

【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28年5月26日(2016.5.26)

【公開番号】特開2015-110778(P2015-110778A)

【公開日】平成27年6月18日(2015.6.18)

【年通号数】公開・登録公報2015-039

【出願番号】特願2014-252502(P2014-252502)

【国際特許分類】

C 08 G 65/40 (2006.01)

【F I】

C 08 G 65/40

【誤訳訂正書】

【提出日】平成28年4月5日(2016.4.5)

【誤訳訂正1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

芳香族求核置換により半結晶質ポリ(アリールエーテルケトン)を調製する方法であつて、前記芳香族求核置換は求核剤を4,4'-ジフルオロベンゾフェノンと反応させることを含み、前記4,4'-ジフルオロベンゾフェノンは以下の不純物限界：

(i) [2,4'-ジフルオロベンゾフェノン] + [4-モノフルオロベンゾフェノン]
1250 ppm (4,4'-ジフルオロベンゾフェノンと存在するすべての不純物との総重量に対する重量)

ただし、4,4'-ジフルオロベンゾフェノンにおける2,4'-ジフルオロベンゾフェノンおよび4-モノフルオロベンゾフェノンの量は、4,4'-ジフルオロベンゾフェノンをアセトンに溶解し、アセトン/脱イオン水の混合物を移動相として使用することによる液体クロマトグラフィー分析によって決定される、

及び

(ii) [塩素総含有率] 0.075重量%

ただし、塩素総含有率は、アルゴンと酸素の混合物中で燃焼させ、該燃焼生成物を燃焼ガス流により滴定セル内へと運び、燃焼から生成される塩化水素を銀イオンで電量的に滴定することによる全有機ハロゲン分析によって決定される。

を満たし、

反応は、以下の不純物限界：

モノメチルジフェニルスルホン含有量(すべての異性体の合計)	0.2 面積%未満
モノクロロジフェニルスルホン含有量(すべての異性体の合計)	0.08 面積%未満
ナトリウム含有量	55 ppm 未満
カリウム含有量	15 ppm 未満
鉄含有量	5 ppm 未満
残留酸性度含有量	2.0 μ 当量/g 未満
ジフェニルスルフィド含有量	2.0 重量%未満
25 °C のアセトン中の 20 重量% 溶液の APHA	50 未満
塩素総含有量	120 ppm 未満

ここで、ppm および重量 % は、ジフェニルスルホンの全重量に対するものであり、面積 % は、ジフェニルスルホンのすべての GC ピーク 総面積に対する対象不純物の GC ピーク 面積の割合を表す、

の少なくとも 1 を満たすジフェニルスルホンの存在下で実行され、

ジフェニルスルホン中のモノクロロジフェニルスルホン及びモノメチルジフェニルスルホン含有量は、ジフェニルスルホンをアセトンに溶解し、不純物濃度を CG FID ピーク面積から計算される面積 % として示すガスクロマトグラフィーにより決定され、

ジフェニルスルホン中のナトリウム、カリウム、及び鉄含有量は、灰化し、続いて誘導結合プラズマ原子分光分析による元素濃度の測定によって決定され、

ジフェニルスルフィド含有量は、ジフェニルスルホンをアセトニトリルに溶解し、アセトニトリル / 脱イオン水の混合物を移動相として使用することによる液体クロマトグラフィー分析によって決定され、

アセトン中のジフェニルスルホンの色 (APHA) は、25 のアセトン 80 g 中にジフェニルスルホン 20 g の濃度で、分光光度計を用いて、APHA スケール (ASTM D 1209-00) において Pt - Co 標準と比較した溶液の色を測定して決定され、

ジフェニルスルホン中の塩素総含有率は、アルゴンと酸素の混合物中で燃焼させ、該燃焼生成物を燃焼ガス流により滴定セル内へと運び、燃焼から生成される塩化水素を銀イオンで電量的に滴定することにより決定される、

