

【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6月16日(2005.6.16)

【公表番号】特表2001-508485(P2001-508485A)

【公表日】平成13年6月26日(2001.6.26)

【出願番号】特願平10-531233

【国際特許分類第7版】

C 0 8 F 4/00

C 0 7 D 233/38

C 0 7 D 235/02

C 0 8 F 2/38

【F I】

C 0 8 F 4/00

C 0 7 D 233/38

C 0 7 D 235/02

C 0 8 F 2/38

【手続補正書】

【提出日】平成16年9月17日(2004.9.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】補正の内容のとおり

【補正方法】変更

【補正の内容】

手 続 補 正 書

平成16年9月17日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

特願平10-531233号

2. 発明の名称

ポリマーの分子量および構造の制御方法

3. 補正をする者

イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・アンド・カンパニー

コモンウェルス サイエнтиフィック アンド インダストリアル
リサーチ オーガニゼーション

4. 代 理 人

東京都港区赤坂2丁目6番20号

電 話 (03)3589-1201(代表)

(7748) 弁理士 谷 義 一



5. 補正命令の日付

自 発

6. 補正対象書類名

明 細 書

7. 補正対象項目名

請求の範囲

8. 補正の内容

(1) 請求の範囲を別紙の通り補正する。

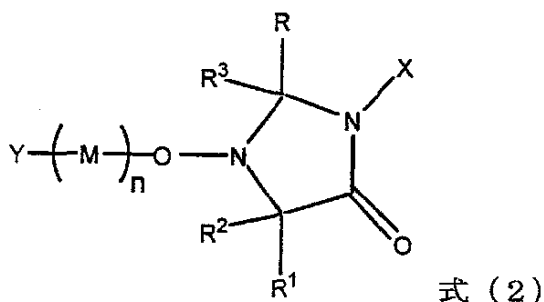
以 上



別 紙

請求の範囲

1. 式



のポリマーであって、

R、R¹、R²、R³が、各々独立にC₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリールからなる群から選択され、互いにジェミナル位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、Xが、水素、C₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、XとRは五～八員環を形成することができ、またXとR³は五～八員環を形成することができ、

Mが、スチレン、置換スチレン、アクリル酸アルキル、メタクリル酸アルキル、置換アクリル酸アルキル、置換メタクリル酸アルキル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-アルキルアクリルアミド、N-アルキルメタクリルアミド、N、N-ジアルキルアクリルアミド、N、N-ジアルキルメタクリルアミド、イソプレン、およびブタジエンからなる群から選択される1種類または複数のモノマー単位であり、

nは2以上の整数であり、

Yが、ラジカル重合を開始する種から誘導される残基、あるいはC₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₁からC₁₈のアルコキシ、置換したC₁からC₁₈のアルコキシ、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリール、

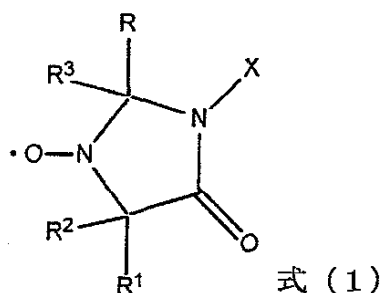
C_6 から C_{18} のアロイルオキシ、 C_6 から C_{18} の置換アロイルオキシからなる群から選択され、

置換基は全て独立にエポキシ、ヒドロキシ、 C_1 から C_{18} のアルコキシ、アシル、アシルオキシ、アルコキシカルボニル、アリールオキシカルボニル、シアノ、シリル、ハロ、および C_1 から C_{18} のジアルキルアミノからなる群から選択される、ポリマー。

2. 反応物 (i) を、反応物 (i i) および (i i i) の一方または両方と接触させることを含むポリマーの調製方法であって、

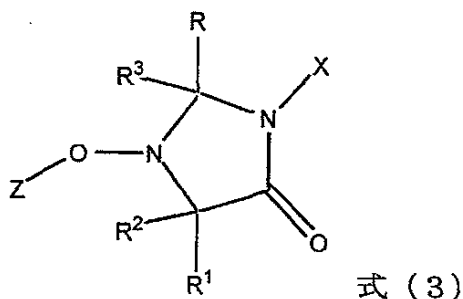
(i) が少なくとも1種類のモノマーMであり、

(i i) が式 (1)



