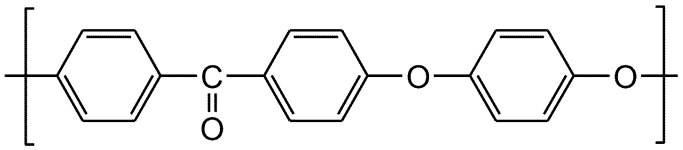
【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第３区分
【発行日】令和5年3月22日(2023.3.22)

【国際公開番号】WO2022/050340
【出願番号】特願2022-546963(P2022-546963)
【国際特許分類】
Ｃ０８Ｇ 65/40(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ０８Ｇ 65/40

【手続補正書】
【提出日】令和5年3月8日(2023.3.8)
【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】
下記式（１）で表される繰り返し単位を含み、結晶化温度Ｔｃが２７０℃以上であり、下記条件（Ａ）及び（Ｂ）の一方又は両方を満たす、ポリエーテルエーテルケトン。
【化４】



（１）

（Ａ）フッ素原子の含有量ａが２ｍｇ／ｋｇ未満である。
（Ｂ）塩素原子の含有量ｂが２ｍｇ／ｋｇ以上である。
【請求項２】
原料に４，４’－ジクロロベンゾフェノンを含む、請求項１に記載のポリエーテルエーテルケトン。
【請求項３】
メルトフローインデックスが１００ｇ／１０ｍｉｎ以下である、請求項１又は２に記載のポリエーテルエーテルケトン。
【請求項４】
還元粘度ηｓｐ／ｃが０．４０～１．５０ｄｌ／ｇである、請求項１～３のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトン。
【請求項５】
４，４’－ジクロロベンゾフェノンとハイドロキノンとを、反応混合物の最高温度を２６０～２８０℃とする条件で反応させることを含む、ポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項６】
前記反応混合物を１５０℃以上に昇温した後、温度保持することを含む、請求項５に記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項７】
前記反応混合物を１５０℃以上に昇温した後、昇温と温度保持とを複数回繰り返すことを含む、請求項５又は６に記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。

