



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2017-0094309  
 (43) 공개일자 2017년08월17일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C07F 7/18* (2006.01) *C08G 18/28* (2006.01)  
*C08G 18/71* (2006.01) *C08G 18/73* (2006.01)  
*C08G 77/26* (2006.01) *C08L 63/00* (2006.01)  
*C09J 11/06* (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
*C07F 7/1868* (2013.01)  
*C07F 7/1836* (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-7018695
- (22) 출원일자(국제) 2015년12월03일  
 심사청구일자 2017년07월05일
- (85) 번역문제출일자 2017년07월05일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2015/063717
- (87) 국제공개번호 WO 2016/094186  
 국제공개일자 2016년06월16일
- (30) 우선권주장  
 62/089,993 2014년12월10일 미국(US)

- (71) 출원인  
**젤리스트 테크놀로지스, 인코퍼레이티드**  
 미국, 펜실베니아 19067, 모리스빌, 이스트 스틸  
 로드 11
- (72) 발명자  
**아클스, 베리, 씨.**  
 미국 펜실베니아 18947 파이퍼스빌 이스트 다크  
 할로우 로드 226  
**판, 유린**  
 미국 펜실베니아 19047 랭혼 캔턴 레인 37
- (74) 대리인  
**특허법인다나**

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 **접착제 특성을 갖는 고속 습기-경화 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산-우레탄 및 실록산/실세스퀴옥산-에폭시 시스템**

**(57) 요약**

사이클릭 아자실란과 물 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료 및 그 합성방법이 제공된다. 본 발명에 따라 사이클릭 아자실란 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 포함하는 안정한 혼합물은 무수 조건하에 저장된다. 본 발명은 또한 새로운 종류의 재료, 즉 Si-O-Si 결합에 의해 다리 걸쳐진 1개 또는 2개의 사이클릭 구조를 포함하는 모노 및 비스(사이클로아자)디실록산을 제공한다.

(52) CPC특허분류

*C08G 18/289* (2013.01)

*C08G 18/718* (2013.01)

*C08G 18/73* (2013.01)

*C08G 77/26* (2013.01)

*C08L 63/00* (2013.01)

*C09J 11/06* (2013.01)

---

명세서

청구범위

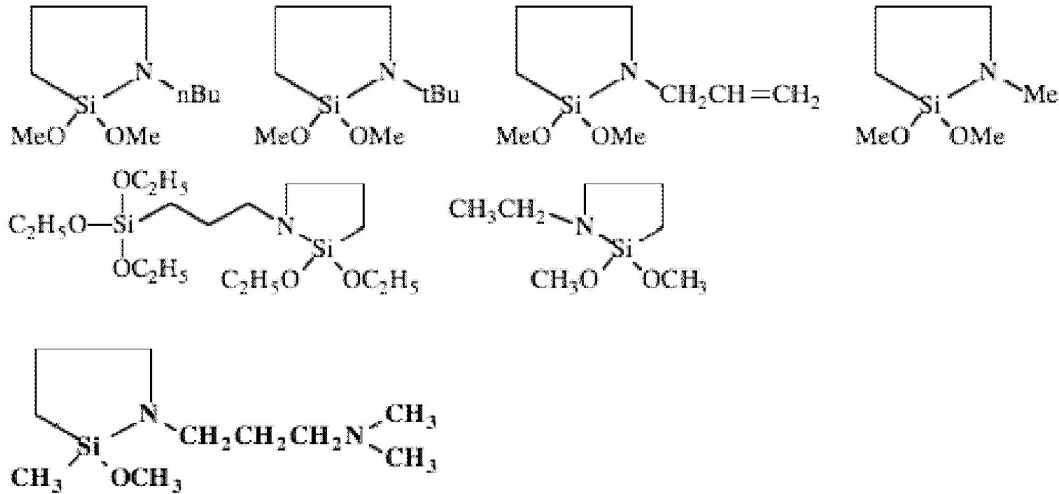
청구항 1

사이클릭 아자실란과 물 및 이소시아네이트 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료.

