

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4717367号  
(P4717367)

(45) 発行日 平成23年7月6日(2011.7.6)

(24) 登録日 平成23年4月8日(2011.4.8)

(51) Int.Cl.	F 1	
C07F 7/08	(2006.01)	C07F 7/08
C07F 7/21	(2006.01)	C07F 7/21
C08L 83/05	(2006.01)	C08L 83/05
C08L 91/06	(2006.01)	C08L 91/06
C09D 9/00	(2006.01)	C09D 9/00

請求項の数 31 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2004-103106 (P2004-103106)
(22) 出願日	平成16年3月31日 (2004.3.31)
(65) 公開番号	特開2004-315516 (P2004-315516A)
(43) 公開日	平成16年11月11日 (2004.11.11)
審査請求日	平成19年3月30日 (2007.3.30)
(31) 優先権主張番号	10/410,947
(32) 優先日	平成15年4月10日 (2003.4.10)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	596081005 クラリアント・インターナショナル・リミテッド スイス国、ツエーハー-4132・ムツテンツ、ロータウスシユトーレ・61
(74) 代理人	100069556 弁理士 江崎 光史
(74) 代理人	100092244 弁理士 三原 恒男
(74) 代理人	100093919 弁理士 奥村 義道
(74) 代理人	100111486 弁理士 鍛治澤 實

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】軟化温度が高い合成アルキルシリコーンワックス

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

軟化点が 60 ~ 85 である線状アルキルシリコーンワックスを含むコンパウンドであつて、

前記線状アルキルシリコーンワックスが、次式 (I)



[式中、R は、  $H_3C - (CH_2)_z$  であり、

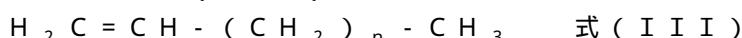
$z$  は、 30 ~ 50 であり、

$x$  は、 1 ~ 1000 であり、

$y$  は、 0 ~ 1000 であり、そして

$Me$  は、  $CH_3$  である]

であつて、式 (III)



[式中、 $n$  は  $z - 2$  である]

を有するオレフィンワックスを、触媒の存在下にシロキサン水素化物ポリマーによりヒドロシリル化する段階を含む方法で製造され、

コンパウンドが艶出し剤コンパウンド、電気絶縁用組成物、及び塗料剥離剤からなる群から選択される前記コンパウンド。

## 【請求項 2】

シロキサン水素化物ポリマーが、次式 (IV)

10

20

$\text{Me}_3\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_y(\text{HMeSiO})_x\text{SiMe}_3$  式(IV)

[式中、x及びyは請求項1に定義した通りである]

で表されるものである、請求項1のコンパウンド。

【請求項3】

zが平均値として34.7である、請求項1のコンパウンド。

【請求項4】

xが1~100である、請求項2のコンパウンド。

【請求項5】

yが200未満である、請求項2のコンパウンド。

【請求項6】

触媒が、 $[(\text{ViMeSiO})_4]_3\text{Pt}$ 及び $[(\text{ViMe}_2\text{Si})_2\text{O}]_3\text{Pt}_2$ (式中、Viはビニリデン樹脂であり、そしてMeは $\text{CH}_3$ である)からなる群から選択される、請求項1のコンパウンド。

【請求項7】

触媒が、白金、パラジウム、ロジウム及びこれらの無機錯体、有機錯体もしくはオルガノシリコーン錯体からなる群から選択される、請求項1のコンパウンド。

【請求項8】

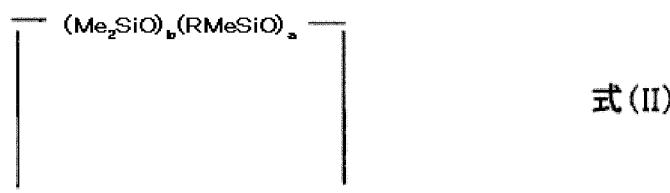
nが平均値として32.7である、請求項1のコンパウンド。

【請求項9】

軟化点が60~75である環状アルキルシリコーンワックスを含むコンパウンドであつて、

前記環状アルキルシリコーンワックスが、次式(II)

