



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202100534 A

(43)公開日：中華民國 110 (2021) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：109109215

(22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 03 月 19 日

(51)Int. Cl. : C07F7/18 (2006.01)

(30)優先權：2019/03/22 日本

2019-055617

(71)申請人：日商三菱瓦斯化學股份有限公司 (日本) MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (JP)

日本

(72)發明人：上等和良 UERA, KAZUYOSHI (JP) ; 伊藤祥一 ITOH, SYOICHI (JP) ; 釜谷康平 KAMATANI, KOHEI (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：17 項 圖式數：0 共 53 頁

(54)名稱

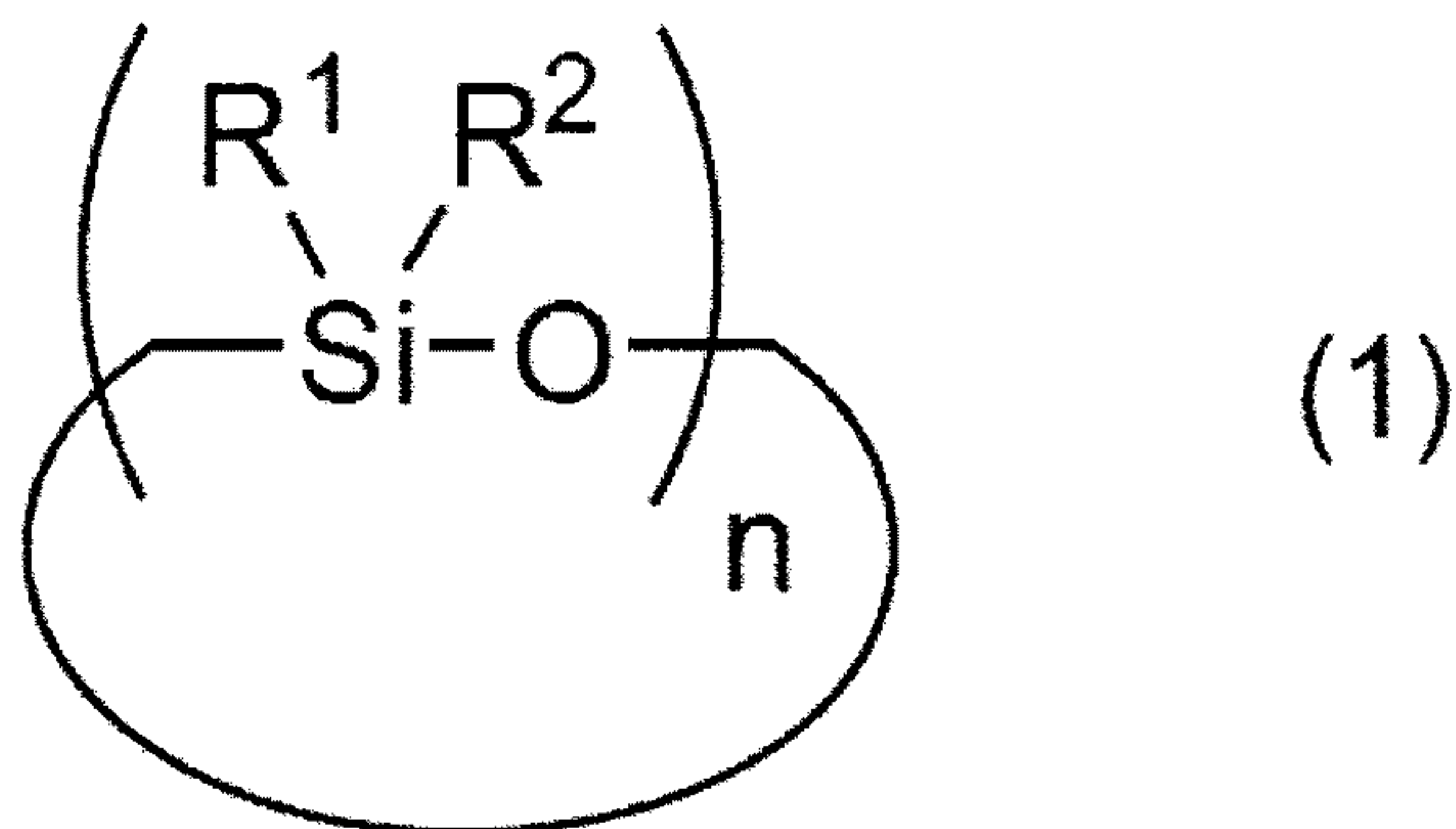
矽烷化合物之製造方法

(57)摘要

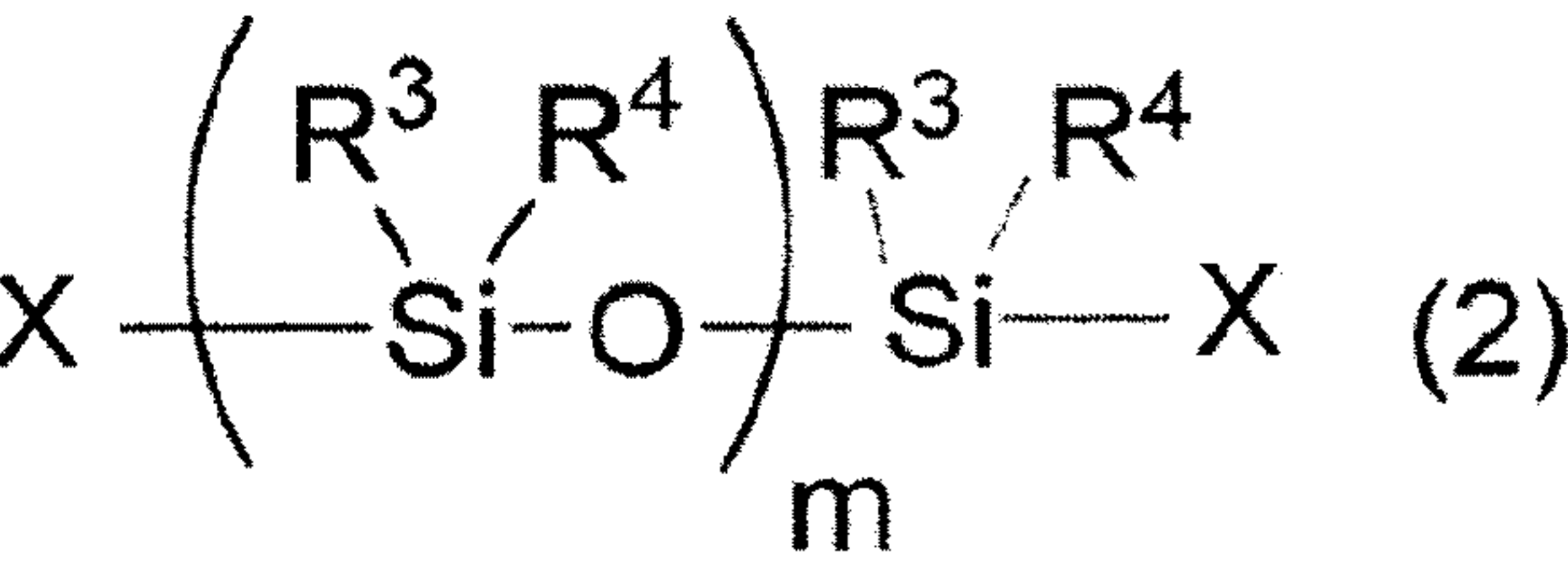
本發明提供一種不伴隨酸等腐蝕性物質的產生，且不使用有機溶劑之與減低環境負荷相關連之矽烷化合物的以下之製造方法。

該矽烷化合物之製造方法係具有下述 D)矽氧烷分解步驟：該 D)矽氧烷分解步驟係將含有 A)矽氧烷化合物，其係下述式(1)表示之 A-1)環狀矽氧烷化合物、下述式(2)表示之 A-2)直鏈狀矽氧烷化合物及/或將矽氧烷鍵作為主鏈骨架之下述式(3)表示之倍半矽氧烷化合物；B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及 C)鹼性化合物觸媒之混合物進行加熱，而使 A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化，

【化 1】



【化 2】



(式中，R¹~R⁵、X、n、m 及 p 係如同本案說明書所記載)。



202100534

【發明摘要】

【中文發明名稱】

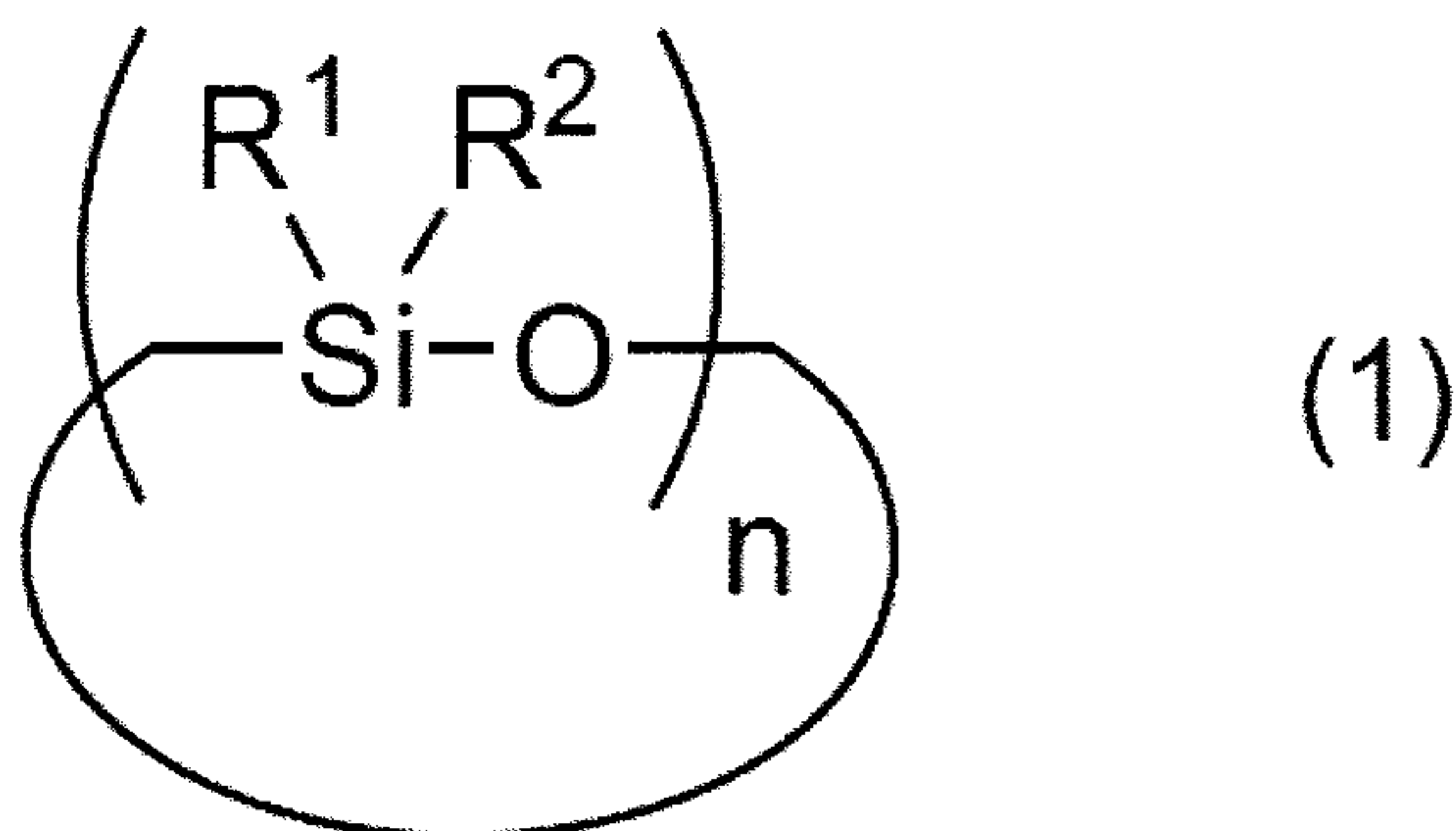
矽烷化合物之製造方法

【中文】

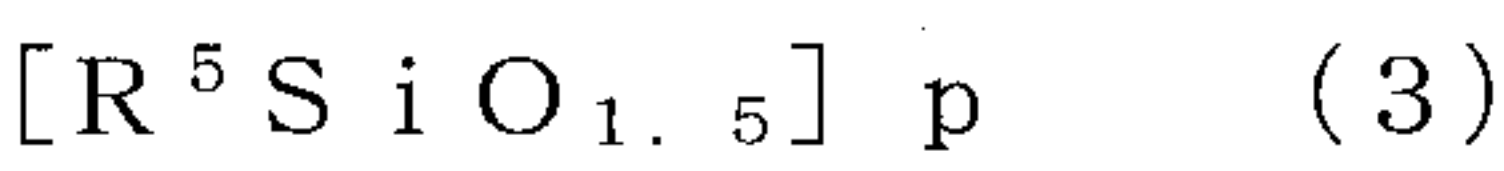
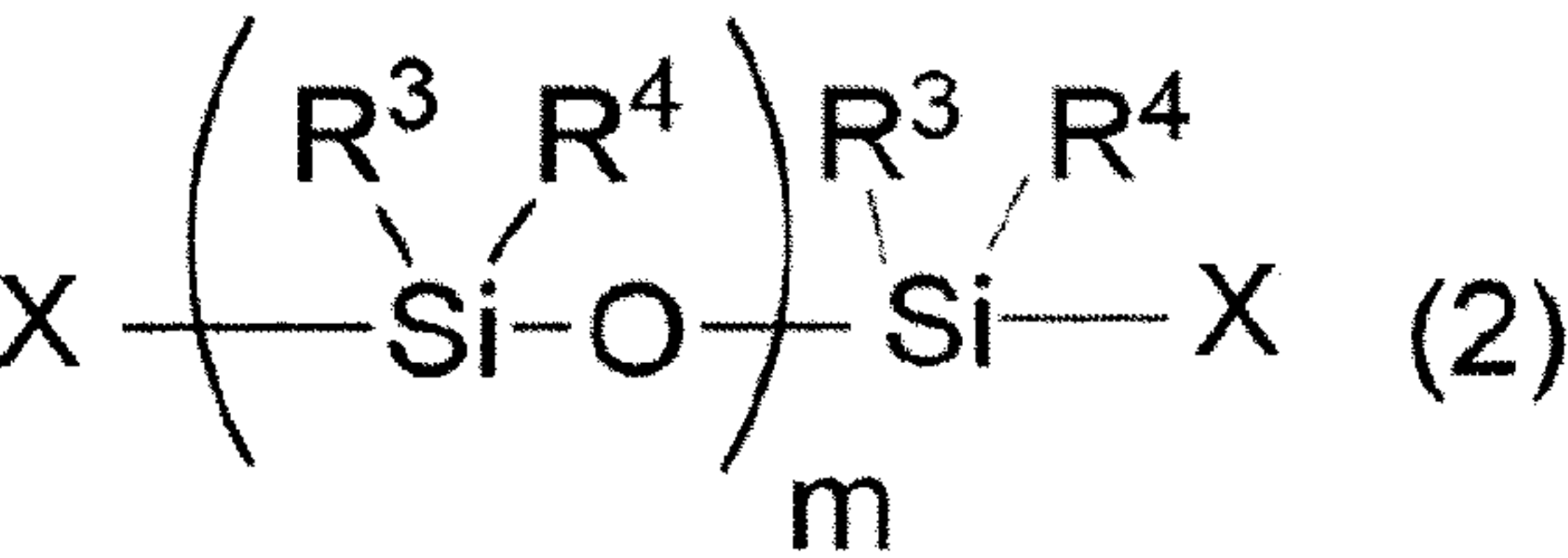
本發明提供一種不伴隨酸等腐蝕性物質的產生，且不使用有機溶劑之與減低環境負荷相關連之矽烷化合物的以下之製造方法。

該矽烷化合物之製造方法係具有下述 D)矽氧烷分解步驟：該 D)矽氧烷分解步驟係將含有 A)矽氧烷化合物，其係下述式(1)表示之 A-1)環狀矽氧烷化合物、下述式(2)表示之 A-2)直鏈狀矽氧烷化合物及/或將矽氧烷鍵作為主鏈骨架之下述式(3)表示之倍半矽氧烷化合物；B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及 C)鹼性化合物觸媒之混合物進行加熱，而使 A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化，

