

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5282526号
(P5282526)

(45) 発行日 平成25年9月4日 (2013.9.4)

(24) 登録日 平成25年6月7日 (2013.6.7)

(51) Int.Cl.

F I

C O 7 F 7/18 (2006.01)
C O 7 B 61/00 (2006.01)C O 7 F 7/18 C S P X
C O 7 B 61/00 3 O O

請求項の数 6 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2008-278151 (P2008-278151)
 (22) 出願日 平成20年10月29日 (2008.10.29)
 (65) 公開番号 特開2010-105941 (P2010-105941A)
 (43) 公開日 平成22年5月13日 (2010.5.13)
 審査請求日 平成22年12月24日 (2010.12.24)

(73) 特許権者 000002060
 信越化学工業株式会社
 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
 (74) 代理人 100079304
 弁理士 小島 隆司
 (74) 代理人 100114513
 弁理士 重松 沙織
 (74) 代理人 100120721
 弁理士 小林 克成
 (74) 代理人 100124590
 弁理士 石川 武史
 (72) 発明者 殿村 洋一
 新潟県上越市頸城区西福島28番地1 信
 越化学工業株式会社 合成技術研究所内

最終頁に続く

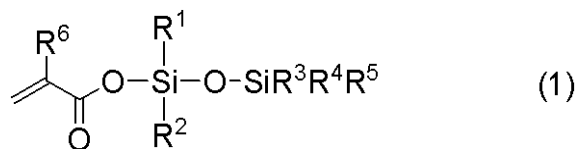
(54) 【発明の名称】 高い置換基を有するシロキシ基含有シリル (メタ) アクリレート化合物及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (1)

【化 1】



【式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数3～10の1価の分岐状炭化水素基又は炭素数3～10の1価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数1～20の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式(2)】



(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数1～20の置換又は非置換炭化水素基である。)

で示されるシロキシ基であり、 R^6 は水素原子又はメチル基である。]

で示される高い置換基を有するシロキシ基含有シリル (メタ) アクリレート化合物。

【請求項 2】

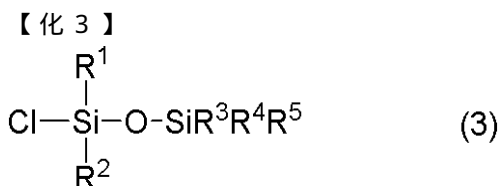
上記一般式(1)の R^1 、 R^2 がイソプロピル基又はsec-ブチル基である請求項1記載のシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物。

【請求項3】

上記一般式(1)の R^3 、 R^4 、 R^5 がメチル基又はトリストリメチルシロキシ基である請求項1又は2記載のシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物。

【請求項4】

下記一般式(3)



10

[式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数3～10の1価の分岐状炭化水素基又は炭素数3～10の1価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数1～20の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式(2)

【化4】



(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数1～20の置換又は非置換炭化水素基である。)

20

で示されるシロキシ基である。]

で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロロシラン化合物と、アクリル酸又はメタクリル酸とを、塩基性化合物の存在下に反応させることを特徴とする請求項1記載のシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物の製造方法。

【請求項5】

相間移動触媒を用いることを特徴とする請求項4記載のシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物の製造方法。

【請求項6】

アクリル酸又はメタクリル酸1モルに対し、一般式(3)のクロロシラン化合物を0.5～2.0モルの割合で反応させると共に、反応温度が-20～200である請求項4又は5記載のシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規な嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物及びその製造方法に関する。この新規化合物は、船底塗料などの加水分解性自己研磨型ポリマーの原料として有用である。

【背景技術】

【0002】

船底塗料などに含まれている加水分解性自己研磨型ポリマーとしては、これまで、トリブチルスズメタクリレートとメチルメタクリレート等との共重合体が用いられてきた。この共重合体は水中で加水分解され、ビストリブチルスズオキシドを放出し、加水分解されたポリマー部がカルボン酸になるため水溶性となり、水中に溶解し、常に活性な表面を保つことができる。

40

【0003】

しかしながら、加水分解の際に放出するビストリブチルスズオキシドは毒性が強いため、水中を汚染し、生態系への悪影響が懸念されている。

【0004】

そのため、スズを含有しないポリマーの開発が行われており、そのようなポリマーの例としては、特許第3053081号公報(特許文献1)、米国特許第4593055号明

50

細書（特許文献２）に記載のトリブチルスズメタクリレートの代わりにトリブチルシリルメタクリレート、トリイソプロピルシリルアクリレート等のトリアルキルシリル（メタ）アクリレートを用い、アルキルメタクリレートと共重合させたものが挙げられる。

【０００５】

しかしながら、上記トリアルキルシリル（メタ）アクリレートとアルキルメタクリレートとの共重合体では、加水分解によるポリマーの自己研磨により放出される化合物が、水中生物の付着抑制には効果のないトリアルキルシラノールであり、またポリマー自体にも水中生物付着抑制効果がないため、水中生物の付着抑制のためには殺生物剤を同時に用いる必要がある。