【化1】



[式中、Rは、 $\text{H}_3\text{C} - (\text{CH}_2)_z$ であり、

zは、30~50であり、

aは、1~20であり、

bは、0~20であり、

a+bは、3~6の範囲であり、

Meは、 $\text{CH}_3$ である]

であつて、次式(III)

$\text{H}_2\text{C} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_n - \text{CH}_3$  式(III)

[式中、nはz-2である]

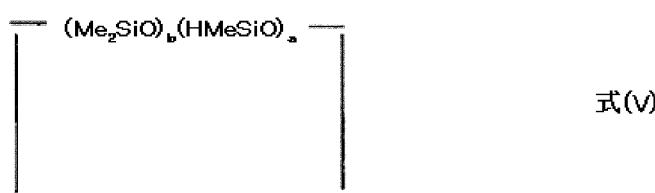
を有するオレフィンワックスを、触媒の存在下にシロキサン水素化物ポリマーによりヒドロシリル化する段階を含む方法で製造され、

コンパウンドが艶出し剤コンパウンド、電気絶縁用組成物、及び塗料剥離剤からなる群から選択される前記コンパウンド。

【請求項10】

シロキサン水素化物ポリマーが、次式(V)

【化2】



[式中、a、b及びa+b、及びMeは請求項9で定義した通りである]

10

20

30

40

50



a が 1 ~ 6 である、請求項 2 0 の自走車用艶出し剤。

【請求項 2 3】

b が 0 ~ 6 である、請求項 2 0 の自走車用艶出し剤。

【請求項 2 4】

軟化点が 60 ~ 85 である線状アルキルシリコーンワックスを含むコンパウンドであつて、

前記線状アルキルシリコーンワックスが、次式 (I)



[式中、R は、 $H_3C - (CH_2)_z$  であり、

z は、30 ~ 50 であり、

x は、1 ~ 1000 であり、

y は、0 ~ 1000 であり、そして

Me は、 $CH_3$  である]

であつて、

コンパウンドが艶出し剤コンパウンド、電気絶縁用組成物、及び塗料剥離剤からなる群から選択される前記コンパウンド。

【請求項 2 5】

z が平均値として 34.7 である、請求項 2 4 のコンパウンド。

【請求項 2 6】

x が 1 ~ 100 である、請求項 2 4 のコンパウンド。

【請求項 2 7】

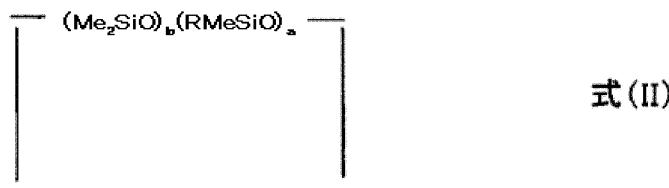
y が 200 未満である、請求項 2 4 のコンパウンド。

【請求項 2 8】

軟化点が 60 ~ 75 である環状アルキルシリコーンワックスを含むコンパウンドであつて、

前記環状アルキルシリコーンワックスが、次式 (II)

【化 4】



[式中、R は、 $H_3C - (CH_2)_z$  であり、

z は、30 ~ 50 であり、

a は、1 ~ 20 であり、

b は、0 ~ 20 であり、

a + b は、3 ~ 6 の範囲であり、

Me は、 $CH_3$  である]

であつて、

コンパウンドが艶出し剤コンパウンド、電気絶縁用組成物、及び塗料剥離剤からなる群から選択される前記コンパウンド。

【請求項 2 9】

z が平均値として 34.7 である、請求項 2 8 のコンパウンド。

【請求項 3 0】

a が 1 ~ 6 である、請求項 2 8 のコンパウンド。

【請求項 3 1】

b が 0 ~ 6 である、請求項 2 8 のコンパウンド。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

30

40

50

本発明は一般的にはワックスに關し、具体的には合成ワックスに關する。

【背景技術】

【0002】

天然ワックス、例えばキャンデリラワックス及びカルナウバワックスは、口紅などの化粧品や、皮革製品、家具及び自走車の分野で艶出し剤に長く使用されている。天然ワックスの他の使用分野には、例えば、電気絶縁用組成物、カーボンペーパー及び塗料剥離剤、インキ、木材仕上げ剤及び様々な工業用コーティング材などがある。

