

【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 07 C 41/09 (2006.01)

C 08 G 65/34 (2006.01)

C 07 C 43/10 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 C 41/09

C 08 G 65/34

C 07 C 43/10

C 07 B 61/00 300

【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)活性カーボンブラックを、約120を超えるかつ約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0.05mg KOH/g未満の酸価および約1NTU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エーテル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10ppm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】

【0046】

【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 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) シリカ系ろ過助剤、および任意選択で(iii) 活性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。

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 200 ~ 約 300 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 120 ~ 約 180 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。

10. 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、

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。