청구항 2

제1항에 있어서,

사이클릭 아자실란은 다음의 구조를 아자실란 중에서 선택되는 재료.



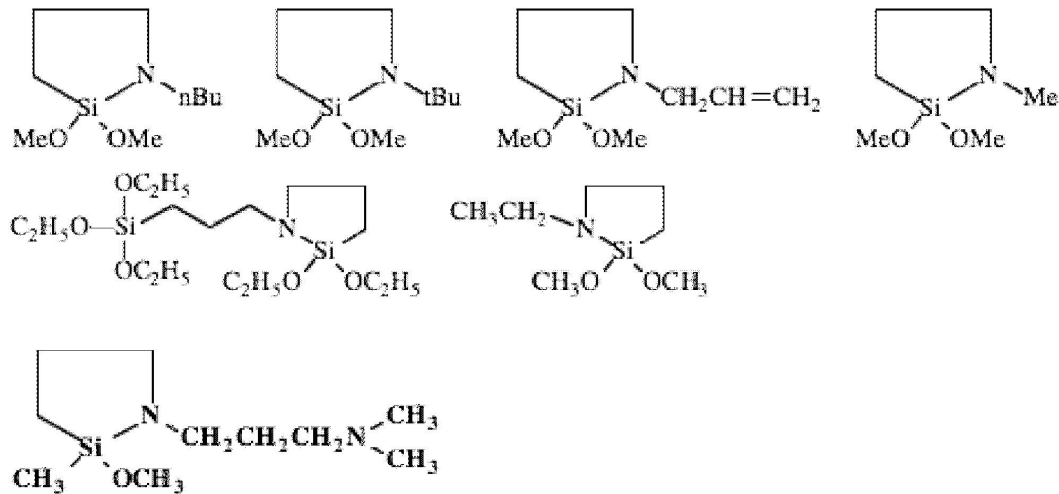
청구항 3

사이클릭 아자실란과 물 및 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료.

청구항 4

제3항에 있어서,

사이클릭 아자실란은 다음의 구조를 아자실란 중에서 선택되는 재료.



청구항 5

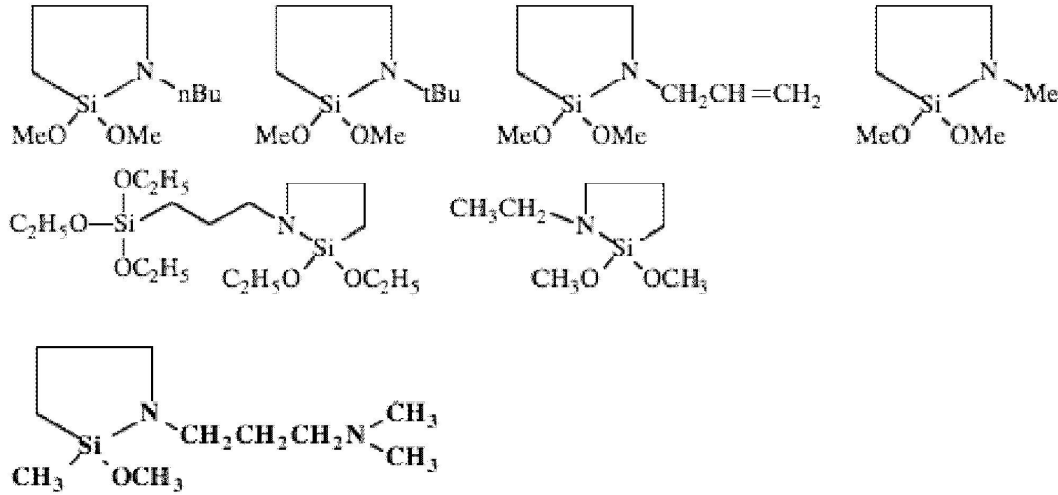
사이클릭 아자실란 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 포함하고, 무수 조건하에

저장되는 안정한 혼합물.

**청구항 6**

제5항에 있어서,

사이클릭 아자실란은 다음의 구조를 아자실란 중에서 선택되는 혼합물.