【0003】

艶出し剤に關して、合成ワックスではなく天然ワックスが使用される主な理由はそれらの軟化点もしくは軟化温度が高いためである。ここで、“軟化点”もしくは“軟化温度”という用語は、ワックスが表面上で最初に軟化もしくは溶融し始める温度を意味するものと理解される。艶出し剤、特に自走車の艶出し剤では、高温に耐える性質が消費者受けにとって重要である。高温に耐えることができないと、艶出し処理された表面が、指紋や、または葉及び土などの衝突物によって残される様々な痕などによって視覚的に不完全なものになり易くなる。

【0004】

それらの高い軟化温度にも拘わらず、上記の用途分野に天然のワックスを使用することには欠点がある。天然ワックスの製造は、特定の季節の作物の収穫の出来に依存し、その結果、天然ワックスは、幅の広い価格変動の影響を受けやすい。

【0005】

また、天然ワックスは、それらの化学組成及び/または物理的性質もしくは流動特性を一様に維持することができないという欠点がある。この一様さの欠如は、天然ワックスが様々な農場から収穫されるという事を原因とする。また、同じ農場から収穫された天然ワックスの場合でも、収穫年ごとの変化で軟化温度に差が生じ得、その差は5°Fにもなる。これらの変動は、天然ワックスを使用する製品の不均一な性能をしばしば招く。

【0006】

この問題を解決するために、天然ワックスの製造業者は、複数の異なる農場からワックスを購入し、そして均一な物理的及び化学的特性を達成するためにこれらの異なる入手源から得たワックスをブレンドしている。この際、二つの最も重要な特性は軟化点及び溶融粘度である。このブレンド作業は、その大部分が試行錯誤によって決定され、労働集約的な作業であり、その結果、コストが高くなり、それは結局天然ワックスの購入者の負担となる。

【0007】

これまで、天然ワックスの軟化温度と同じぐらいの軟化温度を有する合成ワックスを製造する試みが為されてきた。これらの試みは大概において不成功であった。天然ワックスの軟化点と同程度の軟化点を有する現在入手可能な合成ワックスは、最終の用途によって必要とされる他の物理的及び化学的特性、例えばその調合性 (ability to be formulated) または高い光沢を得るための磨き性 (ability to be buffed) を示さない。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

それゆえ、天然ワックスの軟化点と同等かまたはそれを超える軟化点を有し、物理的及び化学的性質において一様であり、そして最終用途、例えば自走車の艶出し剤または化粧品によって要求される特性を示す合成ワックスに対する要望がある。

【本発明の要約】

【0009】

本発明は、C<sub>30</sub>+アルファオレフィンワックスを触媒の存在下にシロキサン水素化物によりヒドロシリル化することを含む、天然ワックスと同等かまたはそれを超える高い軟化点を有する線状もしくは環状アルキルシリコーンワックスを製造する方法に関する。本

10

20

30

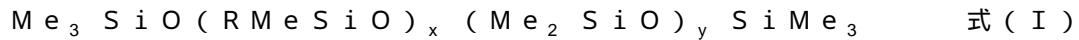
40

50

発明に従い製造される高い軟化点を有する合成アルキルシリコーンワックスは、天然ワックスの軟化温度と同等かまたはそれを超える軟化温度を達成し、そしてその結果、これまで天然ワックスが必要であった用途において使用することができる。天然ワックスの代わりに上記の合成アルキルシリコーンワックスを使用することは、最終製品の物理的及び化学的特性の均一性を高め、またコストを低減する。

【0010】

それ故、本発明は、他の面では、軟化点の高いワックスを利用するコンパウンドであつて、このワックスが、次式(I)または(II)：



[式中、Rは、 $\text{H}_3\text{C} - (\text{CH}_2)_z$ であり、

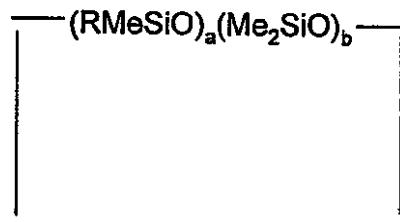
zは、28～100であり、

xは、1～1000であり、

yは、0～1000である]