【化 1】



【化 2】



(式中，R¹~R⁵、X、n、m及p係如同本案說明書所記載)。

【 指 定 代 表 圖 】 無
【 代 表 圖 之 符 號 簡 單 說 明 】 無

【 特 徵 化 學 式 】 無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

矽烷化合物之製造方法

【技術領域】

【0001】本發明係關於一種矽烷化合物之製造方法，尤其是芳氧基矽烷化合物、烷氧基矽烷化合物等的矽烷化合物之製造方法。

【先前技術】

【0002】作為二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物等的矽烷化合物之製造方法，一般已知有對於以二氯矽烷化合物為代表之二鹵化矽烷化合物及以二乙醯氧基矽烷化合物為代表之二醯氧基矽烷化合物，使苯酚衍生物或各種醇化合物進行反應的手法。

【0003】例如，專利文獻1中揭示了來自二甲基二氯矽烷與苯酚的二甲基二苯氧基矽烷之製造方法。本手法中，需要將與產生二甲基二苯氧基矽烷的同時副生成之氯化氫氣體進行處理之步驟、對進行蒸餾純化前之產物使用鹼進行洗淨之洗淨步驟、使用有機溶劑之萃取步驟等之各種的步驟。進而，廢液處理步驟亦為必要之專利文獻1所記載之上述製程，環境負荷大。

又，專利文獻2中雖揭示了由聚二甲基矽氧烷與苯酚獲得二甲基二苯氧基矽烷之製造方法，但本反應中亦使用

溶劑，並且不能得到充分的產率。

【0004】作為三芳氧基矽烷化合物、三烷氧基矽烷化合物等的矽烷化合物之製造方法，一般已知有對於以三氯矽烷化合物為代表之三鹵化矽烷化合物，使苯酚衍生物或各種醇化合物進行反應的手法。

【0005】例如，專利文獻3中揭示了由甲基三氯矽烷與苯酚獲得甲基三苯氧基矽烷之製造方法。由於此反應為平衡反應，因此如何將副生成之氯化氫去除至反應系外成為反應的速率決定步驟。作為目標物之三芳氧基矽烷化合物亦與上述二芳氧基矽烷化合物同樣地，在酸性水溶液中不安定的情況多，為了抑制水解反應或縮合反應，去除氯化氫之步驟是必要的。

如上所述，在過往之製法中，並不能說安全且有效率地製造矽烷化合物一定是容易的。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0006】

[專利文獻1] US2012/184702號公報

[專利文獻2] 日本特開2008-297227號公報

[專利文獻3] 日本特開平10-218885號公報

【發明內容】

[發明欲解決之課題]

【0007】提供一種不伴隨鹽酸或醋酸等腐蝕性物質的

產生，且不使用有機溶劑之與減低環境負荷相關連之二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物、三芳氧基矽烷化合物、三烷氧基矽烷化合物等的矽烷化合物之製造方法。

[用以解決課題之手段]

【0008】本發明係使環境負荷減低並且可有效率地生成目標化合物之以下所記載的矽烷化合物之製造方法。

【0009】[1] 一種矽烷化合物之製造方法，其係包含二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物、單芳氧基單烷氧基矽烷化合物、三芳氧基矽烷化合物及三烷氧基矽烷化合物之至少任一者的矽烷化合物之製造方法，其具有下述D)矽氧烷分解步驟：

該D)矽氧烷分解步驟係將含有

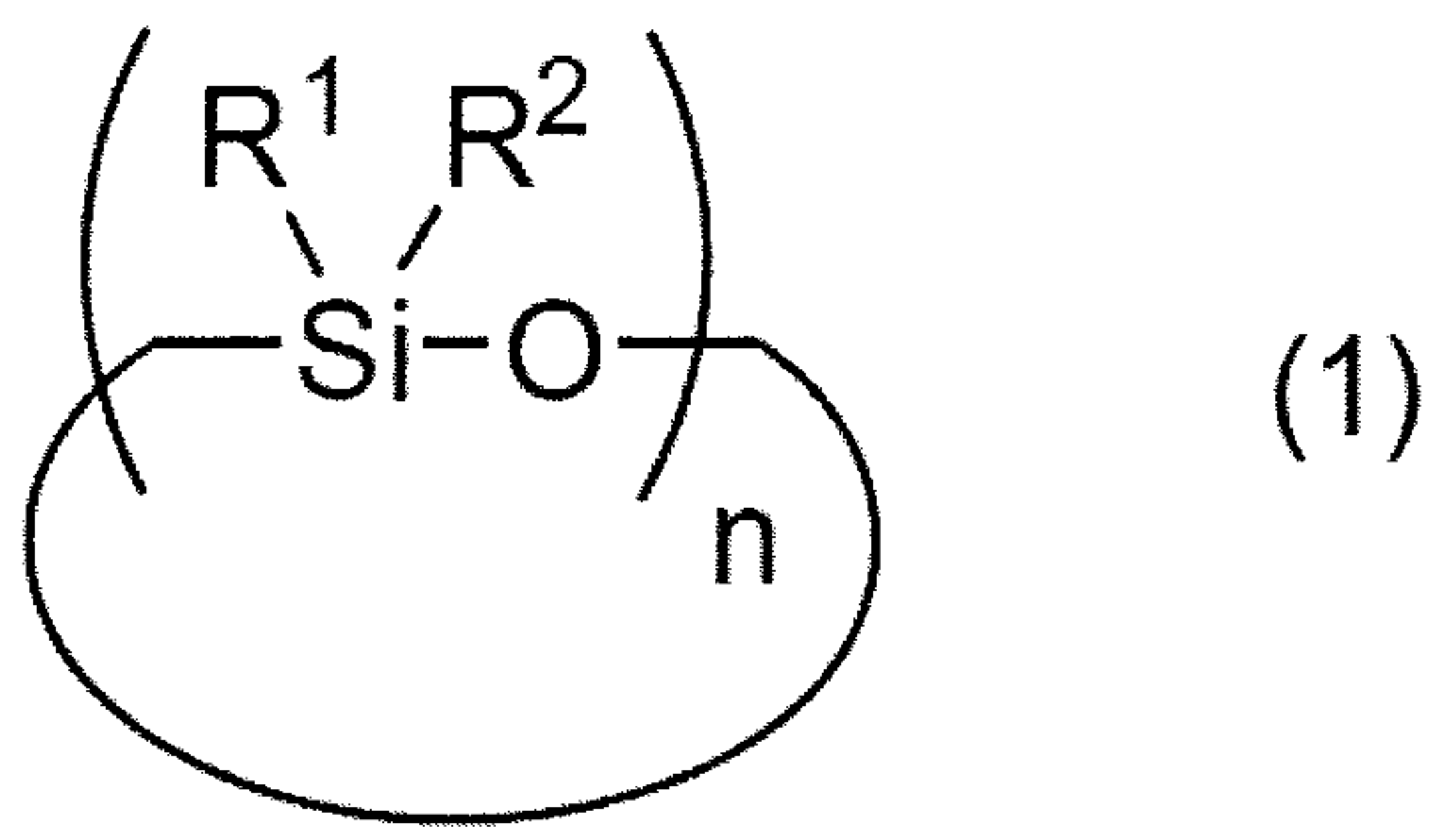
A)矽氧烷化合物，其係下述式(1)表示之A-1)環狀矽氧烷化合物、下述式(2)表示之A-2)直鏈狀矽氧烷化合物及/或將矽氧烷鍵作為主鏈骨架之下述式(3)表示之倍半矽氧烷化合物；

B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及

C)鹼性化合物觸媒

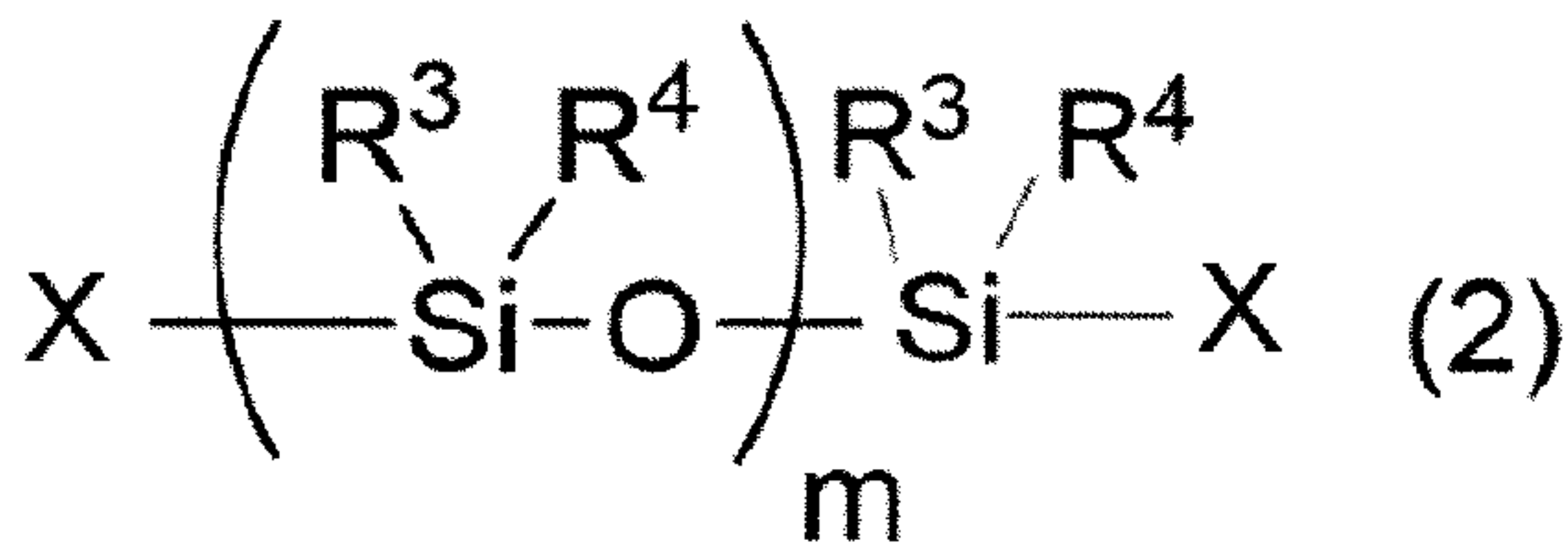
之混合物進行加熱，而使前述A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化，

【化1】



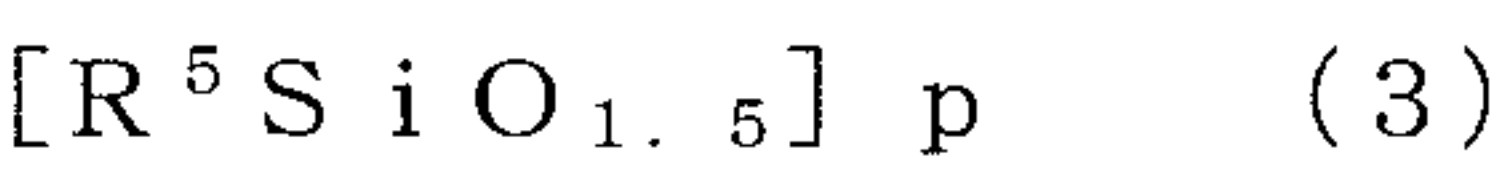
(式中，R¹及R²各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，
n表示3以上30以下之整數)

【化2】



(式中，R³及R⁴各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，
m表示2以上10000以下之整數，

X各自獨立地表示氫原子、羥基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之烴基、或可具有取代基之胺基)



(式中，R⁵表示可具有取代基之碳數1~4之烷基、碳數2~4之烯基或碳數6~12之芳基，
p為4以上24以下之數)。

[2] 一種矽烷化合物之製造方法，其係包含二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物及單芳氧基單烷氧基矽

烷化合物之至少任一者的矽烷化合物之製造方法，其具有下述 D)矽氧烷分解步驟：

該 D)矽氧烷分解步驟係將含有

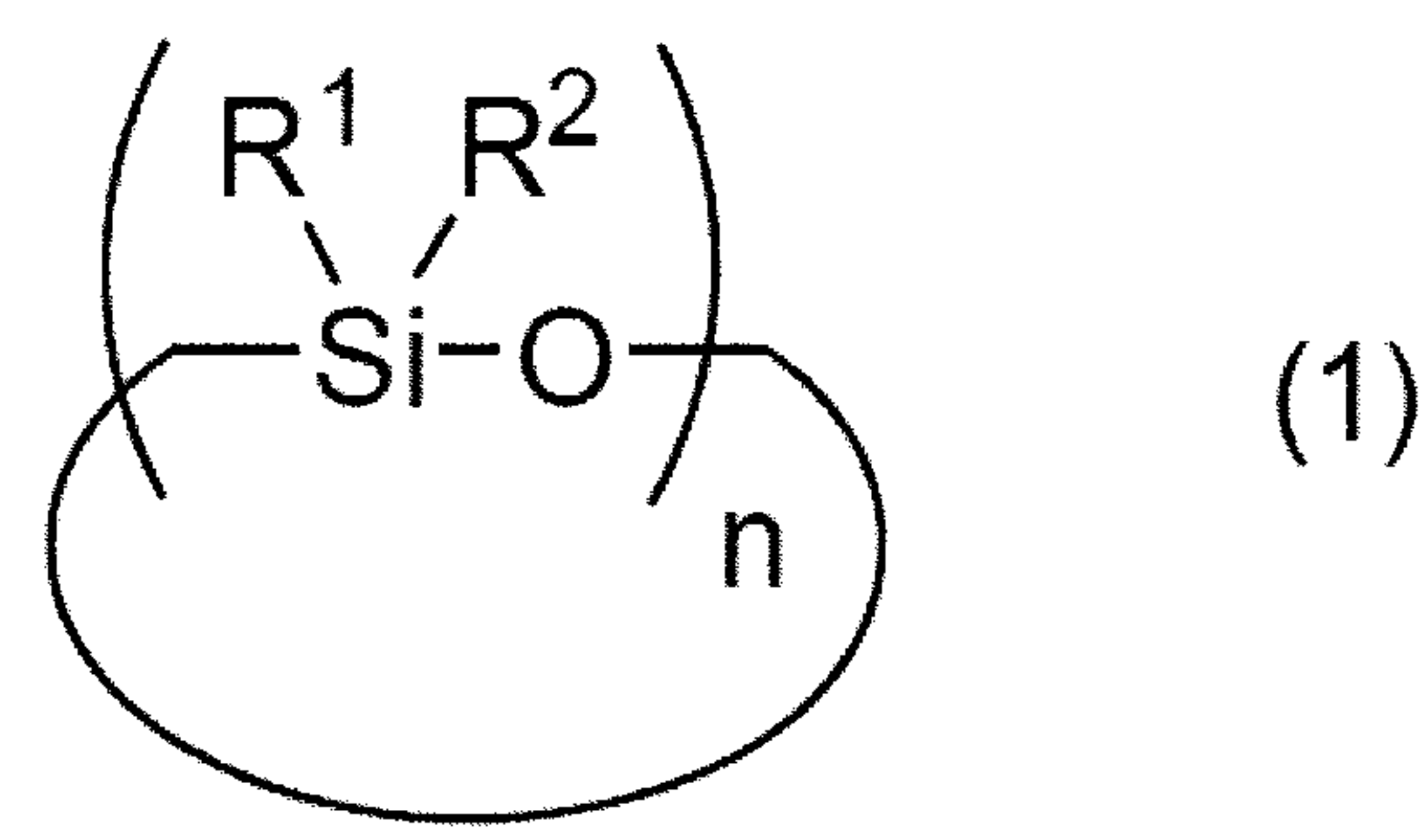
A)下述式(1)表示之 A-1)環狀矽氧烷化合物及/或下述式(2)表示之 A-2)直鏈狀矽氧烷化合物；

