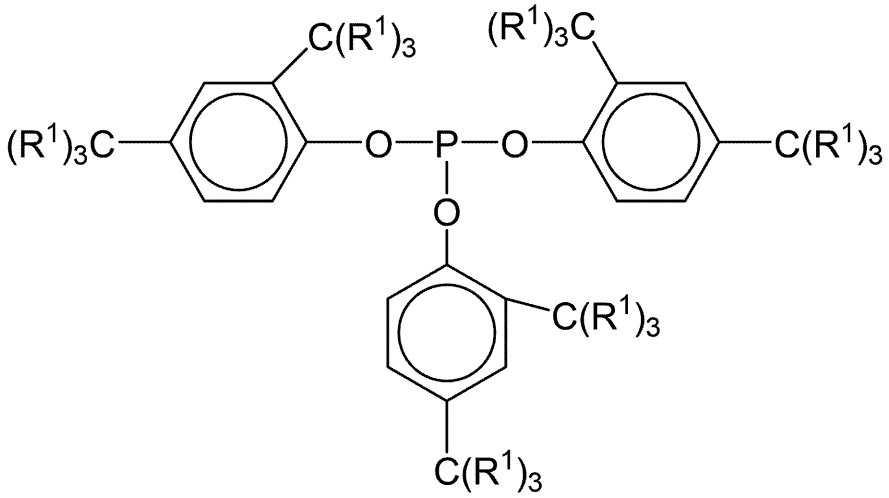
【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第３区分
【発行日】令和6年4月24日(2024.4.24)

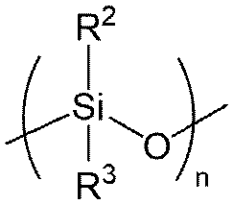
【国際公開番号】WO2023/013443
【出願番号】特願2023-540256(P2023-540256)
【国際特許分類】
C08F 4/80(2006.01)
【ＦＩ】
C08F 4/80

【手続補正書】
【提出日】令和6年2月28日(2024.2.28)
【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】
白金と下記一般式（１）
【化１】



（１）

（式中、R^1は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体、及び下記一般式（２）
【化２】



（２）

（式中、R^2は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、R^3は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。nは２～２００の整数である。）

で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を含む液状のアルケニル基含有シロキサン化合物からなり、炭化水素系有機溶剤を含有せず、２３℃で液体である白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。

【請求項２】

一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物が、環状オルガノポリシロキサン化合物である請求項１に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。

【請求項３】

白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部が、一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物と会合しているものである請求項１又は２に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。

【請求項４】

白金－亜リン酸エステル錯体の０．０１～１００モル％が、一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物と会合しているものである請求項３に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。

【請求項５】

アルケニル基含有シロキサン化合物が、更に１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン及び／又は１，５－ジビニル－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサンを含むものである請求項１～４のいずれか１項に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。

【請求項６】

請求項１～５のいずれか１項に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒を含有する硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項７】

炭化水素系有機溶剤を含有しない請求項６に記載の硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項８】

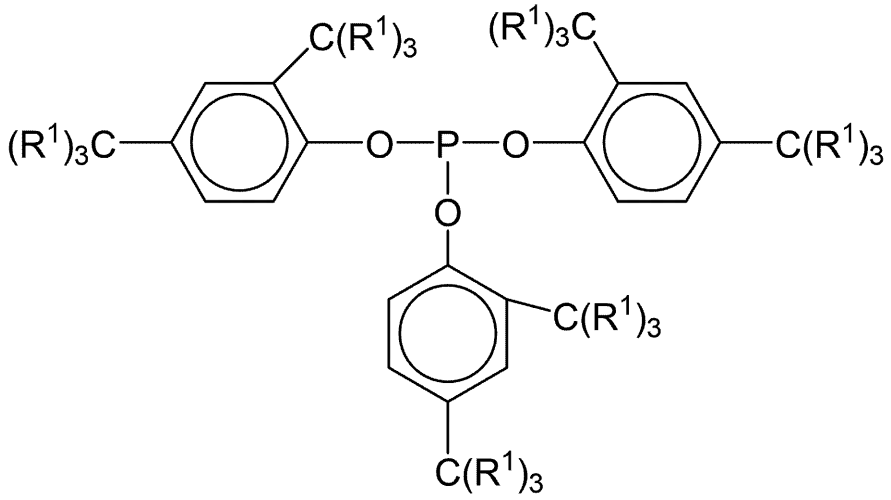
請求項６又は７に記載の硬化性オルガノポリシロキサン組成物の硬化物を有する物品。

【請求項９】

以下の工程（ａ）～（ｄ）を含む白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の製造方法。

（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、下記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、