または

【化1】



式(II)

10

20

【0011】

[式中、Rは、 $\text{H}_3\text{C} - (\text{CH}_2)_z$ であり、

zは、28～100であり、

aは、1～20であり、

bは、0～20であり、そして

a+bは、3～6の範囲である]

で表される、前記コンパウンドに関する。

30

【0012】

このようなコンパウンドには、例えば、皮革製品、家具及び自走車の分野の艶出し剤、電気絶縁用コンパウンド、カーボンペーパー及び塗料剥離剤などが包含される。

【0013】

本発明のこれらの及び他の課題、利点及び特徴は、以下の説明から明らかとなろう。

【好ましい態様の詳細な説明】

【0014】

本発明は、天然ワックスの軟化温度と同等の高い軟化点を有する線状もしくは環状アルキルシリコーンワックスを製造する方法を提供する。この線状アルキルシリコーンワックスは、次式(I)

40



[式中、Rは、 $\text{H}_3\text{C} - (\text{CH}_2)_z$ であり、

zは、28～100であり、

xは、1～1000であり、

yは、0～1000であり、そして

Meは、 $\text{CH}_3$ である]

で表される。

【0015】

好ましくは、zは30～50である。最も好ましくは、zは平均値として34.7である。また、好ましくは、xは1～100であり、yは200未満である。式(I)で表さ

50

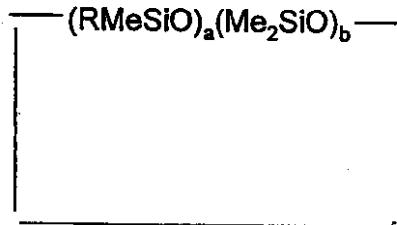
れるワックスは、約60～85の軟化温度を示す。

【0016】

本発明の上記環状アルキルシリコーンワックスは、下記式(II)

【0017】

【化2】



式(II)

10

[式中、Rは、 $\text{H}_3\text{C} - (\text{CH}_2)_z$ であり、  
zは、28～100であり、  
aは、1～20であり、  
bは、0～20であり、そして  
a+bは、3～6の範囲であり、  
Meは、 $\text{CH}_3$ である]

で表される。

20

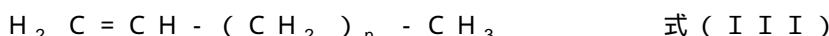
【0018】

好ましくは、aは1～6であり、bは0～5であり、そしてa+bの合計は3～6の範囲である。上記式(II)で表されるワックスは、約60～75の軟化温度を示す。

【0019】

上記式(I)及び(II)で表される高い軟化点を有するアルキルシリコーンワックスを製造する方法は、ヒドロシリル化を介して、C30+アルファオレフィンワックスをシリコーン水素化物ポリマーと触媒の存在下に反応させることを含む。上記C30+アルファオレフィンワックスは、高い割合の線状構造(>95%)及び高い割合の末端オレフィン官能基(>95%)を有する如何なるワックスからでも選択することができる。好ましくは、上記C30+アルファオレフィンワックスは、次式(III)

30



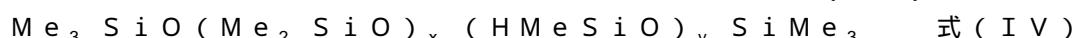
[式中、nは30～100である]

で表される。好ましくは、nは30～50である。最も好ましくは、nは平均値として32.7である。本発明に使用するのに最も好ましいC30+アルファオレフィンワックスは、Chevron Corporationによって販売されているAlpha Olefin 30+HAと称されるものである。