B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及

C)鹼性化合物觸媒

之混合物進行加熱，而使前述 A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化，

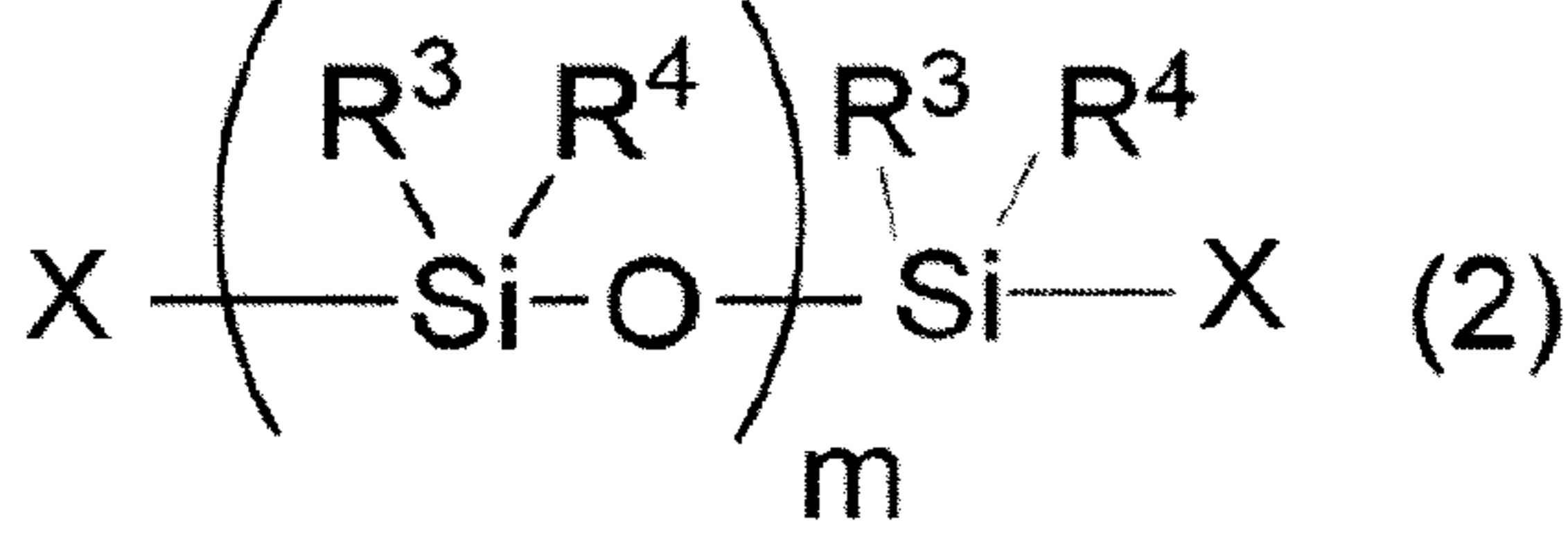
【化 3】



(式中，R¹及 R²各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

n表示 3 以上 30 以下之整數)

【化 4】



(式中，R³及 R⁴各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

m表示2以上10000以下之整數，

X各自獨立地表示氫原子、烴基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之烴基、或可具有取代基之胺基)。

[3] 如上述[1]或[2]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述 $R^1 \sim R^4$ 各自獨立地表示可具有取代基之合計碳數1~8之烷基、烯基或合計碳數6~30之芳基。

[4] 如上述[3]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述 $R^1 \sim R^4$ 各自獨立地為選自由甲基、苯基、乙烯基及丙基所成群中之任一種。

[5] 如上述[1]~[4]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述B)二芳基碳酸酯包含二苯基碳酸酯。

[6] 如上述[1]~[4]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述B)二烷基碳酸酯中之烷基的碳數為4以下。

[7] 如上述[1]~[6]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述C)鹼性化合物觸媒包含鹼金屬碳酸鹽或鹼金屬氫氧化物。

[8] 如上述[7]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述C)鹼性化合物觸媒包含碳酸銫及碳酸鉀之至少任一者。

[9] 如上述[1]~[8]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述B)碳酸酯化合物的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的Si莫耳量之比x為 $x \geq 1$ 。

[10] 如上述[1]~[8]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述B)碳酸酯化合物的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的前述Si莫耳量之比 x 為 $0.8 < x < 1.6$ 。

[11] 如上述[1]~[10]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述C)鹼性化合物觸媒的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的前述Si莫耳量之比 y 為 $0.0001 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 20 \text{ mmol/mol}$ 。

[12] 如上述[1]~[11]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，使前述矽氧烷化合物分解之溫度為 50°C 以上 300°C 以下。

[13] 如上述[12]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述溫度為 50°C 以上 150°C 以下。

[14] 如上述[1]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述式(1)表示之前述A-1)環狀矽氧烷化合物之分子量為2,000以下，前述式(2)表示之前述A-2)直鏈狀矽氧烷化合物之分子量為60,000以下，前述式(3)表示之前述A-3)倍半矽氧烷化合物之分子量為3,500以下。

[15] 如上述[1]~[14]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其進而具有E)蒸餾步驟/再結晶步驟，

該E)蒸餾步驟/再結晶步驟係，蒸餾由前述D)矽氧烷分解步驟所生成之前述矽烷化合物之蒸餾步驟，與再結晶由前述D)矽氧烷分解步驟所生成之前述矽烷化合物之再結

晶步驟的至少任一者。

[16] 如上述[15]之矽烷化合物之製造方法，其中，前述E)之前述蒸餾步驟中之壓力為1hPa以上20hPa以下。

[17] 如上述[1]~[16]中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，進而具有對含有前述B)碳酸酯化合物及前述C)鹼性化合物觸媒之混合物，滴下前述A)矽氧烷化合物之F)滴下步驟。

[發明的效果]

【0010】依據本發明之矽烷化合物之製造方法，不會副生成酸等之腐蝕性物質，且可抑制必要之步驟數而有效率地生成矽烷化合物。因此，依據本發明，可提供一種減低環境負荷，並且有效率地製造目標之矽烷化合物的方法。

【實施方式】

【0011】本發明之矽烷化合物之製造方法具有下述矽氧烷分解步驟：

該矽氧烷分解步驟係將含有

A)詳如後述之環狀矽氧烷化合物、直鏈狀矽氧烷化合物及/或倍半矽氧烷化合物；

B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；

C)鹼性化合物觸媒

之混合物進行加熱，而使前述 A) 之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化。

依據本發明，可製造二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物、單芳氧基單烷氧基矽烷化合物、及三芳氧基矽烷化合物、三烷氧基矽烷化合物之至少任一者的矽烷化合物。

以下，詳細地說明關於本發明之矽烷化合物之製造方法。

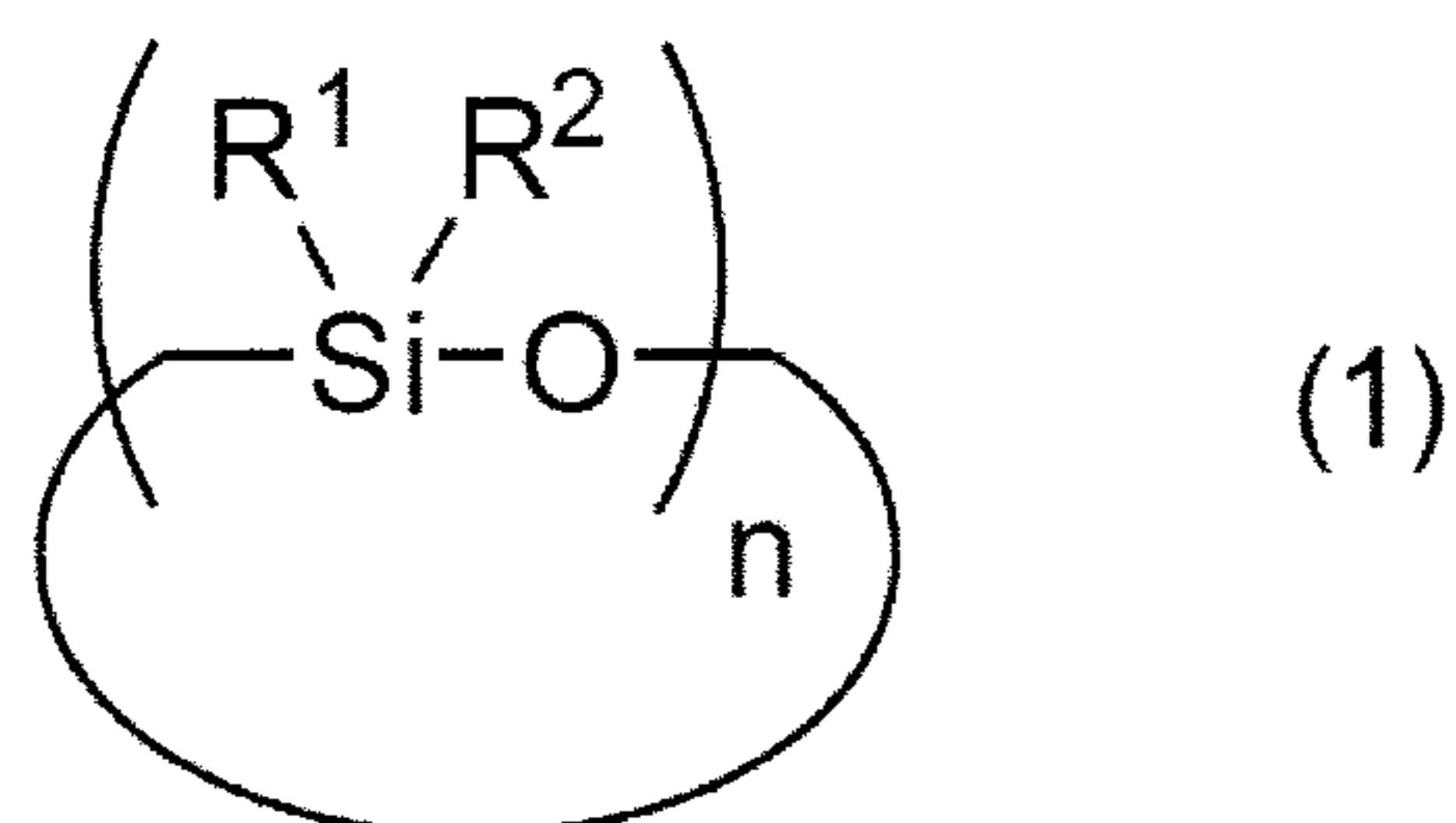
【0012】

[A) 矽氧烷化合物]

A-1) 環狀矽氧烷化合物

於矽氧烷分解步驟所使用的矽氧烷化合物之中，環狀矽氧烷化合物係以下述式(1)表示。

【化5】



式(1)中， R^1 及 R^2 各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基。式(1)中之 R^1 及 R^2 各自為可具有取代基之合計碳數1~8之烷基、烯基或合計碳數6~30之芳基較佳。

當 R^1 及 R^2 為可具有取代基之烷基或可具有取代基之烯基時，較佳合計碳數為1~6，更佳合計碳數為1~4，特佳合

計碳數為1或2。

又，當 R^1 及 R^2 為可具有取代基之芳基時，較佳合計碳數為6~20，更佳合計碳數為6~12，特佳合計碳數為6~8。

作為上述之取代基，可列舉羥基、鹵素、胺基、乙烯基、羧基、氰基、(甲基)丙烯醯氧基、縮水甘油基氧基(glycidyoxy)、巯基等。

作為式(1)中之 R^1 及 R^2 之較佳具體例，可列舉甲基、苯基、乙烯基及丙基。

【0013】式(1)中， n 表示3以上30以下之整數。式(1)中之 n 值較佳為3以上15以下，更佳為3以上10以下，再更佳為3以上8以下，特佳為3以上5以下。

又，式(1)表示之環狀矽氧烷化合物亦可為 n 值不同者的混合物、分子構造不同者的混合物、 n 值與分子構造皆不同者的混合物。

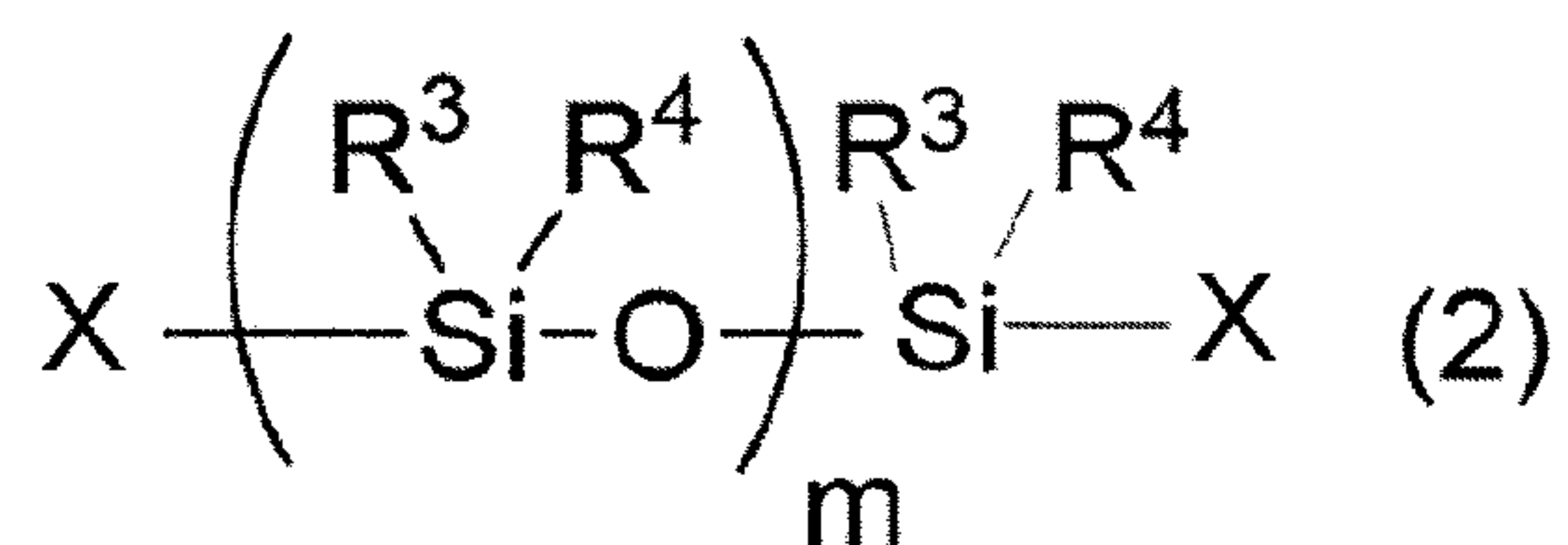
【0014】式(1)表示之環狀矽氧烷化合物之分子量較佳為2,000以下，更佳為1,600以下，再更佳為1,200以下，特佳為1,000以下。又，式(1)表示之環狀矽氧烷化合物之分子量，例如為100以上，較佳為150以上，更佳為200以上。

【0015】

A-2)直鏈狀矽氧烷化合物

於矽氧烷分解步驟所使用的矽氧烷化合物之中，直鏈狀矽氧烷化合物係以下述式(2)表示。

【化6】



式(2)中， R^3 及 R^4 各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基。式(2)中之 R^3 及 R^4 各自為可具有取代基之合計碳數1~8之烷基、烯基或合計碳數6~30之芳基較佳。

當 R^3 及 R^4 為可具有取代基之烷基或可具有取代基之烯基時，較佳合計碳數為1~6，更佳合計碳數為1~4，特佳合計碳數為1或2。

又，當 R^3 及 R^4 為可具有取代基之芳基時，較佳合計碳數為6~20，更佳合計碳數為6~12，特佳合計碳數為6~8。

作為上述之取代基，可列舉羥基、鹵素、胺基、乙烯基、羧基、氰基、(甲基)丙烯醯氧基、縮水甘油基氧基、巯基等。

作為式(2)中之 R^3 及 R^4 之較佳具體例，可列舉甲基、苯基、乙烯基及丙基。

【0016】式(2)中， m 表示2以上10,000以下之整數。式(2)中之 m 值較佳為10以上7,000以下，更佳為20以上2,000以下，再更佳為30以上1,000以下，特佳為40以上800以下。

又，式(2)表示之直鏈狀矽氧烷化合物亦可為 m 值不同者的混合物、分子構造不同者的混合物、 m 值與分子構造

皆不同者的混合物。

【0017】式(2)中，X各自獨立地表示氫原子、羥基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之烴基、或可具有取代基之胺基。X較佳各自獨立地為氫原子、羥基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之烴基的任一者，更佳為羥基或可具有取代基之合計碳數1~10之烷基，進而更佳為烴基或合計碳數1~5之烷基。

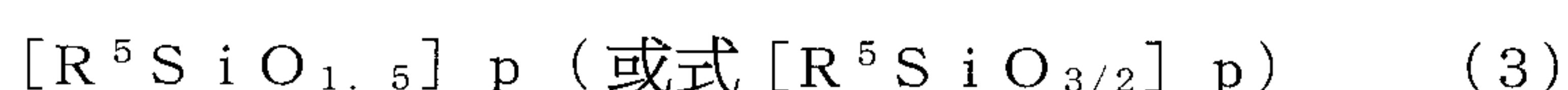
作為上述X之取代基，可列舉羥基、鹵素、胺基、乙烯基、羧基、氰基、(甲基)丙烯醯氧基、縮水甘油基氧基、巰基等。

【0018】式(2)表示之直鏈狀矽氧烷化合物之分子量較佳為60,000以下，更佳為56,000以下，再更佳為50,000以下，特佳為45,000以下。又，式(2)表示之直鏈狀矽氧烷化合物之分子量，例如為1,000以上，較佳為2,000以上，更佳為3,000以上。