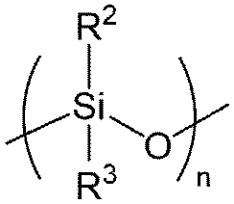
【化３】



（１）

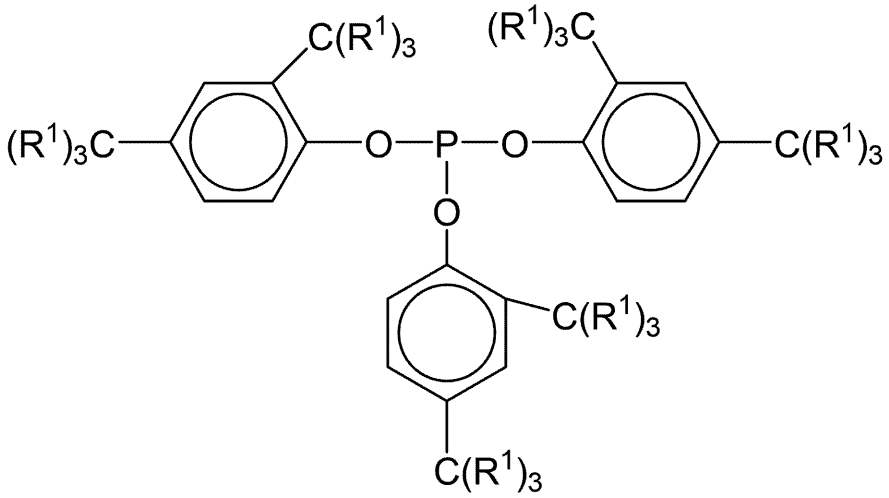
（式中、Ｒ^{1}は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）

（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、
【化４】



（２）

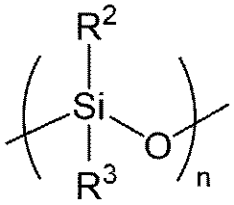
（式中、R^2は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、R^3は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）
及び、
（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
【請求項１０】
該白金－亜リン酸エステル錯体中の白金原子１モルに対して一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を０．０１～５００モル添加するものである請求項９に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の製造方法。
【請求項１１】
以下の工程（ａ）～（ｄ）を含む白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法。
（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、下記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、
【化５】



（１）

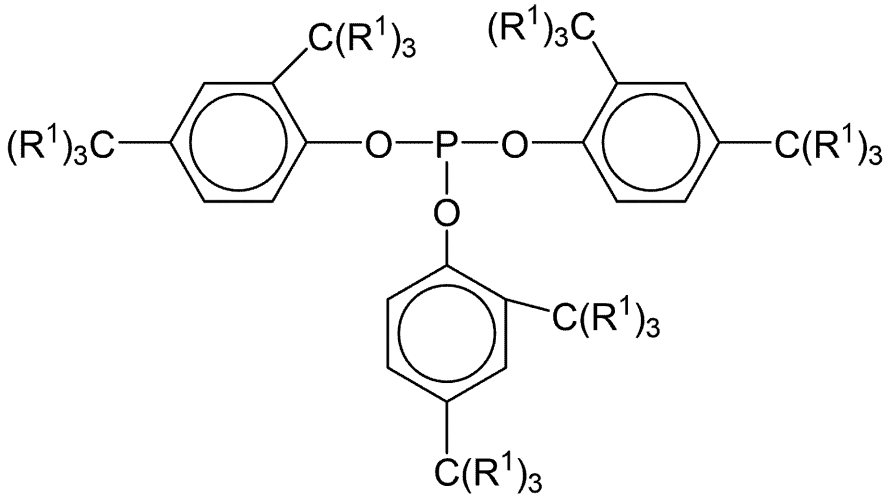
（式中、R^1は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記

一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、
【化６】



（２）

（式中、R^2は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、R^3は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）
及び、
（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
【請求項１２】
該白金－亜リン酸エステル錯体中の白金原子１モルに対して一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を０．０１～５００モル添加するものである請求項１１に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００１２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００１２】
本発明者は、上記目的を達成するために鋭意検討を行った結果、下記一般式（１）
【化１】