【請求項８】
前記反応混合物を１８０～２２０℃において０．５～２時間保持することを含む、請求項５～７のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項９】
前記反応混合物を２３０～２７０℃において０．５～２時間保持することを含む、請求項５～８のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１０】
前記反応混合物を２８０℃において１～８時間保持することを含む、請求項５～９のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１１】
前記反応混合物の温度が１５０℃に達した時点から前記最高温度に達する時点までの時間が２．０～１０時間である、請求項５～１０のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１２】
製造されるポリエーテルエーテルケトンの結晶化温度Ｔｃが２７０℃以上である、請求項５～１１のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１３】
製造されるポリエーテルエーテルケトンのメルトフローインデックスが１００ｇ／１０ｍｉｎ以下である、請求項５～１２のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１４】
製造されるポリエーテルエーテルケトンの還元粘度η_{sp}／ｃが０．４０～１．００ｄｌ／ｇである、請求項５～１３のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１５】
前記反応混合物が、溶媒として１種の溶媒のみを含む、請求項５～１４のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【請求項１６】
前記反応混合物が、フッ化ナトリウム、フッ化カリウム、フッ化ルビジウム及びフッ化セシウムのいずれも含まない、請求項５～１５のいずれかに記載のポリエーテルエーテルケトンの製造方法。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１９
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１９】
一実施形態において、ＰＥＥＫの塩素原子の含有量ｂは、２ｍｇ／ｋｇ以上、１０ｍｇ／ｋｇ以上、１００ｍｇ／ｋｇ以上、５００ｍｇ／ｋｇ以上、７００ｍｇ／ｋｇ以上、１０００ｍｇ／ｋｇ以上、２０００ｍｇ／ｋｇ以上、３０００ｍｇ／ｋｇ以上又は４０００ｍｇ／ｋｇ以上である。これにより、本発明の効果が良好に発揮される。上限は格別限定されず、例えば１００００ｍｇ／ｋｇ以下、９０００ｍｇ／ｋｇ以下、８０００ｍｇ／ｋｇ以下、７０００ｍｇ／ｋｇ以下又は６０００ｍｇ／ｋｇ以下であり得る。
また、ＰＥＥＫの塩素原子の含有量ｂは、例えば２～１００００ｍｇ／ｋｇ、好ましくは７００～９０００ｍｇ／ｋｇ、より好ましくは１０００～８０００ｍｇ／ｋｇである。
ここで、塩素原子の含有量ｂは、ＰＥＥＫの分子構造中に含まれる塩素原子の含有量ｂ１と、ＰＥＥＫの分子構造中に含まれない成分（遊離成分）として含まれる塩素原子の含有量ｂ２との合計である。
【手続補正３】
【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００２３
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００２３】
ＰＥＥＫに遊離成分である塩化カリウムとして含まれる塩素原子は、以下の方法により定量する。
＜ＰＥＥＫに遊離成分である塩化カリウムとして含まれる塩素原子の測定方法＞
固体試料（ＰＥＥＫ）をブレンダーで粉砕してアセトン、水の順で洗浄し、１８０℃の防爆乾燥機で乾燥する。尚、ＰＥＥＫを生成する反応の直後の反応混合物（生成物）を試料として用いる場合は、反応終了後、生成物を冷却固化して上記固体試料とする。使用するブレンダーは格別限定されず、例えばワーリング社製７０１０ＨＳを用いることができる。
乾燥した試料約１ｇを秤量し、そこに超純水１００ｍｌ（ｌ：リットル）を加え、液温５０℃において２０分間撹拌し、放冷後、濾過することで、固形分と水溶液とに分離する。水溶液をイオンクロマトグラフィーで分析し、水溶液中の塩化物イオンを、既知濃度のリファレンスから作成した検量線に基づいて定量する。イオンクロマトグラフの条件は下記のとおりである。
＜イオンクロマトグラフ＞
分析装置：Ｍｅｔｒｏｈｍ　９４０　ＩＣ　Ｖａｒｉｏ
カラム：ガードカラムとして（Ｍｅｔｒｏｓｅｐ　Ａ　Ｓｕｐｐ　５　Ｇｕａｒｄ）及び分離カラムとして（Ｍｅｔｒｏｓｅｐ　Ａ　Ｓｕｐｐ　４）を連結して使用（カラムは共にＭｅｔｒｏｈｍ社製）
溶離液：Na_2CO_3（１．８ｍｍｏｌ／ｌ）＋$NaHCO_3$（１．７ｍｍｏｌ／ｌ）
流速：１．０ｍｌ／ｍｉｎ
カラム温度：３０℃
測定モード：サプレッサ方式
検出器：電気伝導度検出器
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００８０
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００８０】
（３）燃焼イオンクロマトグラフ
燃焼イオンクロマトグラフ法により、ＰＥＥＫにおけるフッ素原子の含有量ａ及び塩素原子の含有量ｂを測定した。
具体的には、試料を燃焼炉内に導入し、酸素を含む燃焼ガス中で燃焼させ、発生したガスを吸収液に捕集させた後、その吸収液をイオンクロマトグラフにて分離定量した。定量値は、既知濃度のリファレンスから作成した検量線を元に求めた。以下に測定条件を示す。
＜試料燃焼＞
燃焼装置：株式会社三菱化学アナリテック製ＡＱＦ－２１００Ｈ
燃焼炉設定温度：前段８００℃、後段１１００℃
アルゴン流量：４００ｍｌ／ｍｉｎ
酸素流量：２００ｍｌ／ｍｉｎ
吸収液：過酸化水素水
＜イオンクロマトグラフ＞
分析装置：サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製Ｉｎｔｅｇｒｉｏｎ
カラム：ガードカラムとして（Ｄｉｏｎｅｘ　ＩｏｎＰａｃ　ＡＧ１２Ａ）及び分離カラムとして（Ｄｉｏｎｅｘ　ＩｏｎＰａｃ　ＡＳ１２Ａ）を連結して使用（カラムは共にＤ

ＩＯＮＥＸ社製）
溶離液：Na_2CO_3（２．７ｍｍｏｌ／ｌ）＋$NaHCO_3$（０．３ｍｍｏｌ／ｌ）
流速：１．５ｍｌ／ｍｉｎ
カラム温度：３０℃
測定モード：サプレッサ方式
検出器：電気伝導度検出器
　尚、上記の測定方法におけるフッ素原子及び塩素原子の検出限界は２ｍｇ／ｋｇである。これらの原子が検出限界未満の場合は、表１中、「＜２」（ｍｇ／ｋｇ）と表記する（後の表２も同様である。）。