

【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 23 年 2 月 24 日 (2011.2.24)

【公開番号】特開 2010-168588 (P2010-168588A)

【公開日】平成 22 年 8 月 5 日 (2010.8.5)

【年通号数】公開・登録公報 2010-031

【出願番号】特願 2010-51916 (P2010-51916)

【国際特許分類】

C 0 8 G 65/336 (2006.01)

C 0 8 L 71/02 (2006.01)

C 0 8 K 3/00 (2006.01)

C 0 8 K 5/00 (2006.01)

C 0 9 K 3/10 (2006.01)

【 F I 】

C 0 8 G 65/336

C 0 8 L 71/02

C 0 8 K 3/00

C 0 8 K 5/00

C 0 9 K 3/10 G

C 0 9 K 3/10 Z

C 0 9 K 3/10 Q

【手続補正書】

【提出日】平成 23 年 1 月 12 日 (2011.1.12)

【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】

開始剤および亜鉛ヘキサシアノコバルテート錯体に t - ブチルアルコールまたは t - ブチルアルコールと下記化学式 ( 1 ) で示される化合物からなる有機配位子が配位した複合金属シアン化物錯体触媒であるアルキレンオキシド開環重合触媒の存在下にアルキレンオキシドを反応させて、数平均分子量 5 0 0 0 ~ 3 0 0 0 0、かつ総不飽和度 0 . 0 2 m e q / g 以下の水酸基末端オキシアルキレン重合体 ( 重合体 ( A ) ) を得た後、該重合体 ( A ) の末端水酸基を不飽和基に変換し、さらに該不飽和基に付加反応する官能基と加水分解性シリル基とを有する化合物 ( B ) を反応させることを特徴とする、加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体の製造方法によって得られた加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体。

$$R^1 - C ( CH_3 )_2 ( OR^0 )_n OH \cdots ( 1 )$$

ただし、式 ( 1 ) 中、 $R^1$  はメチル基またはエチル基、 $R^0$  はエチレン基または該エチレン基の水素原子がメチル基またはエチル基で置換された基、 $n$  は 1 ~ 3 の整数である。

【請求項 2】

前記アルキレンオキシド開環重合触媒が、有機配位子として、t - ブチルアルコールならびにエチレングリコールモノ - t - ブチルエーテルが配位した複合金属シアン化物錯体触媒である、請求項 1 に記載の加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載の加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体と、充填材

および硬化触媒とを含有することを特徴とする室温硬化性組成物。

【請求項 4】

前記室温硬化性組成物がシーリング用硬化性組成物である請求項 3 に記載の室温硬化性組成物。

【請求項 5】

請求項 4 に記載のシーリング用硬化性組成物を含有するシーリング剤。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

【特許文献 1】特開昭 53 - 134095 号公報

【特許文献 2】特開昭 55 - 13768 号公報

【特許文献 3】特開昭 55 - 13767 号公報

【特許文献 4】特開昭 55 - 13768 号公報

【特許文献 5】特開昭 59 - 131625 号公報

【特許文献 6】特開昭 57 - 158226 号公報

【特許文献 7】特開昭 58 - 42619 号公報

【特許文献 8】特開平 3 - 72527 号公報

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

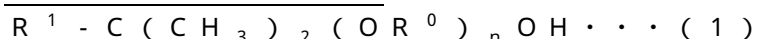
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

すなわち本発明は下記の発明である。

〔1〕開始剤および亜鉛ヘキサシアノコバルテート錯体に t - ブチルアルコールまたは t - ブチルアルコールと下記化学式 (1) で示される化合物からなる有機配位子が配位した複合金属シアン化物錯体触媒であるアルキレンオキシド開環重合触媒の存在下にアルキレンオキシドを反応させて、数平均分子量 5000 ~ 30000、かつ総不飽和度 0.02 meq / g 以下の水酸基末端オキシアルキレン重合体 (重合体 (A)) を得た後、該重合体 (A) の末端水酸基を不飽和基に変換し、さらに該不飽和基に付加反応する官能基と加水分解性シリル基とを有する化合物 (B) を反応させることを特徴とする、加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体の製造方法によって得られた加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体。



