(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3592813号
(P3592813)
(45)発行日　平成16年11月24日(2004.11.24)　(24)登録日　平成16年9月3日(2004.9.3)

(51)Int.Cl.[7]　F I
C08G 77/12　C08G 77/12

請求項の数 2　(全 8 頁)

(21)出願番号　特願平7-295192
(22)出願日　平成7年11月14日(1995.11.14)
(65)公開番号　特開平8-208839
(43)公開日　平成8年8月13日(1996.8.13)
審査請求日　平成14年2月6日(2002.2.6)
(31)優先権主張番号　338940
(32)優先日　平成6年11月14日(1994.11.14)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者　590001418
ダウ・コーニング・コーポレーション
DOW CORNING CORPORATION
アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド（番地なし）
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100086276
弁理士　吉田　維夫
(74)代理人　100088269
弁理士　戸田　利雄
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也

最終頁に続く

(54)【発明の名称】アルキルヒドリドシロキサンの製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

（ｉ）アルキルトリクロロシランをジメチルクロロシランとともに加水分解して式ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$の化合物（この式のＭｅはメチル基であり、Ｒは$Ｃ_2$～$Ｃ_{18}$の直鎖又は枝分かれした鎖のアルキル置換基である）を生成し、（ｉｉ）この化合物ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$を酸触媒の存在下でジメチルシクロシロキサンと反応させ、そして（ｉｉｉ）この反応を反応が一定の定常状態に達するのに十分な時間続けさせることを含む、式ＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$）$_x$ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ〕$_3$（この式のＭｅはメチル基であり、Ｒは$Ｃ_2$～$Ｃ_{18}$の直鎖又は枝分かれした鎖のアルキル置換基であり、ｘの値は３～１００である）を有する化合物の製造方法。

【請求項２】

（ｉ）アルキルトリクロロシランをジメチルクロロシランとともに加水分解して式（ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ）$_2$ＳｉＲＯＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_2$の化合物（この式のＭｅはメチル基であり、Ｒは$Ｃ_2$～$Ｃ_{18}$の直鎖又は枝分かれした鎖のアルキル置換基である）を生成し、（ｉｉ）この化合物（ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ）$_2$ＳｉＲＯＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_2$を酸触媒の存在下でジメチルシクロシロキサンと反応させ、そして（ｉｉｉ）この反応を反応が一定の定常状態に達するのに十分な時間続けさせることを含む、式〔ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ（Ｍｅ$_2$ＳｉＯ）$_x$〕$_2$ＳｉＲＯＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$）$_x$ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ〕$_2$（この式のＭｅはメチル基であり、Ｒは$Ｃ_2$～$Ｃ_{18}$の直鎖又は枝分かれした鎖のアルキル置換基であり、ｘは３～１００の値を有する）を有する化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、式ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$のコモノマー、式（ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ）$_2$－Ｓｉ（Ｒ）－Ｏ－Ｓｉ（Ｒ）－（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_2$のオリゴマー、及び式ＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$）$_x$ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ〕$_3$又は〔ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ（Ｍｅ$_2$ＳｉＯ）$_x$〕$_2$ＳｉＲＯＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$）$_x$ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ〕$_2$のもっと高分子量のシロキサンを含む、一群の新しいアルキルヒドリドシロキサン流体に関する。これらの式中のＭｅはメチル基であり、ＲはＣ$_2$～Ｃ$_{18}$の直鎖又は枝分かれ鎖のアルキル置換基であり、そしてｘの値は３～１００である。
【０００２】
【従来の技術】
メチルトリス（ジメチルシロキシ）シランＣＨ$_3$Ｓｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$やフェニルトリス（ジメチルシロキシ）シランＣ$_6$Ｈ$_5$Ｓｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$のような化合物が、当該技術分野で知られている。これらは、上記の式ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$におけるＲがそれぞれメチル基かあるいはフェニル基である化合物である。ところが、この明細書の特許請求の範囲に記載されたような、ＲがＣ$_2$～Ｃ$_{18}$の直鎖又は枝分かれ鎖のアルキル置換基である化合物は、これまで知られていない。
【０００３】
【発明が解決しようとする課題】
本発明の目的は、コモノマー、オリゴマー及びより高分子量の種を含む、新しい一群のアルキルヒドリドシロキサン流体を提供することである。
【０００４】
本発明のもう一つの目的は、そのような化合物を対応するアルキルトリクロロシランとジメチルクロロシランとの加水分解により良好な収率で調製することである。
【０００５】
これらの新しアルキルヒドリドシロキサンとジアルキルシクロシロキサンとを平衡させて高分子量のヒドリド官能性シロキサンを生成することが、更に別の目的である。
【０００６】
【課題を解決するための手段】
本発明のシロキサンは、式ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_3$及び式（ＨＭｅ$_2$ＳｉＯ）$_2$－Ｓｉ（Ｒ）－Ｏ－Ｓｉ（Ｒ）－（ＯＳｉＭｅ$_2$Ｈ）$_2$を有し、そして対応するクロロシラン類の加水分解により高収率で調製される。加水分解とは、これらのクロロシランを単純に過剰の水と接触させることを意味する。その後の反応は、特に塩化水素が水に溶解することにより発生する熱のために、発熱性であり、そのため反応混合物を冷却しなくてはならないか、あるいは単純に、当該ハロシランを氷水と接触させる。
【０００７】
反応は１５℃よりわずかに低い温度から７０℃までの温度で行われる。好ましくは、反応は３０℃未満に維持された温度で行われるが、最も好ましくは１５℃よりわずかに低く維持された温度で行われる。３０～７０℃の温度を使用することができるけれども、生成物の量はより少なくなろう。典型的には、二種類のシランを、アルキルトリクロロシラン１モル当たり少なくとも２モルのジメチルクロロシランという化学量論的な割合でもって加える。このほかの割合、例えばジメチルクロロシランを過剰にしたようなものを使用することができるが、とは言え過剰量を使用することからは通常利益は得られない。シランを水に加える速度は、反応中に生じる熱を制御し、且つまた温度を所望の範囲内に保持する能力を超えないようなものであるべきである。
【０００８】
クロロシランモノマー類の完全な加水分解のために化学量論的に必要なモル量に対して少なくとも過剰量の、また生じるＨＣｌを受け入れるための、水を使用すべきである。水についての上限は重要でないとは言うものの、水の好ましい量はＭｅ$_2$ＨＳｉＣｌを基に