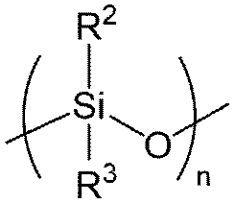


（１）

（式中、R^1は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
で示される亜リン酸エステル化合物を沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤に溶解した溶液を調製し、該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以

上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製し、該溶液に、下記一般式（２）

【化２】



（２）

（式中、R^2は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、R^3は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）

で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と上記一般式（２）で示されるシロキサン化合物の会合体を含有する溶液としたのち、該溶液から沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤を除去することで、目的とする炭化水素系有機溶剤を含まずとも２３℃にて長期保存中においても安定して液体である白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒が得られることを見出した。

また、上記にて得られた白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒を使用することで、炭化水素系有機溶剤非含有の１成分型（１液型）の硬化性オルガノポリシロキサン組成物を得ることができ、更に、得られた１成分型の硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、常温に長時間晒された状態においても、性状や物性が安定した組成物となることを知見し、本発明をなすに至った。

【手続補正３】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１３

【補正方法】変更

【補正の内容】

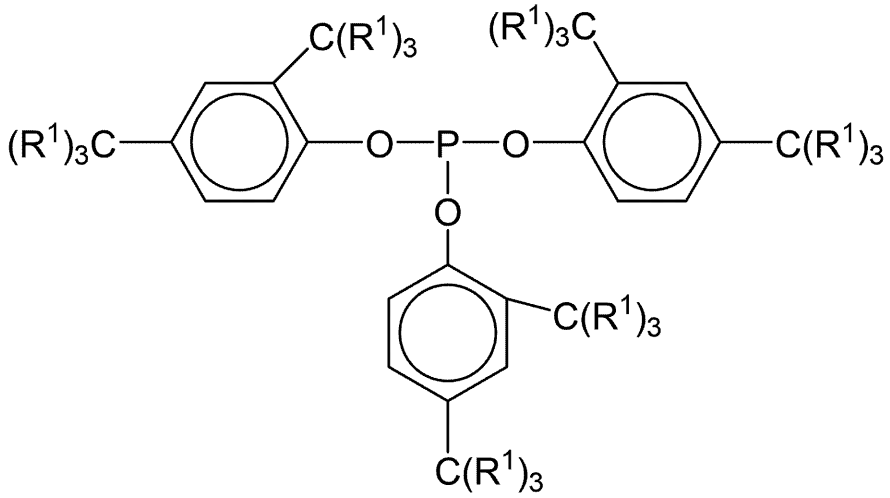
【００１３】

従って、本発明は、下記の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒、該ヒドロシリル化触媒の製造方法、白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法、及び該ヒドロシリル化触媒を含有する硬化性オルガノポリシロキサン組成物、並びにその硬化物を有する物品を提供する。

［１］

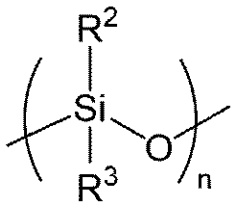
白金と下記一般式（１）

【化３】



（１）

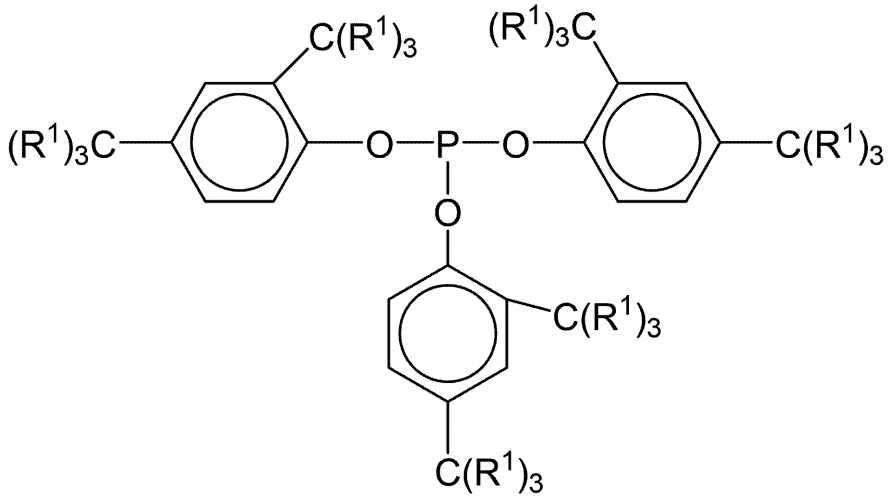
（式中、Ｒ^{1}は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体、及び下記一般式（２）
【化４】