【0019】

A-3)倍半矽氧烷化合物

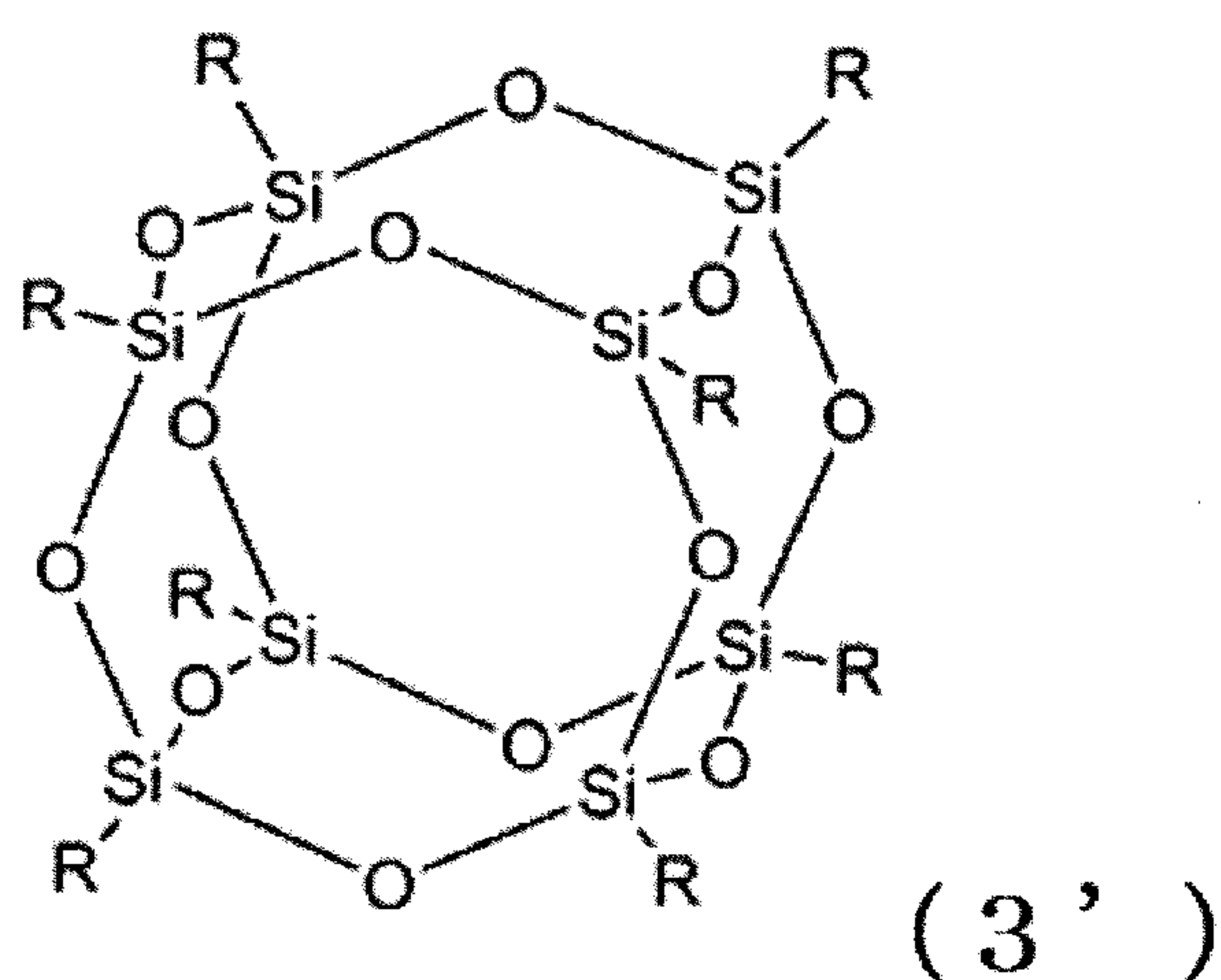
於矽氧烷分解步驟所使用的矽氧烷化合物之中，倍半矽氧烷化合物為將矽氧烷鍵(Si-O-Si鍵)作為主鏈骨架之矽氧烷系的化合物，且係以下述式(3)表示。



【0020】作為式(3)之倍半矽氧烷，例如可使用階梯

型、網型、籠型、無規型等。就以該等中對於碳酸酯化合物的溶解性的觀點而言，籠型之倍半矽氧烷較佳。例如，作為籠型之倍半矽氧烷可列舉以下之式(3')表示者(式(3')中之R為與下述 R^5 相同之取代基)。

【化7】



式(3)中， R^5 為可具有取代基之碳數1~4之烷基、碳數2~4之烯基或碳數6~12之芳基。

式(3)中之 R^5 各自為可具有取代基之合計碳數1或2之烷基、可具有取代基之合計碳數2或3之烯基或合計碳數6~10之芳基較佳。又，當 R^5 為可具有取代基之芳基時，較佳合計碳數為6~8。

作為上述之取代基，可列舉羥基、鹵素、胺基、乙烯基、羧基、氰基、(甲基)丙烯醯氧基、縮水甘油基氧基、巯基等。

作為式(3)中之 R^5 之較佳具體例，可列舉甲基、苯基、乙烯基及丙基。

【0021】式(3)中，p表示4以上24以下之整數。式(3)中之p值較佳為5以上20以下，更佳為6以上18以下。p值為

8~14更佳，尤其是為8、10、12或14。式(3)之倍半矽氧烷具有該等上述之p值且為籠型較佳。

又，式(3)表示之倍半矽氧烷化合物亦可為p值不同者的混合物、分子構造不同者的混合物、p值與分子構造皆不同者的混合物。

【0022】式(3)之倍半矽氧烷化合物中，作為取代基之R⁵的種類與倍半矽氧烷化合物之分子量具有以下之表所示之關係。並且如同上述，作為式(3)之倍半矽氧烷化合物較佳為p值係8~14者，因此定為具有代表之取代基之式(3)之倍半矽氧烷化合物之分子量的較佳範圍。

亦即，式(3)表示之倍半矽氧烷化合物之分子量較佳為3,500以下，更佳為3,100以下，再更佳為1,900以下，再更佳為1,600以下，特佳為1,300以下。又，式(3)表示之式(3)之倍半矽氧烷化合物之分子量，例如為100以上，較佳為150以上，更佳為200以上，再更佳為250以上。

【表1】

式(3)中之p值	式(3)之取代基 R ⁵	
	苯基	甲基
4	516	268
8	1033	537
10	1291	671
12	1549	805
14	1807	939
24	3098	1610

【0023】可僅使用上述式(1)之環狀矽氧烷化合物、式(2)表示之直鏈狀矽氧烷化合物及、式(3)之倍半矽氧烷

化合物之中任一者的矽氧烷化合物，亦可作為混合物而使用環狀矽氧烷化合物、直鏈狀矽氧烷化合物及倍半矽氧烷化合物的任一者。該等矽氧烷化合物可藉由公知的手法而合成，且亦可使用市售者。

尚，式(1)之環狀矽氧烷化合物及式(2)表示之直鏈狀矽氧烷化合物是適用於二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物、單芳氧基單烷氧基矽烷化合物之任一的矽烷化合物的製造。又，式(3)之倍半矽氧烷化合物是適用於三芳氧基矽烷化合物及三烷氧基矽烷化合物之至少任一的矽烷化合物的製造。

【0024】

[B)碳酸酯化合物]

作為矽氧烷分解步驟中所使用的碳酸酯化合物，可使用二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者。

二芳基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯較佳具有合計碳數6~30之芳基，且芳基之合計碳數較佳為6~20，更佳合計碳數為6~12，特佳合計碳數為6~8。

又，作為上述芳基之較佳具體例，可列舉苯基，並且當使用二芳基碳酸酯作為碳酸酯化合物時，較佳至少含有二苯基碳酸酯。

【0025】又，作為碳酸酯化合物之二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯，較佳具有合計碳數1~8之烷基，更佳烷基之合計碳數為1~6，再更佳合計碳數為1~4，亦即4以

下之烷基。

尚，上述碳酸酯化合物可藉由公知的手法而合成，且亦可使用市售者。

【 0026】

[C)鹼性化合物觸媒]

作為於矽氧烷分解步驟中所使用的鹼性化合物觸媒，可列舉鹼金屬化合物、鹼土類金屬化合物等，作為此般之化合物可使用鹼金屬及鹼土類金屬化合物等之有機酸鹽、無機鹽、氧化物、氫氧化物、氫化物或烷氧化物、4級氫氧化銨及該等之鹽、胺類等，該等化合物可單獨或組合複數種類而使用。為了矽氧烷分解步驟之反應的效率化，鹼性化合物觸媒較佳包含鹼金屬碳酸鹽或鹼金屬氫氧化物。

作為鹼性化合物觸媒之較佳具體例，可列舉碳酸銨、碳酸鉀、碳酸鈉、碳酸氫鈉、氫氧化銨、氫氧化鉀、氫氧化鈉等。

尚，上述鹼性化合物觸媒可藉由公知的手法而調製，且亦可使用市售者。又，可將鹼性化合物觸媒作為水溶液添加至反應系，亦可作為粉體添加至反應系。

【 0027】

[D)矽氧烷分解步驟]

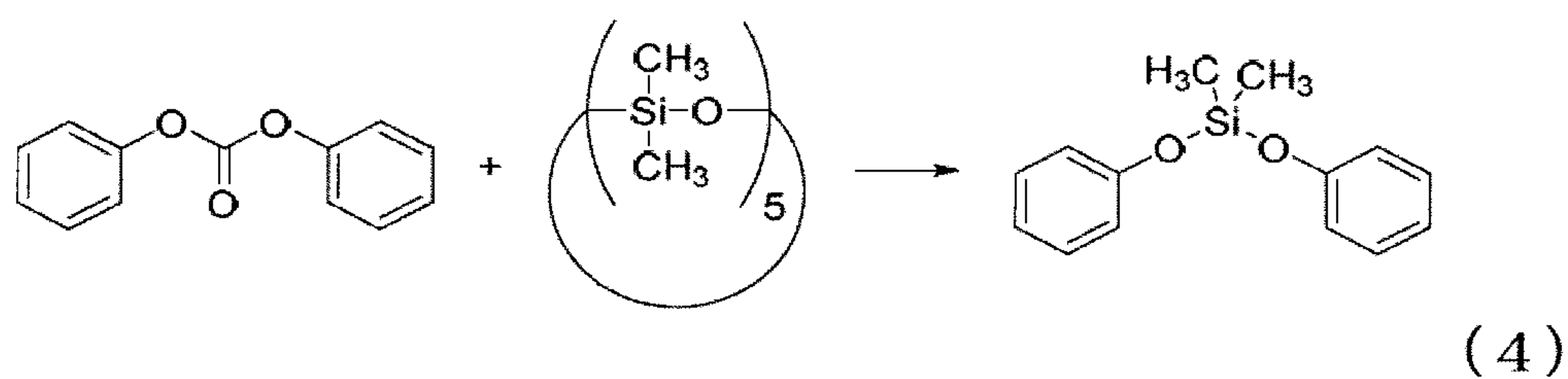
矽氧烷分解步驟中，係在上述C)之鹼性化合物觸媒的存在下，將含有上述A)之環狀矽氧烷化合物及/或直鏈狀矽氧烷化合物與上述B)之碳酸酯化合物之混合物進行加熱，而使上述A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基

化，以進行矽氧烷分解。如此般，藉由上述 A) 之矽氧烷化合物的矽氧烷分解反應，可生成導入有上述 B) 之碳酸酯化合物的芳基及 / 或烷基之矽烷化合物。

【0028】矽氧烷分解步驟中，使用二芳基碳酸酯作為上述B)之碳酸酯化合物的情況下，所生成之矽烷化合物為二芳氧基矽烷化合物；使用二烷基碳酸酯作為上述B)之碳酸酯化合物的情況下，所生成之矽烷化合物為二烷基氧基矽烷化合物；使用單烷基單芳基碳酸酯作為上述B)之碳酸酯化合物的情況下，所生成之矽烷化合物為單芳氧基單烷基氧基矽烷化合物。

【0029】例如，使用二苯基碳酸酯作為上述B)之碳酸酯化合物，且使用十甲基環五矽氧烷作為上述A)之環狀矽氧烷化合物時之矽氧烷分解反應，係以下式(4)表示，可得到二甲基二苯氧基矽烷(以下，亦稱為DMDPS)作為主要產物。

【化8】



【0030】式(4)是概略地表示矽氧烷分解反應，其省略了會生成之一些的副產物，且並未調整二苯基碳酸酯、十甲基環五矽氧烷及二甲基二苯氧基矽烷之各化合物間的莫耳比。

【0031】矽氧烷分解步驟中，為了促進矽氧烷化合物

之分解反應，所使用之上述 B) 之碳酸酯化合物的莫耳量較佳為上述 A) 之矽氧烷化合物的 Si 莫耳量，即矽氧烷化合物中之矽原子的莫耳量以上。亦即，前述 B) 碳酸酯化合物的莫耳量相對於 A) 矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之比 x (即，A) 矽氧烷化合物的 Si 莫耳量 / B) 碳酸酯化合物的莫耳量之值) 滿足 $x \geq 1$ 的關係較佳。又，碳酸酯化合物的莫耳量可為矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之 1.1 倍以上 ($x \geq 1.1$)，例如 1.5 倍左右。

又，為了矽氧烷化合物之分解反應的效率化，上述比 x 較佳為 $0.8 < x < 2.0$ ，更佳為 $0.8 < x < 1.8$ ，再更佳為 $0.8 < x < 1.6$ ，特佳為 $0.9 < x < 1.5$ 。此情況下，對於原料之矽氧烷化合物，可抑制未反應而殘餘之殘量。

尚，可依據原料之矽氧烷化合物的種類來調整上述比 x 之值。

例如，作為原料，使用上述 A-1) 環狀矽氧烷化合物或 A-2) 直鏈狀矽氧烷化合物時，碳酸酯化合物的莫耳量與矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之理想的比率為 1 : 1，因此，上述比 x 之值可為 $0.8 < x < 1.2$ 左右，較佳為 $0.9 < x < 1.1$ 左右。又，以上述 A-3) 倍半矽氧烷化合物作為原料時，碳酸酯化合物的莫耳量與矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之理想的比率為 1 : 1.5，因此，上述比 x 之值可為 $1.0 < x < 1.8$ 左右，較佳為 $1.3 < x < 1.7$ 左右。

【0032】矽氧烷分解步驟中，就分解反應之效率化與抑制過剩之觸媒使用的觀點而言，上述 C) 之鹼性化合物觸

媒相對於上述 A) 之矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之比 y (即，C) 之鹼性化合物觸媒的莫耳量 / A) 矽氧烷化合物的 Si 莫耳量之值) 較佳為 $0.0001 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 20 \text{ mmol/mol}$ (y 之值為 0.0001 mmol/mol 以上 20 mmol/mol 以下)，更佳為 $0.001 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 15 \text{ mmol/mol}$ (y 之值為 0.001 mmol/mol 以上 15 mmol/mol 以下)，再更佳為 $0.1 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 8 \text{ mmol/mol}$ (y 之值為 0.1 mmol/mol 以上 8 mmol/mol 以下)，特佳為 $1 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 5 \text{ mmol/mol}$ (y 之值為 1 mmol/mol 以上 5 mmol/mol 以下)。

【0033】矽氧烷分解步驟中之矽氧烷分解反應的溫度，即分解 A) 矽氧烷化合物之溫度，就分解反應之效率化與產率的觀點而言，較佳為 50°C 以上 300°C 以下，亦可為 50°C 以上 150°C 以下。矽氧烷分解步驟中之溫度，更佳為 70°C 以上 250°C 以下，再更佳為 80°C 以上 240°C 以下，特佳為 90°C 以上 220°C 以下。

【0034】矽氧烷分解步驟中之矽氧烷分解反應可於常壓下進行，且不需要加壓或減壓之壓力的調整。

【0035】

[E) 蒸餾步驟 / 再結晶步驟]

於本發明之矽烷化合物之製造方法中，為了提升矽烷化合物之純度，較佳進而具有蒸餾由矽氧烷分解步驟所生成之矽烷化合物之蒸餾步驟，與再結晶由矽氧烷分解步驟所生成之矽烷化合物之再結晶步驟的至少任一者。

【0036】為了有效率的蒸餾，蒸餾步驟中之壓力較佳

為 1hPa 以上 20hPa 以下，更佳為 2hPa 以上 10hPa 以下，再更佳為 3hPa 以上 5hPa 以下。

又，為了有效率的蒸餾，蒸餾步驟中之溫度較佳為 50℃ 以上 300℃ 以下，更佳為 70℃ 以上 250℃ 以下，再更佳為 100℃ 以上 200℃ 以下，特佳為 120℃ 以上 180℃ 以下。