して約９倍過剰である。

【０００９】

反応が完了したら、所望のシロキサンを任意の適当な方法により容易に回収することができる。例えば、これは、反応混合物の水性ＨＣｌの下層を排出し、そしてシロキサン層を洗浄及び中和して行うことができる。このシロキサン層は、所望ならば、更に乾燥させそしてろ過してもよい。シロキサンの回収率は、溶剤ストリッピング工程と減圧での分別蒸留工程とにより高められる。

【００１０】

この反応を下記の「機構（ｓｃｈｅｍｅ）１」に示す。「機構１」に示した本発明と対照的に、ＭｅＳｉ（ＯＭｅ）$_3$　及びＭｅ$_2$　ＨＳｉＣｌからのＭｅＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　の調製は、「比較例５」に示したように４５％の生成物を生じるに過ぎない。「機構１」に示した本発明と更に対照的に、ＭｅＳｉＣｌ$_3$　及びＭｅ$_2$　ＨＳｉＣｌからのＭｅＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　の調製は、「比較例６」に示したように５３％の生成物を生じるに過ぎない。

【００１１】

【化１】

〔機構１〕

$$RSiCl_3 + 3\ Me_2HSiCl \xrightarrow{H_2O} RSi(OSiMe_2H)_3 + HCl$$

【００１２】

「機構１」によれば、アルキル基はクロロシランの反応性を落とし、そのため自己縮合はＭｅＳｉＣｌ$_3$　又はＭｅＳｉ（ＯＲ）$_3$　におけるようにＲがメチル基（Ｍｅ）である場合よりもはるかに遅くなる。結果として、ＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　の収率は有意に且つ思いも寄らぬことに上昇する。本発明がアルキルトリクロロシランを取り入れることは、ＭｅＳｉ（ＯＭｅ）$_3$　とＭｅ$_2$　ＨＳｉＣｌを使用する場合に生じる二つの廃棄流をなくすことを可能にする。その上、本発明の加水分解反応で生じるＨＣｌは容易に再生利用される。