【０００６】

殺生物剤を用いない、もしくは減量可能な加水分解性自己研磨型ポリマーとしては、例えば特開昭６３－２５３０９０号公報（特許文献３）記載のトリス（トリメチルシロキシ）シリル（メタ）アクリレート等のシロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物を用い、アルキルメタクリレートと共重合させたものが挙げられる。これらのポリマーはシロキシ基を有するため表面自由エネルギーが低く、表面への水中生物の付着抑制を図ることができる。そのため殺生物剤を微量添加、もしくは無添加で水中生物の付着を防止することができる。更に加水分解によるポリマーの自己研磨により、常に活性なシロキシ基含有ポリマー表面を保つことができるので、持続的な水中生物の付着抑制が可能である。しかしながら、上記シロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物では加水分解速度が速く、ポリマーが急激に溶出してしまい防汚効果が持続しないという問題点がある。そのため、加水分解に対して更に安定なシロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物が求められてきた。

【０００７】

【特許文献１】特許第３０５３０８１号公報

【特許文献２】米国特許第４５９３０５５号明細書

【特許文献３】特開昭６３－２５３０９０号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００８】

本発明は上記事情に鑑みなされたもので、より加水分解に対して安定なシロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

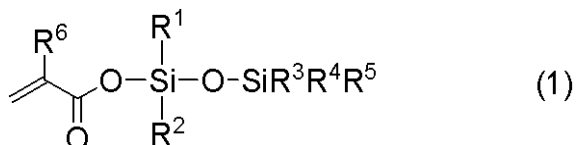
【０００９】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、（メタ）アクリロイル基が結合するケイ素原子上に嵩高い置換基を導入したシロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物が、上述のシロキシ基含有シリル（メタ）アクリレート化合物に比べ、加水分解に対して更に安定であることを知見し、本発明を完成するに至ったものである。

【００１０】

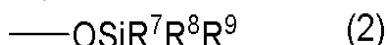
従って、本発明は、下記一般式（１）

【化１】



〔式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数３～１０の１価の分岐状炭化水素基又は炭素数３～１０の１価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数１～２０の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式（２）

【化２】

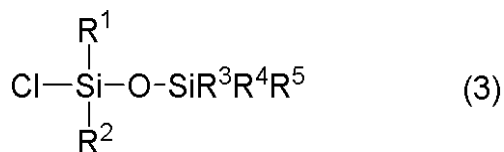


(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基である。)

で示されるシロキシ基であり、 R^6 は水素原子又はメチル基である。]

で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物、及び、下記一般式(3)

【化3】



10

[式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数 3 ~ 10 の1価の分岐状炭化水素基又は炭素数 3 ~ 10 の1価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式(2)

【化4】



(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基である。)

で示されるシロキシ基である。]

20

で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロロシラン化合物と、アクリル酸又はメタクリル酸とを、塩基性化合物の存在下に反応させることを特徴とする上記一般式(1)で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物の製造方法を提供するものである。

【発明の効果】

【0011】

本発明により提供される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物は加水分解速度が遅く、またアルキルメタクリレートと共重合させたポリマーは殺生物剤を微量添加、もしくは無添加で表面への水中生物の付着抑制を図ることができるため、船底塗料などの加水分解性自己研磨型ポリマーの原料として有用である。

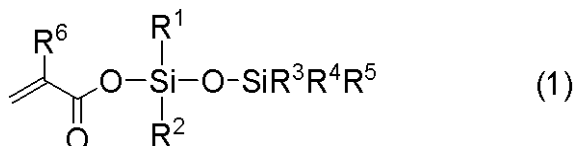
30

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明の嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物は、下記一般式(1)

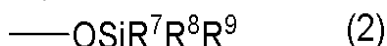
【化5】



40

[式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数 3 ~ 10 の1価の分岐状炭化水素基又は炭素数 3 ~ 10 の1価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式(2)

【化6】



(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基である。)

で示されるシロキシ基であり、 R^6 は水素原子又はメチル基である。]

で示される化合物である。

50

ここで、 R^1 、 R^2 の炭素数3～10の分岐状炭化水素基及び環状炭化水素基としては、分岐状のアルキル基又はシクロアルキル基が好ましく、具体的にはイソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、1-メチルブチル基、1-エチルプロピル基、2-エチルヘキシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等が例示され、特にイソプロピル基、sec-ブチル基が好ましい。

R³、R⁴、R⁵、R⁷、R⁸、R⁹の炭素数1～20の置換又は非置換炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基等のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基；フェニル基等のアリール基；ベンジル基等のアラルキル基；ビニル基、アリル基等のアルケニル基等が例示される。なお、R³、R⁴、R⁵はメチル基又はトリストリメチルシロキシ基であることが好ましい。