の少なくとも1種類のニトロキシドであり、フリー・ラジカルY・の供給源であり、

(i i i) が式



から選択される少なくとも1種類のアルコシアミンであって、

R , R^1 , R^2 , R^3 が、各々独立に C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリールからなる群から

選択され、互いにジェミナル位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、Xが、水素、 C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、XとRは五～八員環を形成することができ、またXと R^3 は五～八員環を形成することができ、

Mが、スチレン、置換スチレン、アクリル酸アルキル、メタクリル酸アルキル、置換アクリル酸アルキル、置換メタクリル酸アルキル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、N-アルキルアクリルアミド、N-アルキルメタクリルアミド、N, N-ジアルキルアクリルアミド、N, N-ジアルキルメタクリルアミド、イソプレン、およびブタジエンからなる群から選択される1種類または複数のモノマー単位であり、

Yが、ラジカル重合を開始する種から誘導される残基、あるいは C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_1 から C_{18} のアルコキシ、置換した C_1 から C_{18} のアルコキシ、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリール、 C_6 から C_{18} のアロイルオキシ、 C_6 から C_{18} の置換アロイルオキシ、(C_1 から C_{18} のアルコキシ)カルボニルオキシ、(C_6 から C_{18} のアリールオキシ)カルボニルオキシ、および硫酸ラジカルアニオンからなる群から選択され、

置換基は全て独立にエポキシ、ヒドロキシ、 C_1 から C_{18} のアルコキシ、アシル、アシルオキシ、アルコキシカルボニル、アリールオキシカルボニル、シアノ、シリル、ハロ、および C_1 から C_{18} のジアルキルアミノからなる群から選択され、

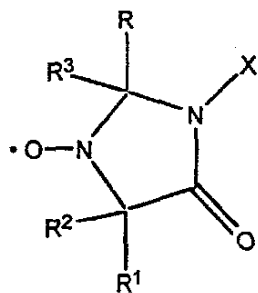
Zは、炭素が中心に位置するラジカル $Z\cdot$ がモノマー(M)のラジカル重合を開始することができるような少なくとも1つの炭素を有する基であり、

Yとその反応条件は、反応物(i)と(i i)から形成される式(2)の化合物中の $Y(M)_n-O$ 部分が容易にホモリシスを起こすように選択され、

Zとその反応条件は、(i)と(i i i)を反応させることによって形成される $Z-O$ 部分および $Z(M)_n-O$ 部分が容易にホモリシスを起こすように選択され、

nは1またはそれ以上の整数である、請求項1に記載のポリマーの調製方法。

3. 式

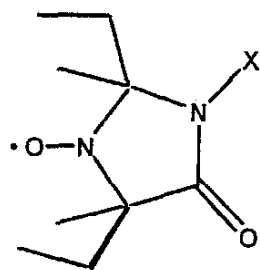


のニトロキシドであって、

R、R¹、R²、R³が、各々独立にC₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリールからなる群から選択され、互いにジェミナル位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また、

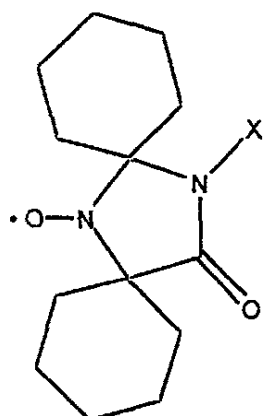
Xが、C₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、R、R¹、R²、R³、およびXの少なくとも1つがメチルでないという条件下で、XとRが五～八員環を形成することができ、またXとR³が五～八員環を形成することができる、ニトロキシド。

4. 以下の群：



式(4)

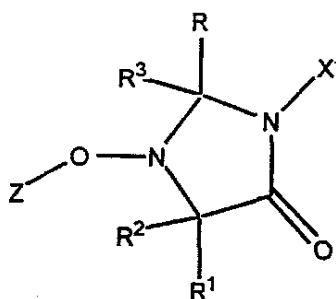
(ただし、Xはアルキル、任意選択で置換アルキル、ベンジルからなる群から選択される)、および



式 (5)

(ただし、XはC₁からC₁₈アルキルである)
から選択される、請求項3に記載のニトロキシド。

5. 式



のアルコキシアミンであって、

R、R¹、R²、R³が、各々独立にC₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリールからなる群から選択され、互いにジェミナル位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、Xが、水素、C₁からC₁₈のアルキル、置換したC₁からC₁₈のアルキル、C₆からC₁₈のアリール、C₆からC₁₈の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、XとRは五～八員環を形成することができ、またXとR³は五～八員環を形成することができ、

