

【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22年9月16日(2010.9.16)

【公開番号】特開2009-57402(P2009-57402A)

【公開日】平成21年3月19日(2009.3.19)

【年通号数】公開・登録公報2009-011

【出願番号】特願2007-223282(P2007-223282)

【国際特許分類】

C 0 8 G 63/78 (2006.01)

【F I】

C 0 8 G 63/78

【手続補正書】

【提出日】平成22年8月4日(2010.8.4)

【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】

モノマー混合物を、無水酢酸と反応させ、アセチル化を行い、さらに、重合して液晶性樹脂を製造する際に、アセチル化反応を行う前にヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーと p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーを別々に調整し、両者を混合する際に混合後の温度が 70 以上になるように片方または両方のスラリーを調温して混合する工程を含むことを特徴とする液晶性樹脂の製造方法。

【請求項 2】

ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まない無水酢酸スラリーを 100 ~ 130 に調温し、p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まない無水酢酸スラリーを 20 ~ 40 に調温して混合することを特徴とする請求項 1 記載の液晶性樹脂の製造方法。

【請求項 3】

前記ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーおよび / または p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーが、さらに、4, 4' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸、イソフタル酸のいずれか 1 つ以上を含む請求項 1 または 2 記載の液晶性樹脂の製造方法。

【請求項 4】

ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まない無水酢酸スラリーが、さらに、4, 4' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸および / またはイソフタル酸を含むことを特徴とする請求項 3 記載の液晶性樹脂の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

すなわち本発明は、

(1) モノマー混合物を、無水酢酸と反応させ、アセチル化を行い、さらに、重合して液

晶性樹脂を製造する際に、アセチル化反応を行う前にヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーと p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーを別々に調整し、両者を混合する際に混合後の温度が 70 以上になるように片方または両方のスラリーを調温して混合する工程を含むことを特徴とする液晶性樹脂の製造方法、

( 2 ) ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まない無水酢酸スラリーを 100 ~ 130 に調温し、 p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まない無水酢酸スラリーを 20 ~ 40 に調温して混合することを特徴とする上記 ( 1 ) 記載の液晶性樹脂の製造方法、

( 3 ) 前記ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーおよび / または p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーが、さらに、 4 , 4 ' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸、イソフタル酸のいずれか 1 つ以上を含む上記 ( 1 ) または ( 2 ) 記載の液晶性樹脂の製造方法、

( 4 ) ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まない無水酢酸スラリーが、さらに、 4 , 4 ' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸および / またはイソフタル酸を含むことを特徴とする上記 ( 3 ) 記載の液晶性樹脂の製造方法に関するものである。

【手続補正 3】

【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】

前記ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーおよび / または p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーが、さらに、 4 , 4 ' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸、イソフタル酸のいずれか 1 つ以上を含むことが好ましく、より好ましくはヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーおよび / または p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーがさらに 4 , 4 ' - ジヒドロキシビフェニル、テレフタル酸、イソフタル酸を含むことである。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0016】

ヒドロキノンを含み p - ヒドロキシ安息香酸を含まないモノマーの無水酢酸スラリーおよび p - ヒドロキシ安息香酸を含みヒドロキノンを含まないモノマーの無水酢酸スラリーを混合した後は速やかに昇温し、120 ~ 150 でアセチル化を開始することが好ましい。混合後内温が 120 以上に到達するまでの時間は 30 分以内であることが好ましく、より好ましくは 20 分以内である。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0076】

容器 ( 2 ) の内容物の温度 100 、容器 ( 1 ) のスラリー温度 30 において、容器 ( 1 ) のスラリーを容器 ( 2 ) に攪拌しつつ移行した。容器 ( 1 ) は 98 g の無水酢酸で洗浄し、洗浄液も容器 ( 2 ) に移行した。無水酢酸は洗浄に用いたものも含めて 1374

g (フェノール性水酸基合計の 1.15 当量) が仕込まれている。混合後の容器 (2) の内容物の温度は 70 となった。容器 (2) は 145 まで 30 分で昇温し、145 で 2.5 時間アセチル化を行った。その後 330 まで 4 時間で昇温し、1.0 時間で 133 Pa に減圧した。トルクが 20 kg cm に到達したところで重縮合を完了させた。133 Pa に到達後から所定トルクに達するまでに要した時間は 10 分であった。次に反応容器内を 0.1 MPa に加圧し、直径 10 mm の円形吐出口を 1 ケ持つ口金を経由してポリマーをストランド状物に吐出し、カッターによりペレタイズした。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0091】

容器 (2) の内容物の温度 90 、容器 (1) のスラリー温度 30 において、容器 (1) のスラリーを容器 (2) に攪拌しつつ移行した。容器 (1) は 98 g の無水酢酸で洗浄し、洗浄液も容器 (2) に移行した。無水酢酸は洗浄に用いたものも含めて 1374 g (フェノール性水酸基合計の 1.15 当量) が仕込まれている。混合後の容器 (2) の内容物の温度は 67 となった。容器 (2) は 145 まで 30 分で昇温し、145 で 2.5 時間アセチル化を行った。その後 330 まで 4 時間で昇温し、1.0 時間で 133 Pa に減圧した。トルクが 20 kg cm に到達したところで重縮合を完了させた。133 Pa に到達後から所定トルクに達するまでに要した時間は 30 分であった。次に反応容器内を 0.1 MPa に加圧し、直径 10 mm の円形吐出口を 1 ケ持つ口金を経由してポリマーをストランド状物に吐出し、カッターによりペレタイズした。収率は理論収量に対して 97.6 % であり、連続バッチを同様の条件で続けて行った所、1 バッチ目の缶残を仕込み数量に加えた理論収量に対する 2 バッチ目の収率は 93.9 % であった。