**청구항 7**

(N,N-디메틸아미노프로필)-아자-2-메틸-2-메톡시실라사이클로펜탄.

**청구항 8**

Si-O-Si 결합에 의해 다리 걸쳐진 1개 또는 2개의 사이클릭 구조를 포함하는 (사이클로아자)디실록산.

**청구항 9**

제8항에 있어서,

(사이클로아자)디실록산은 비스(n-부틸-1-메톡시사이클로아자-1-실라사이클로펜틸)에테르인 (사이클로아자)디실록산.

**청구항 10**

제8항에 있어서,

(사이클로아자)디실록산은 Si-O-Si 결합에 의해 또 다른 실리콘 원자에 다리 걸쳐진 하나의 사이클릭 구조를 포함하는 N-알킬아미노알킬사이클로아자디실록산인 (사이클로아자)디실록산.

**청구항 11**

제8항에 있어서,

(사이클로아자)디실록산은 N-부틸-1-메톡시-1-(n-부틸아미노프로필디메톡시실록시)사이클로아자실란인 (사이클로아자)디실록산.

**청구항 12**

저-습기 조건하에 사이클릭 아자실란과 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 혼합하여 반응 혼합물 형성하는 단계, 및

이후 반응 혼합물을 습기에 노출시켜 하이브리드 재료를 형성하는 단계를 포함하는

접착제 특성을 갖는 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산-우레탄 또는 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산-에폭시 재료의 형성 방법.

**청구항 13**

제12항에 있어서,  
습기는 50 내지 85% 상대습도를 포함하는 방법.

**청구항 14**

제12항에 있어서,  
반응 혼합물은 무수 조건하에 6개월 동안 저장되는 방법.

**청구항 15**

제12항에 있어서,  
반응 혼합물은 촉매 또는 촉진제를 추가로 포함하는 방법.

**청구항 16**

제15항에 있어서,  
촉매 또는 촉진제는 디부틸디라우릴틴, 디메틸틴디네오데카노트, 및 티타늄 디이소프로폭사이드 비스(펜탄디오 네이트)로 이루어진 군에서 선택되는 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본원은 2014년 12월 10일에 출원된 미국 임시 특허 출원 제62/089,993호에 대한 우선권을 주장하며, 그 내용은 여기에 참고로 도입된다.

**배경 기술**

[0002] 사이클릭 아자실란(Cyclic azasilane)은 실리콘 수지용 관능화 엔드-캐퍼(functionalizing end-capper)로서 그 리고 휘발성 커플링제로서, 실리콘 수지의 조기(premature) 중합을 중단시키는 습기-게터링(moisture-gettering) 화합물인 것으로 알려져 있다. 습기-활성 경화 에폭시는 가장 흔하게는 미국 특허 제4,391,958호 및 제3,993,708호에 개시된 바와 같이, 이민(imine)을 이용함으로써 제조되었다. 이 종래기술에서 시프 염기(Schiff base)가 아민과 케톤 또는 알데히드의 반응에 의해 형성되어, 에폭시 관능성을 갖는 반응을 불가능하게 한다. 통상적으로, 케티민(ketimine) 관능성 재료는 에폭시 수지와 혼합되고 건조 조건하에 저장된다. 시스템에 물 또는 습기의 도입시에, 가수분해가 일어나서, 케톤 또는 알데히드를 방출하고; 이후 양성자화된(protonated) 아민이 에폭시기와 반응할 수 있다. 유사하게, B. Arkles 등에 의해 기술된 바와 같이, 디메틸부틸리덴 블록화된(blocked) 아미노 실란이 좋은 접착제 특성을 갖는 습기-경화성 에폭시 제형을 형성하는데 이용되었다 (Silicon Compounds: Silanes & Silicones; 3rd edition; Gelest; p. 142 (2013)).

[0003] 모든 이들 시스템은 상대적으로 서서히 반응하고 휘발성 부산물로서 케톤 또는 알데히드를 유리시키는데, 상기 부산물은 필름 특성 및 작업자 노출 측면에서 바람직하지 못하다. 따라서, 경화속도 개선 및 부산물 감소가 바람직하다.