【0037】再結晶步驟中，使用因應生成之矽烷化合物的性質，特別是溶解度等而選擇之再結晶溶劑，惟作為再結晶溶劑，就與產物之溶解性的觀點而言，較佳為庚烷、辛烷、甲苯、苯、環己烷、己烷等。又，較佳為在 50℃ 以上 120℃ 以下之溫度下使矽烷化合物溶解於溶劑，且將溶液以 0.5℃ /min 以上 1℃ /min 以下進行冷卻。

【0038】

[F)滴下步驟]

矽烷化合物之製造方法中，較佳為預先混合 A)矽氧烷化合物以外之原料與觸媒，並對於所得到之混合物，主要是混合溶液，滴下 A)矽氧烷化合物。如此般，藉由進而設置對至少含有 B)碳酸酯化合物及 C)鹼性化合物觸媒之混合物，逐漸地滴下 A)矽氧烷化合物之 F)滴下步驟，可更提高矽烷化合物之製造方法的安全性。

F)滴下步驟中之 A)矽氧烷化合物的滴下速度，雖可依據反應規模(scale)而調整，但通常為 0.1ml/分~10 l(升)/分，較佳為 1.0ml/分~7.0 l/分，更佳為 10ml/分~5.0 l/分，特佳為 100ml/分~1.0 l/分。又，A)矽氧烷化合物的滴下速度，例如可為 1~100ml/分左右。

例如，在使用約250g之二苯基碳酸酯的情況下，較佳以滴下速度1ml/分左右而添加0.23mol左右的矽氧烷化合物，滴下時間的合計為90分左右。F)滴下步驟中之最佳滴下速度雖因應反應規模而不同，但滴下所花費之較佳合計時間變化不大，通常較佳為30分~3小時左右，更佳為1小時~2小時左右，例如為90分左右。

又，可使A)矽氧烷化合物溶解於適宜的溶劑中，而容易調整滴下速度。

【0039】如此般，藉由對含有B)碳酸酯化合物與C)鹼性化合物觸媒之混合物，通常為進而包含溶劑之溶液，逐漸地添加A)矽氧烷化合物，可抑制急劇之CO₂產生，提升安全性。又，在工業規模之矽烷化合物之製造步驟中，亦藉由採用滴下步驟而可防止副產物之CO₂所致之反應釜內之急劇的加壓，安全性提高。

[實施例]

【0040】

<評估項目>

NMR：以下¹H-NMR分析中之化學位移是以CDCl₃的波峰之7.24ppm作為基準。

【0041】

(實施例1)

將十甲基環五矽氧烷7.5g(20.2 mmol，Si莫耳量：101.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.6g(101.0 mmol)及作為觸媒

之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，確認十甲基環五矽氧烷的轉化率為 100%。

接著，將反應混合物冷卻至 40℃ 後，藉由在減壓度 4hPa、150℃ 下進行減壓蒸餾，得到 23.7g 之無色油狀成分。

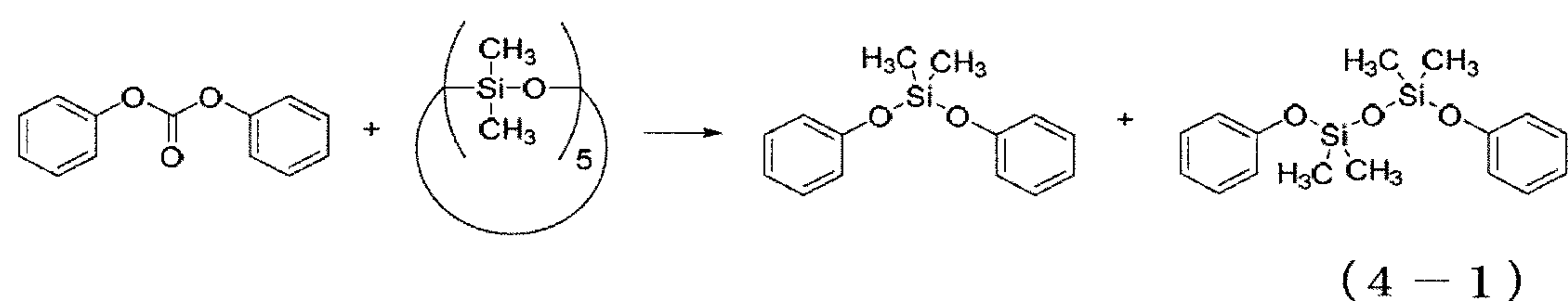
【0042】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析得到之油狀成分的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷(DMDPS)之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 98.6：1.4。

由得到之油狀成分的重量與上述莫耳比率所求出之二甲基二苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於十甲基環五矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為 96.0%。

二甲基二苯氧基矽烷($^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 500\text{MHz}, \delta; \text{ppm})=0.378(\text{s}; 6\text{H})、6.942、6.944(\text{d}; 4\text{H})、6.959、6.961、6.995(\text{t}; 2\text{H})、7.230、7.245、7.257(\text{t}; 4\text{H})$)。

【0043】尚，本實施例之矽氧烷分解反應係以下式(4-1)表示，除了主產物之 DMDPS 以外，可得到作為副產物之 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷。

【化 9】



【 0044 】

(實施例 2)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 23.6g(110.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，確認十甲基環五矽氧烷的轉化率為 100%。

接著，將反應混合物冷卻至 40℃ 後，藉由在減壓度 4hPa、150℃ 下進行減壓蒸餾，得到 25.1g 之無色油狀成分。

【 0045 】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析得到之油狀成分的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 99.8：0.2。又，亦觀測到基於二苯基碳酸酯之與碳酸酯基位於間位之質子的波峰 7.406ppm。

從得到之油狀成分的重量減去由源自混入之二苯基碳

酸酯的波峰面積所算出之二苯基碳酸酯的重量，由上述莫耳比率求出之二甲基二苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於十甲基環五矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為97.7%。

【0046】

(實施例3)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯32.1g(150.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以200℃攪拌60分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，確認十甲基環五矽氧烷的轉化率為100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm、及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為98.8：1.2。

【0047】

(實施例4)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯19.3g(90.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以200℃攪拌60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，十甲基環五矽氧烷的轉化率為 100%。

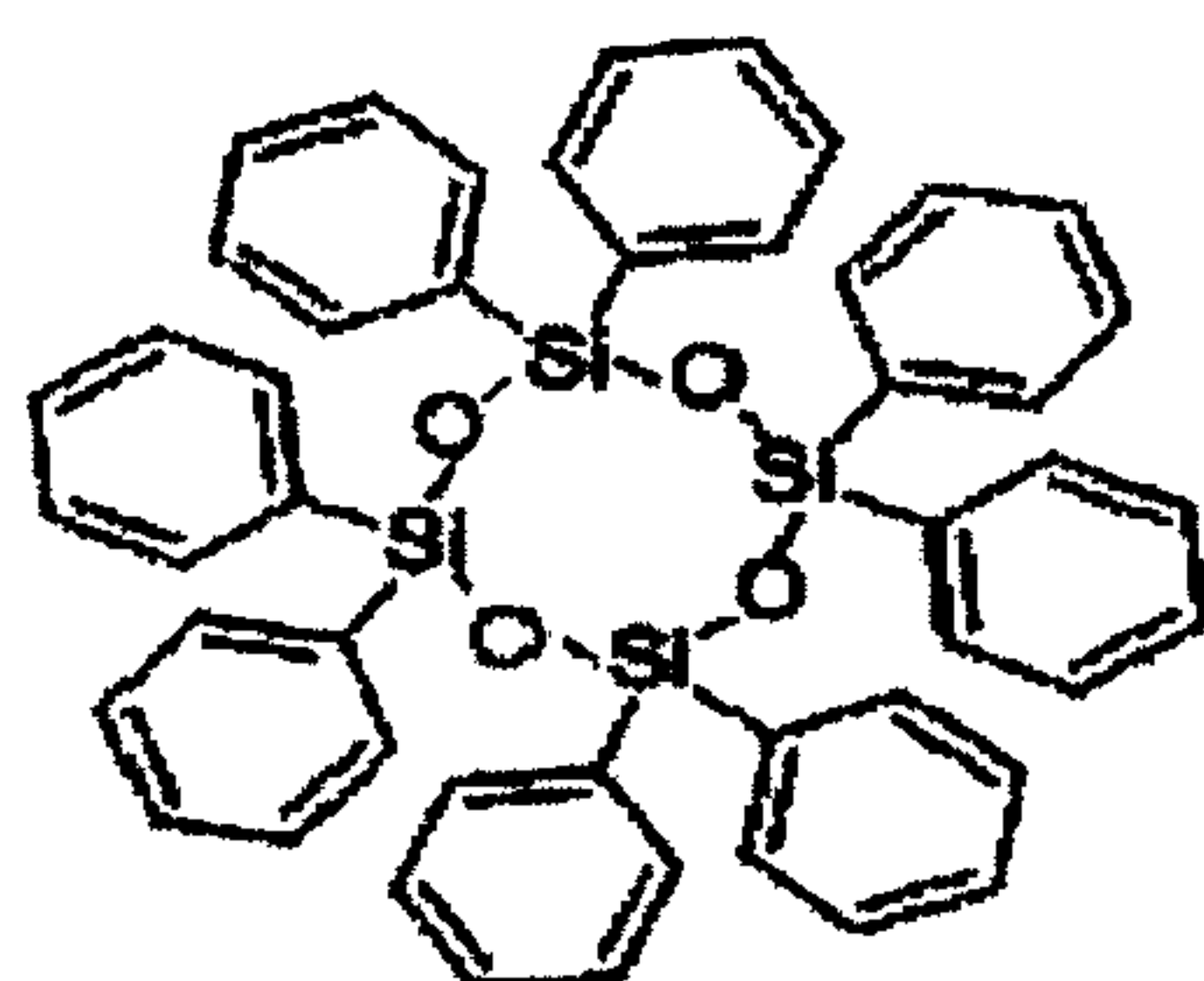
作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 93.2：6.8。

【0048】

(實施例 5)

將下述式(5)表示之八苯基環四矽氧烷(熔點：197℃，分子量：793.17)14.9g(18.8 mmol，Si 莫耳量：75.0 mmol)、二苯基碳酸酯 16.1g(75.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 10分鐘。

【化 10】



(5)

【0049】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於八苯基環四矽氧烷之對位之質子的波峰，確認八苯基環四矽氧烷的轉化率為 100%。

室溫冷卻後，於經固化之反應混合物中加入 20g 之庚

烷，至90℃後進行熱過濾。藉由將得到之濾液於室溫下放置3天，而使白色結晶析出。過濾進而加入冷卻至5℃的庚烷10g之混合物，取出藉此而得到之濾紙上的結晶，在40℃、減壓度1hPa下乾燥45小時，結果得到24.1g之白色粉末。以¹H-NMR分析得到之粉末的結果，觀測到源自二苯基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷的波峰。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷之莫耳比率，為95.4：4.6。

【0050】由得到之白色粉末重量與上述莫耳比率所求出之二苯基二苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於八苯基環四矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為81.1%。

二苯基二苯氧基矽烷(¹H-NMR(CDC13，500MHz，δ；ppm)=6.915、6.927、6.939、6.952、6.965(p；6H)、7.142、7.155、7.169(t；4H)、7.354、7.366、7.379(t；4H)、7.425、7.437、7.449(t；2H))、7.750、7.762(d；4H)。

【0051】

(實施例6)

將八苯基環四矽氧烷14.9g(18.8 mmol，Si莫耳量：75.0 mmol)、二苯基碳酸酯16.9g(78.8 mmol)及作為觸媒之碳酸銨33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以200℃攪拌10分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，未觀測到基於八

苯基環四矽氧烷之對位之質子的波峰，確認八苯基環四矽氧烷的轉化率為100%。

室溫冷卻後，於經固化之反應混合物中加入20g之庚烷，至90℃後進行熱過濾。藉由將得到之濾液於室溫下放置3天，而使白色結晶析出。過濾進而加入冷卻至5℃的庚烷10g之混合物，取出藉此而得到之濾紙上的結晶，在40℃、減壓度1hPa下乾燥45小時，結果得到24.4g之白色粉末。

【0052】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析得到之粉末的結果，觀測到源自二苯基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷的波峰。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷之莫耳比率，為99.5：0.5。

由得到之白色粉末重量與上述莫耳比率所求出之二苯基二苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於八苯基環四矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為87.6%。

【0053】

(實施例7)

將八苯基環四矽氧烷14.9g(18.8 mmol，Si莫耳量：75.0 mmol)、二苯基碳酸酯17.7g(82.6 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以200℃攪拌60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於八苯基環四矽氧烷之對位之質子的波峰，確認八苯基環四矽

氧烷的轉化率為100%。

室溫冷卻後，於經固化之反應混合物中加入20g之庚烷，至90℃後進行熱過濾。藉由將得到之濾液於室溫下放置3天，而使白色結晶析出。過濾進而加入冷卻至5℃的庚烷10g之混合物，取出藉此而得到之濾紙上的結晶，在40℃、減壓度1hPa下乾燥45小時，結果得到23.1g之白色粉末。

【0054】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析得到之粉末的結果，觀測到源自二苯基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷的波峰。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷之莫耳比率，為99.6：0.4。

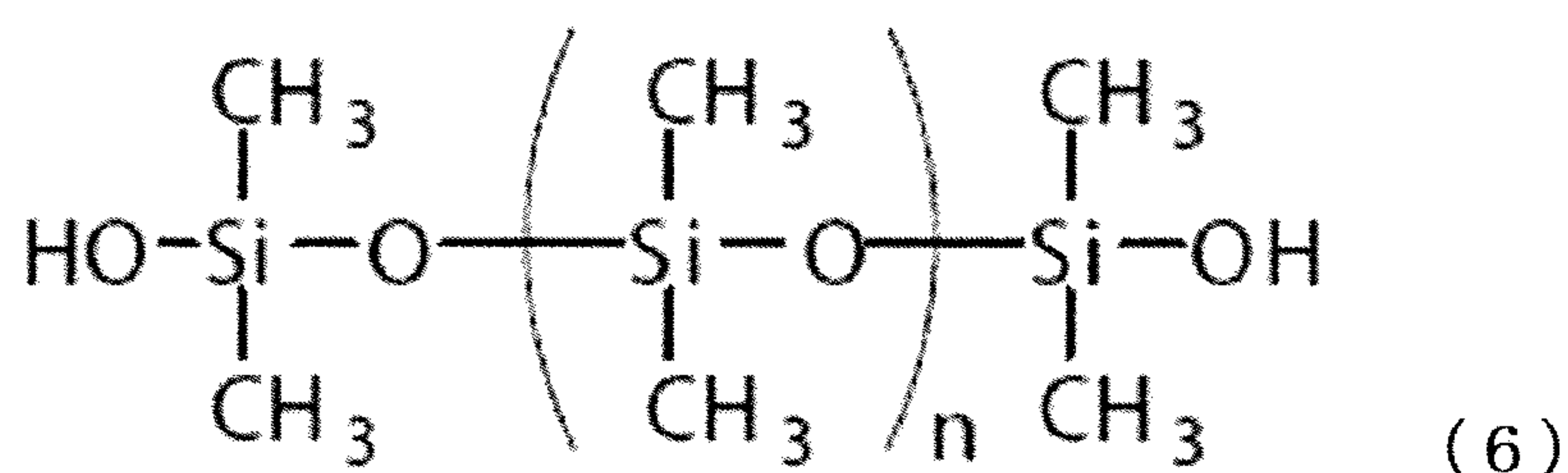
由得到之白色粉末重量與上述莫耳比率所求出之二苯基二苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於八苯基環四矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為83.1%。

【0055】

(實施例8)

將下述式(6)表示之二甲基聚矽氧烷(完成羥基終端處理，分子量：4,200)7.4g(1.8 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍65mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以220℃攪拌30分鐘。