【００１３】

加水分解で得られるＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　の量は、反応を行う温度に依存する。例えば、Ｒがｎ－プロピル基（Ｐｒ）である場合、温度を１５℃よりわずかに低く維持すると生成物のうちの８３％がＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　であることが分かった。３０℃の温度では生成物の７９％がＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　であり、一方、４０℃の温度では生成物の４７％がＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　である。もっと高い温度では、（ＨＭｅ$_2$　ＳｉＯ）$_2$　－Ｓｉ（Ｒ）－Ｏ－Ｓｉ（Ｒ）－（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_2$　及び高分子量シロキサン種のＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$　）$_x$　ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ〕$_3$　又は〔ＨＭｅ$_2$　ＳｉＯ（Ｍｅ$_2$　ＳｉＯ）$_x$　〕$_2$　ＳｉＲＯＲＳｉ〔（ＯＳｉＭｅ$_2$　）$_x$　ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ〕$_2$　がより多量に生成される。

【００１４】

上記の「機構１」の加水分解からの生成物のＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$　と（ＨＭｅ$_2$　ＳｉＯ）$_2$　ＳｉＲＯＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_2$　は、本発明のより高分子量のシロキサン種の調製において利用される。これらの物質は、ジメチルシクロシロキサンのような環式シロキサンの酸に触媒される開環、これに続くＲＳｉ（ＯＳｉＭｅ$_2$　Ｈ）$_3$

又は（$HMe_2SiO)_2$ $SiRORSi(OSiMe_2H)_2$ への挿入により調製される。このようなプロセスを反応「機構２」に示す。

【００１５】

【化２】

〔機構２〕

$$RSi(OSiMe_2H)_3 + x\ (Me_2SiO)_a \xrightarrow{H^+} RSi[(OSiMe_2)_{ax/3}OSiMe_2H]_3$$

【００１６】

「機構２」において使用するのに適当な酸触媒は、塩酸、硫酸、リン酸、シュウ酸、酢酸、トリクロロ酢酸及びトリフルオロメタンスルホン酸である。触媒は反応媒体中に、通常は全シロキサンの０．０１～３０重量％のレベルで存在する。典型的には、酸触媒はこの範囲のうちの下限の範囲内で使用される。

【００１７】

「機構２」による方法は、好ましくは、環式シロキサン（$Me_2SiO)_a$、$RSi(OSiMe_2H)_3$ 又は（$HMe_2SiO)_2$ $SiRORSi(OSiMe_2H)_2$、及び酸触媒を含む混合物を作って実施される。次に、この混合物を、上記環式シロキサンの本質的に全てが反応するまで、重合反応温度で攪拌しながら加熱する。必要とする時間は、反応物と反応条件によって変わる。

【００１８】

「機構２」で有効な重合反応温度は、典型的に、水の凝固点より高く沸点より低い。とは言え、大気圧より高いあるいは低い圧力はこの範囲外での操作を可能にしよう。好ましい温度範囲は少なくとも５０℃で９５℃未満である。

【００１９】

「機構２」の重合反応は、当該技術分野で知られている方法を使って、環式シロキサンの任意のレベルの転化率で停止される。最大量の環式シロキサンが反応したなら、あるいは系についての環－鎖平衡が達成されたなら、反応を停止するのが好ましい。所望レベルの転化率を達成するのに、２４時間未満、典型的には５時間未満の反応時間で十分である。

【００２０】

反応を停止させる方法は、典型的に、化学量論量に等しい又はわずかに多目の塩基を加えて触媒を中和することを包含する。反応を中和するのに強塩基かあるいは弱塩基を使用することができる。適当な弱塩基は、例えば炭酸水素ナトリウムである。水酸化ナトリウム、カリウム又はアンモニウムといったような強塩基を使用する場合には、反応を再び触媒することがあり得るかも知れないので、反応を過度に中和しないように注意を払わなくてはならない。結果として生じる混合物のｐＨが約７となるような十分な量の塩基で中和するのが好ましい。

