

【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 27 年 7 月 2 日 (2015.7.2)

【公表番号】特表 2014-515423 (P2014-515423A)  
 【公表日】平成 26 年 6 月 30 日 (2014.6.30)  
 【年通号数】公開・登録公報 2014-034  
 【出願番号】特願 2014-513040 (P2014-513040)  
 【国際特許分類】

C 0 8 G 63/87 (2006.01)

C 0 8 L 101/16 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 63/87

C 0 8 L 101/16

【手続補正書】  
 【提出日】平成 27 年 5 月 15 日 (2015.5.15)  
 【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】

スルホン酸触媒を含有するガスの流通下で脂肪族ポリエステルプレポリマーの固相重合を行い、ガス流中の前記スルホン酸触媒濃度  $C_g$  が  $0.001 \sim 0.1 \text{ mmol/L}$  であることを特徴とする高分子量脂肪族ポリエステルの固相重合法。

【請求項 2】

前記スルホン酸触媒が  $C_1 \sim C_{20}$  の一価スルホン酸又はハロゲン置換  $C_1 \sim C_{20}$  の一価スルホン酸のいずれか一種又は複数種であることを特徴とする請求項 1 に記載の固相重合法。

【請求項 3】

固相重合中、脂肪族ポリエステルプレポリマー中のスルホン酸触媒濃度  $C_p$  が  $10 \sim 350 \text{ mmol/L}$  であることを特徴とする請求項 1 に記載の固相重合法。

【請求項 4】

固相重合中、脂肪族ポリエステルプレポリマー中のスルホン酸触媒濃度  $C_p$  が  $20 \sim 150 \text{ mmol/L}$  であることを特徴とする請求項 3 に記載の固相重合法。

【請求項 5】

固相重合中、ガス流中のスルホン酸触媒濃度  $C_g$ 、脂肪族ポリエステルプレポリマー中のスルホン酸触媒濃度  $C_p$  および固相重合する温度下でガス流と脂肪族ポリエステルプレポリマーとの間におけるスルホン酸触媒の分配係数  $K_{gp}$  が、式 (1) を満たすことを特徴とする請求項 1 に記載の固相重合法。

【数 3】

$$0.1 \leq \frac{C_g}{C_p K_{gp}} \leq 10 \quad (1)$$

【請求項 6】

固相重合中、ガス流の線速度が  $1 \sim 200 \text{ cm/s}$  であることを特徴とする請求項 1 に

記載の固相重合法。

【請求項 7】

前記脂肪族ポリエステルプレポリマーが、ヒドロキシカルボン酸単位を 50 mol % 以上含有することを特徴とする請求項 1 に記載の固相重合法。

【請求項 8】

前記脂肪族ポリエステルプレポリマーがポリ乳酸又はポリグリコール酸であることを特徴とする請求項 7 に記載の固相重合法。

【請求項 9】

前記脂肪族ポリエステルプレポリマーの固相重合前の重量平均分子量  $M_w$  が 8,000 ~ 30,000 で、固相重合後の  $M_w$  が 100,000 ~ 500,000 で、固相重合中の分子量  $M_w$  の平均増加速度が 3500 / h 以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の固相重合法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

本発明において、固相重合中、ガス流中のスルホン酸触媒濃度  $C_g$  が一定の制約を受ける。濃度  $C_g$  が低すぎると、ポリエステルの分子量を向上させる効果が限られるが、一方、濃度  $C_g$  が高すぎると、操作が複雑で、コストアップや副作用が現れるなどの一連の問題が生じる。一般に、ガス流中のスルホン酸触媒濃度  $C_g$  は 0.001 ~ 0.1 mmol / L の範囲にあることが必要である。勿論、前記の濃度範囲はスルホン酸触媒全体にとって比較的よい濃度範囲であるが、個々のスルホン酸にとって、それぞれの揮発性によっては、その好ましい濃度範囲は必ずしも一様ではない。高い揮発性の C1 ~ C6 のアルキルスルホン酸又は C1 ~ C6 のフッ素置換アルキルスルホン酸に関しては、ガス流中の好ましい濃度範囲  $C_g$  は 0.001 ~ 1 mmol / L であり、より好ましくは 0.001 ~ 0.2 mmol / L であり、さらに好ましくは 0.005 ~ 0.1 mmol / L である。揮発性のやや低いベンゼンスルホン酸や p - トルエンスルホン酸又は p - クロロベンゼンスルホン酸に関しては、ガス流中の濃度  $C_g$  の好ましい範囲は 0.0001 ~ 0.2 mmol / L であり、より好ましくは 0.0005 ~ 0.1 mmol / L であり、さらに好ましくは 0.0005 ~ 0.05 mmol / L である。なお、本発明において、ガス流中のスルホン酸触媒の濃度  $C_g$  は固相重合中に一定であってもよいし、前記範囲内で固相反応の進行につれて変化してもよい。どちらの場合でも、より速い重合速度を得るために、 $C_g$  は前記の濃度範囲にあることが好ましい。