

【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 2004-51847 (P2004-51847A)

【公開日】平成 16 年 2 月 19 日 (2004.2.19)

【年通号数】公開・登録公報 2004-007

【出願番号】特願 2002-212991 (P2002-212991)

【国際特許分類第 7 版】

C 0 8 G 77/08

【F I】

C 0 8 G 77/08

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 7 月 19 日 (2005.7.19)

【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

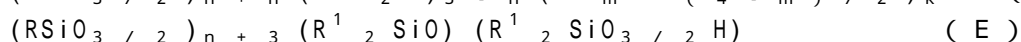
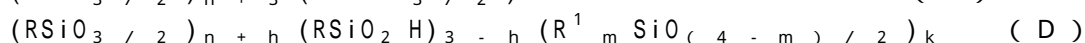
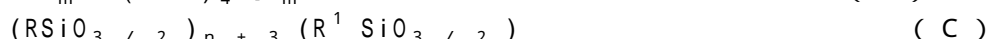
【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一般式 (A) で表される籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体と一般式 (B) で表されるアルコキシシランをルイス塩基存在下で反応させて製造することを特徴とする、一般式 (C) で表される籠状シルセスキオキサン、一般式 (D) および一般式 (E) で表される籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体から選ばれるいずれか一種の籠状シルセスキオキサンまたは籠状シルセスキオキサンの部分解裂構造体を製造する方法。



(一般式 (A) ~ (E) において、R は水素原子、炭素原子数 1 から 20 の置換又は非置換の炭化水素基又はケイ素原子数 1 から 10 のケイ素原子含有基から選ばれ、複数の R は同一でも異なっても良い。R<sup>1</sup> は R と同じ群から選ばれる基であり、複数の R<sup>1</sup> は同じでも異なっても良い。OR<sup>2</sup> は炭素原子数 1 から 6 のアルコキシ基である。n は 2 から 10 の整数で、m は 1 から 3 の整数である。ただし、一般式 (D) においては、m = 2 又は 3 であり、m = 2 の場合には k = 1、h = 2 であり、m = 3 の場合には k = h = 1 から 3 の整数である。)

【請求項 2】

請求項 1 に記載の反応が炭素数 1 から 8 のアルコール性溶媒を含む溶媒系で行われることを特徴とする籠状シルセスキオキサン又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体の製造方法。

【請求項 3】

該ルイス塩基がアミン化合物であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の籠状シルセスキオキサン又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【 0 0 0 1 】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は籠状シルセスキオキサン及び籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体の製造方法に関するものである。更に詳しくは籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体とアルコキシシランをルイス塩基存在下で反応させることより、特定の構造の籠状シルセスキオキサン及び／又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体を、簡単な操作で高収率で製造する方法に関するものである。

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 2

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【 0 0 0 2 】

## 【従来の技術】

これまでに、本発明者等は、籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体が、ポリフェニレンエーテルの成型性や難燃性を向上させる添加剤として有用であることを見出した。

## 【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 4

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【 0 0 0 4 】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような現状を鑑み、ポリフェニレンエーテルの成型性や難燃性改良剤として有用な籠状シルセスキオキサン及び籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体を、簡単な操作で、かつ高収率でかつ高純度で製造する方法を提供することを目的とするものである。

## 【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 6

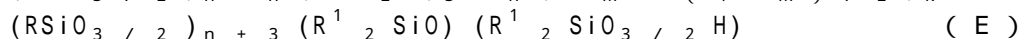
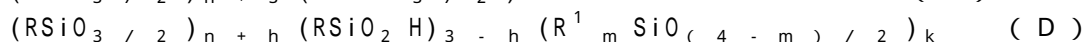
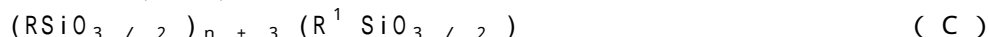
【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【 0 0 0 6 】

即ち、本発明は、

( 1 ) 一般式 ( A ) で表される籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体と一般式 ( B ) で表されるアルコキシシランをルイス塩基存在下で反応させて製造することの特徴とする、一般式 ( C ) で表される籠状シルセスキオキサン、一般式 ( D ) および一般式 ( E ) で表される籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体から選ばれるいずれか一種の籠状シルセスキオキサンまたは籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体を製造する方法。



(一般式 ( A ) ~ ( E ) において、R は水素原子、炭素原子数 1 から 20 の置換又は非置換の炭化水素基又はケイ素原子数 1 から 10 のケイ素原子含有基から選ばれ、複数の R は同一でも異なっても良い。R<sup>1</sup> は R と同じ群から選ばれる基であり、複数の R<sup>1</sup> は同一でも異なっても良い。OR<sup>2</sup> は炭素原子数 1 から 6 のアルコキシ基である。n は 2 から 10 の整数で、m は 1 から 3 の整数である。ただし、一般式 ( D ) においては、m = 2

又は3であり、 $m = 2$ の場合には $k = 1$ 、 $h = 2$ であり、 $m = 3$ の場合には $k = h = 1$ から3の整数である。)

(2) (1)に記載の反応が、炭素数1から8のアルコール性溶媒を含む溶媒系で行われることを特徴とする籠状シルセスキオキサン又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体の製造方法。

(3) 該ルイス塩基がアミン化合物であることを特徴とする、(1)又は(2)に記載の籠状シルセスキオキサン又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体の製造方法に関するものである。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

本発明で得られた籠状シルセスキオキサン及び籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体は $^1\text{H}$  NMR、 $^{29}\text{Si}$  NMRや、GPC、IR、ESI-MS、FAB-MS等で容易に分析することができる。

本発明の製造方法では、ほぼ定量的に目的の籠状シルセスキオキサン及び籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体が生成する。また、本反応の反応混合物中には、目的物以外は、溶媒や反応で精製したアルコール等や、触媒であるルイス塩基の低沸点成分を含むのみである。したがって、本発明の反応混合物からは、溶媒や反応で精製したアルコール、ルイス塩基等の低沸点成分を蒸留で除去するだけで、高純度の目的物をほぼ定量的に得る事が出来る。したがって、本発明の製造方法は、工業的に極めて有用な製造法である。なお、さらに高純度の目的物が必要な場合には、その目的品質に応じて、貧溶媒での洗浄、再結晶やカラム分離等の各種の精製法によってさらに精製して使用することもできる。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

本発明で得られた籠状シルセスキオキサン及び籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体はポリオレフィン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル系樹脂、ポリアセタール系樹脂、ポリスルホン系樹脂等の熱可塑性樹脂やフェノール系樹脂、エポキシ系樹脂等の熱硬化性樹脂に添加することができる。この中でも特にポリフェニレンエーテル系樹脂に添加することで、流動性、難燃性の向上効果が大きい。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0064

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0064】

【発明の効果】

以上より明らかであるように、本発明の籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体であるトリシラノール化合物にアルコキシシランをルイス塩基の存在下で反応させると、高収率かつ高純度で目的の籠状シルセスキオキサン又は籠状シルセスキオキサンの部分開裂構造体を製造することができる。