**발명의 내용**

[0004] 제1실시형태에서, 본 발명은 사이클릭 아자실란과 물 및 이소시아네이트 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료에 관한 것이다.

[0005] 제2실시형태에서, 본 발명은 사이클릭 아자실란과 물 및 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료에 관한 것이다.

[0006] 제3실시형태에서, 본 발명은 사이클릭 아자실란 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 포함하고, 무수 조건하에 저장되는 안정한 혼합물에 관한 것이다.

[0007] 접착제 특성을 갖는 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산(silsesquioxane)-우레탄 또는 하이브리드 실록산/실세스퀴

옥산-에폭시 재료의 형성 방법은 먼저 저-습기 조건하에 사이클릭 아자실란과 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 반응시켜 반응 혼합물 형성하는 단계 및 이후 반응 혼합물을 습기에 노출시켜 원하는 하이브리드 재료를 형성하는 단계를 포함한다.

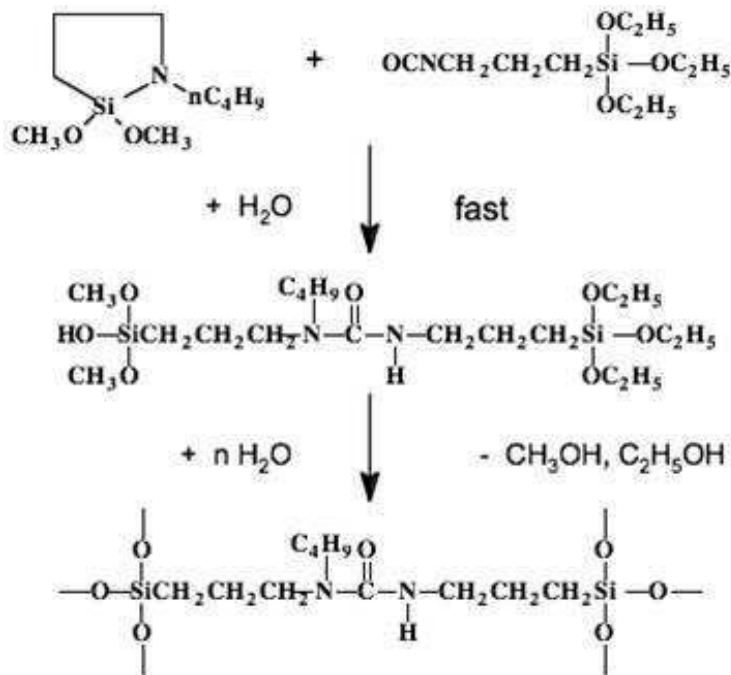
[0008] 다른 실시형태에서, 본 발명은 (N,N-디메틸아미노프로필)-아자-2-메틸-2-메톡시실라(sila)사이클로펜탄 및 (사이클로아자)디실록산에 관한 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0009] 본 발명은 사이클릭 아자실란과 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 혼합물로부터 형성되는 원 패키지(one package) 혼합 실록산과 실세스퀴옥산-우레탄 및 실록산과 실세스퀴옥산-에폭시 접착제 및 필름-형성 조성물에 관한 것이다. 달리 말하면, 본 발명은 사이클릭 아자실란과 물 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자의 반응 생성물을 포함하는 재료에 관한 것이다. 양쪽 경우에서, 유동학적 또는 기계적 특성의 제어를 위한 추가적인 충전제가 또한 혼합물에 포함될 수 있다. 이하에서 상세하게 기술되는 바와 같이, 경화 메커니즘은 사이클릭 아자실란의 고속 습기-유도 고리 열림에 기반을 두며, 이에 따라 아민 관능성을 탈보호(deprotect)하여 이소시아네이트 또는 에폭시 관능성과 직접 반응할 수 있다. 두 번째의 느린 습기-활성화 단계에서, 사이클릭 아자실란은 가교를 유도하고 하이드록실기를 포함하는 기재와의 반응성을 제공한다.