【0020】

上記シリコーン水素化物ポリマーは好ましくは液状であり、そしてSi-H官能基を有しあつ0.1mmol/gの最小残留Si-OH官能基を有するものであればどのようなものでもよい。本発明に使用できるシリコーン水素化物ポリマーの非限定的例には、鎖の末端もしくは鎖に沿ってあるいはその両方にSi-H官能基を有する線状のもの、並びに環状のものが含まれる。好ましくは、式(I)で表される線状アルキルシリコーンワックスの合成に使用されるシリコーン水素化物ポリマーは、次式(IV)：

40



[式中、xは1～1000であり、

yは0～1000であり、そして

Meは $\text{CH}_3$ である]

で表される。

【0021】

好ましい態様の一つでは、xは1～100であり、yは200未満である。

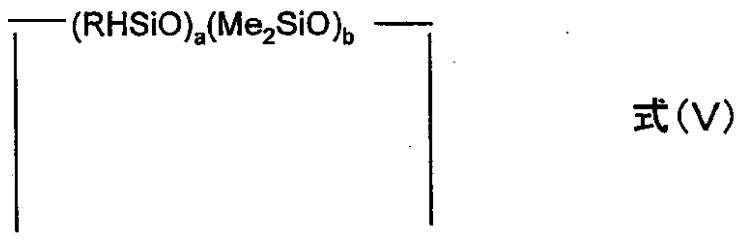
50

## 【0022】

好ましくは、式(II)で表される環状アルキルシリコーンワックスの合成に使用されるシリコーン水素化物ポリマーは、次式(V)：

## 【0023】

## 【化3】



10

[式中、aは1～20であり、  
bは1～20であり、そして  
a+bは3～6の範囲であり、そして  
MeはCH<sub>3</sub>である]  
で表される。

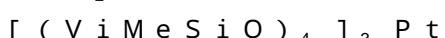
## 【0024】

好ましくは、aは1～6であり、bは0～6であり、そしてa+bの合計は3～6の範囲である。 20

## 【0025】

上記オレフィンの内部異性化よりもかなり早い速度で末端オレフィンのヒドロシリル化を促進する触媒は、如何なるものでも、本方法に使用することができる。このような触媒の例には、白金、パラジウム及びロジウムまたはこれらの無機塩もしくは有機錯体が含まれる。好ましくは、この触媒はPtCl<sub>2</sub>と低分子量ビニル置換シリコーンとの中性錯体である。この触媒の非限定的な例には、Ashby's<sup>(R)</sup>及びKarstedt's<sup>(R)</sup>触媒が含まれる。Ashby's<sup>(R)</sup>触媒は次式を有する。

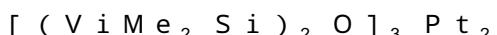
## 【0026】



30

[式中、Viはビニリデン樹脂であり、そしてMeはCH<sub>3</sub>である]  
Karstedt's<sup>(R)</sup>触媒は次式を有する。

## 【0027】



[式中、Viはビニリデン樹脂であり、そしてMeはCH<sub>3</sub>である]

上記ヒドロシリル化反応は、80～150、好ましくは80～120、最も好ましくは80～100の温度で行われる。

## 【0028】

上記C<sub>3</sub>O+アルファオレフィンワックスは、Si-H官能基に対し1.00～1.20のモル比のアルファオレフィン、好ましくはSi-H官能基に対し1.05～1.10のモル比のアルファオレフィンの量で存在する。 40

## 【0029】

好ましい態様の一つでは、上記C<sub>3</sub>O+アルファオレフィンワックスは、先ず、約80～90で生ずる溶融状態まで加熱する。その後、この溶融したC<sub>3</sub>O+アルファオレフィンワックスに触媒を混ぜ入れる。触媒をC<sub>3</sub>O+アルファオレフィンワックス内に混ぜ入れた後、シリコーン水素化物ポリマーをこの混合物に導入し、そして温度をおおよそで100を超えないように監視する。次いで、この混合物を約100の温度で約4時間加熱する。次いで、アルキルシリコーンワックスを、通常の工業的手順に沿って、容器から取り出しそして冷却する。