上記一般式(1)で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル(メタ)アクリレート化合物の具体例としては、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-トリメチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-ペンタメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3-トリメチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-トリメチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-ペンタメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3-トリメチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-トリメチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-ペンタメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-3-トリメチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-トリエチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ジメチル-5,5,5-トリエチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3-トリエチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリエチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-トリエチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ジメチル-5,5,5-トリエチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3-トリエチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリエチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-トリエチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-3,3-ジメチル-5,5,5-トリエチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-3-トリエチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソブチル-3,3-ビストリエチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3-t-ブチルジメチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-5-t-ブチルトリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3-(t-ブチルジメチルシロキシ)-テトラメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビス(t-ブチルジメチルシロキシ)-トリメチルトリシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3-t-ブチルジメチルジシロキサン、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-

sec - ブチル) - 5 - t - ブチルトリメチルトリシロキサン、1 - アクリロイルオキシ
 - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - (t - ブチルジメチルシロキシ) - テトラメチル
 トリシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビ
 ス (t - ブチルジメチルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - アクリロイルオキ
 シ - 1, 1, 3, 3, 3 - ペンタイソプロピルジシロキサン、1 - アクリロイルオキシ -
 1, 1, 5, 5, 5 - ペンタイソプロピル - ジメチルトリシロキサン、1 - アクリロイル
 オキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルト
 リシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビス (トリ
 イソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1
 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3, 3 - トリイソプロピルジシロキサン、1 - アクリロイ
 ルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 5, 5, 5 - トリイソプロピルジメチルトリ
 シロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - (トリイソ
 プロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 -
 ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシ
 ロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3, 3 - トリイソプロ
 ピルジシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - 5, 5, 5 - トリ
 イソプロピルジメチルトリシロキサン、1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル
 - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - アクリロイ
 ルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチ
 ルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - トリメチルジ
 シロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - ペンタメチルトリシ
 ロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキ
 シ - テトラメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル
 - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオ
 キシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - トリメチルジシロキサン、1 - メタクリロイルオ
 キシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - ペンタメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイ
 ルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリ
 シロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビス
 トリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 -
 ジイソブチル - トリメチルジシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソ
 ブチル - ペンタメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル
 - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ -
 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、
 1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - トリエチルジシロキサン、1 - メ
 タクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエ
 チルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - トリエ
 チルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイ
 ソプロピル - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - メタク
 リロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - トリエチルジシロキサン、1 - メタク
 リロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエ
 チルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3
 - トリエチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1,
 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサ
 ン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - トリエチルジシロキサン、1 -
 メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエ
 チルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソブチル - 3 - トリエチ
 ルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソ
 ブチル - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - メタクリロ
 イルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - t - ブチルジメチルジシロキサン、1 - メタ
 クリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 5 - t - ブチルトリメチルトリシロキサン

10

20

30

40

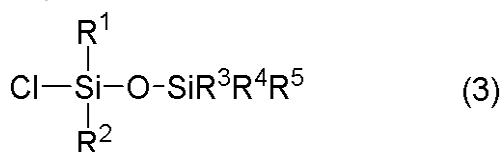
50

、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - (t - ブチルジメチルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 , 3 - ビス (t - ブチルジメチルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 - t - ブチルジメチルジシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 5 - t - ブチルトリメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 - (t - ブチルジメチルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビス (t - ブチルジメチルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 , 3 , 3 , 3 - ペン
 10
 タイソプロピルジシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 , 5 , 5 , 5 - ペン
 20
 タイソプロピル - ジメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 , 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 , 3 - トリイソプロピルジシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 5 , 5 , 5 - トリイソプロピルジメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、 1 -
 20
 メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソブチル - 3 , 3 , 3 - トリイソプロピルジシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソブチル - 5 , 5 , 5 - トリイソプロピルジメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソブチル - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソブチル - 3 , 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン等が例示される。

【 0 0 1 6 】

また、本発明における上記一般式 (1) で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有シリル (メタ) アクリレート化合物の製造方法は、例えば、下記一般式 (3)

【 化 7 】



[式中、 R^1 、 R^2 は、同一又は異なる α 位又は β 位に炭化水素基を有する炭素数 3 ~ 10 の 1 価の分岐状炭化水素基又は炭素数 3 ~ 10 の 1 価の環状炭化水素基、 R^3 、 R^4 、 R^5 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基、又は下記一般式 (2)

【 化 8 】



(式中、 R^7 、 R^8 、 R^9 は同一又は異なる炭素数 1 ~ 20 の置換又は非置換炭化水素基である。)

で示されるシロキシ基である。]

