸塩の形を有する「脱酸素剤」、又は酸素トラップ体が、ヨーロッパ特許第０３０１７１９号で知られているように、それ自体を証明している。しかし、粒状体への脱酸素剤の添加によってコポリアミドの粘度は低くなっており、その結果、もはやパッケージ中の酸素拡散禁止層を生成するには適さず、特にポリエチレンテレフタレート（ＰＥＴ）製のボトルは適さない。しかし、さらなる固相の第２縮合（１６５℃で２０分間、粒状体を保持する；固相第２縮合の条件は１８０℃で６時間である。）を経過することで、相対粘度は好ましい値１．６５～１．７５の範囲及び／又はより好ましい値１．７に低下する。
【誤訳訂正９】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００２４
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００２４】
融点（℃）の測定及び／又はガラス転移点（℃）は、通常の方法で行った。二酸化炭素CO_2の浸透を測定するために、伸びておらず、非配向性の平均膜厚５０μｍのフィルムが作成された。このフィルムの二酸化炭素CO_2の浸透（cm^3/m^2×日×バール（ｂａｒ＝１０００ｈＰａ））は、相対周囲湿度８５％、温度２３℃で測定された。少なくとも本発明による組成物１及び対照値の値は、二酸化炭素浸透に関して大きな値である。
【誤訳訂正１０】
【訂正対象書類名】明細書
【訂正対象項目名】００２５
【訂正方法】変更
【訂正の内容】
【００２５】
【表１】

	関連技術 EP0288972	本発明による組成物 1	2	3	4	対照値
MXDA	100	100	100	100	100	100
IPS	20-30	12	－	2.5	－	－
TPS	5-20	－	5	2.5	12	－
AS	55-70	88	95	95	88	100
融点 (℃)		215	232	230	225	234
ガラス転移点 (℃)		96	94	92	95	86
CO_2透過 (cm^3/m^2*d*bar)		17	－	9	23	29
BADBA 濃度 (重量%)		0.45	0.30	0.25	0.49	0.18