（２）

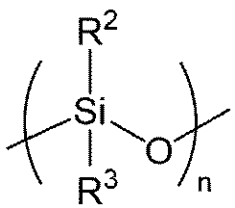
（式中、Ｒ^{2}は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、Ｒ^{3}は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）
で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を含む液状のアルケニル基含有シロキサン化合物からなり、炭化水素系有機溶剤を含有せず、２３℃で液体である白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。
［２］
一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物が、環状オルガノポリシロキサン化合物である［１］に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。
［３］
白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部が、一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物と会合しているものである［１］又は［２］に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。
［４］
白金－亜リン酸エステル錯体の０．０１～１００モル％が、一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物と会合しているものである［３］に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。
［５］
アルケニル基含有シロキサン化合物が、更に１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン及び／又は１，５－ジビニル－１，１，３，３，５，５－ヘキサメチルトリシロキサンを含むものである［１］～［４］のいずれかに記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒。
［６］

［１］～［５］のいずれかに記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒を含有する硬化性オルガノポリシロキサン組成物。
［７］
炭化水素系有機溶剤を含有しない［６］に記載の硬化性オルガノポリシロキサン組成物。
［８］
［６］又は［７］に記載の硬化性オルガノポリシロキサン組成物の硬化物を有する物品。
［９］
以下の工程（ａ）～（ｄ）を含む白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の製造方法。
（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、下記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、
【化５】



（１）

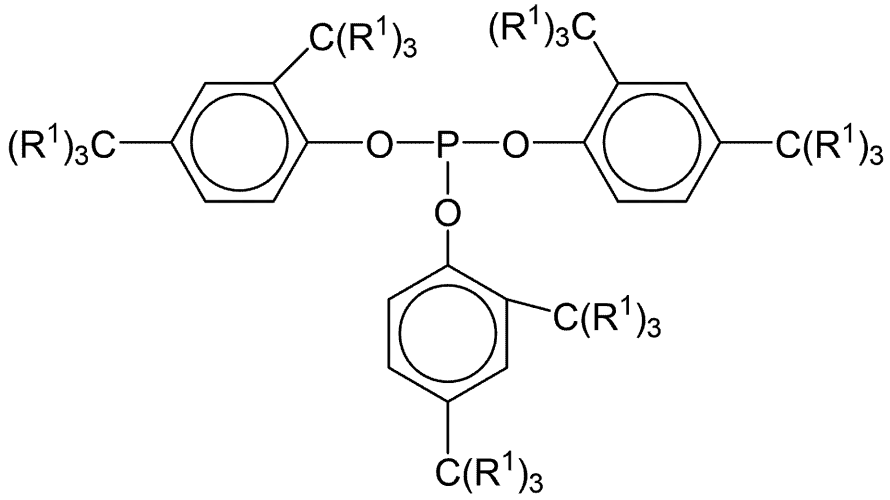
（式中、R^1は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、
【化６】



（２）

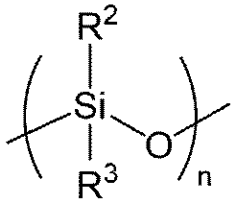
（式中、R^2は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、R^3は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）
及び、

（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
［１０］
該白金－亜リン酸エステル錯体中の白金原子１モルに対して一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を０．０１～５００モル添加するものである［９］に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の製造方法。
［１１］
以下の工程（ａ）～（ｄ）を含む白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法。
（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、下記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、
【化７】



（１）

（式中、Ｒ^{1}は独立に水素原子もしくは炭素原子数が１～３である１価の脂肪族炭化水素基である。）
（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と下記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、
【化８】



（２）

（式中、Ｒ^{2}は炭素原子数が２～１０のアルケニル基を示し、Ｒ^{3}は炭素原子数が１～１０である１価の脂肪族炭化水素基である。ｎは２～２００の整数である。）
及び、
（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
［１２］
該白金－亜リン酸エステル錯体中の白金原子１モルに対して一般式（２）で示される単