で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロロシラン化合物と、アクリル酸又はメタクリル酸とを、塩基性化合物の存在下に反応させて製造する方法が挙げられる。

【 0 0 1 7 】

上記一般式 (3) における R^1 、 R^2 及び $\text{R}^3 \sim \text{R}^9$ は上述したものが挙げられる。

【 0 0 1 8 】

また、上記一般式 (3) で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロロシラン化合物の具体例としては、 1 - クロロ - 1 , 1 - ジイソプロピル - トリメチルジシロキサン、 1 - クロロ - 1 , 1 - ジイソプロピル - ペンタメチルトリシロキサン、 1 - クロロ -

10

20

30

40

50

1, 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - トリメチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - ペンタメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - トリメチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - ペンタメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - トリエチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - トリエチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - トリエチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - トリエチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - トリエチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ジメチル - 5, 5, 5 - トリエチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3 - トリエチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ビストリエチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - t - ブチルジメチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 5 - t - ブチルトリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - (t - ブチルジメチルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビス (t - ブチルジメチルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - t - ブチルジメチルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 5 - t - ブチルトリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - (t - ブチルジメチルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビス (t - ブチルジメチルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1, 3, 3, 3 - ペンタイソプロピルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1, 5, 5, 5 - ペンタイソプロピル - ジメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3, 3 - トリイソプロピルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 5, 5, 5 - トリイソプロピルジメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジ (sec - ブチル) - 3, 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3, 3 - トリイソプロピルジシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 5, 5, 5 - トリイソプロピルジメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3 - (トリイソプロピルシロキシ) - テトラメチルトリシロキサン、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソブチル - 3, 3 - ビス (トリイソプロピルシロキシ) - トリメチルトリシロキサン等が例示される。

【0019】

アクリル酸又はメタクリル酸と上記一般式 (3) で示される嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロロシラン化合物の配合比は特に限定されないが、反応性、生産性の点から、アクリル酸又はメタクリル酸 1 モルに対し、嵩高い置換基を有するシロキシ基含有クロ

10

20

30

40

50

ロシラン化合物 0.5 ~ 2.0 モル、特に 0.8 ~ 1.2 モルの範囲が好ましい。

【0020】

上記反応では、反応中に生じる塩酸を、塩基性化合物を用いて脱塩酸するものである。塩基性化合物としては、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリプロピルアミン、トリブチルアミン、エチルジイソプロピルアミン、ピリジン、ジメチルアミノピリジン、ジメチルアニリン、メチルイミダゾール、テトラメチルエチレンジアミン、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデセン-7、アンモニア、イミダゾール、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、ナトリウムメトキシド、ナトリウムエトキシド等が例示される。

【0021】

塩基性化合物の添加量は特に限定されないが、反応性及び生産性の点から、アクリル酸又はメタクリル酸 1 モルに対し、0.5 ~ 2.0 モル、特に 0.8 ~ 1.5 モルの範囲が好ましい。塩基性化合物が 0.5 モル未満だと十分に脱塩酸が行われず反応が未達になる可能性があり、2.0 モルを超えると、塩基性化合物の量に見合うだけの反応促進効果がみられない可能性がある。

【0022】

また、上記反応において、反応促進の目的で相間移動触媒を用いることもできる。相間移動触媒としては、4 級アンモニウム塩、4 級ホスホニウム塩、クラウンエーテル等が例示されるが、工業的入手の容易さ、安価であることから 4 級アンモニウム塩が好ましい。

【0023】

4 級アンモニウム塩として、具体的には、テトラメチルアンモニウムクロライド、テトラメチルアンモニウムブロマイド、テトラエチルアンモニウムクロライド、テトラエチルアンモニウムブロマイド、テトラプロピルアンモニウムクロライド、テトラプロピルアンモニウムブロマイド、テトラブチルアンモニウムクロライド、テトラブチルアンモニウムブロマイド、トリオクチルメチルアンモニウムクロライド、トリオクチルメチルアンモニウムブロマイド、ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド、ベンジルトリメチルアンモニウムブロマイド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムブロマイド等が例示される。

【0024】

相間移動触媒の使用量は、特に限定されないが、反応性、生産性の点から、アクリル酸又はメタクリル酸 1 モルに対し、0.0001 ~ 0.1 モル、特に 0.001 ~ 0.05 モルの範囲が好ましい。

【0025】

また、反応温度は特に限定されないが、常圧又は加圧下で -20 ~ 200、特に 0 ~ 150 が好ましい。

【0026】

なお、反応は無溶媒でも進行するが、溶媒を用いることもできる。用いられる溶媒としては、例えばペンタン、ヘキサン、シクロヘキサン、イソオクタン、ベンゼン、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶媒、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル系溶媒、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル系溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒、アセトニトリル、ジメチルスルホキシド、N, N - ジメチルホルムアミド、N - メチルピロリドン、ヘキサメチルホスホリクトリアミド等の非プロトン性極性溶媒、ジクロロメタン、クロロホルム等の塩素化炭化水素溶媒等が例示される。これらの溶媒は単独で用いてもよく、2 種類以上を混合して用いてもよい。