ただし、式 (1) 中、R<sup>1</sup> はメチル基またはエチル基、R<sup>0</sup> はエチレン基または該エチレン基の水素原子がメチル基またはエチル基で置換された基、n は 1 ~ 3 の整数である。

【手続補正 4】

【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】

〔2〕上記加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体において、

前記アルキレンオキシド開環重合触媒が、有機配位子として、t - ブチルアルコールならびにエチレングリコールモノ - t - ブチルエーテルが配位した複合金属シアン化物錯体触媒である、〔1〕に記載の加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

[3][1]または[2]に記載の加水分解性シリル基含有オキシアルキレン重合体と、充填材および硬化触媒とを含有することを特徴とする室温硬化性組成物。

[4]前記室温硬化性組成物がシーリング用硬化性組成物である[3]に記載の室温硬化性組成物。

[5][4]に記載のシーリング用硬化性組成物を含有するシーリング剤。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

アルキレンオキシドとしては、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、1,2-ブチレンオキシド、2,3-ブチレンオキシド、イソブチレンオキシド、エピクロルヒドリン、エピブromoヒドリン、メチルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、2-エチルヘキシレングリシジルエーテル、トリフルオロプロピレンオキシドなどが挙げられる。これらは、単独使用でも2種以上の併用でもよい。これらのうち、プロピレンオキシドが好ましい。

本発明においてアルキレンオキシド開環重合触媒は、亜鉛ヘキサシアノコバルテート錯体にt-ブチルアルコールまたはt-ブチルアルコールと化学式(1)で示される化合物からなる有機配位子が配位した複合金属シアン化物錯体触媒である。この複合金属シアン化物錯体触媒は、水中でハロゲン化亜鉛とアルカリ金属シアノコバルテートとを反応させて得られる反応生成物(以下、触媒骨格という)にt-ブチルアルコールまたはt-ブチルアルコールと化学式(1)で示される化合物からなる有機配位子を配位させて製造されるものが好ましい。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

触媒骨格の合成反応は、ハロゲン化亜鉛水溶液とアルカリ金属シアノコバルテート水溶液の混合により行なうことが好ましく、ハロゲン化亜鉛水溶液にアルカリ金属シアノコバルテート水溶液を滴下して行うことがより好ましい。反応温度は0 以上70 未満が好ましく、30 以上70 未満がより好ましい。

触媒骨格としては、 $Zn_3[Co(CN)_6]_2$ (すなわち、亜鉛ヘキサシアノコバルテート錯体)がより好ましい。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【 0 0 1 8 】

次に上記触媒骨格に対して有機配位子となる化合物を配位子させる。本発明においては有機配位子として  $t$ -ブチルアルコールまたは  $t$ -ブチルアルコールと化学式(1)で示される化合物との混合物を使用する。

$t$ -ブチルアルコールと併用される化合物としては、下記式(1)で示される化合物、エタノール、 $s$ -ブチルアルコール、 $n$ -ブチルアルコール、イソブチルアルコール、 $t$ -ペンチルアルコール、イソペンチルアルコール、 $N, N$ -ジメチルアセトアミド、グライム、ジグライム、トリグライム、イソプロピルアルコール、ジオキサン、および数平均分子量150以上のポリエーテルから選ばれる1種または2種以上の化合物が好ましい。

## 【手続補正10】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0021

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【 0 0 2 1 】

また、 $t$ -ブチルアルコールと化学式(1)で示される化合物を併用する場合、その混合割合は、 $t$ -ブチルアルコール/化学式(1)で示される化合物の質量比が20～95/80～5が好ましい。

上記複合金属シアン化物錯体触媒は、ハロゲン化亜鉛とアルカリ金属シアノコバルテートとを反応させて得られる触媒骨格を、 $t$ -ブチルアルコールまたは $t$ -ブチルアルコールと他の化合物との混合物を含む有機配位子溶液中で加熱攪拌し(熟成工程)、ついで公知の方法により、濾別、洗浄、乾燥させることで製造される。