【００２１】

コモノマー、オリゴマー及びより高分子量のシロキサン種を含めた「機構１」及び「機構２」に示したタイプのシロキサン類は、各種の有機変性シロキサンの調製における中間体として有用である。例えば、これらのシロキサンは、パーソナルケア分野において特別な用途のあるオルガノシロキサンエーテルの調製において中間体として有用である。例として米国特許第５２７４１５６号明細書が参照され、これでは有機ケイ素ヒドリドをアルケ

ニルエーテルを末端に持つ有機オキシアルキレン化合物と反応させてシリコーンポリエーテルの混合物が製造される。

【００２２】

米国特許第５２３２６９３号明細書を参照することもでき、これでは分子中に≡ＳｉＨ官能性を有するシロキサンをアルケンと反応させて、ドライスキンの防止に有効な一定のアルキルメチルシロキサンが製造される。

【００２３】

「機構１」又は「機構２」において、本発明のＲ基はC_2～C_{18}の直鎖の（枝分かれのない）又は枝分かれした鎖のアルキル置換基である。適当なＲ置換基は、エチル基、ｎ－プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、２－メチルプロピル基、ペンチル基、２－メチルブチル基、２，２－ジメチルプロピル基、ヘキシル基、２－メチルペンチル基、３－メチルペンチル基、２，２－ジメチルブチル基、２，３－ジメチルブチル基、ヘプチル基、２－メチルヘキシル基、３－メチルヘキシル基、２，２－ジメチルペンチル基、２，３－ジメチルペンチル基、２，４－ジメチルペンチル基、３，３－ジメチルペンチル基、３－エチルペンチル基、２，２，３－トリメチルブチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基及びオクタデシル基である。

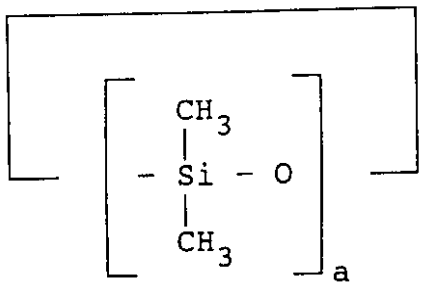
【００２４】

「機構２」で使用するのに一番適した環式シロキサンは、式〔（CH_3）$_2$ＳｉＯ〕$_a$の揮発性メチルシロキサン（ＶＭＳ）類であり、この式中のａは３～６の値を持つ。これらのＶＭＳは、一般に約２５０℃未満の沸点を有する。

構造的には、ＶＭＳは下記のように表すことができる。

【００２５】

【化３】



【００２６】

適当な環式ＶＭＳの例を挙げると、（ｉ）沸点が１３３℃であって式〔（Me_2）ＳｉＯ〕$_3$を有するヘキサメチルシクロトリシロキサン、（ｉｉ）沸点が１７１℃で式〔（Me_2）ＳｉＯ〕$_4$を有するオクタメチルシクロテトラシロキサン、（ｉｉｉ）沸点が２０５℃で式〔（Me_2）ＳｉＯ〕$_5$を有するデカメチルシクロペンタシロキサン、及び（ｉｖ）沸点が２４５℃で式〔（Me_2）ＳｉＯ〕$_6$を有するドデカメチルシクロヘキサシロキサンである。

【００２７】

【実施例】

〔例１〕

この例ではｎ－プロピルトリス（ジメチルシロキシ）シランＰｒＳｉ（ＯＳｉMe_2Ｈ）$_3$を調製した。

【００２８】

氷水（１６６．０ｇ、９．２２モル）の入った三つ口丸底フラスコに、$PrSiCl_3$（５９．９２ｇ、０．３３８モル）及びMe_2ＨＳｉＣｌ（９５．９０ｇ、１．０１４