[0010] 본 발명에 따르면, 사이클릭 아자실란은 저-습기 조건하에 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자와 혼합된다. 일 실시형태에서, 디부틸디라우릴틴, 디메틸틴디네오데카노트(dimethyltindineodecanote), 또는 티타늄 디소프로폭사이드 비스(펜탄디오네이트)(pentanedionate)와 같은 촉매 또는 촉진제가 반응 혼합물에 포함될 수 있다. 이러한 조건하에서는, 성분들 사이에 반응성이 없다. 따라서, 본 발명은 또한 사이클릭 아자실란 및 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 포함하고, 무수 조건하에 저장되는 안정한 혼합물에 관한 것이다.

[0011] 예를 들어, 아래의 반응식에 나타난 바와 같이, 이소시아네이트프로필트리에톡시실란 및 N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄은 건조 조건하에 1몰 퍼센트 디부틸디라우릴틴과 함께 1:1 몰 비율로 함께 혼합된다. 혼합물은 저-점도 액체 상태를 유지한다. 그러나, 표준 기압 조건(50-85% RH) 하에 박막으로 도포하는 것과 같이, 혼합물이 습기에 노출될 경우, 점도 증가가 관측된다(통상적으로 1분 미만). 몇 시간 내에, 특정 조성에 따라, 고체 필름 또는 벌크 접착제층이 형성된다. 유사한 결과가 이소시아네이트트리에톡시실란 대신에 이소시아네이트프로필트리에톡시실란을 이용할 경우에 관측된다.

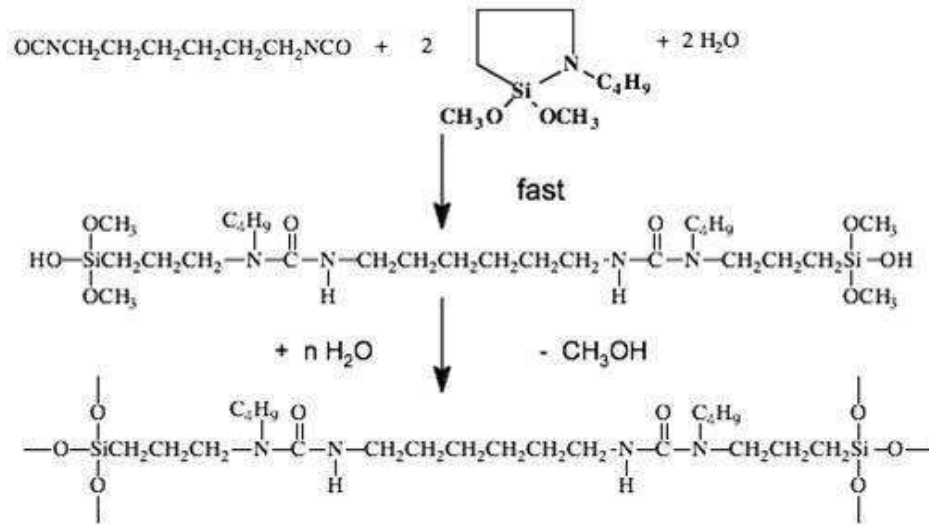


[0012] 관측된 접착제 특성은 기재 하이드록실기와의 반응에 의해 실리콘 상에서 알콕시기의 변위로부터 유도된다고 믿어진다. 화학양론적 양의 물이 혼합물에 직접 첨가된다면, 급격한 발열이 관측됨을 주목해야 한다. 이 초기 반

응 후에, 혼합물은 점성 액체가 되어 필름으로 도포될 수 있고 이후 대기 습기에 노출 후 겔이 될 것이다.