【0027】

また、上記の反応において、重合を防止するために、ヒドロキノン、p - メトキシフェノール、2,6-ジ-tert-ブチルフェノール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール等の重合禁止剤を添加してもよい。

【0028】

反応終了後にはアミン化合物の塩酸塩が生じるが、これは反応液を濾過、又は水、エチ

10

20

30

40

50

レンジアミン、1, 8 - ジアザビスクロ[5.4.0]ウンデセン - 7等を添加し、分離する等の方法により除去できる。以上のようにして塩を除去した反応液からは、蒸留等の通常の方法で目的物を回収することができる。

【実施例】

【0029】

以下、実施例及び実験例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【0030】

[実施例1] 1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン (46.1 g、0.1 mol)、トリエチルアミン (11.1 g、0.11 mol)、トルエン (30 ml)、2, 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール 0.05 gを仕込み、室温にてアクリル酸 (7.6 g、0.105 mol) を1時間かけて滴下し、その後2時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点 132 / 0.4 kPaの留分を38.6 g得た。

【0031】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H - NMRスペクトル、IRスペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 481, 453, 267, 73, 55

^1H - NMRスペクトル (重クロロホルム溶媒)

図1にチャートで示す。

IRスペクトル

図2にチャートで示す。

以上の結果より、得られた化合物は1 - アクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンであることが確認された。

【0032】

[実施例2] 1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1 - クロロ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン (46.1 g、0.1 mol)、トリエチルアミン (11.1 g、0.11 mol)、トルエン (30 ml)、2, 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール 0.05 gを仕込み、室温にてメタクリル酸 (9.0 g、0.105 mol) を1時間かけて滴下し、その後2時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点 105 - 108 / 30 kPaの留分を43.7 g得た。

【0033】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H - NMRスペクトル、IRスペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 495, 467, 267, 73, 69, 41

^1H - NMRスペクトル (重クロロホルム溶媒)

図3にチャートで示す。

IRスペクトル

図4にチャートで示す。

以上の結果より、得られた化合物は1 - メタクリロイルオキシ - 1, 1 - ジイソプロピル - 3, 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンであることが確認され

10

20

30

40

50

た。

【 0 0 3 4 】

[実施例 3] 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1 - クロロ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン (4 8 . 9 g 、 0 . 1 m o l)、トリエチルアミン (1 1 . 1 g 、 0 . 1 1 m o l)、トルエン (3 0 m l)、2 , 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール 0 . 0 5 g を仕込み、室温にてアクリル酸 (7 . 6 g 、 0 . 1 0 5 m o l) を 1 時間かけて滴下し、その後 2 時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点 1 4 7 - 1 4 8 / 0 . 3 k P a の留分を 4 3 . 5 g 得た。

10

【 0 0 3 5 】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H - NMR スペクトル、IR スペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 5 0 9 , 4 6 7 , 2 6 7 , 7 3 , 5 5

^1H - NMR スペクトル (重クロロホルム溶媒)

図 5 にチャートで示す。

IR スペクトル

図 6 にチャートで示す。

20

以上の結果より、得られた化合物は 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンであることが確認された。

【 0 0 3 6 】

[実施例 4] 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1 - クロロ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサン (4 8 . 9 g 、 0 . 1 m o l)、トリエチルアミン (1 1 . 1 g 、 0 . 1 1 m o l)、トルエン (3 0 m l)、2 , 6 - ジ - t e r t - ブチル - 4 - メチルフェノール 0 . 0 5 g を仕込み、室温にてメタクリル酸 (9 . 0 g 、 0 . 1 0 5 m o l) を 1 時間かけて滴下し、その後 2 時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点 1 5 0 / 0 . 3 k P a の留分を 3 9 . 5 g 得た。

30

【 0 0 3 7 】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H - NMR スペクトル、IR スペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 5 2 3 , 4 8 1 , 2 6 7 , 7 3 , 6 9 , 4 1

^1H - NMR スペクトル (重クロロホルム溶媒)

図 7 にチャートで示す。

IR スペクトル

図 8 にチャートで示す。

40

以上の結果より、得られた化合物は 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンであることが確認された。

【 0 0 3 8 】

[実施例 5] 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1 - クロロ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサン (3 8 . 7 g

50

、0.1 mol)、トリエチルアミン(11.1 g、0.11 mol)、トルエン(30 ml)、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール0.04 gを仕込み、室温にてアクリル酸(7.6 g、0.105 mol)を1時間かけて滴下し、その後2時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点120 / 0.3 kPaの留分を36.1 g得た。