Zが、炭素が中心に位置するラジカルZ・がモノマー(M)のラジカル重合を開始することができるような少なくとも1つの炭素有する基である、アルコキシ

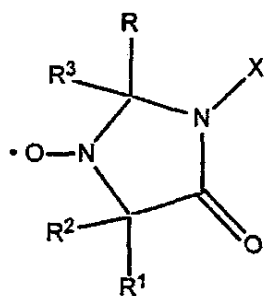
アミン。

6. Zが、本質的に $-\text{C}(\text{Me})_2\text{Ph}$ 、 $-\text{C}(\text{Me})_2\text{CN}$ 、 $-\text{C}(\text{Me})(\text{CN})\text{CH}_2\text{CH}(\text{Me})_2$ 、 $-\text{C}(\text{Me})(\text{CN})$ (置換アルキル)、 $-\text{C}(\text{Me})_2\text{CO}_2$ アルキル、 $-\text{C}(\text{Me})_2\text{CO}_2\text{H}$ 、 $-\text{C}(\text{Me})_2\text{CH}_2\text{C}(\text{Me})_3$ 、 $-\text{C}(\text{Me})_3$ 、 $-\text{C}(\text{Me})\text{HPh}$ 、および $\text{Y}(\text{M})_n-$ からなる群から選択されるアルコシアミンであって、

Yは、ラジカル重合を開始する種から誘導される残基、あるいは C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_1 から C_{18} のアルコキシ、置換した C_1 から C_{18} のアルコキシ、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリール、 C_6 から C_{18} のアロイルオキシ、 C_6 から C_{18} の置換アロイルオキシ、(C_1 から C_{18} のアルコキシ)カルボニルオキシ、(C_6 から C_{18} のアリールオキシ)カルボニルオキシ、および硫酸ラジカルアニオンからなる群から選択され、

置換基は全て独立にエポキシ、ヒドロキシ、 C_1 から C_{18} のアルコキシ、アシル、アシルオキシ、アルコキシカルボニル、アリールオキシカルボニル、シアノ、シリル、ハロ、および C_1 から C_{18} のジアルキルアミノからなる群から選択される、請求項5に記載のアルコシアミン。

7. 式(1)



のニトロキシドにおいて、

R、 R^1 、 R^2 、 R^3 が、各々独立に C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリールからなる群から選択され、互いにジェミナル位にあるR基が一緒に四～八員環を形成することが

でき、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、Xが、水素、 C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、XとRは五～八員環を形成することができ、またXと R^3 は五～八員環を形成することができるニトロキシドの製造方法であって、

(i) 窒素下においてシアン化ナトリウムで、多硫化アンモニウムを含む硫化アンモニウム水溶液を滴定することにより、チオシアン化ナトリウムを含む無色の硫化アンモニウム水溶液を調製するステップと、

(i i) 続いて、窒素下において硫化アンモニウム水溶液にアミノニトリルとケトンを加えるステップと、

(i i i) 塩基を加え、次いで中和するステップと、

(i v) ステップ(i i i)の反応生成物を酸化してニトロキシドを形成するステップとを含む式(1)のニトロキシドの製造方法。

8. R、 R^1 、 R^2 、 R^3 が、各々独立に C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリールからなる群から選択され、互いにジェミナル位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、また互いにシス位にあるR基と一緒に四～八員環を形成することができ、

Xが、 C_1 から C_{18} のアルキル、置換した C_1 から C_{18} のアルキル、 C_6 から C_{18} のアリール、 C_6 から C_{18} の置換アリール、およびアシルからなる群から選択され、R、 R^1 、 R^2 、 R^3 、およびXの少なくとも1つがメチルでないという条件下で、XとRが五～八員環を形成することができ、またXと R^3 が五～八員環を形成することができる、請求項7に記載の方法。

9. ステップ(i v)の前にプロセスを停止し、ステップ(i i i)の反応生成物を分離し、次いでステップ(i v)を実行することを含む、請求項7に記載の方法。

10. ステップ (i v) の反応の前に、ステップ (i i i) の反応生成物の中
間分離を行わない、請求項 7 に記載の方法。

(以下余白)