【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21年8月13日(2009.8.13)

【公開番号】特開2008-63537(P2008-63537A)
【公開日】平成20年3月21日(2008.3.21)
【年通号数】公開・登録公報2008-011
【出願番号】特願2006-245982(P2006-245982)
【国際特許分類】
Ｃ０８Ｇ　65/44　　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０８Ｇ　65/44

【手続補正書】
【提出日】平成21年6月26日(2009.6.26)
【手続補正１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４０】
本発明は重合を終了させる時のポリフェニレンエーテルの良溶媒は３５質量％以上であり、好ましくは４０質量％、より好ましくは４５質量％以上、さらに好ましくは５０質量％以上、最も好ましくは５５質量％以上である。フェノール性化合物を酸化重合させて得られる重合体であるポリフェニレンエーテルに対する良溶媒と貧溶媒の比率を変化させ、貧溶媒の比率が高いほど反応の進行とともに重合体が反応溶媒中に粒子として析出する沈殿重合法になるが、良溶媒が３５質量％未満であると、所望の分子量を得られ、或いは所望の分子量を得るために重合時間が著しく長期化する可能性がある、重合中に外部からの加熱が必要となることがある等、効率的にポリフェニレンエーテルを得られなくなる場合がある。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００７９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００７９】
［実施例１０］
重合槽に入れる２，６－ジメチルフェノールを１６０ｇとし、貯蔵槽に入れる２，６－ジメチルフェノールを１４４０ｇとした以外は実施例１と同様に実施した。酸素ガス供給開始１３０分後にポリフェニレンエーテルが析出し、スラリー状の形態を示した。重合終結時の重合液の形態は沈殿析出重合である。反応器等へのスケールは確認されなかった。結果を表２に示す。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８２】
反応器の内温は４０℃になるようコントロールした。
その後、濾過して濾残の湿潤ポリフェニレンエーテルをメタノール６４００ｇともに１０

Ｌ洗浄槽に入れ分散させ、３０分間撹拌した後再度ろ過し、湿潤ポリフェニレンエーテルを得た。洗浄槽の内温は４０℃になるようコントロールした。これを３回繰り返し、次いで１４０℃で１５０分真空乾燥し乾燥ポリフェニレンエーテルを得た。
乾燥ポリフェニレンエーテルを用いて分子量の測定・ガラス転移温度測定を行なった。また、反応器等へのスケールは確認されなかった。結果を表2に示す。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８３】
［比較例３］
重合槽に入れる塩化第二銅２水和物を１．０８７ｇ、３５％塩酸を４．６５６ｇ、Ｎ，Ｎ，Ｎ'，Ｎ'－テトラメチルプロパンジアミンを４１．５３３ｇ、ジ－ｎ－ブチルアミンを３１．３２８ｇ、ｎ－ブタノールを６３２ｇ、メタノール１２６４ｇ、キシレンを４４２５ｇ、２，６－ジメチルフェノールを１２００ｇ、２，３，６－トリメチルフェノールを１００ｇとした以外は実施例１と同様に実施した。酸素ガス供給開始１４０分後にポリフェニレンエーテルが析出し、スラリー状の形態を示した。重合終結時の重合液の形態は沈殿析出重合である。結果を表2に示す。
【手続補正５】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８４】
［実施例１１］
重合槽に入れる２，６－ジメチルフェノールを７２ｇ、２，３，６－トリメチルフェノールを８８ｇとし、貯蔵槽に入れる２，６－ジメチルフェノールを６４８ｇ、２，３，６－トリメチルフェノールを７９２ｇとし、酸素ガス通気時間を２００分とした以外は実施例１と同様に実施した。酸素ガス供給開始１００分後にポリフェニレンエーテルが析出し、スラリー状の形態を示した。重合終結時の重合液の形態は沈殿析出重合である。結果を表2に示す。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８５】
［比較例５］
重合槽に入れる塩化第二銅２水和物を１．１１０ｇ、３５％塩酸を４．７５４ｇ、Ｎ，Ｎ，Ｎ'，Ｎ'－テトラメチルプロパンジアミンを４２．４０９ｇ、ジ－ｎ－ブチルアミンを１５．９９４ｇ、ｎ－ブタノールを１２６７ｇ、メタノール１９０１ｇ、キシレンを３１６８ｇ、２，６－ジメチルフェノールを１５２０ｇ、２，３，６－トリメチルフェノールを８０ｇとした以外は比較例３と同様に実施した。酸素ガス供給開始１４０分後にポリフェニレンエーテルが析出し、スラリー状の形態を示した。重合終結時の重合液の形態は沈殿析出重合である。結果を表2に示す。
【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８６
【補正方法】変更

【補正の内容】
【００８６】
［比較例６］
重合槽に入れる塩化第二銅２水和物を１．０８２ｇ、３５％塩酸を４．６３２ｇ、Ｎ，Ｎ，Ｎ'，Ｎ'－テトラメチルプロパンジアミンを41.３１４ｇ、ジ－ｎ－ブチルアミンを３１．１６２ｇ、ｎ－ブタノールを１２６４ｇ、メタノール１２６４ｇ、キシレンを３７９３ｇ、２，６－ジメチルフェノールを１１２０ｇ、２，３，６－トリメチルフェノールを４８０ｇとした以外は比較例３と同様に実施した。酸素ガス供給開始１４０分後にポリフェニレンエーテルが析出し、スラリー状の形態を示した。重合終結時の重合液の形態は沈殿析出重合である。結果を表2に示す。
【手続補正８】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９０】
その後、濾過して濾残の湿潤ポリフェニレンエーテルをメタノール５１２０ｇともに１０Ｌ洗浄槽に入れ分散させ、３０分間撹拌した後再度ろ過し、湿潤ポリフェニレンエーテルを得た。洗浄槽の内温は４０℃になるようコントロールした。これを３回繰り返し、次いで１４０℃で１５０分真空乾燥し乾燥ポリフェニレンエーテルを得た。
乾燥ポリフェニレンエーテルを用いて分子量の測定・ガラス転移温度測定を行なった。また、反応器等へのスケールは確認されなかった。結果を表2に示す。
【手続補正９】
【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】

【表１】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
晶含最終形態	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出
(D)フェノール化合物濃度（質量%）	15	20	25	15	40	5	10	30	25
成分(B)中の成分(A)の量(質量%)	90	90	90	90	90	90	90	90	70
Mw／Mn	2.2	2.4	2.7	2.4	2.8	2.2	2.2	2.8	2.7
T_g	228.1	230.7	232.1	230	230	222.5	223.5	232	232
ΔT_g(℃)(実施例11との差)	9.6	12.2	13.6	11.5	11.5	4	5	13.5	13.5
Mn	20000	17000	16100	33500	10600	20100	20500	14700	15700
スケール	無	無	無	無	無	無	無	無	無

【手続補正１０】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９２】

【表２】

	実施例10	比較例2	比較例3	実施例11	比較例5	比較例6	比較例7
重合最終形態	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	沈殿析出	溶液
(D)フェノール化合物濃度（質量%）	0	15	25	55	5	30	25
成分(B)中の成分(A)の量(質量%)	90	0	0	90	0	0	90
Mw／Mn	2.3	3.5	3.4	3.4	3.5	3.5	7.8
Tg	218.5	227	230	234	222	231	232
ΔTg(℃)（実施例11との差）	0	8.5	11.5	15.5	3.5	12.5	13.5
Mn	20000	16000	13100	8500	13100	10700	11300
スケール	無	有	有	無	有	有	無