【0039】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H -NMRスペクトル、IRスペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 407, 379, 281, 73, 55

10

^1H -NMRスペクトル(重クロロホルム溶媒)

図9にチャートで示す。

IRスペクトル

図10にチャートで示す。

以上の結果より、得られた化合物は1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3-トリメチルシロキシ-テトラメチルトリシロキサンであることが確認された。

【0040】

[実施例6] 1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-ペンタメチルトリシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1-クロロ-1,1-ジイソプロピル-ペンタメチルトリシロキサン(31.3 g、0.1 mol)、トリエチルアミン(11.1 g、0.11 mol)、トルエン(30 ml)、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール0.04 gを仕込み、室温にてアクリル酸(7.6 g、0.105 mol)を1時間かけて滴下し、その後2時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点103 / 0.4 kPaの留分を27.4 g得た。

20

【0041】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H -NMRスペクトル、IRスペクトルを測定した。

質量スペクトル

m/z 333, 305, 207, 73, 55

30

^1H -NMRスペクトル(重クロロホルム溶媒)

図11にチャートで示す。

IRスペクトル

図12にチャートで示す。

以上の結果より、得られた化合物は1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-ペンタメチルトリシロキサンであることが確認された。

【0042】

[実施例7] 1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-トリメチルジシロキサンの合成

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート及び温度計を備えたフラスコに、1-クロロ-1,1-ジイソプロピル-トリメチルジシロキサン(47.8 g、0.2 mol)、トリエチルアミン(22.3 g、0.22 mol)、トルエン(60 ml)、2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール0.06 gを仕込み、室温にてアクリル酸(15.1 g、0.21 mol)を1時間かけて滴下し、その後2時間攪拌した。生じた塩酸塩を濾過により除去した後、蒸留した。沸点82 / 0.4 kPaの留分を46.3 g得た。

40

【0043】

得られた留分の質量スペクトル、 ^1H -NMRスペクトル、IRスペクトルを測定した。

質量スペクトル

50

m/z 259, 231, 133, 73, 55

^1H -NMRスペクトル(重クロロホルム溶媒)

図13にチャートで示す。

IRスペクトル

図14にチャートで示す。

以上の結果より、得られた化合物は1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-トリメチルジシロキサンであることが確認された。

【0044】

以下、実験例を示す。なお、下記例で%は質量%である。

〔実験例1〕1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンとトリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートとの加水分解性比較

攪拌機、還流冷却器及び温度計を備えたフラスコに、水0.5g、テトラヒドロフラン7.5g、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン2.5g(0.005mol)、トリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレート1.8g(0.005mol)、内部標準としてキシレン1gを仕込み、室温で攪拌し、3時間後のシロキシ基含有シリルアクリレートの加水分解反応の進行度合いをガスクロマトグラフィー分析により定量した。その結果、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンが加水分解反応によりアクリル酸と1-ヒドロキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンに変化した割合は2%にすぎなかったが、トリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートが加水分解反応によりアクリル酸とトリス(トリメチルシロキシ)シラノールに変化した割合は10%であり、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンはトリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートに比べ加水分解に対して安定であることが明らかとなった。

【0045】

〔実験例2〕1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンとトリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートとの加水分解性比較

攪拌機、還流冷却器及び温度計を備えたフラスコに、水0.5g、テトラヒドロフラン7.5g、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサン2.6g(0.005mol)、トリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレート1.8g(0.005mol)、内部標準としてキシレン1gを仕込み、室温で攪拌し、3時間後のシロキシ基含有シリルアクリレートの加水分解反応の進行度合いをガスクロマトグラフィー分析により定量した。その結果、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンが加水分解反応によりアクリル酸と1-ヒドロキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンに変化した割合は1%にすぎなかったが、トリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートが加水分解反応によりアクリル酸とトリス(トリメチルシロキシ)シラノールに変化した割合は10%であり、1-アクリロイルオキシ-1,1-ジ(sec-ブチル)-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンはトリス(トリメチルシロキシ)シリルアクリレートに比べ加水分解に対して安定であることが明らかとなった。

【図面の簡単な説明】

【0046】

【図1】実施例1で得られた1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3-ビストリメチルシロキシ-トリメチルトリシロキサンの ^1H -NMRスペクトルである。

【図2】実施例1で得られた1-アクリロイルオキシ-1,1-ジイソプロピル-3,3

- ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

【図 3】実施例 2 で得られた 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 4】実施例 2 で得られた 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

【図 5】実施例 3 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 6】実施例 3 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

【図 7】実施例 4 で得られた 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 8】実施例 4 で得られた 1 - メタクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジ (s e c - ブチル) - 3 , 3 - ビストリメチルシロキシ - トリメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

【図 9】実施例 5 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 10】実施例 5 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - 3 - トリメチルシロキシ - テトラメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