## 【0030】

50

本発明の高い軟化点を有する線状もしくは環状アルキルシリコーンワックスは、天然ワックスを利用する殆ど全ての用途において天然ワックスの代替物として使用することができる。このような用途には、例えば、皮革製品、家具及び自走車用途の艶出し剤、電気絶縁用コンパウンド、カーボンペーパー、塗料剥離剤、インキ、木材仕上げ剤及び様々な工業用艶出し剤などが包含される。本発明の高軟化点アルキルシリコーンワックスは、簡単に調合できそして磨き処理に使用できるため、自走車用の艶出し剤に使用するのに特に好適である。

【実施例】

【0031】

以下の例は、本発明を例示することを目的としたものである。しかし、これらの例は、10 どのような意味でも本発明の範囲を限定するものとは解釈するべきではない。

【0032】

以下の表には、式(III)及び(IV)で表される種々の化合物を、様々なワックス組成物を製造するために使用した。全ての実験ワックス1~5の実験手順は次の通りである。

【0033】

C30+アルファオレフィンワックスをフラスコに加え、そして溶融するまで典型的には約80~90に加熱した。次いで、白金触媒(約10ppmのKarsted'sもしくはAshby'sのいずれか)を攪拌しながら上記溶融ワックスに加えた。次に、シリコーン水素化物機能性液体を、反応下混合物の温度を監視しながら、この溶融ワックスに別の漏斗から滴下した。必要に応じて、加熱マントルを取り除き(発熱のため)、反応中の温度を100以下に維持した。シリコーン水素化物機能性液体の添加が完了した後、この混合物を更に4時間100に加熱した。次いで、この混合物のサンプルを採取し、そしてIR分析を行い、全てのシリコーン水素化物が消費されたことを確認した。この時点において、実験4及び5では、減圧を行って痕跡量の未反応Si-H試薬を除去した。この工程の完了後、全ての五種の溶融生成物を、それぞれ、頂部開口型ジャーに注ぎ入れ、そして室温まで冷却した。次いで、得られた固形ワックスのサンプルを、軟化点について測定した。その結果を、以下の表に示す。

【0034】

10

20

【表1】

生成物 軟化点(°C)	
1 $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{34.7}\text{MeSiO})_{10}\text{SiMe}_3$ 83°	10
2 $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_3(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{34.7}\text{MeSiO})_5\text{SiMe}_3$ 72°	
3 $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{34.7}\text{MeSiO})_4$ 73°	20
4 $(\text{Me}_3\text{SiO})_2\text{MeSi}(\text{CH}_2)_{34.7}\text{CH}_3$ 63°	
5 $(\text{Me}_2\text{SiO})_3(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{34.7}\text{MeSiO})$ 64°	30

上記の表から示されるように、本発明の高軟化点アルキルシリコーンワックスの三種は、キャンデリラワックス（軟化温度 = 最小で約 68°）の軟化温度と同等かまたはそれを超える軟化温度を有し、他方、本発明のアルキルシリコーンワックスの一一種は、カルナウバワックス（軟化温度 = 最小で約 80°）の軟化温度と同等かまたはそれを超える軟化温度を有する。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

<b>C 0 9 G</b>	1/00	(2006.01)	<b>F I</b>	<b>C 0 9 G</b>	1/00	A
<b>C 0 7 B</b>	61/00	(2006.01)		<b>C 0 7 B</b>	61/00	3 0 0

(72)発明者 ダブリュー・レオナルド・テリー・

アメリカ合衆国、フロリダ州32653、ゲインズヴィル、ノースウェスト・72ストリート、5  
922

(72)発明者 ゲイリー・イー・レグロウ

アメリカ合衆国、フロリダ州32669、ニューベリー、サウスウェスト・ファーストレイン、1  
3707

審査官 關 美祝

(56)参考文献 特開平08-311204 (JP, A)

特開平06-298623 (JP, A)

特開平07-041413 (JP, A)

特開平06-322356 (JP, A)

特開平05-156277 (JP, A)

特開平11-080366 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 7 F 7 / 0 8

C 0 7 F 7 / 1 8

C 0 7 F 7 / 2 1

C 0 8 G 7 7 / 4 4 2

C 0 8 L 9 1 / 0 6

C 0 9 G 1 / 1 0

C 0 9 G 1 / 1 8