

【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 08 G 77/08

【F I】

C 08 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)で表される籠状シリ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)で表される籠状シリセスキオキサン、一般式(D)および一般式(E)で表される籠状シリ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リセスキオキサンまたは籠状シリセスキオキサンの部分解裂構造体を製造する方法。

$(RSiO_{3/2})_n (RSiO_2H)_3$  (A)

$R^1_m Si(OR^2)_4 - m$  (B)

$(RSiO_{3/2})_n + 3(R^1SiO_{3/2})$  (C)

$(RSiO_{3/2})_n + h(RSiO_2H)_3 - h(R^1_m SiO_{(4-m)/2})_k$  (D)

$(RSiO_{3/2})_n + 3(R^1_2SiO)(R^1_2SiO_{3/2}H)$  (E)

(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いても良い。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いても良い。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リセスキオキサン又は籠状シリ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に記載の籠状シリセスキオキサン又は籠状シリ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】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は籠状シリセスキオキサン及び籠状シリ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リ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により、特定の構造の籠状シリセスキオキサン及び／又は籠状シリ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】0002

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【0002】

## 【従来の技術】

これまでに、本発明者等は、籠状シリ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】0004

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【0004】

## 【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リセスキオキサン及び籠状シリ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】0006

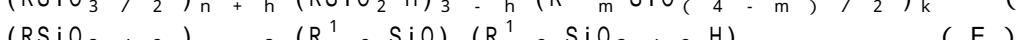
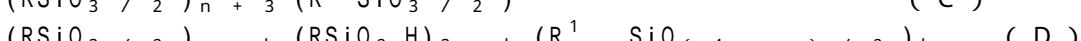
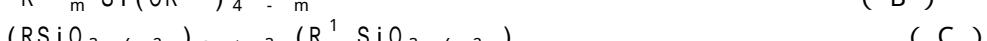
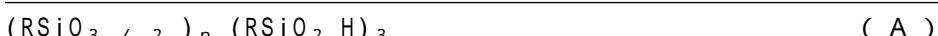
【補正方法】変更

## 【補正の内容】

【0006】

即ち、本発明は、

(1) 一般式(A)で表される籠状シリ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)で表される籠状シリセスキオキサン、一般式(D)および一般式(E)で表される籠状シリセスキオキサンの部分開裂構造体から選ばれるいづれか一種の籠状シリセスキオキサンまたは籠状シリ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いても良い。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いても良い。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リセスキオキサン又は籠状シリ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)に記載の籠状シリセスキオキサン又は籠状シリ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リセスキオキサン及び籠状シリセスキオキサンの部分開裂構造体は<sup>1</sup>H NMR、<sup>29</sup>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リセスキオキサン及び籠状シリ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リセスキオキサン及び籠状シリ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fonyl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、本発明の籠状シリ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リセスキオキサン又は籠状シリ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。