モル）の混合物を一滴ずつ加えた。このフラスコには、温度計、機械式攪拌機、及び均圧添加漏斗を取り付けた。上記のクロロシランは、フラスコ内の温度を１５℃よりわずかに低い温度に維持する速度で添加漏斗を通して一滴ずつ加えた。この添加の間を通して溶液を勢いよく混合した。クロロシランの添加完了後３０分間溶液をかき混ぜた。水性層を抜き出し、続いてｐＨ試験紙に対して中性になるまで$NaHCO_3$で数回、そして水で数回洗浄した。シロキサンを一晩$MgSO_4$により乾燥させ、N_2加圧下でろ過して、透明無色の液体を得た。最終生成物は、８３％の$PrSi(OSiMe_2H)_3$、９％の$(HMe_2SiO)_2Si(Pr)-OSi(Pr)(OSiMe_2H)_2$、及び８％のこのほかのシロキサン不純物を含有していた。特性の決定は、^{29}Si核磁気共鳴（ＮＭＲ）、ガスクロマトグラフィー／質量分析（ＧＣ／ＭＳ）、及びガスクロマトグラフィー／フレームイオン化法（ＧＣ／ＦＩＤ）を包含していた。

【００２９】

〔例２〕

氷水の代わりに室温の水を使用しそして反応温度を３０℃まで上昇させたことを除いて、例１を繰り返した。最終生成物は、７９％の$PrSi(OSiMe_2H)_3$、１２％の$(HMe_2SiO)_2Si(Pr)OSi(Pr)(OSiMe_2H)_2$、及び９％のこのほかのシロキサン不純物を含有していた。

【００３０】

〔例３〕

氷水の代わりに室温の水を使用しそして温度を４０℃まで上昇させたことを除いて、例１を再び繰り返した。最終生成物は、４７％の$PrSi(OSiMe_2H)_3$、３０％の$(HMe_2SiO)_2Si(Pr)OSi(Pr)(OSiMe_2H)_2$、及び２３％のこのほかのシロキサン不純物を含有していた。

【００３１】

〔例４〕

この例では$PrSi[(OSiMe_2)_{4.0}OSiMe_2H]_3$を調製した。

【００３２】

例１で調製したｎ－プロピルトリス（ジメチルシロキシ）シラン（１８．９４ｇ、０．０６４モル）、シクロシロキサン（４９．８２ｇ、０．６７２モル）及び４１μｌのトリフルオロメタンスルホン酸の溶液を７０℃に加熱した。フラスコには水冷式凝縮カラム、電磁攪拌機及び温度計を取り付けた。加熱前に、フラスコを凝縮器の上部を通してN_2でフラッシュし、続いて正圧のN_2でフラッシュした。フラスコを７０℃で４時間加熱後、溶液を室温まで冷却し、続いて$NaHCO_3$（１．０ｇ）とケイソウ土（Ｃｅｌｉｔｅ（商標））（１．０ｇ）を加えた。この混合物を４時間かき混ぜ、次にN_2の加圧下でろ過して、透明無色の液体を得た。^{29}Si ＮＭＲで決定した最終の平均構造式は$(PrSi)_{1.0}[(OSiMe_2)_{4.0}OSiMe_2H]_3$であった。この構造式において、「１．０」の値は±０．２であり、「４．０」の値は±０．５であり、「3」の値は±０．２であった。生成物中には環式ジメチルシロキサン類も存在していた。

【００３３】

〔比較例５〕

この例ではメチルトリメトキシシラン$MeSi(OMe)_3$からメチルトリス（ジメチルシロキシ）シラン$MeSi(OSiMe_2H)_3$を調製した。

【００３４】

氷水（１６６．０ｇ、９．２２モル）の入った三つ口丸底フラスコに、メチルトリメトキシシラン$MeSi(OMe)_3$（１２８．４２ｇ、０．９４３モル）及びジメチルクロロシランMe_2HSiCl（２６７．６０ｇ、２．８２８モル）の混合物を一滴ずつ加えた。このフラスコに、温度計、機械式攪拌機、及び均圧添加漏斗を取り付けた。上記のシランの添加は２０℃未満の温度を維持するように調節し、そしてこの過程を通して勢いよく混合した。メトキシシランとクロロシランの添加完了後３０分間溶液をかき混ぜた。水性層を抜き出し、続いてｐＨ試験紙に対して中性になるまで$NaHCO_3$で数回、そ

して水で数回洗浄した。シロキサンを一晩$MgSO_4$により乾燥させ、N_2加圧下でろ過して、透明無色の液体を得た。最終生成物は、わずかに４５％の$MeSi(OSiMe_2H)_3$、３０％の$(HMe_2SiO)_2Si(Me)-OSi(Me)(OSiMe_2H)_2$を含有し、そして２５％のこのほかのシロキサン不純物を含有していた。例１におけるように、特性の決定は^{29}Si NMR、ＧＣ／ＭＳ、及びＧＣ／ＦＩＤを包含していた。