【図 11】実施例 6 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - ペンタメチルトリシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 12】実施例 6 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - ペンタメチルトリシロキサンの I R スペクトルである。

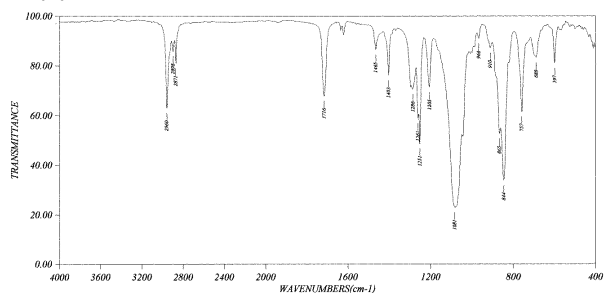
【図 13】実施例 7 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - トリメチルジシロキサンの ^1H - N M R スペクトルである。

【図 14】実施例 7 で得られた 1 - アクリロイルオキシ - 1 , 1 - ジイソプロピル - トリメチルジシロキサンの I R スペクトルである。

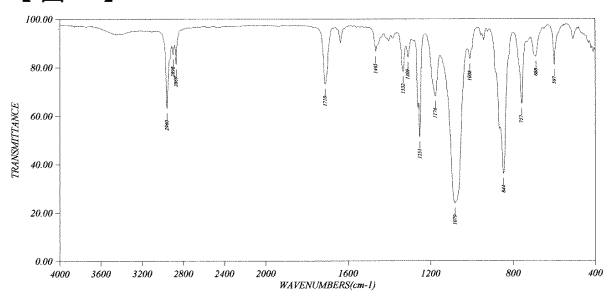
10

20

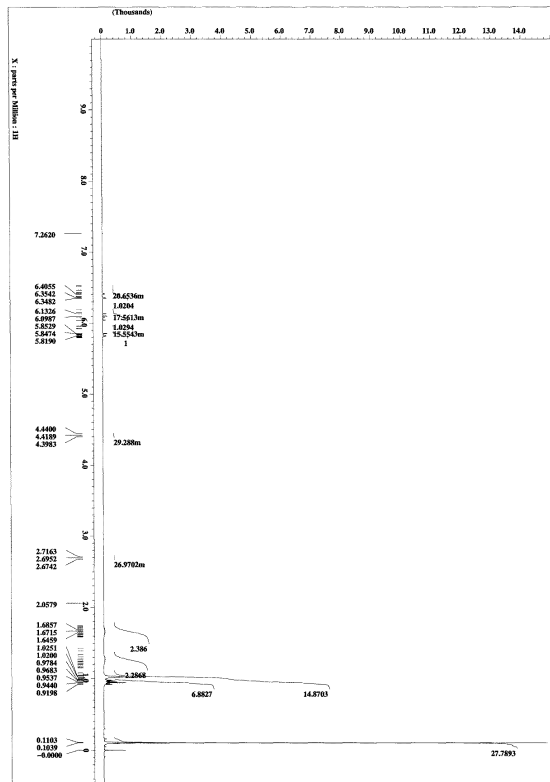
【圖 2】



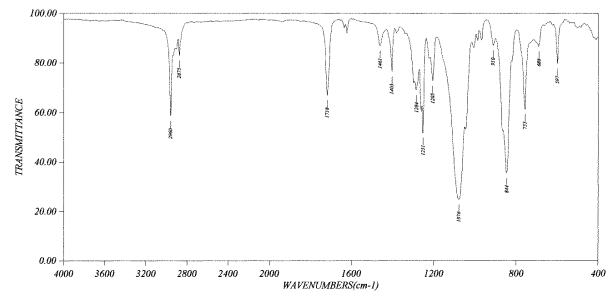
【圖 4】