【化 1 1】



【0056】以 ^1H -NMR 分析反應混合物的結果，未觀測到基於二甲基聚矽氧烷之質子的波峰，確認二甲基聚矽氧烷的轉化率為 100%。

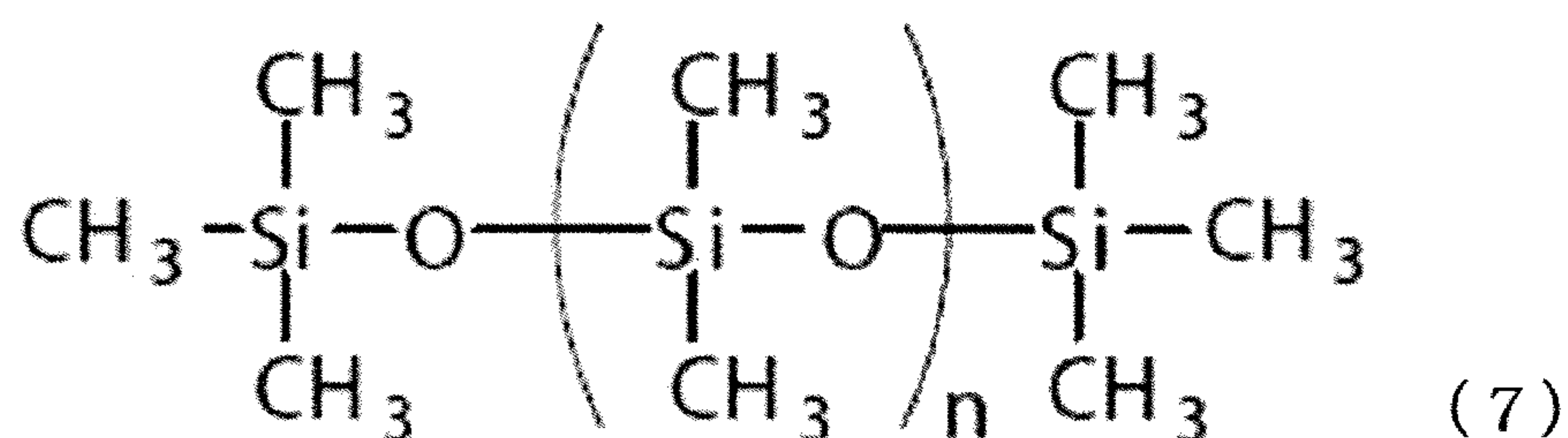
作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 95.0：5.0。

【0057】

(實施例 9)

將下述式 (7) 表示之二甲基聚矽氧烷 (信越化學工業製，KF-96-3000cs，三甲基矽烷氧基末端，分子量：40,000) 7.4g (0.19 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g (100.0 mmol) 及作為觸媒之碳酸鉀 33mg (0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60 分鐘。

【化 1 2】



以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於二甲基聚矽氧烷之質子的波峰，確認二甲基聚矽氧烷的轉化率為 100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 98.1：1.9。

【0058】

(實施例 10)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二丁基碳酸酯 17.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二丁氧基矽烷之波峰 0.070ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為 69%。

【0059】

(實施例 11)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 150

℃ 攪拌 60 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰 0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為 71%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 78.7：21.3。

【0060】

(實施例 12)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍 65mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 220℃ 攪拌 30 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，確認十甲基環五矽氧烷的轉化率為 100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基

二矽氧烷之莫耳比率，為99.6：0.4。

【0061】

(實施例13)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉀28mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以220℃攪拌30分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，十甲基環五矽氧烷的轉化率為100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm、及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為99.7：0.3。

【0062】

(實施例14)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鈉21mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以220℃攪拌30分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰0.055ppm及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰

0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為89%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為94.3：5.7。

【0063】

(實施例15)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸氫鈉17mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以220℃攪拌30分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰0.055ppm及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為87%。

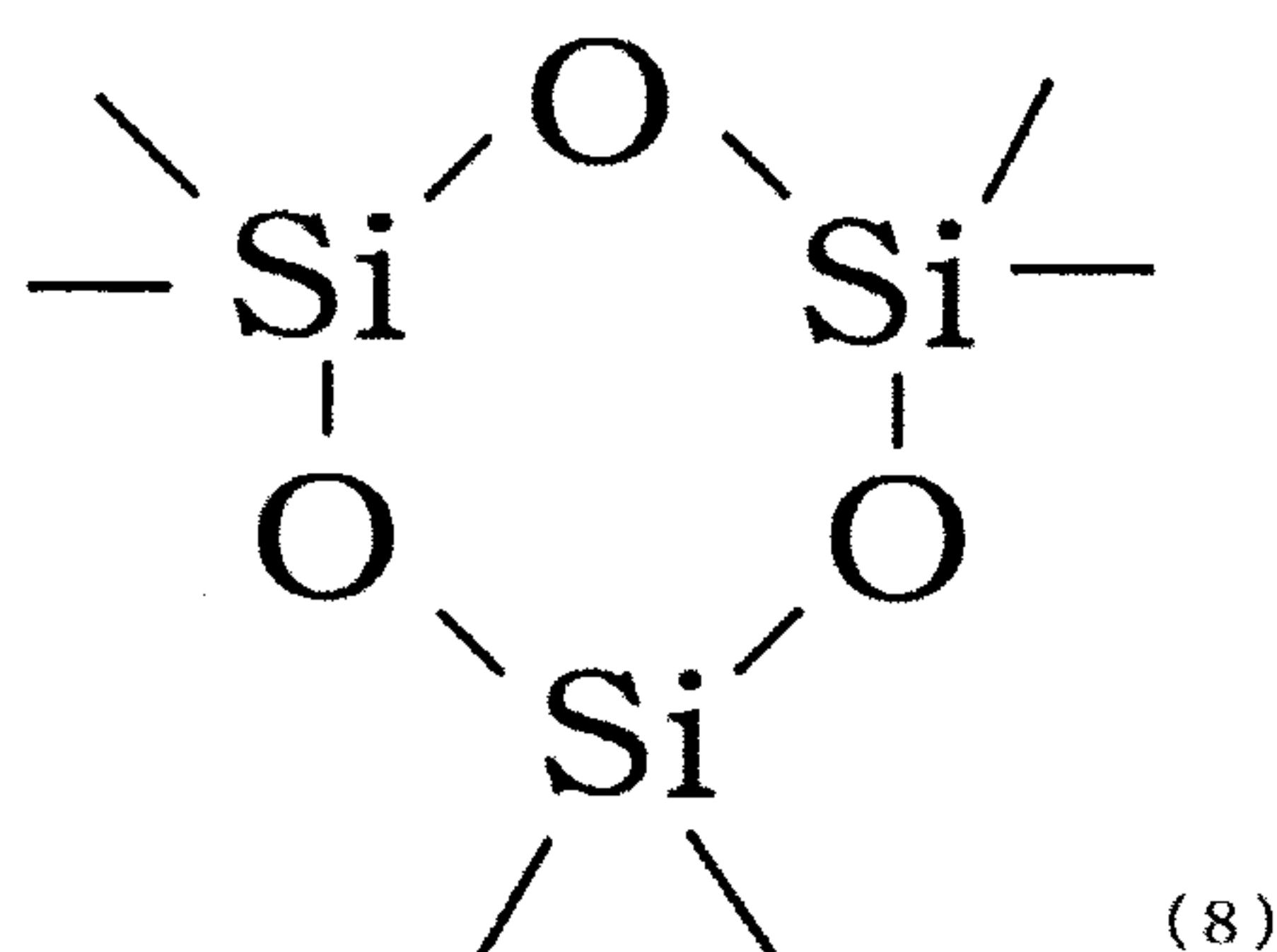
作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為97.4：2.6。

【0064】

(實施例 16)

將下述式 (8) 表示之六甲基環三矽氧烷 7.4g(33.3 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 65mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 220℃ 攪拌 30 分鐘。

【化 1 3】



【0065】以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，未觀測到基於六甲基環三矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，六甲基環三矽氧烷的轉化率為 100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm 及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 99.3：0.7。

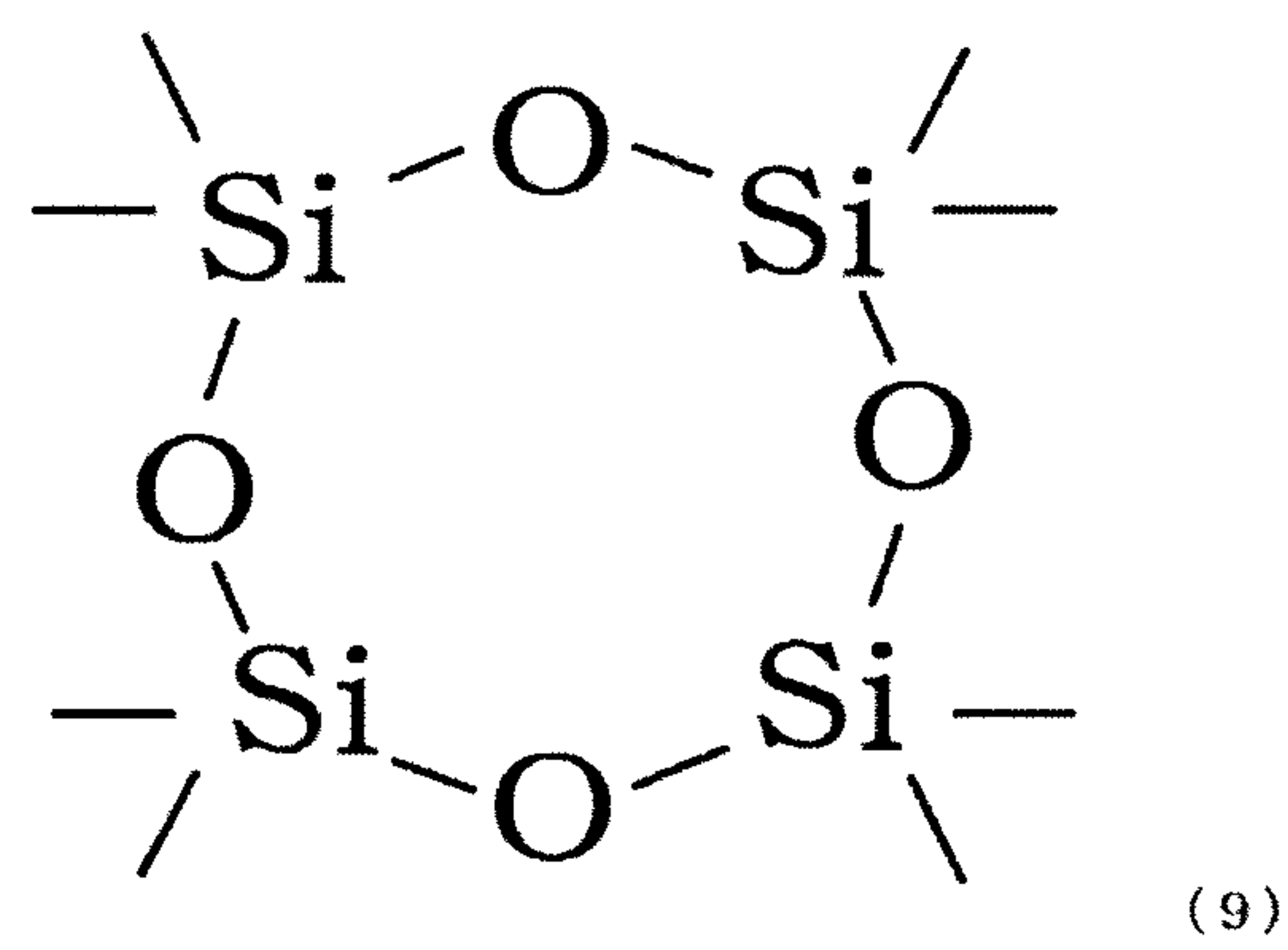
【0066】

(實施例 17)

將下述式 (9) 表示之八甲基環四矽氧烷 7.4g(25.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 65mg(0.2 mmol)，置換

為氮氣環境下，並以 220℃ 攪拌 30 分鐘。

【化 1 4】



【 0067 】 以 ¹H-NMR 分析反應混合物的結果，未觀測到基於八甲基環四矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，八甲基環四矽氧烷的轉化率為 100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 99.4：0.6。

【 0068 】

(實施例 18)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之氫氧化鉀 75mg(0.5 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60 分鐘。

以 ¹H-NMR 分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，十甲基環五

矽氧烷的轉化率為100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm、及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為98.2：1.8。

【0069】

(實施例19)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之氫氧化鉀11mg(0.2 mmol)，置換為氮氣環境下，並以200℃攪拌60分鐘。

以¹H-NMR分析反應混合物的結果，未觀測到基於十甲基環五矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，十甲基環五矽氧烷的轉化率為100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm、及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為97.6：2.4。

【0070】

(實施例20)

將十甲基環五矽氧烷7.4g(20.0 mmol，Si莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒

之氫氧化鈉 12mg(0.3 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰 0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為 66%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 94.4：5.6。

【0071】

(實施例 21)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 120℃ 攪拌 60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰 0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為 67%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二

苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 82.0：18.0。

【0072】

(實施例 22)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 90℃ 攪拌 60 分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰 0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷的轉化率為 2%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰 0.378ppm、及基於 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰 0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與 1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 33.3：66.7。

【0073】

(實施例 23)

將 1,3,5,7,9,11,13,15-八甲基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}] 八矽氧烷 2.06g(3.83 mmol，Si 莫耳量：30.7 mmol)、二苯

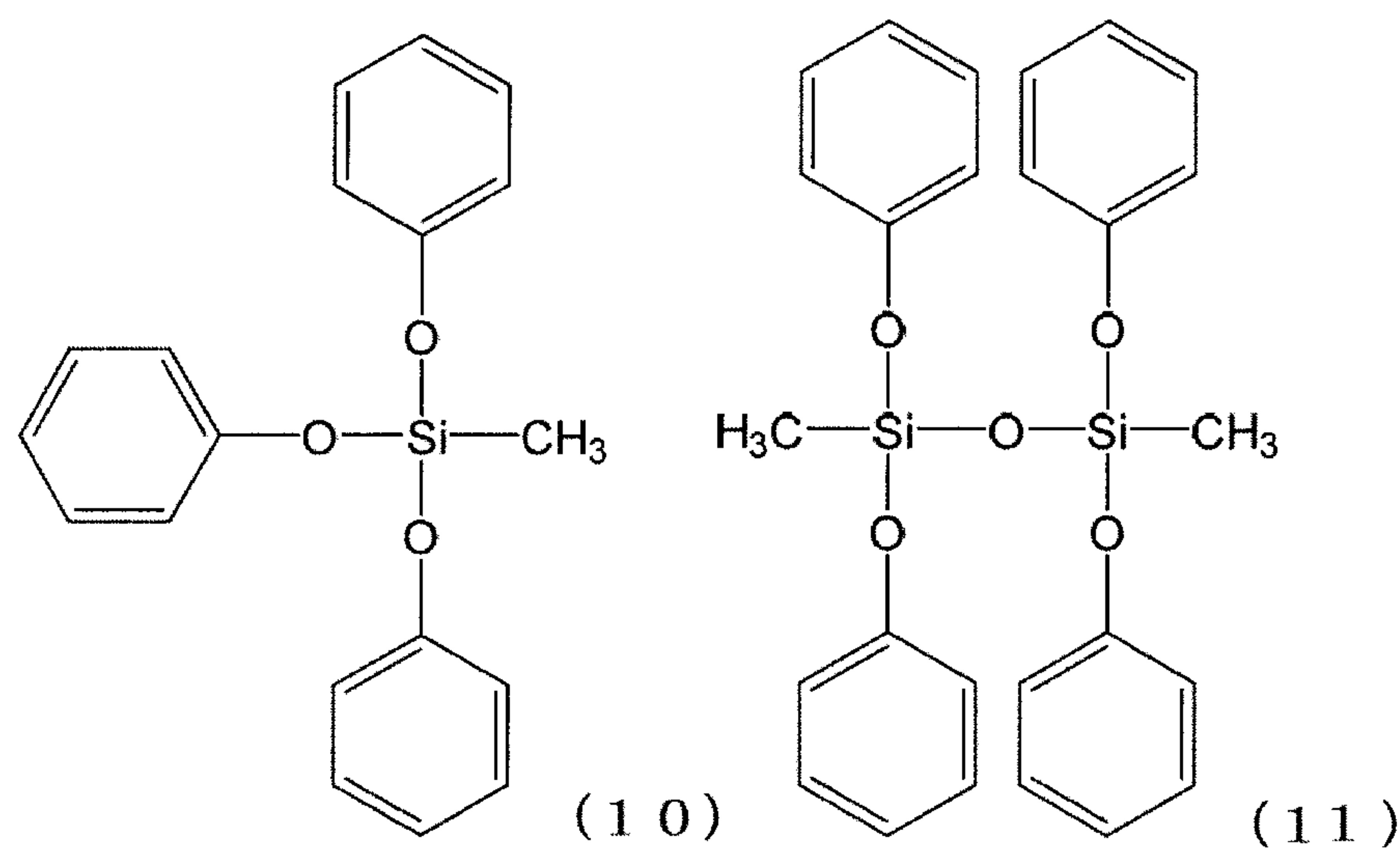
基碳酸酯 9.85g(46.0 mmol)及作為觸媒之碳酸鉍 15mg(0.05 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 180℃ 攪拌 150分鐘。