【００３５】

〔比較例６〕

この例では$MeSiCl_3$とMe_2HSiClからメチルトリス（ジメチルシロキシ）シラン$MeSi(OSiMe_2H)_3$を調製した。

【００３６】

氷水（７２．５４ｇ、４．０３モル）の入った三つ口丸底フラスコに、$MeSiCl_3$（２２．２９ｇ、０．１４９モル）とMe_2HSiCl（４２．３７ｇ、０．４４８モル）の混合物を一滴ずつ加えた。このフラスコには、温度計、攪拌棒を備えた電磁攪拌機、及び均圧添加漏斗を取り付けた。上記のクロロシランの添加は２２℃未満の温度を維持するように調節し、そして添加の間を通して勢いよく混合した。クロロシランの添加完了後５分間溶液をかき混ぜた。水性層を抜き出し、続いてｐＨ試験紙に対して中性になるまで水で数回洗浄した。シロキサンを一晩$MgSO_4$により乾燥させ、ろ過して、透明無色の液体を得た。最終生成物は、わずかに５３％の$MeSi(OSiMe_2H)_3$、１９％の$(HMe_2SiO)_2Si(Me)-OSi(Me)(OSiMe_2H)_2$を含有し、そして２８％のこのほかのシロキサン不純物を含有していた。特性の決定はＧＣ／ＦＩＤを包含していた。

【００３７】

例１及び例２を比較例５及び比較例６と比べることにより、本発明により製造されるシロキサンはアルキルクロロシランの加水分解によってはるかに高い収率で得られることが分かる。例えば、例１と２では、$PrSi(OSiMe_2H)_3$の収率はそれぞれ８３％及び７９％であった。対照的に、そして比較例５に示したように、$MeSi(OMe)_3$からの$MeSi(OSiMe_2H)_3$の調製ではわずかに４５％が得られたに過ぎない。更に対照的に、そして比較例６に示したように、$MeSiCl_3$からの$MeSi(OSiMe_2H)_3$の調製ではわずかに５３％が得られたに過ぎない。

【００３８】

例１～３では、生成物は$(HMe_2SiO)_2-Si(R)-O-Si(R)-(OSiMe_2H)_2$を含有していて、それがそれぞれ９％、１２％及び３０％の量で存在していたことにも注目すべきである。これは、本発明の生成物の割合が加水分解の間に使用した温度の関数として増加したことを証明している。

フロントページの続き

(72)発明者 ビッキー スー コッブ
アメリカ合衆国, ミシガン, エルシー, ノース ビンセント ロード ４７２５
(72)発明者 ドナルド ユージーン マクバネル
アメリカ合衆国, ミシガン, ヘムロック, ノーバート レーン ４８０
(72)発明者 アン ウォストロム ノリス
アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドランド, フォスター ロード ５１０２
(72)発明者 ゲイリー エドワード レグロー
アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドランド, ワイルドウッド ストリート １２１３

審査官 前田 孝泰

(56)参考文献 特開平０３－１９７４８４（ＪＰ, Ａ）
特開昭６３－３０５１３３（ＪＰ, Ａ）
特開昭５３－００７６２５（ＪＰ, Ａ）
特開平０５－０３２６７７（ＪＰ, Ａ）
特開平０８－１２７８６５（ＪＰ, Ａ）
特開平０６－３４５９７１（ＪＰ, Ａ）
特開平０７－０１７９８１（ＪＰ, Ａ）
特開平０４－１８０９３３（ＪＰ, Ａ）
特開平０４－３５３５２３（ＪＰ, Ａ）
米国特許第２８７７２５６（ＵＳ, Ａ）
米国特許第２８７７２５５（ＵＳ, Ａ）
Journal fuer Praktische Chemie (Leipzig), 11 (1960), p.336－340

(58)調査した分野(Int.Cl.[7], ＤＢ名)
C08G 77/00- 77/62
C07F 7/02- 7/21
CA(STN)
REGISTRY(STN)