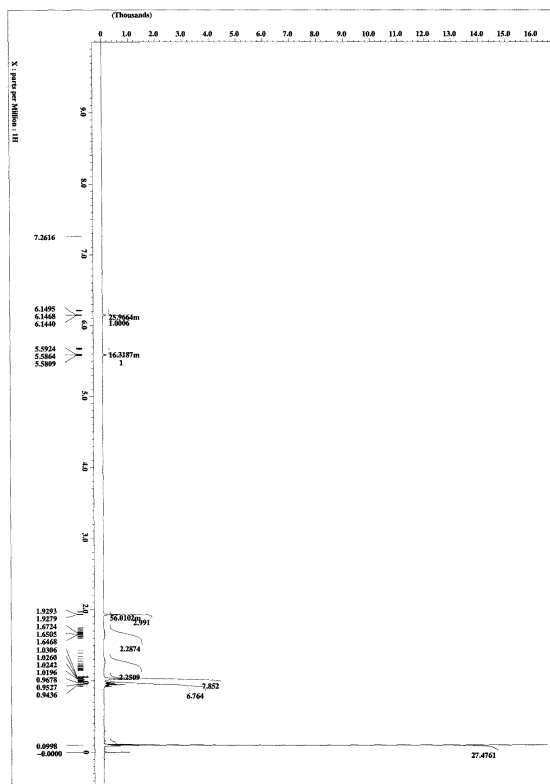
【図 5】



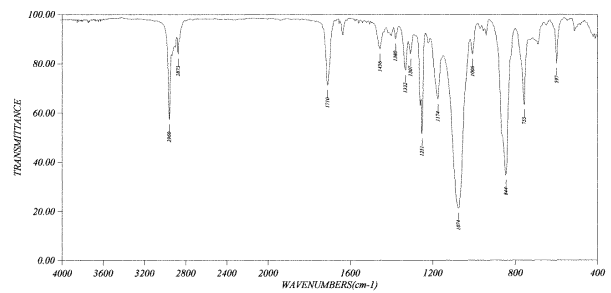
【図 6】



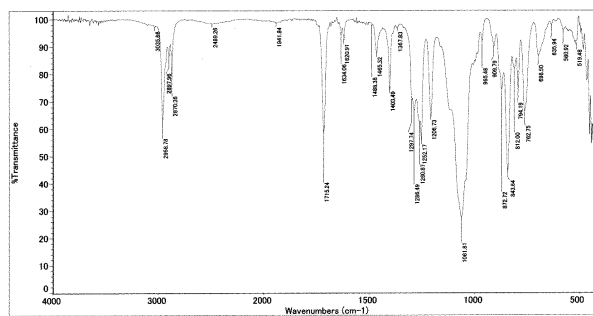
【図 7】



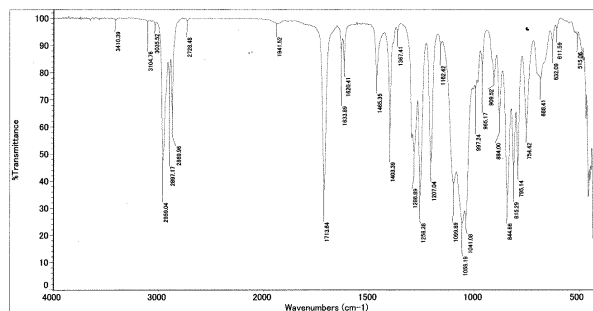
【図 8】



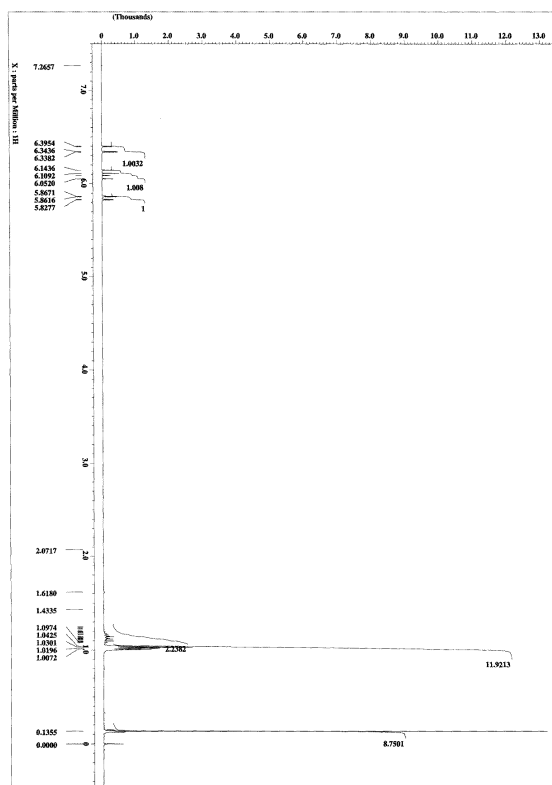
【 図 1 0 】



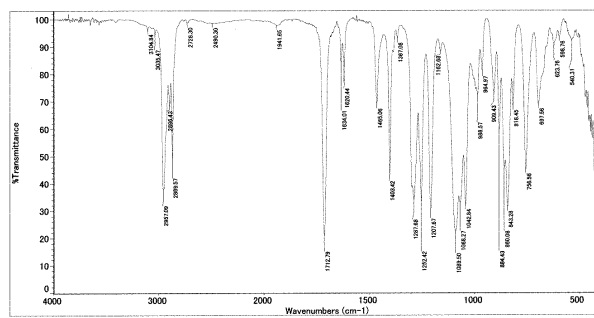
【 図 1 2 】



【図 13】



【図 14】



フロントページの続き

(72)発明者 久保田 透

新潟県上越市頸城区西福島28番地1 信越化学工業株式会社 合成技術研究所内

審査官 小久保 敦規

(56)参考文献 特表2005-503439(JP,A)

特表2005-537335(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07F 7/18

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)

JCHEM(JDreamIII)

CPlus(STN)

REGISTRY(STN)