以 ¹H-NMR 分析反應混合物的結果，未觀測到基於 1,3,5,7,9,11,13,15-八甲基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}]八矽氧烷之矽上的甲基之質子的波峰，1,3,5,7,9,11,13,15-八甲基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}]八矽氧烷的轉化率為 100%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於甲基三苯氧基矽烷之波峰 0.483ppm、及基於 1,3-二甲基-1,1,3,3-四苯氧基二矽氧烷之波峰 0.289ppm。由兩波峰面積比率求出甲基三苯氧基矽烷與 1,3-二甲基-1,1,3,3-四苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為 93.7：6.3。

將作為產物之三芳氧基矽烷化合物等的化學式表示如下。下述式(10)表示甲基三苯氧基矽烷，下述式(11)表示 1,3-二甲基-1,1,3,3-四苯氧基二矽氧烷。

【化 1 5】



【 0074】

(實施例 24)

將 1,3,5,7,9,11,13,15-八苯基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}] 八矽氧烷 3.96g (3.83 mmol, Si 莫耳量 : 30.6 mmol)、二苯基碳酸酯 9.85g (46.0 mmol) 及作為觸媒之碳酸銨 15mg (0.05 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 180℃ 攪拌 150 分鐘。

以 ¹H-NMR 分析反應混合物的結果，未觀測到基於 1,3,5,7,9,11,13,15-八苯基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}] 八矽氧烷之對位之質子的波峰，確認 1,3,5,7,9,11,13,15-八苯基五環 [9.5.1.1^{3,9}.1^{5,15}.1^{7,13}] 八矽氧烷的轉化率為 100%。

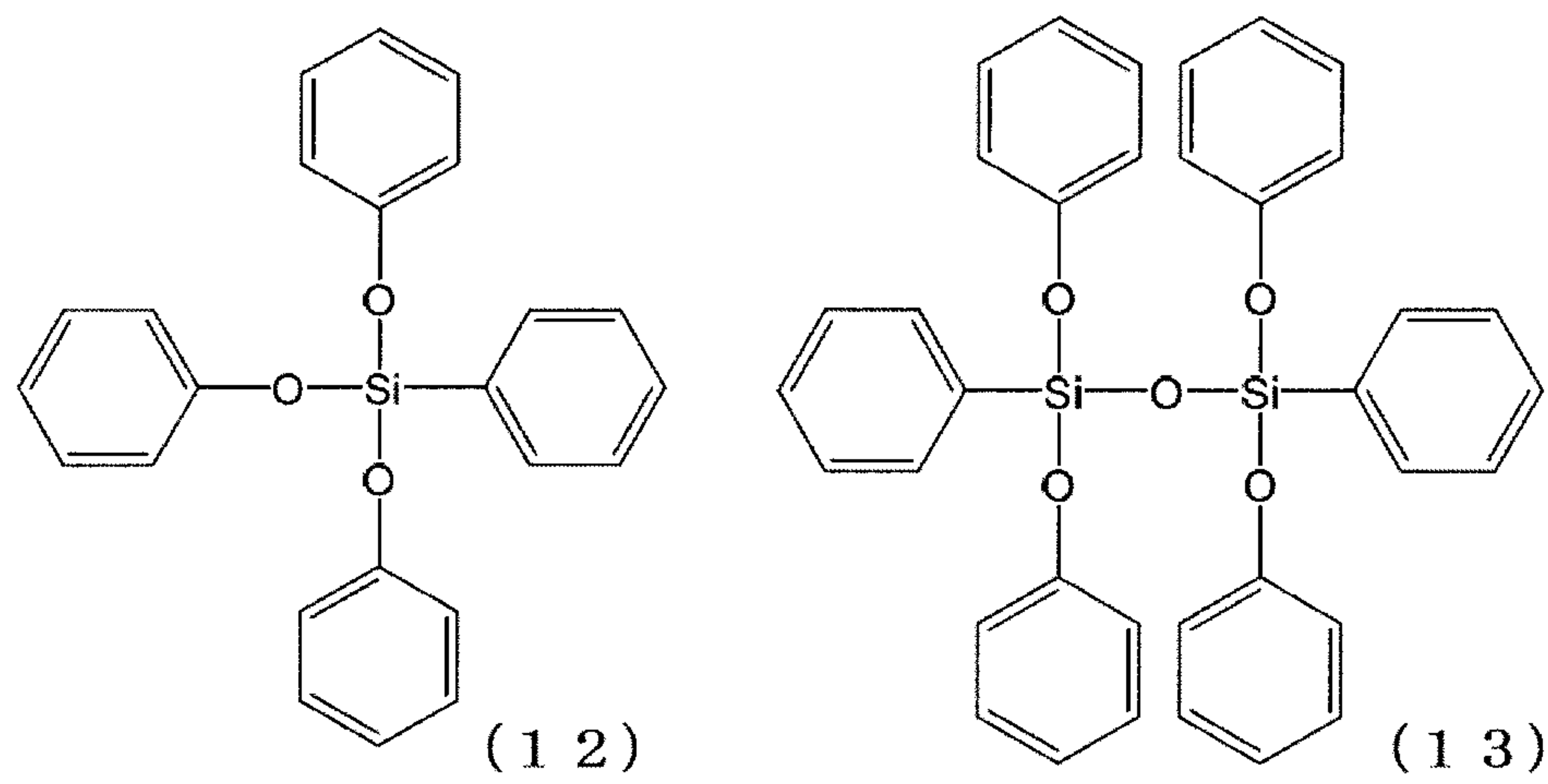
室溫冷卻後，於經固化之反應混合物中加入 10g 之庚烷，至 90℃ 後進行熱過濾。藉由將得到之濾液於室溫下放置 3 天，而使白色結晶析出。過濾進而加入冷卻至 5℃ 的庚烷 5g 之混合物，取出藉此而得到之濾紙上的結晶，在 40℃、減壓度 1hPa 下乾燥 45 小時，結果得到 9.42g 之白色粉末。

以 ¹H-NMR 分析得到之粉末的結果，觀測到源自苯基三苯氧基矽烷與 1,3-二苯基-1,1,3,3-四苯氧基二矽氧烷的波峰。由波峰面積比率求出苯基三苯氧基矽烷與 1,3-二苯氧基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷之莫耳比率，為 96.0 : 4.0。

由得到之白色粉末重量與上述莫耳比率所求出之苯基三苯氧基矽烷之莫耳量的產率，相對於八苯基環四矽氧烷所含之矽原子的莫耳量而言，為 76.8%。

將作為產物之三芳氧基矽烷化合物等的化學式表示如下。下述式 (12) 表示苯基三苯氧基矽烷，下述式 (13) 表示 1,3-二苯基-1,1,3,3-四苯氧基二矽氧烷。

【化 1 6】



【 0075】

(實施例 25)

將滴液漏斗、溫度計、冷卻管安裝至 500ml 四口燒瓶，並饋入二苯基碳酸酯 246.35g，1.15mol) 及作為觸媒之碳酸銨 0.3748g(1.15 mmol)，不攪拌下加熱至 180℃。於 100℃ 附近二苯基碳酸酯溶解。到達 180℃ 後，花費 90 分鐘將十甲基環五矽氧烷 85.30g(0.23mol) 以滴下速度 1ml/分而滴下。滴下十甲基環五矽氧烷後即產生 CO₂ 氣體。在十甲基環五矽氧烷的滴下結束後升溫至 200℃，以 200℃ 加熱 90 分後停止加熱，結束反應。

接著，將反應混合物冷卻至 40℃ 後，藉由在減壓度 4hPa、150℃ 下進行減壓蒸餾，得到 270g 與實施例 1 同樣之無色油狀成分。

【 0076】

(比較例 1)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：

100.0 mmol)、二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 33mg(0.1 mmol)，置換為氮氣環境下，並在室溫攪拌 60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰，十甲基環五矽氧烷的轉化率為 0%。

【 0077 】

(比較例 2)

將十甲基環五矽氧烷 7.4g(20.0 mmol，Si 莫耳量：100.0 mmol)及二苯基碳酸酯 21.4g(100.0 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 200℃ 攪拌 60分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，僅觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰，十甲基環五矽氧烷的轉化率為 0%。

【 0078 】

(比較例 3)

將十甲基環五矽氧烷 0.37g(1.0 mmol，Si 莫耳量：5.0 mmol)、苯酚 0.94g(10.0 mmol)及作為觸媒之碳酸銨 3.3mg(0.01 mmol)，置換為氮氣環境下，並以 175℃ 攪拌 90分鐘。

以 $^1\text{H-NMR}$ 分析反應混合物的結果，作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於十甲基環五矽氧烷之質子的波峰 0.055ppm 及基於二甲基二苯氧基矽烷之質子的波峰 0.378ppm。由兩波峰面積之比率算出之十甲基環五矽氧烷

的轉化率為4%。

作為矽上的甲基之質子的波峰，觀測到基於二甲基二苯氧基矽烷之波峰0.378ppm、及基於1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之波峰0.222ppm。由兩波峰面積比率求出二甲基二苯氧基矽烷與1,1,3,3-四甲基-1,3-二苯氧基二矽氧烷之莫耳比率，為59.6：40.4。

【0079】將各實施例及比較例之結果示於以下之表2、表3。

【表 2】

成分			實施例1	實施例2	實施例3	實施例4	實施例5	實施例6	實施例7	實施例8	實施例9	實施例10	實施例11	實施例12	實施例13
			101	100	100	100						100	100	100	100
A) 矽氧烷化合物	十甲基環五矽氧烷	(Si莫耳量) mmol													
	八苯基環四矽氧烷	(Si莫耳量) mmol					75	75	75						
	二甲基聚矽氧烷 (經基終端處理， 分子量：4, 200)	(Si莫耳量) mmol								100					
	三甲基矽氧烷 (三甲基矽氧基末端， 分子量：40, 000)	(Si莫耳量) mmol									100				
	六甲基環三矽氧烷	(Si莫耳量) mmol													
	八甲基環四矽氧烷	(Si莫耳量) mmol													
B) 碳酸酯化合物	二苯基碳酸酯	mmol	101	110	150	90	75	78.8	82.6	100	100		100	100	100
	二丁基碳酸酯	mmol										100			
C) 鹼性化合物觸媒	苯酚	mmol													
	X (碳酸酯化合物的莫耳量/ 矽氧烷化合物的Si莫耳量)	-	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	Cs2CO3	K2CO3
	Y (鹼性化合物觸媒的莫耳量(mmol)/ 矽氧烷化合物的Si莫耳量(mol))	mmol mmol/mol	1.0	1.1	1.5	0.9	1.0	1.05	1.10	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
			1.0	1.0	1.0	1.0	1.3	1.3	1.3	2.0	1.0	1.0	1.0	2.0	2.0
反應條件/ 評估結果	反應溫度	℃	200	200	200	200	200	200	200	220	200	200	150	220	220
	矽氧烷化合物的轉化率	%	100	100	100	100	100	100	100	100	100	69	71	100	100
	莫耳比率 (目標物之莫耳量：副產物之莫耳量)	%	98.6：1.4	99.8：0.2	98.8：1.2	93.2：6.8	95.4：4.6	99.5：0.5	99.6：0.4	95.0：5.0	98.1：1.9	-	78.7：21.3	99.6：0.4	99.7：0.3

【表 3】

成分		實施例14 實施例15 實施例16 實施例17 實施例18 實施例19 實施例20 實施例21 實施例22 實施例23 實施例24 實施例25	比較例1	比較例2	比較例3
A) 矽氧烷化合物	十甲基環五矽氧烷 (Si莫耳量)	100	100	100	5
	八甲基環四矽氧烷 (Si莫耳量)				
	二甲基聚矽氧烷 (經基終端處理， 分子量：4, 200) (Si莫耳量)				
	二甲基聚矽氧烷 (三甲基矽烷基末端， 分子量：40, 000) (Si莫耳量)				
	六甲基環三矽氧烷 (Si莫耳量)	100			
	八甲基環四矽氧烷 (Si莫耳量)		100		
	八甲基五環八矽氧烷 (Si莫耳量)			3.83	
	八甲基五環八矽氧烷 (Si莫耳量)			3.83	
	十甲基環五矽氧烷 (Si莫耳量)				
	二苯基碳酸酯 (Si莫耳量)	100	100	100	100
B) 碳酸酯化合物	二丁基碳酸酯 (Si莫耳量)				
	苯酚 (Si莫耳量)				10
	C) 鹼性化合物觸媒 (Si莫耳量)	Na2CO3	NaHCO3	Cs2CO3	Cs2CO3
反應條件/評估結果	X (碳酸酯化合物的莫耳量/ 矽氧烷化合物的Si莫耳量)	1.0	1.0	1.0	1.0
	Y (鹼性化合物觸媒的莫耳量(mmol)/ 矽氧烷化合物的Si莫耳量(mol))	2.0	2.0	2.0	2.0
	反應溫度	220	220	220	175
反應條件/評估結果	矽氧烷化合物的轉化率	89	87	100	4
	莫耳比率 (目標物之莫耳量：副產物之莫耳量)	94.3：5.7	97.4：2.6	99.3：0.7	98.0：2.0
	莫耳比率 (目標物之莫耳量：副產物之莫耳量)	94.3：5.7	97.4：2.6	99.3：0.7	98.0：2.0

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種矽烷化合物之製造方法，其係包含二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物、單芳氧基單烷氧基矽烷化合物、三芳氧基矽烷化合物及三烷氧基矽烷化合物之至少任一者的矽烷化合物之製造方法，其具有下述D)矽氧烷分解步驟：

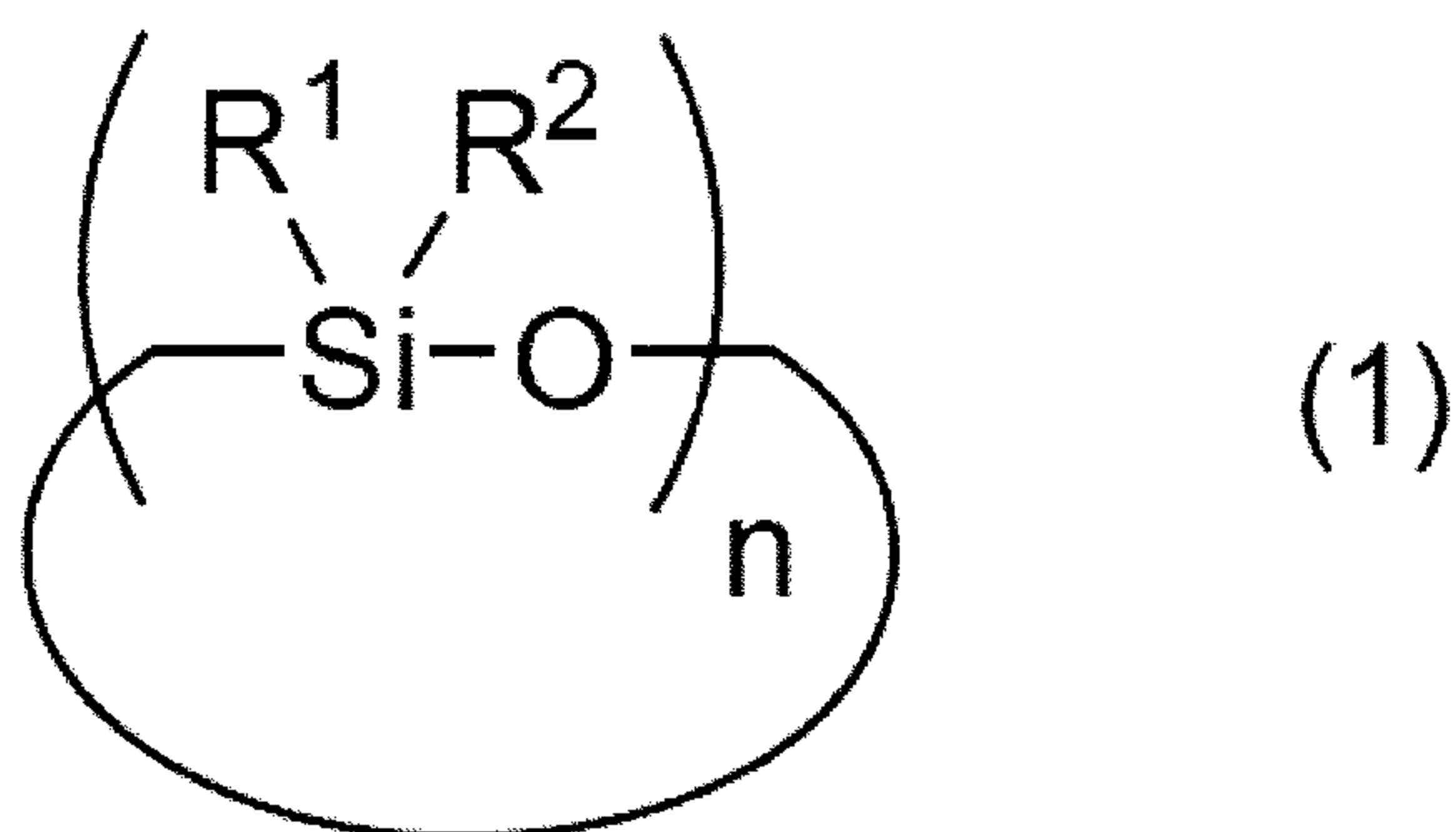
該D)矽氧烷分解步驟係將含有

A)矽氧烷化合物，其係下述式(1)表示之A-1)環狀矽氧烷化合物、下述式(2)表示之A-2)直鏈狀矽氧烷化合物及/或將矽氧烷鍵作為主鏈骨架之下述式(3)表示之倍半矽氧烷化合物；

