

【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 2 区分

【発行日】平成 27 年 6 月 18 日 (2015.6.18)

【公表番号】特表 2014-518852 (P2014-518852A)

【公表日】平成 26 年 8 月 7 日 (2014.8.7)

【年通号数】公開・登録公報 2014-042

【出願番号】特願 2014-508465 (P2014-508465)

【国際特許分類】

C 0 7 C 41/09 (2006.01)

C 0 8 G 65/34 (2006.01)

C 0 7 C 43/10 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 41/09

C 0 8 G 65/34

C 0 7 C 43/10

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成 27 年 4 月 23 日 (2015.4.23)

【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) 1, 3 - プロパンジオールおよび硫酸を含む初期混合物を少なくとも約 150 の温度で重縮合させて、第 1 の反応混合物を得る工程と、

(b) 前記第 1 の反応混合物に、(i) アルミナ、(ii) シリカ系過助剤、および任意選択で (iii) 活性炭カーボンブラックを、約 120 を超え、かつ約 200 未満の温度で添加して、第 2 の反応混合物を形成する工程と、

(c) 前記第 2 の反応混合物を、約 1 ~ 約 40 トールの圧力、および約 120 ~ 約 200 の温度で蒸留して、第 3 の反応混合物と 1, 3 - プロパンジオールを含有する留出物とを得る工程と、

(d) 前記第 3 の反応混合物を、約 70 ~ 約 100 の温度でろ過して、約 0.5 重量%未満の 1, 3 - プロパンジオールを含有し、かつ 0.05 mg KOH / g 未満の酸価および約 1 NTU 未満の濁度を有する、約 200 ~ 約 500 の数平均分子量のポリトリメチレングリコールを得る工程と

を含む、低分子量ポリトリメチレンエーテルグリコールを製造する方法。

【請求項 2】

約 200 ~ 約 300 の数平均分子量、約 0.5 重量%未満の 1, 3 - プロパンジオール、約 10 ppm 未満の硫黄含有量、および約 50 未満の APHA 色数値を有する、請求項 1 に記載の方法によって製造されたポリトリメチレンエーテルグリコール。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 4 6 】

【 表 1 】

表 1. 生成物品質データの要約

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
Mn 生成物、 g/mol	247	246	268	265
PDO 最終生成物, wt %	2.15	1.27	0.33	0.3
色数最終生成物、 APHA	31	54	14	9
濁度、 NTU	0.4	0.4	0.13	0.11
硫黄、 ppm	1	1	8	3
酸価、 mg KOH/g	0.024	0.020	0.005	0.003
粘度 (25 °C) 、 cP	107.5	107.8	112.7	109.2

次に、本発明の態様を示す。

1. ( a ) 1 , 3 - プロパンジオールおよび硫酸を含む初期混合物を少なくとも約 1 5 0 の温度で重縮合させて、第 1 の反応混合物を得る工程と、  
( b ) 前記第 1 の反応混合物に、( i ) アルミナ、( i i ) シリカ系ろ過助剤、および任意選択で( i i i ) 活性カーボンブラックを、約 1 2 0 を超え、かつ約 2 0 0 未満の温度で添加して、第 2 の反応混合物を形成する工程と、  
( c ) 前記第 2 の反応混合物を、約 1 ~ 約 4 0 トールの圧力、および約 1 2 0 ~ 約 2 0 0 の温度で蒸留して、第 3 の反応混合物と 1 , 3 - プロパンジオールを含有する留出物とを得る工程と、  
( d ) 前記第 3 の反応混合物を、約 7 0 ~ 約 1 0 0 の温度でろ過して、約 0 . 5 重量%未満の 1 , 3 - プロパンジオールを含有し、かつ 0 . 0 5 m g K O H / g 未満の酸価および約 1 N T U 未満の濁度を有する、約 2 0 0 ~ 約 5 0 0 の数平均分子量のポリトリメチレングリコールを得る工程と  
を含む、低分子量ポリトリメチレンエーテルグリコールを製造する方法。
2. 工程 ( c ) からの 1 , 3 - プロパンジオールを含有する前記留出物が、工程 ( a ) の初期混合物に再循環される、上記 1 に記載の方法。
3. 前記第 3 の反応混合物が、約 1 重量%未満の 1 , 3 - プロパンジオールを含有する、上記 1 に記載の方法。
4. 工程 ( d ) が繰り返される、上記 1 に記載の方法。
5. 工程 ( a ) における硫酸の量が、約 0 . 3 重量%未満である、上記 1 に記載の方法。
6. 前記ポリトリメチレンエーテルグリコールが、約 2 0 0 ~ 約 3 0 0 の分子量を有する、上記 1 に記載の方法。
7. 前記初期混合物が、回収した 1 , 3 - プロパンジオールを含有する、上記 1 に記載の方法。
8. 工程 ( c ) が、約 1 2 0 ~ 約 1 8 0 で行われ、かつアルミナとシリカの合わせた合計量が、前記第 1 の反応混合物の約 5 重量%未満である、上記 1 に記載の方法。
9. アルミナ対シリカの重量比が、2 : 1 ~ 3 : 1 の範囲内である、上記 8 に記載の方法。
- 1 0. 約 2 0 0 ~ 約 3 0 0 の数平均分子量、約 0 . 5 重量%未満の 1 , 3 - プロパンジオール、約 1 0 p p m 未満の硫黄含有量、および約 5 0 未満の A P H A 色数値を有する、

上記 1 に記載の方法によって製造されたポリトリメチレンエーテルグリコール。