位を有するオルガノポリシロキサン化合物を０．０１～５００モル添加するものである［１１］に記載の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法。
【手続補正４】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００３１
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００３１】
［白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の製造方法］
前述した白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒は、下記に示す４つの工程を行うことで安定的に製造することができる。
（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、
（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、上記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と上記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、及び、
（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
【手続補正５】
【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】
第二工程：（ｂ）
第二工程は、工程（ａ）で得られた溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とビニル基含有シロキサン等のアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程である。
【手続補正６】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４１
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４１】
［白金触媒］
本発明の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の調製において使用する中間原料の白金触媒は、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とビニル基含有シロキサン等のアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒であって、該白金触媒は、通常、それ自体が付加硬化型のシリコーン組成物中に含まれる、ベースポリマー（アルケニル基含有オルガノポリシロキサン）中のアルケニル基と、架橋剤（

オルガノハイドロジェンポリシロキサン）中のＳｉＨ基とのヒドロシリル化付加反応に寄与する硬化触媒（ヒドロシリル化付加反応触媒）である。
【手続補正７】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４４
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４４】
塩化白金（$PtCl_4$）、塩化白金酸（H_2PtCl_6）又は塩化白金酸塩（$H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$）とビニル基含有シロキサン等のアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒において、白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の具体例としては、白金－１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン錯体（Ｋａｒｓｔｅｄｔ錯体）、白金－１，３－ジアリル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン錯体、白金－１，３－ジビニル－１，３－ジメチル－１，３－ジフェニルジシロキサン錯体、白金－１，３，５－トリメチル－１，３，５－トリビニルシクロトリシロキサン錯体、白金－１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラフェニルジシロキサン錯体、及び白金－１，３，５，７－テトラメチル－１，３，５，７－テトラビニルシクロテトラシロキサン錯体などが挙げられる。白金－アルケニル基含有シロキサン錯体としては、これらの群から選択される少なくとも１種であることが好ましく、それらの中に炭化水素系有機溶剤を含まないことも必須条件である。上記白金触媒の中でも、特に白金－１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン錯体（Ｋａｒｓｔｅｄｔ錯体）を用いることが極めて好ましい。
【手続補正８】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００４６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００４６】
この塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒は、白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の配位子を形成する該アルケニル基含有シロキサンと同一又は異種のアルケニル基含有オルガノポリシロキサン（通常、分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖直鎖状ジメチルポリシロキサンなどの、分子中に隣接アルケニル基を有さない分子鎖両末端ビニルジオルガノシロキシ基封鎖直鎖状オルガノポリシロキサン）を希釈剤（溶媒）としたシリコーン溶液の形態であることが望ましい。このシリコーン溶液は、通常、白金原子の含有率が０．００１～０．０１０モル％程度の溶液となるよう調製する。これは、白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の安定性と取り扱い性（作業性）を高めるためである。該シリコーン溶液が含有する白金の量（質量濃度）としては０．２～２．０質量％程度となる。
【手続補正９】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６２
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６２】
［白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の結晶化を抑制する方法］
前述した白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒は、下記に示す４つの工程を行うことで結晶化を抑制することができる。
（ａ）沸点が８０℃以下である炭化水素系有機溶剤中に、上記一般式（１）で示される亜

