

(51)Int.Cl <sup>7</sup> C08G 64/30	식별기호	FI C08G 64/30	테마코드(참고) 4J029
---------------------------------------	------	------------------	-------------------

심사청구 미청구 청구항의 수 5 0L (전 7페이지)

(21)출원번호	일본국 특허출원 2001-11790 (P2001-11790)	(71)출원인	000000206 우베코산 가부시키가이샤 (宇部興産株式会社)
(22)출원일	평성13년 10월 2일 (2001.1.19)	(72)발명자	카시와기 키미카즈 (柏木 公一) 일본국 야마구치켄 우베시 오아자고구시 1978번지의 96 (山口県宇部市大字小串1978番地の96)
(31)우선권 주장번호	일본국 특허출원 2000-12362 (P2000-12362)	(72)발명자	카시와기 키미카즈 (柏木 公一) 일본국 야마구치켄 우베시 오아자고구시 1978번지의 10 우베코산 가부시키가이샤 우베케미컬 고조 나이
(32)우선일	평성12년1월21일 (2000.1.21)	(72)발명자	도이 타카시 (土井 隆志) 상동
(33)우선권 주장국가	일본국(JP)	(72)발명자	가네코 다카요시 (金子 孝芳) 상동
		(72)발명자	다키구치 스즈오 (滝口 寿々夫) 상동

**(54)발명의 명칭 카보네이트디올의 제조방법**

**(57) 【요약】**

**【과제】**

본 발명은, 디메틸카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물을 반응시켜, 분자 말단이 수산기이며 또한 착색이 적은 고품질의 폴리카보네이트디올을 얻을 수 있는, 공업적으로 적합한 폴리카보네이트디올의 제조방법을 제공하는 것을 과제로 한다.

**【해결 수단】**

본 발명의 과제는, 디메틸카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물을, 촉매 존재하에, 메탄올과 디메틸카보네이트의 혼합물을 발출하면서, 반응몰비 r을 1.31~1.58로 하여 반응시켜, 분자 말단 알킬기가 몰 기준으로 5% 이하인 폴리카보네이트디올 프리폴리머를 생성시키고, 그 폴리카보네이트디올 프리폴리머를, 촉매 존재하에, 지방족 디히드록시 화합물을 발출하면서 축중합 반응시켜, 분자 말단이 수산기인 폴리카보네이트디올을 생성시키는 것을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법에 의해 해결된다.

**【특허청구의 범위】**

**【청구항 1】**

(1) 디메틸카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물을, 촉매 존재하에, 생성되는 메탄올과 디메틸카보네이트의 혼합물을 배출하면서, 다음 식으로 표기되는 반응몰비  $r$ 을 1.31~1.58로 하여,

$$r=(n+1)/n$$

(식 중,  $n$ 은 1.72~3.23의 실수이고, 폴리카보네이트디올 프리폴리머의 수평균 중합도에 상당함.)

에스테르 교환 반응시켜, 분자 말단 수산기와 분자 말단 알킬기의 합계에 대한 분자 말단 알킬기의 비율이 몰 기준으로 5% 이하인 폴리카보네이트디올 프리폴리머를 생성시키고,

(2) 그 폴리카보네이트디올 프리폴리머를, 촉매 존재하에, 생성되는 지방족 디히드록시 화합물을 배출하면서 축중합 반응시켜, 분자 말단이 수산기인 폴리카보네이트디올을 생성시키는 것을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법.

**【청구항 2】**

제 1항에 있어서,

디메틸카보네이트 1 몰에 대해 지방족 디히드록시 화합물을 0.97~1.20 몰의 비율로 사용하는 것을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법.

**【청구항 3】**

제 1항에 있어서,

메탄올과 디메틸카보네이트의 공비혼합물 내지는 그 근방의 조성물을 상압(常压)하에서 배출하면서 반응시키고, 나아가 공비혼합물로부터 메탄올이 풍부한 조성의 메탄올과 디메틸카보네이트의 혼합물을 감압하에서 배출하면서 반응시켜, 폴리카보네이트디올 프리폴리머를 생성시키는 것을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법.

**【청구항 4】**

제 1항에 있어서,

디메틸카보네이트가 알칼리금속 알콕사이드 또는 알칼리토류 금속 알콕사이드로 처리되어 증류 분리된 것임을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법.

**【청구항 5】**

제 4항에 있어서,

디메틸카보네이트가 일산화탄소와 아질산메틸을 반응시켜 얻어진 것임을 특징으로 하는 폴리카보네이트디올의 제조방법.

**【발명의 상세한 설명】**

**【0001】**

**【발명이 속하는 기술 분야】**

본 발명은, 디메틸카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물을 반응시켜, 분자 말단(양 말단)이 수산기인 고품질의 폴리카보네이트디올을 제조하는 방법에 관한 것이다. 폴리카보네이트디올은, 폴리우레탄, 접착제, 도료 등의 원료로서 매우 유용한 화합물이다.

**【0002】**

**【종래의 기술】**

**【0003】**

폴리카보네이트디올을 제조하는 방법으로서, 카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물에 에스테르 교환 반응시키는 방법이 알려져 있다. 이 방법에서는, 일반적으로, 카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물을, 목적으로 하는 폴리카보네이트디올의 평균 분자량에 대응시켜, 화학량론량 또는 그것에 가까운 비율로 충전하여 반응이 이루어진다. 이러한 경우, 통상은 폴리카보네이트디올의 분자 말단(양 말단 ; 이하, 동의)이 모두 수산기는 되지 않고, 카보네이트에 유래하는 알킬기나 아릴기가 분자 말단에 잔존하게 된다.

**【0004】**

이러한 문제를 해결하기 위해, 몇 가지의 방법이 제안되어 있다. 예를 들어, 디알킬 카보네이트와 지방족 디히드록시 화합물로부터 분자 말단이 알킬기의 폴리카보네이트디올을 생성시키고, 이어서 이 폴리카보네이트디올에 지방족 디히드록시 화합물을 반응시켜 분자 말단에 알킬기가 적은 폴리카보네이트디올을 얻는 방법(일본국 특개 소 62-187725호 공보)이나, 디알킬 또는 디아릴카보네이트에 대해 지방족 디히드록시 화합물을 화학량론량의 1.01~1.30배 사용하여 분자 말단에 알킬기가 적은 폴리카보네이트디올을 얻는 방법(일본국 특개소 64-118호 공보) 등이 제안되어 있다.

**【0005】**

그러나, 전자의 방법에서는, 양 말단이 알킬기의 폴리카보네이트디올을 생성시킨 후에 이것을 디올 등과 반응시키기 때문에 반응 조건이 엄격해지고, 게다가, 처음에 대과잉의 디알킬카보네이트를 사용하기 때문에 반응온도가 오르지 않아, 반응에 시간이 소요되어 생산성이 낮다고 하는 문제가 있었다. 한편, 후자의 방법에서는, 특히 카보네이트로서 디메틸카보네이트를 사용한 경우, 얻어지는 폴리카보네이트디올의 분자 말단에 메틸기가 잔존하거나 과잉의 지방족 디히드록시 화합물의 사용에 의해 생산성이 저하된다고 하는 문제가 있었다. 또한, 이들의 방법에서는, 모두, 얻어지는 폴리카보네이트디올이 착색된다고 하는 문제가 존재하고 있었다.