[0014]

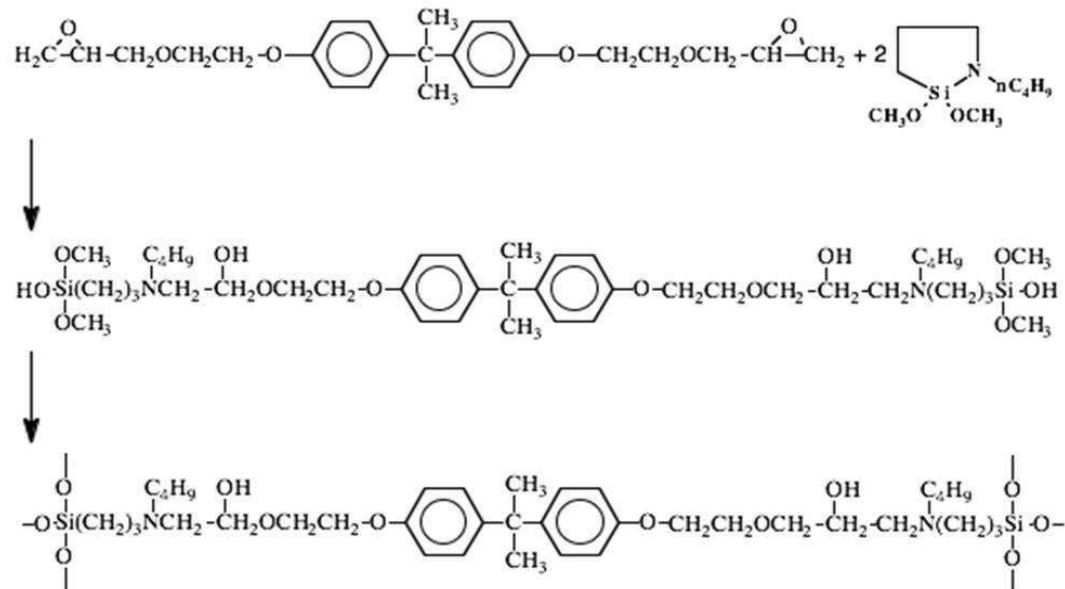
유사하게, 디이소시아네이트는 다음의 반응식에 따라 반응할 수 있다. 사이클릭 아자실란과 이소시아네이트의 초기 블렌드를 제조함에 있어서, 조기 겔화를 피하기 위해 이소시아네이트가 건조한 것(물 농도 100 ppm 미만)을 확보하는 것이 중요하다. 일단 물이 첨가되면, 반응은 빠르게 진행된다.



[0015]

[0016]

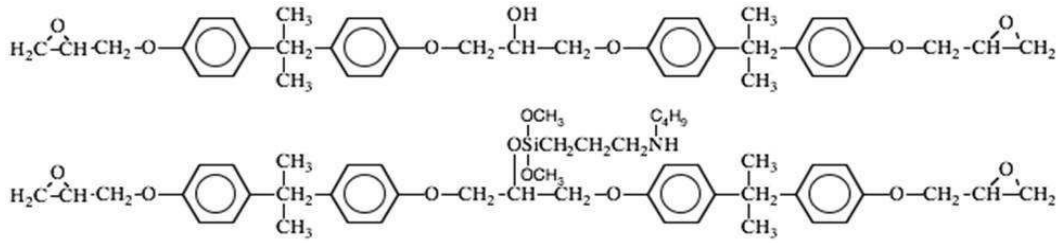
이관능성(Difunctional) 에폭사이드가 N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄(아래에 도시됨) 또는 (N,N-디메틸아미노프로필)-아자-2-메틸-2-메톡시실라사이클로펜탄과 혼합 및 반응할 수 있다. 다시, 건조 조건하에서는 아무런 반응도 일어나지 않는다. 일단 주위 조건하에 습기에 노출되면, 박막이 빠르게 반응하여 단단한 접착제층을 형성한다. (N,N-디메틸아미노프로필)-아자-2-메틸-2-메톡시실라사이클로펜탄은 취성이 작은(less brittle) 조성물을 제공하고, 메톡시기가 적다는 사실로 인해 N-n-부틸 유사체가 가수분해를 통해 궁극적으로 실록산 가교 사이트를 형성한다.



