

【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 08 G 63/87 (2006.01)

C 08 L 101/16 (2006.01)

【F I】

C 08 G 63/87

C 08 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Cgが0.001～0.1mmol/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C1～C20の一価スルホン酸又はハロゲン置換C1～C20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Cpが10～350mmol/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Cpが20～150mmol/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Cg、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Cp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Kgp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】

$$0.1 \leq \frac{Cg}{CpKgp} \leq 10 \quad (1)$$

【請求項6】

固相重合中、ガス流の線速度が1～200cm/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 C 1 ~ C 6 のアルキルスルホン酸又は C 1 ~ C 6 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。