

【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17年10月27日(2005.10.27)

【公開番号】特開2004-123946(P2004-123946A)
 【公開日】平成16年4月22日(2004.4.22)
 【年通号数】公開・登録公報2004-016
 【出願番号】特願2002-291413(P2002-291413)
 【国際特許分類第7版】

C 0 8 G 61/08
 C 0 8 J 5/18
 G 0 2 B 1/04
 // C 0 8 L 65:00

【F I】

C 0 8 G 61/08
 C 0 8 J 5/18 C E Z
 G 0 2 B 1/04
 C 0 8 L 65:00

【手続補正書】

【提出日】平成17年7月26日(2005.7.26)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ノルボルネン系モノマーの開環重合体であって、高速液体クロマトグラフィにより測定した数平均分子量が5万～100万、分子量分布(重量平均分子量/数平均分子量)が2.0以下であることを特徴とするノルボルネン系開環重合体。

【請求項2】

ノルボルネン系モノマーの開環重合体の水素添加物であって、高速液体クロマトグラフィにより測定した数平均分子量が5万～100万、分子量分布(重量平均分子量/数平均分子量)が2.0以下であることを特徴とするノルボルネン系開環重合体の水素添加物。

【請求項3】

ルテニウム系触媒を用い、ノルボルネン系モノマーに対して1/150～1/8000モルの連鎖移動剤を用いて重合することを特徴とする請求項1記載のノルボルネン系開環重合体の製造方法。

【請求項4】

ルテニウム系触媒を用い、ノルボルネン系モノマーに対して1/150～1/8000モルの連鎖移動剤を用いて重合した後、同一触媒系にて引き続き水素添加することを特徴とする請求項2記載のノルボルネン系開環重合体の水素添加物の製造方法。

【請求項5】

請求項2記載のノルボルネン系開環重合体の水素添加物からなる光学フィルム。

【請求項6】

1 m²当たりの欠点の数が10個未満である請求項5記載の光学フィルム。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

ノルボルネン系モノマーの好ましい化合物としては、例えば、8-カルボキシメチルテトラシクロ〔4.4.0.1^{2,5}.1^{1,10}〕-3-ドデセン、8-メチル-8-カルボキシメチルテトラシクロ〔4.4.0.1^{2,5}.1^{7,10}〕-3-ドデセン、5-カルボキシメチル-ビシクロ〔2.2.1〕-2-ヘプテンなどの官能基を有するものや、環状オレフィン化合物として、ビシクロ〔2.2.1〕-2-ヘプテン、トリシクロ〔5.2.1.0^{2,6}〕-8-デセン、トリシクロ〔5.2.1.0^{2,6}〕-3-デセン、トリシクロ〔6.2.1.0^{1,8}〕-9-ウンデセン、トリシクロ〔6.2.1.0^{1,8}〕-4-ウンデセン、テトラシクロ〔4.4.0.1^{2,5}.1^{7,10}〕-3-ドデセン、ペンタシクロ〔6.5.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{9,13}〕-4-ペンタデセン、ペンタシクロ〔6.6.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{9,14}〕-4-ヘキサデセン、ペンタシクロ〔6.5.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{9,13}〕-11-ペンタデセン、ジシクロペンタジエン、ペンタシクロ〔6.5.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{9,13}〕-ペンタデカ-4,11-ジエンなどのポリシクロアルケン等を挙げることができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

本発明のノルボルネン系開環重合体の水素添加物は、光学フィルム用途に対して特に好適に使用することができる。分子量分布を制御しながら、得られるノルボルネン系開環重合体の水素添加物の分子量を上げることで、ゲル状の不純物発生による外観の欠点がなく、かつ、力学特性にも優れたフィルムを製造することができる。上記光学フィルム用途の中でも、特に偏光板保護フィルムとして好適に用いることができる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

得られた開環重合体450gを9000mlのテトラヒドロフランに溶解し、パラジウム濃度が5重量%のパラジウム-アルミナ触媒45gを加え、水素ガスを圧力が9.8MPaとなるよう仕込んで、150で5時間水素添加反応させた。水素添加反応後、触媒を濾別し、濾液を塩酸酸性の大過剰量のメタノール中に注いで、開環重合体の水素添加物を得た。水素添加物の水素添加率は実質上100%であった。結果を表1に示した。

得られた開環重合体の水素添加物を2軸溶融押出機を用いて280で溶融混合し、Tダイスにより厚み40μmのフィルムを製造した。得られたフィルムの物性評価結果を表1に示した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0054】

(実施例2)

アリルアセテート0.005モルとルテニウム錯体(6)0.002モルをシクロヘキサン10mLに溶解させ、下式(8)で表される8-メチル-8-メトキシカルボニルテ

トラシクロ〔4.4.0.1^{2,5}.1^{7,10}〕-3-ドデセン10モルを4Lのシクロヘキサンに溶解させた溶液に加えた。反応溶液を窒素気流下、シクロヘキサンの還流温度にて24時間反応させた。その後室温まで降温させ、0.02モルのエチルビニルエーテルを加えた。得られた反応溶液をメタノール10Lを用いて再沈精製し、減圧乾燥させ開環重合体を得た。重合結果を表1に示した。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0059】

得られた開環重合体450gを9000mlのシクロヘキサンに溶解し、パラジウム濃度が5重量%のパラジウム-アルミナ触媒45gを加え、水素ガスを圧力が9.8MPaとなるよう仕込んで、150で5時間水素添加反応させた。

水素添加反応後触媒を濾別し、濾液を塩酸酸性の大過剰量のメタノール中に注いで、開環重合体の水素添加物を得た。重合体の水素添加率は実質上100%であった。結果を表1に示した。

得られた開環重合体の水素添加物を2軸溶融押出機を用いて280で溶融混合し、Tダイスにより厚み40μmのフィルムを製造した。得られたフィルムの物性評価結果を表1に示した。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

(比較例2)

窒素ガスで置換した反応容器内に、上記式(8)で示される8-メチル-8-メトキシカルボニルテトラシクロ〔4.4.0.1^{2,5}.1^{7,10}〕-3-ドデセン3モルと、1,2-ジクロロエタン200mlと、連鎖移動剤である1-ヘキセン0.01モルと、触媒として、六塩化タングステンの濃度0.07M/リットルのクロロベンゼン溶液90mlと、パラアルデヒドの濃度0.15M/リットルの1,2-ジクロロエタン溶液70mlと、トリイソブチルアルミニウムの濃度0.7M/リットルのトルエン溶液37mlとを加え、60で8時間反応させることにより開環重合体440gを得た。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

この開環重合体を9000mlのテトラヒドロフランに溶解し、パラジウム濃度が5重量%のパラジウム-アルミナ触媒45gを加え、水素ガスを圧力が100kg/cm²となるよう仕込んで、140で5時間水素添加反応させた。

水素添加反応後触媒を濾別し、濾液を塩酸酸性の大過剰量のメタノール中に注いで、開環重合体の水素添加物を得た。この重合体の水素添加率は実質上100%であった。

得られた開環重合体の水素添加物を2軸溶融押出機を用いて280で溶融混合し、Tダイスにより厚み40μmのフィルムを製造した。得られたフィルムの物性評価結果を表1に示した。

【0062】

【表1】

【 0 0 6 3 】

【 発明の効果 】

本発明のノルボルネン系開環重合体及びその水素添加物は、上述の構成であり、その水素添加物から得られるフィルムは、耐熱性、透明性、伸度や弾性率等の力学的特性に優れ、外観欠点が少なく、光学用部品、電気・電子関係の絶縁材料として好適に用いられる。