B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及

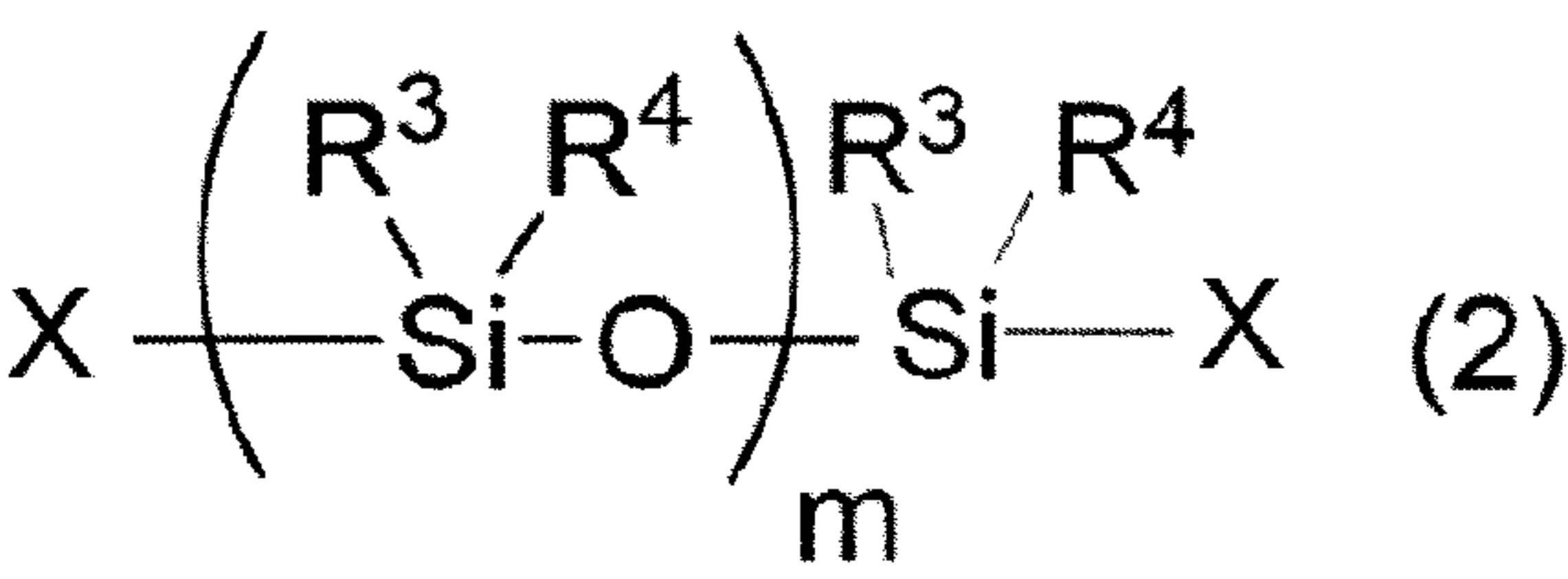
C)鹼性化合物觸媒

之混合物進行加熱，而使A)之矽氧烷化合物烷氧基化及/或芳氧基化，



(式中， R^1 及 R^2 各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

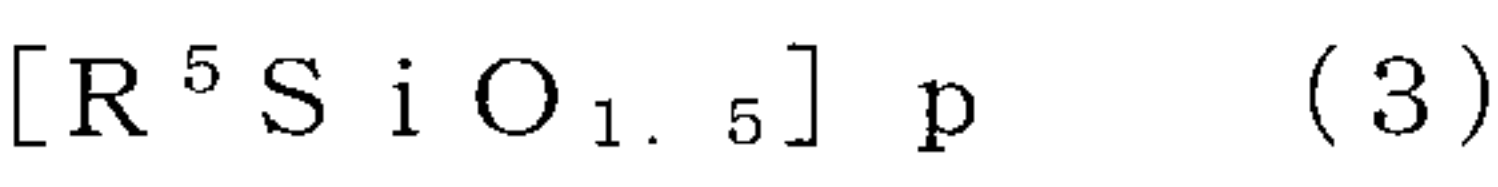
n 表示3以上30以下之整數)



(式中， R^3 及 R^4 各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

m 表示2以上10000以下之整數，

X 各自獨立地表示氫原子、羥基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之羥基、或可具有取代基之胺基)



(式中， R^5 表示可具有取代基之碳數1~4之烷基、碳數2~4之烯基或碳數6~12之芳基，
 p 為4以上24以下之數)。

【請求項2】一種矽烷化合物之製造方法，其係包含二芳氧基矽烷化合物、二烷氧基矽烷化合物及單芳氧基單烷氧基矽烷化合物之至少任一者的矽烷化合物之製造方法，其具有下述D)矽氧烷分解步驟：

該D)矽氧烷分解步驟係將含有

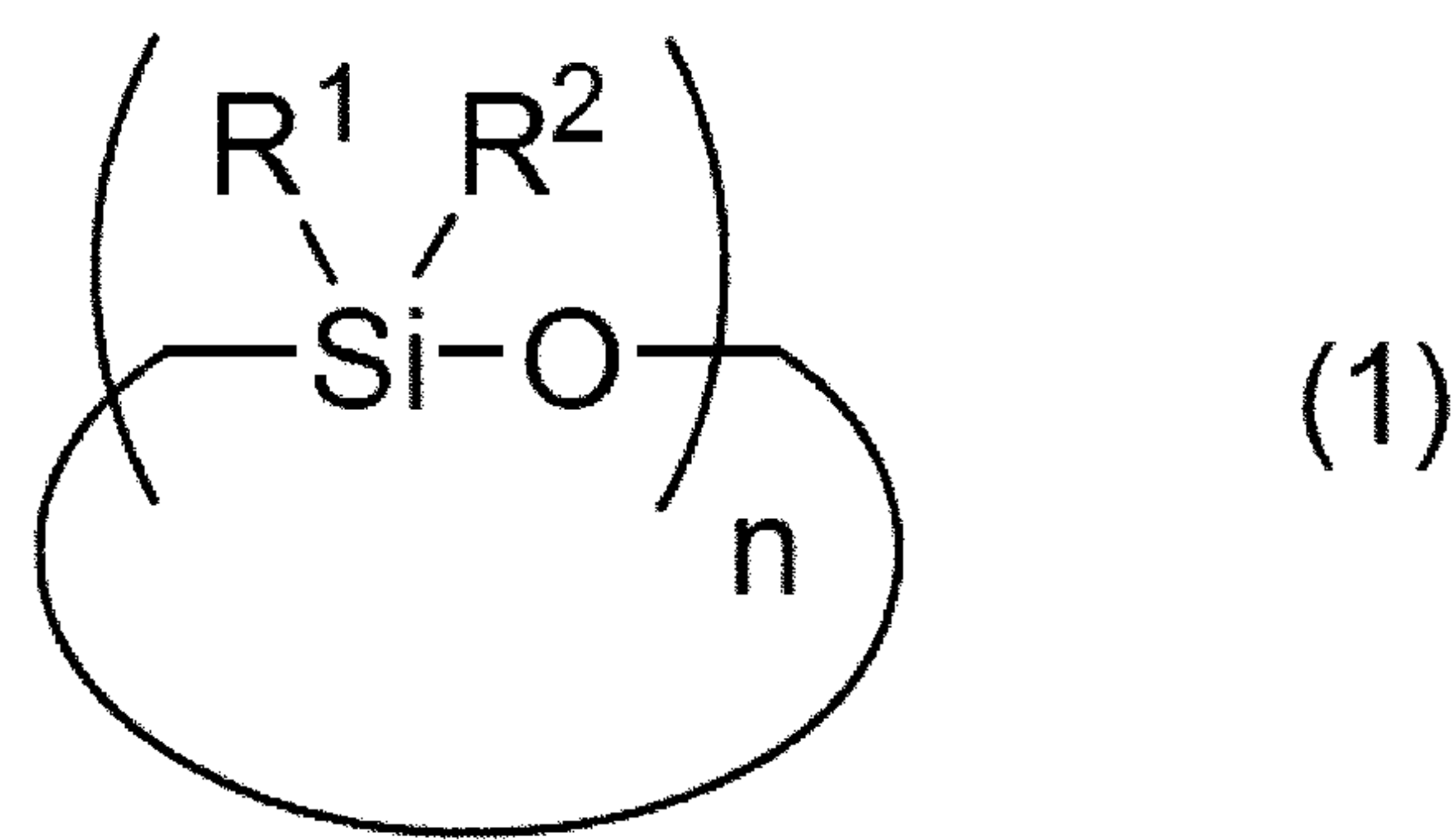
A)下述式(1)表示之A-1)環狀矽氧烷化合物及/或下述式(2)表示之A-2)直鏈狀矽氧烷化合物；

B)碳酸酯化合物，其包含二芳基碳酸酯、二烷基碳酸酯及單烷基單芳基碳酸酯之至少任一者；以及

C)鹼性化合物觸媒

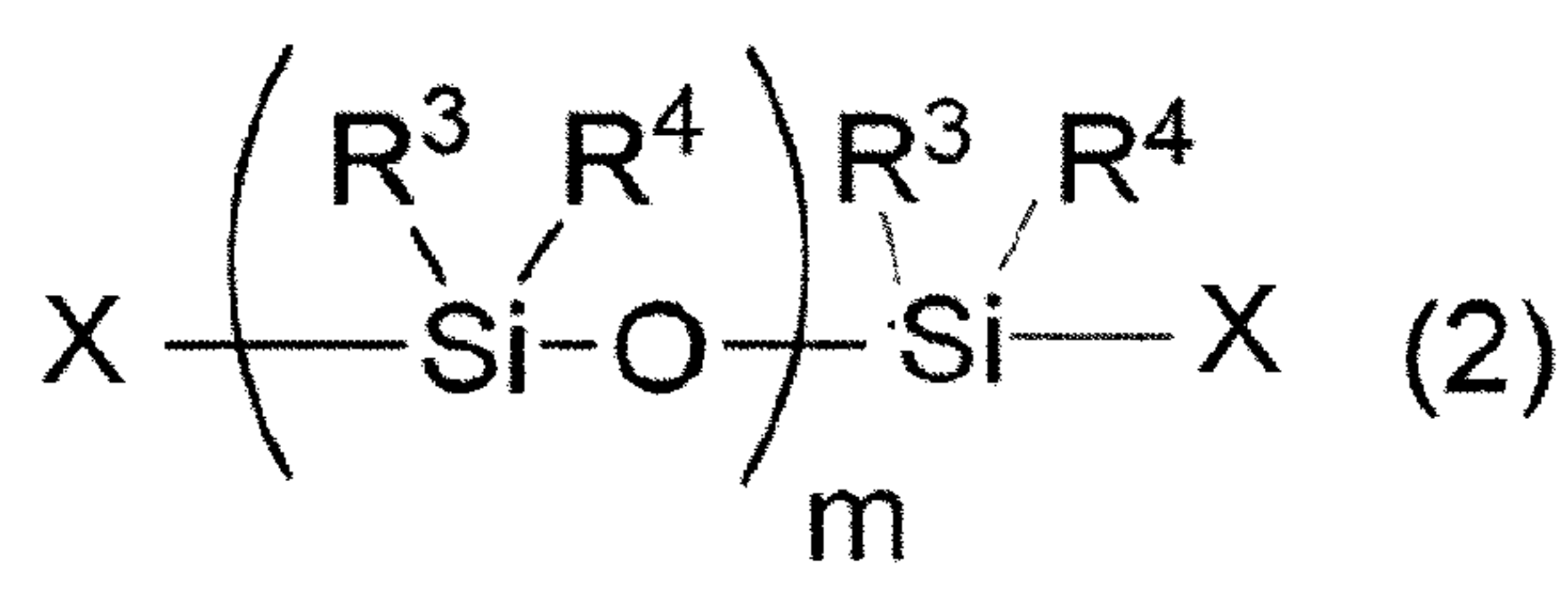
之混合物進行加熱，而使A)之矽氧烷化合物烷氧基化

及/或芳氧基化，



(式中，R¹及R²各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

n表示3以上30以下之整數)



(式中，R³及R⁴各自獨立地表示可具有取代基之烷基、烯基或芳基，

m表示2以上10000以下之整數，

X各自獨立地表示氫原子、羥基、可具有取代基之合計碳數1~10之烷氧基、可具有取代基且可具有氧原子或氮原子之合計碳數1~10之烴基、或可具有取代基之胺基)。

【請求項3】如請求項1或2之矽烷化合物之製造方法，其中，前述R¹~R⁴各自獨立地表示可具有取代基之合計碳數1~8之烷基、烯基或合計碳數6~30之芳基。

【請求項4】如請求項3之矽烷化合物之製造方法，其中，前述R¹~R⁴各自獨立地為選自由甲基、苯基、乙烯基及丙基所成群中之任一種。

【請求項5】如請求項1~4中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述B)二芳基碳酸酯包含二苯基碳酸酯。

【請求項6】如請求項1~4中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述B)二烷基碳酸酯中之烷基的碳數為4以下。

【請求項7】如請求項1~6中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述C)鹼性化合物觸媒包含鹼金屬碳酸鹽或鹼金屬氫氧化物。

【請求項8】如請求項7之矽烷化合物之製造方法，其中，前述C)鹼性化合物觸媒包含碳酸銨及碳酸鉀之至少任一者。

【請求項9】如請求項1~8中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述B)碳酸酯化合物的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的Si莫耳量之比 x 為 $x \geq 1$ 。

【請求項10】如請求項1~8中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述B)碳酸酯化合物的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的前述Si莫耳量之比 x 為 $0.8 < x < 2.0$ 。

【請求項11】如請求項1~10中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述C)鹼性化合物觸媒的莫耳量相對於前述A)矽氧烷化合物的前述Si莫耳量之比 y 為 $0.0001 \text{ mmol/mol} \leq y \leq 20 \text{ mmol/mol}$ 。

【請求項12】如請求項1~11中任一項之矽烷化合物之

製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，使前述A)矽氧烷化合物分解之溫度為 50°C 以上 300°C 以下。

【請求項13】如請求項12之矽烷化合物之製造方法，其中，前述D)矽氧烷分解步驟中，前述溫度為 50°C 以上 150°C 以下。

【請求項14】如請求項1之矽烷化合物之製造方法，其中，式(1)表示之前述A-1)環狀矽氧烷化合物之分子量為2,000以下，式(2)表示之前述A-2)直鏈狀矽氧烷化合物之分子量為60,000以下，式(3)表示之前述A-3)倍半矽氧烷化合物之分子量為3,500以下。

【請求項15】如請求項1~14中任一項之矽烷化合物之製造方法，其進而具有E)蒸餾步驟/再結晶步驟，

該E)蒸餾步驟/再結晶步驟係，蒸餾由前述D)矽氧烷分解步驟所生成之前述矽烷化合物之蒸餾步驟，與再結晶由前述D)矽氧烷分解步驟所生成之前述矽烷化合物之再結晶步驟的至少任一者。

【請求項16】如請求項14之矽烷化合物之製造方法，其中，前述E)之前述蒸餾步驟中之壓力為1hPa以上20hPa以下。

【請求項17】如請求項1~16中任一項之矽烷化合物之製造方法，其中，進而具有對含有前述B)碳酸酯化合物及前述C)鹼性化合物觸媒之混合物，滴下前述A)矽氧烷化合物之F)滴下步驟。