リン酸エステル化合物を溶解した溶液を調製する工程、
（ｂ）該溶液に、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒を添加し、分散・溶解させて、白金と上記一般式（１）で示される亜リン酸エステル化合物とで構成された白金－亜リン酸エステル錯体を含有する溶液を調製する工程、
（ｃ）工程（ｂ）で得られた溶液に、上記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物を添加し、分散・溶解させて白金－亜リン酸エステル錯体の少なくとも一部と上記一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物の会合体を含有する溶液を調製する工程、及び、
（ｄ）工程（ｃ）で得られた溶液から炭化水素系有機溶剤を除去する工程。
【手続補正１０】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００６５
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００６５】
その理由は、（１）加熱時においては、従来使用されていた塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される白金触媒とほぼ同等の硬化性（ヒドロシリル化付加反応に対する触媒活性）を有する。また、（２）常温保管時においては、亜リン酸エステル化合物が、白金と錯体（白金－亜リン酸エステル錯体）を形成しているため、触媒活性に乏しく（保存安定性に優れ）、ヒドロシリル化反応の進行が非常に遅い。よって、得られる硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、常温に長時間晒された状態においても、性状や物性が安定しているものである。また更に、（３）白金－亜リン酸エステル錯体と、一般式（２）で示される単位を有するオルガノポリシロキサン化合物（隣接アルケニル基を２個以上有するオルガノポリシロキサン化合物）とを会合させることで、得られる白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の性状を２３℃で液体に保つことが可能となる。そのため、この白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒を硬化性オルガノポリシロキサン組成物に使用する際には、作業性が良好となったり、均一分散しやすいといったメリットがある。
【手続補正１１】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００７７
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００７７】
［比較例３］
透明ガラス容器に、トリス（２，４－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルフェニル）ホスファイトを０．３３１１部秤量し、ｎ－ヘプタン（沸点：９８℃）を９．６６８９部加え、密閉した後、室温にて約１時間溶解させた。目視にてトリス（２，４－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルフェニル）ホスファイトの結晶が溶解したことを確かめたのち、１質量％のＰｔ原子を有する白金－１，３－ジビニル－１，１，３，３－テトラメチルジシロキサン錯体（Ｋａｒｓｔｅｄｔ錯体）のシリコーン溶液（溶媒：重合度１８０の両末端ビニルジメチルシロキシ基封鎖ジメチルポリシロキサン）を１０．０部加え、密閉した後、均一になるよう３０分攪拌した。その後、１，３，５，７－テトラビニル－１，３，５，７－テトラメチルシクロテトラシロキサンを０．００８８部加え、密閉し、均一になるよう６０分攪拌した。その後、溶液を１００ｍｌナス型フラスコに移し、ロータリーエバポレーターを用いてｎ－ヘプタンを減圧留去した（条件：５０℃×２時間／約３５ｈＰａ）。１００ｍｌナス型フラスコには、白色結晶が分散した無色透明液体（収量：１０．９６ｇ）が得られ、結晶が析

出していない無色透明の液体は得ることができなかった（収率：１０６．０％）。この白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒のシリコーン溶液を『触媒ＶＩ』とする。
（亜リン酸エステル化合物の配合量は、白金触媒中の白金原子１モルに対し１．０モル、隣接アルケニル基含有オルガノポリシロキサン化合物の配合量は、白金触媒中の白金原子１モルに対し０．０５モルとなる。）
【手続補正１２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】００９６
【補正方法】変更
【補正の内容】
【００９６】
［組成物評価］
実施例１～３にて得られた白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒は、本発明の要件を満たすものであり、それらを使用した組成物実施例１～３の１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、触媒添加時の作業性が良好であり、１５０℃、１０分間で硬化し、硬化性も良好であることを確認した。また、２３℃における保存安定性（保存後の硬化性）も良好であるということが分かった。
これに対し、比較例１～３の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒は、２３℃、３か月後又は製造直後（２３℃）において結晶が析出してしまっているため、触媒自体の外観合否判定では不合格であり、更に、組成物への触媒添加時に、析出した結晶成分（固体）を取り除くと共に、白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒の液体状成分のみを必要量配合することが必要であったため、作業性においても不合格となった。なお、それら触媒（液体状成分のみ）を使用した組成物比較例１～３の１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物は良好な保存安定性（保存後の硬化性）を示した。
また比較例４の白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒は、作製時に炭化水素系有機溶剤を使用せず、亜リン酸エステル化合物と白金との錯体形成が不良となったため、それを用いて作製した組成物比較例４の１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、触媒添加時の作業性が不合格となり、更に保存安定性（保存後の硬化性）が低下する結果となった。
組成物比較例５においては、亜リン酸エステルとの錯体形成及びシロキサン化合物との会合をせず、塩化白金、塩化白金酸又は塩化白金酸塩とアルケニル基含有シロキサンとから形成された白金－アルケニル基含有シロキサン錯体の１種又は２種以上から選択される、炭化水素系有機溶剤を含まない白金触媒（Ｋａｒｓｔｅｄｔ錯体）自体を直接使用した１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物の例示である。本触媒を用いて製造した１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、触媒添加時の作業性は良好であるものの、保存安定性（保存後の硬化性）が低下する結果となった。
上記の結果から、本発明で得られた白金－亜リン酸エステル錯体含有ヒドロシリル化触媒を使用した１成分型ミラブル型硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、作業性向上と保存安定性の点で非常に優れた性能を発揮することが分かった。