

【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 08 G 65/28 (2006.01)

C 08 F 299/02 (2006.01)

C 08 G 65/332 (2006.01)

【F I】

C 08 G 65/28

C 08 F 299/02

C 08 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】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

[実施例9]：重合反応(4)

L-アスコルビン酸12.5部の代わりにエリソルビン酸を12.5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29,500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pHを測定したところ、pH3.2~3.6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150ppmであるメタノール115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90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90を保持したままエチレンオキサイド160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】0095

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0095】

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、49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MO-50を16500部、メタクリル酸4740部、パラトルエンスルホン酸1水和物235部、フェノチアジン5部およびシクロヘキサン1060部を仕込み、反応温度115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pH7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。