方法。

【請求項 2】

前記ジフェニルスルホンがモノメチルジフェニルスルホン、モノクロロジフェニルスルホン及び残留酸性についての不純物限界を満たす、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ジフェニルスルホンが、ナトリウム、鉄、ジフェニルスルフィド、及び 25 のアセトン中の 20 % 溶液の APHA の不純物限界を満たす、請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記 4, 4'-ジフルオロベンゾフェノンがさらに、以下の不純物限界：
[2, 4'-ジフルオロベンゾフェノン] 750 ppm
を満たす、請求項 1 から 3 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記 4, 4'-ジフルオロベンゾフェノンがさらに、以下の不純物限界：
[2, 4'-ジフルオロベンゾフェノン] 750 ppm、及び
[4-モノフルオロベンゾフェノン] 500 ppm
を満たす、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記 4 , 4 - ジフルオロベンゾフェノンがさらに、以下の不純物限界：
 [2 , 4 ' - ジフルオロベンゾフェノン] 300 ppm、及び
 [4 - モノフルオロベンゾフェノン] 950 ppm
 を満たす、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記 4 , 4 - ジフルオロベンゾフェノンがさらに、以下の不純物限界：
 [クロロフルオロベンゾフェノン] 5000 ppm
 を満たす、請求項 1 から 6 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記 4 , 4 - ジフルオロベンゾフェノンが、GC 純度 99.9 面積%を有する、請求項 1 から 7 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記 4 , 4 - ジフルオロベンゾフェノンが、GC 純度 < 99.9 面積%を有する、請求項 1 から 7 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 10】

前記求核剤が、p - ヒドロキノン、4 , 4 ' - ジヒドロキシベンゾフェノン、4 , 4 ' - ビフェノール、1 , 4 - ビス - (p - ヒドロキシベンゾイル) ベンゼンおよび1 , 3 - ビス - (p - ヒドロキシベンゾイル) ベンゼンからなる群から選択される、請求項 1 から 9 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 11】

前記ポリ(アリールエーテルケトン)が、ポリ(エーテルエーテルケトン)(PEEK)である、請求項 1 から 10 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 12】

前記ポリ(アリールエーテルケトン)が、ポリ(エーテルケトン)(PEK)である、請求項 1 から 9 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 13】

粒状炭酸ナトリウムの存在下にて芳香族求核置換によって、前記求核剤を 4 , 4 - ジフルオロベンゾフェノンと反応させる方法であって、前記粒状炭酸ナトリウムが、以下の粒径分布：

D₉₀ 45 μm および D₉₀ 250 μm および D_{99.5} 710 μm
 を有する、請求項 1 から 12 の何れか一項に記載の方法。

【請求項 14】

得られるポリ(アリールエーテルケトン)が、
 融解熱 (J/g) 68.0 - 26.6 * RV (d1/g) を有し、該融解熱が、ASTM D3418-03、E1356-03、E793-06、E794-06 に従い、
 TA Instruments DSC2920 での DSC により測定され、RV が濃硫酸 (1重量%/vol) 中で 25 にて ASTM D2857-95 (2007) に従つて測定される、ポリ(エーテルエーテルケトン)(PEEK)である、請求項 11 に記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0061

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0061】

ジフェニルスルホン中のモノクロロジフェニルスルホンおよびモノメチルジフェニルスルホン含有量は、以下に説明されるようにガスクロマトグラフィーによって決定することができる。GC 分析は、Restek RTx-5MS、15m × 内径 0.25mm × 膜厚 0.25 μ のカラムを使用して HPLC 5890 シリーズ 11 ガスクロマトグラフで行われる。以下の GC 条件が用いられる：

ヘリウム流量：1 m l / 分
インジェクター温度：250
FID温度：250
オーブン温度プログラム：100で1分間保持し、30/分で250に昇温し、
1分間保持する

総実行時間：14分

注入体積：1 μl

分割40：1

【誤訛訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0062

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0062】

アセトン5m l中にDPSO.2gを溶解することによって、試料を調製する。モノメチルジフェニルスルホン異性体のGC保持時間は通常、8.0および8.1分であり、モノクロロジフェニルスルホンの保持時間は8.2分である。不純物の同定は、試料溶液で実施されるGCMSによって決定される。不純物濃度は、GC FIDピーク面積から計算される面積%として示される。数種類の異性体が存在する場合、その濃度は、これらの異性体の合計を含む。

【誤訛訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0064

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0064】

本発明の実施形態(D)に従った方法において、前記ジフェニルスルホンは好ましくは、モノメチルジフェニルスルホン、モノクロロジフェニルスルホンおよび残留酸性度の不純物限界を満たす。