

【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25年5月9日(2013.5.9)

【公開番号】特開2011-149014(P2011-149014A)  
【公開日】平成23年8月4日(2011.8.4)  
【年通号数】公開・登録公報2011-031  
【出願番号】特願2010-285622(P2010-285622)  
【国際特許分類】  
C 0 8 G 75/04 (2006.01)  
【F I】  
C 0 8 G 75/04

【手続補正書】  
【提出日】平成25年3月22日(2013.3.22)  
【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】

少なくともスルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒からなる反応混合物を加熱して環式ポリアリーレンスルフィドを製造する方法であって、以下の(i)および(ii)を特徴とする環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

(i) スルフィド化剤のイオウ原子1モルに対して有機極性溶媒を1.25リットル以上、50リットル以下用いる。

(ii) 反応混合物中の水分量が、反応混合物中に存在するイオウ成分1モル当たり0.8モル未満である。

【請求項2】

反応混合物を常圧における還流温度を超えて加熱することを特徴とする請求項1に記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項3】

反応混合物を加熱する際の圧力がゲージ圧で1.0MPa以下であることを特徴とする請求項1または2のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項4】

スルフィド化剤がアルカリ金属硫化物であることを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項5】

ジハロゲン化芳香族化合物がジクロロベンゼンであることを特徴とする請求項1から4のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項6】

スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物及び有機極性溶媒が含む水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分1モル当たり0.8モル以上である、スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒を用い、脱水により水分量をイオウ成分1モル当たり0.8モル未満に調整した反応混合物を用いることを特徴とする請求項1から5のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項7】

イオウ成分1モル当たり0.8モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水することで、スルフィド化剤の水分量をイオウ成分1モル当たり0.8モル未満に

調整した混合物をスルフィド化剤として用いることを特徴とする請求項 1 から 6 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 8】

イオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水することで、スルフィド化剤の水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0.05 モル以上、0.8 モル未満に調整した混合物をスルフィド化剤として用いることを特徴とする請求項 1 から 7 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 9】

イオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水し、スルフィド化剤の水分量をスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル未満に調整する工程（脱水工程）、および脱水工程で調製した脱水混合物にジハロゲン化芳香族化合物を添加した反応混合物を加熱する工程（反応工程）を含むことを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 10】

脱水工程と反応工程を別の反応器で実施することを特徴とする請求項 9 に記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 11】

脱水工程における有機極性溶媒がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 1 リットル以下であることを特徴とする請求項 9 または 10 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 12】

水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル以上のスルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒の全ての成分を混合後、脱水しながら反応を行い反応混合物中の水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル未満に調整することを特徴とする請求項 1 から 6 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【請求項 13】

スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒のそれぞれが含む水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル未満であることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

本発明は上記課題を解決するため以下のとおりである。

[1] 少なくともスルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒からなる反応混合物を加熱して環式ポリアリーレンスルフィドを製造する方法であって、以下の (i) および (ii) を特徴とする環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

(i) スルフィド化剤のイオウ原子 1 モルに対して有機極性溶媒を 1.25 リットル以上、50 リットル以下用いる。

(ii) 反応混合物中の水分量が、反応混合物中に存在するイオウ成分 1 モル当たり 0.8 モル未満である。

[2] 反応混合物を常圧における還流温度を超えて加熱することを特徴とする前記 [1] に記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[3] 反応混合物を加熱する際の圧力がゲージ圧で 1.0 MPa 以下であることを特徴とする前記 [1] または [2] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[4] スルフィド化剤がアルカリ金属硫化物であることを特徴とする前記 [1] から [3]

]のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 5 ] ジハロゲン化芳香族化合物がジクロロベンゼンであることを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 4 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 6 ] スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物及び有機極性溶媒が含む水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル以上である、スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒を用い、脱水により水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル未満に調整した反応混合物を用いることを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 5 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 7 ] イオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水することで、スルフィド化剤の水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル未満に調整した混合物をスルフィド化剤として用いることを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 6 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 8 ] イオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水することで、スルフィド化剤の水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0 . 0 5 モル以上、0 . 8 モル未満に調整した混合物をスルフィド化剤として用いることを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 7 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 9 ] イオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル以上の水を含むスルフィド化剤を有機極性溶媒存在下で脱水し、スルフィド化剤の水分量をスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル未満に調整する工程（脱水工程）、および脱水工程で調製した脱水混合物にジハロゲン化芳香族化合物を添加した反応混合物を加熱する工程（反応工程）を含むことを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 8 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 1 0 ] 脱水工程と反応工程を別の反応器で実施することを特徴とする前記 [ 9 ] に記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 1 1 ] 脱水工程における有機極性溶媒がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 1 リットル以下であることを特徴とする前記 [ 9 ] または [ 1 0 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 1 2 ] 水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル以上のスルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒の全ての成分を混合後、脱水しながら反応を行い反応混合物中の水分量をイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル未満に調整することを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 6 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。

[ 1 3 ] スルフィド化剤、ジハロゲン化芳香族化合物および有機極性溶媒のそれぞれが含む水分量の総和がスルフィド化剤のイオウ成分 1 モル当たり 0 . 8 モル未満であることを特徴とする前記 [ 1 ] から [ 5 ] のいずれかに記載の環式ポリアリーレンスルフィドの製造方法。