

【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 2 区分

【発行日】平成20年7月31日(2008.7.31)

【公表番号】特表2008-503486(P2008-503486A)

【公表日】平成20年2月7日(2008.2.7)

【年通号数】公開・登録公報2008-005

【出願番号】特願2007-516786(P2007-516786)

【国際特許分類】

C 0 7 C 41/09 (2006.01)

C 0 7 C 43/10 (2006.01)

C 0 8 G 65/46 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 C 41/09

C 0 7 C 43/10

C 0 8 G 65/46

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成20年6月11日(2008.6.11)

【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】

(a) 酸重縮合触媒の存在下にて少なくとも約 150 の温度で、1, 3 - プロパンジオール、1, 3 - プロパンジオール二量体および 1, 3 - プロパンジオール三量体またはその混合物からなる群から選択されるジオールを含む反応体を重縮合して、ポリトリメチレンエーテルグリコール反応混合物を得る工程、

(b) 前記酸重縮合触媒を中和し、かつ中和されたポリトリメチレンエーテルグリコール反応混合物を得るのに十分な量で、実質的に水不溶性の塩基を前記反応混合物に添加する工程、

(c) 約 0.150 ダーシー以下の透過性を有する濾過助剤と、前記中和された反応混合物を接触させる工程、および

(d) 前記濾過助剤から前記ポリトリメチレンエーテルグリコールを分離して、ポリトリメチレンエーテルグリコールを得る工程、
を含む、ポリトリメチレンエーテルグリコールを製造する方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の方法によって製造される、数平均分子量約 200 ~ 約 1,000 を有するポリトリメチレンエーテルグリコール。

【請求項 3】

数平均分子量約 200 ~ 約 1,000 を有し、かつ非ヒドロキシルまたは非オレフィン末端基約 0 ~ 約 10 ミリ当量 / kg を含有する、ポリトリメチレンエーテルグリコール。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0070】

本発明の実施形態の前述の開示内容は、例示および説明のために示されている。網羅的であること、あるいは開示されている正確な形態に本発明を限定することを意図するものではない。本明細書に記載の実施形態の多くの変更および修正が、開示内容に照らして、当業者には明らかであるだろう。

次に、本発明の好ましい態様を示す。

1. (a) 酸重縮合触媒の存在下にて少なくとも約150の温度で、1,3-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール二量体および1,3-プロパンジオール三量体またはその混合物からなる群から選択されるジオールを含む反応体を重縮合して、ポリトリメチレンエーテルグリコール反応混合物を得る工程、

(b) 前記酸重縮合触媒を中和し、かつ中和されたポリトリメチレンエーテルグリコール反応混合物を得るのに十分な量で、実質的に水不溶性の塩基を前記反応混合物に添加する工程、

(c) 約0.150ダーシー以下の透過性を有する濾過助剤と、前記中和された反応混合物を接触させる工程、および

(d) 前記濾過助剤から前記ポリトリメチレンエーテルグリコールを分離して、ポリトリメチレンエーテルグリコールを得る工程、

を含む、ポリトリメチレンエーテルグリコールを製造する方法。

2. 前記反応体が、1,3-プロパンジオールを90重量%以上含む、請求項1に記載の方法。

3. 分離工程(d)の前に、前記中和されたポリトリメチレンエーテルグリコール反応混合物を乾燥させる工程をさらに含む、請求項1または2に記載の方法。

4. 分離工程(d)の後に、減圧で蒸留することによって未反応の反応体を除去する工程をさらに含む、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

5. 前記重縮合工程(a)が、約150～約200の温度で行われる、請求項1～4のいずれか一項に記載の方法。

6. 前記酸重縮合触媒が、プレステッド酸、ルイス酸および超酸からなる群から選択される、請求項1～5のいずれか一項に記載の方法。

7. 前記酸重縮合触媒が、硫酸、ヨウ化水素酸、フルオロスルホン酸、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、メタンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸、1,1,2,2-テトラフルオロエタンスルホン酸、および1,1,1,2,3,3-ヘキサフルオロプロパンスルホン酸からなる群から選択される、請求項1～5に記載の方法。

8. 前記重縮合触媒が硫酸である、請求項7に記載の方法。

9. 前記重縮合触媒が、前記反応体の重量を基準にして約0.1重量%～約1重量%の量で使用される、請求項1～8のいずれか一項に記載の方法。

10. 前記重縮合触媒が、前記反応体の重量を基準にして約0.25重量%～約0.75重量%の量で使用される、請求項9に記載の方法。

11. 前記実質的に水不溶性の塩基が、アルカリ土類金属水酸化物、アルカリ土類金属酸化物、およびアルカリ土類金属炭酸塩からなる群から選択される、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法。

12. 前記実質的に水不溶性の塩基が、水酸化カルシウム、酸化カルシウム、炭酸カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウム、炭酸マグネシウム、炭酸バリウム、酸化バリウムおよび水酸化バリウムからなる群から選択される、請求項1～10に記載の方法。

13. 前記不溶性塩基が、水酸化カルシウムを含む、請求項1～10に記載の方法。

14. 前記濾過助剤が、珪藻岩、真珠岩およびセルロースからなる群から選択される、請求項1～13のいずれか一項に記載の方法。

15. 前記濾過助剤が、珪藻岩を含む、請求項14に記載の方法。

16. 前記濾過助剤が、約0.040～約0.140ダーシーの透過性を有する、請求項

1 ～ 15 のいずれか一項に記載の方法。

17. 工程 (c) の前記接触および工程 (d) の前記分離が、濾過助剤でコーティングされた濾紙を通して、前記中和された反応混合物を濾過することを含む、請求項 1 ～ 16 のいずれか一項に記載の方法。

18. 工程 (c) の前記接触が、前記中和された反応混合物に、濾過助剤を添加することを含む、請求項 1 ～ 16 に記載の方法。

19. 前記分離工程 (d) が濾過を含む、請求項 18 に記載の方法。

20. 前記分離工程 (d) が遠心分離を含む、請求項 18 に記載の方法。

21. 前記ポリトリメチレンエーテルグリコールが、前記触媒から誘導された末端基約 0 ～ 約 10 ミリ当量 / kg を含有する、請求項 1 ～ 20 のいずれか一項に記載の方法。

22. 前記ポリトリメチレンエーテルグリコールが、硫黄約 0 ～ 約 10 ppm を含有する、請求項 1 ～ 21 のいずれか一項に記載の方法。

23. 請求項 1 ～ 22 のいずれか一項に記載の方法によって製造される、数平均分子量約 200 ～ 約 1,000 を有するポリトリメチレンエーテルグリコール。

24. 数平均分子量約 200 ～ 約 1,000 を有し、かつ非ヒドロキシルまたは非オレフィン末端基約 0 ～ 約 10 ミリ当量 / kg を含有する、ポリトリメチレンエーテルグリコール。