

【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21年1月8日(2009.1.8)

【公表番号】特表2004-508434(P2004-508434A)

【公表日】平成16年3月18日(2004.3.18)

【年通号数】公開・登録公報2004-011

【出願番号】特願2002-525242(P2002-525242)

【国際特許分類】

C 0 8 F 4/48 (2006.01)

C 0 8 F 297/04 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 4/48

C 0 8 F 297/04

【誤訳訂正書】

【提出日】平成20年7月10日(2008.7.10)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】特許請求の範囲

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ジアルケニルベンゼンから調製された第 1 反応物と第 2 級ブチルリチウムから調製された第 2 反応物を、脂肪族または脂環式炭化水素溶媒中で、第 1 反応物のモル数と第 2 反応物のモル数の比が実質的に 0.5 に等しいようにして反応させることからなるアニオン重合において使用可能なジリチウム化開始剤の調製方法において、前記の両反応物を、ジアミンの存在下に、得られる開始剤が前記ジアルケニルベンゼンによって生ずる 2 個の二重結合の各々に対しての第 2 級ブチルリチウム 1 分子の付加から得られるピアダクトから本質的に調製されるように反応させることからなることを特徴とする前記調製方法。

【請求項 2】 前記ジアミンを、前記両反応物を含む混合物中に導入させることからなることを特徴とする請求項 1記載のジリチウム化開始剤の調製方法。

【請求項 3】 前記第 1 反応物を前記第 2 反応物に 1 度に加えることからなることを特徴とする請求項 1又は2記載のジリチウム化開始剤の調製方法。

【請求項 4】 前記両反応物を、0.5～1 リチウム当量で変化する量のジアミンの存在下に反応させることからなることを特徴とする請求項 1～3のいずれか 1 項記載のジリチウム化開始剤の調製方法。

【請求項 5】 ジアミンとして、テトラメチルエチレンジアミンおよびテトラエチルエチレンジアミンからなる群に属するジアミンを使用することからなることを特徴とする請求項 1～4のいずれか 1 項記載のジリチウム化開始剤の調製方法。

【請求項 6】 脂肪族または脂環式炭化水素溶媒中で、少なくとも 1 種の共役ジエンモノマーをジリチウム化開始剤と反応させることからなる鎖末端の各々に炭素-リチウム基を有するように調製するリビングジエンエラストマーのアニオン重合による調製方法において、

ジリチウム化開始剤として、請求項 1～5のいずれか 1 項記載の方法によって得た開始剤を使用し、この開始剤の前記リチウム基が重合中に等反応性であるようにすることからなることを特徴とする前記調製方法。

【請求項 7】 前記ジエンエラストマーがポリブタジエンであり、ブタジエニル-リチウム基を有するポリブタジエンの前記各鎖末端を与えることからなることを特徴とする

請求項 6 記載の リビングジエンエラストマー の調製方法。

【請求項 8】 3 つのブロックを有し、その中心ブロックはジエンエラストマーから調製され、その各末端ブロックは同一であるコポリマーの調製方法において、請求項 6 及び 7 記載の方法に従ってリビングジエンエラストマー を調製し、次いで、前記各末端ブロックを形成させるように意図するポリマーを前記リビングジエンエラストマー上にグラフトさせることからなることを特徴とする前記調製方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 1

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 0 1】

(技術分野)

本発明は、アニオン重合において使用し得るジリチウム化開始剤の調製方法、鎖末端の各々に炭素 - リチウム基を有するように調製する リビングジエンエラストマー のアニオン重合による調製方法、並びにこの リビングジエンエラストマー から出発する 3 ブロックを有するコポリマーの調製方法に関する。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 0 8

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 0 8】

事実、オリゴマータイプ (ジアルケニルベンゼンのオリゴマー) は、上記開始剤中に、有利には 25 % 以下、好ましくは 10 % 以下の総質量画分で存在し、上記両反応物の残留物は、上記開始剤中に、その割合として、有利には 2 % 以下、好ましくは 1 % 以下の質量画分で存在し、本発明に従う開始剤に、高純度のピアダクトを与えている。

各鎖末端に炭素 - リチウム基を有する リビングジエンエラストマー のアニオン重合による本発明に従う調製方法は、脂肪族または脂環式炭化水素溶媒中で、少なくとも 1 種の共役ジエンモノマーをジリチウム化開始剤と反応させることからなり、ジリチウム化開始剤として、本発明の方法によって得られた開始剤を使用することからなり、その結果として、この開始剤のリチウム基が重合中に等反応性であるようにする。

“ジエンエラストマー” は、ジエンモノマー (共役されたまたはされていない 2 個の二重結合を有するモノマー) から少なくとも 1 部得られるエラストマー (即ち、ホモポリマーまたはコポリマー) を公知の態様で意味するものと理解されたい。

【誤訳訂正 4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 1 1

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 1 1】

本発明によって得られた リビングジエンエラストマー 類は、これらエラストマーが各鎖末端において担持する炭素 - リチウム基により後で官能化して、有効に 2 官能性であるポリマー類を得ることができることに注目されたい。

また、このようにして得られたこれらの リビングポリマー は、後の重合、例えば、逐次重合即ちドラフト化反応において使用して、中心ブロックが上記ジエンエラストマーから調製され、各末端ブロックが同一であるトリブロックコポリマーを生成させ得ることに注目されたい。

例えば、ポリブタジエンから調製された リビングポリマー の場合、この方法において、例えば、ポリスチレンから調製されたポリマーによりグラフト化することによってスチレ

ン/ブタジエン/スチレンコポリマー (SBS) を調製することが可能である。さらに、ポリイソプレンから調製されたリビングポリマーの場合、この方法において、例えば、同様のグラフト化によりスチレン/イソプレン/スチレンコポリマー (SIS) を調製することが可能である。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0024

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0024】

4: 本発明に従う開始剤によるリビングポリブタジエンの調製例

ポリマー鎖の2つの末端の各々にブタジエニル-リチウム結合を含む低分子量 (50, 000 g/mol) のポリブタジエンを調製した。

以下の各実施例は、それぞれ、前述の実施例1~6に従って調製した開始剤A~Fの使用に関連する。

各重合反応は、栓付きフラスコ内で、不活性雰囲気下を実施し、各重合毎に、下記の実験プロトコールを実施した。

5 g のブタジエンを、45 ml の脱気シクロヘキサン中に導入する。溶媒およびモノマーによってもたらされた不純物のn-ブチルリチウムの使用による補正後、200 μ mol の炭素-リチウム結合に相当する容量のジリチウム化開始剤を導入する。重合を60で実施する。モノマーの完全転換後、シクロヘキサン中クロロトリメチルシラン0.25 mol/l 溶液の1.2 ml (Si/Li比 = 1.5) を導入する。30分後、ポリマーを、トルエン中メタノール2 mol/l 溶液の2 ml を添加してプロトン化する。ポリマーを、2, 2'-メチレンビス-4メチル-6 tertブチルフェノールの添加 (モノマー100 g 当り1 g) により酸化防止処理する。その後、得られたエラストマーを減圧下に50で乾燥させる。