

【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 18 年 4 月 27 日 (2006.4.27)

【公表番号】特表 2005-526159 (P2005-526159A)

【公表日】平成 17 年 9 月 2 日 (2005.9.2)

【年通号数】公開・登録公報 2005-034

【出願番号】特願 2004-506388 (P2004-506388)

【国際特許分類】

C 0 8 G 65/28 (2006.01)

C 0 8 F 299/02 (2006.01)

C 0 8 G 65/332 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 65/28

C 0 8 F 299/02

C 0 8 G 65/332

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 3 月 3 日 (2006.3.3)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 9 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 9 3 】

[実施例 9] : 重合反応 (4)

L - アスコルビン酸 1 2 . 5 部の代わりにエリソルビン酸を 1 2 . 5 部を用いたこと以外は実施例 8 と同様の操作を行い、重量平均分子量 2 9 , 5 0 0 の共重合体水溶液 (4) を得た。なお、重合反応中、時々、反応生成物をサンプリングして p H を測定したところ、p H 3 . 2 ~ 3 . 6 の範囲内であった。

[比較例 1] : アルキレンオキサイド付加物の製造 (比較 1)

温度計、攪拌機、窒素及びアルキレンオキサイド導入管を備えたステンレス製高圧反応器に含有水分量が 1 5 0 p p m であるメタノール 1 1 5 部、水酸化ナトリウム 4 部を仕込み、攪拌下に反応容器内を窒素置換し、窒素雰囲気下で 9 0 まで加熱した。そして、安全圧下 (反応器内の窒素分圧の方がエチレンオキサイド分圧より常に高くなるような条件) で 9 0 を保持したままエチレンオキサイド 1 6 0 部を 5 時間で反応容器内に導入した。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 9 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 9 5 】

なお、本アルキレンオキサイド付加工程における反応前後の容量変化は、4 9 倍であった。

[比較例 2] : エステル化反応 (比較 1)

温度計、攪拌機、水分離器および還流冷却器を備えた反応器に比較例 1 で得られた M E O - 5 0 を 1 6 5 0 0 部、メタクリル酸 4 7 4 0 部、パラトルエンスルホン酸 1 水和物 2 3 5 部、フェノチアジン 5 部およびシクロヘキサン 1 0 6 0 部を仕込み、反応温度 1 1 5 でエステル化反応を行った。

約 18 時間でエステル化率が 98 % に達したのを確認した後降温し、49 % 水酸化ナトリウム水溶液 135 部と水 4890 部を加えて パラトルエンスルホン酸 を 90 以下で中和した後、昇温し、シクロヘキサンを水との共沸で留去後、調整水を添加して、80 % のエステル化物水溶液を得た。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0099

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0099】

約 18 時間でエステル化率が 98 % に達したのを確認した後降温し、49 % 水酸化ナトリウム水溶液 135 部と水 4890 部を加えて パラトルエンスルホン酸 を 90 以下で中和した後、昇温し、シクロヘキサンを水との共沸で留去後、調整水を添加して、80 % のエステル化物水溶液を得た。

不揮発分に対して 5.2 重量 % のポリエチレングリコールジメタクリレートが生成していることを液体クロマトグラフィーにより確認した。

[比較例 6] : 重合反応 (比較 2)

温度計、攪拌機、滴下漏斗、窒素導入管及び還流冷却器を備えた反応器にイオン交換水 8200 部を仕込み、攪拌下で上記反応器内を窒素置換し、窒素雰囲気下 80 まで昇温した。次に比較例 5 で得られた 80 % のエステル化物水溶液 13100 部に連鎖移動剤として 3 - メルカプトプロピオン酸 94 部を溶解させた溶液を 4 時間かけて滴下すると同時に、過硫酸アンモニウム 125 部をイオン交換水 1000 部に溶解させた水溶液を 5 時間で滴下した。その後、1 時間引き続いて 80 に温度を維持して重合反応を完結後、降温し、30 % 水酸化ナトリウム水溶液で中和し pH 7 に調整した。重量平均分子量 50,000 の比較共重合体水溶液 (2) を得た。