[0017]

[0018]

아래에 도시된 바와 같은 비스페놀 A 유래 에폭시가 유사하게 반응할 수 있지만, 하이드록실기와 반응하는 추가적인 사이클릭 아자실란을 필요로 한다.



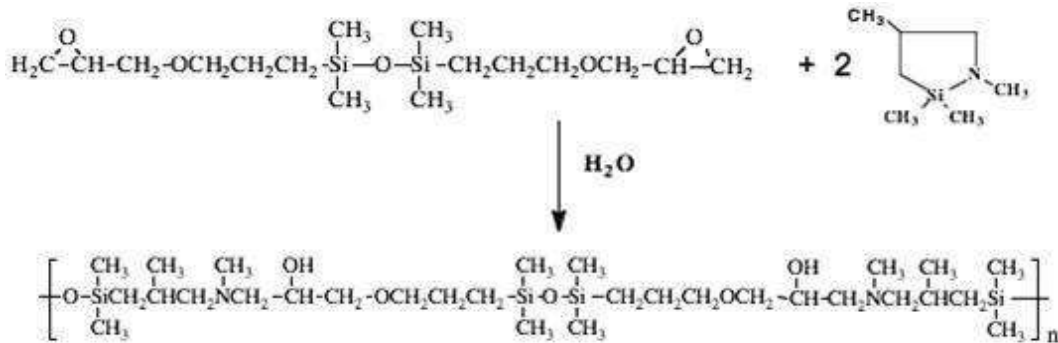
[0019]

[0020]

유사하게, N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄은 반응 없이 건조 조건하에 3-이소시아네이트프로필트리에톡시실란과 혼합될 수 있다. 그러나, 5-85% RH의 주위 조건하에 습기에 노출될 경우, 혼합물은 빠르게 점성이 된 후 몇 시간 내에 반투명한 고체로 전환된다.

[0021]

다음의 예시적인 반응에 나타낸 바와 같이, 정식(formal) 가교 없이 겔을 형성하는 것도 본 발명의 범위 내에 있다.



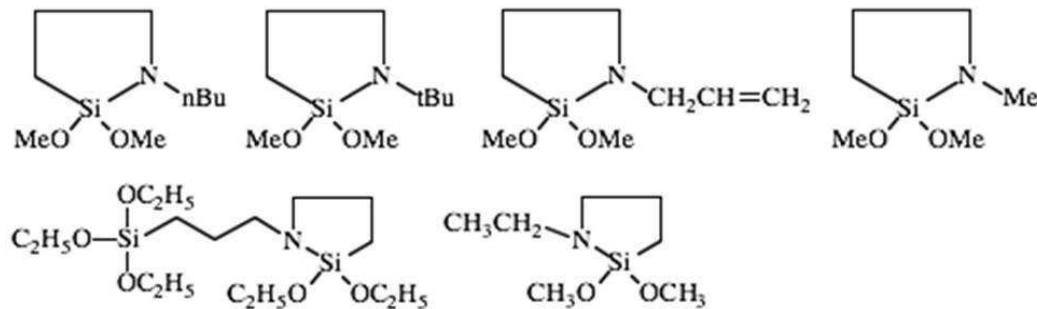
[0022]

[0023]

다양한 에폭시 및 이소시아네이트 화합물 및 고분자가 사용될 수 있지만, 상기 화합물 또는 고분자는 적어도 2개의 반응기를 포함하는 것이 바람직하다.

[0024]

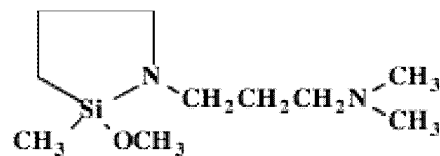
다음의 화합물들을 제한 없이 포함하여, 다양한 사이클릭 아자실란이 본 발명에 사용될 수 있다.



[0025]

[0026]

새로운 사이클릭 아자실란, 즉 다음의 구조를 갖고 본 발명에 또한 포함되는 (N,N-디메틸아미노프로필)-아자-2-메틸-2-메톡시실라사이클로펜탄을 이용하는 것도 본 발명의 범위 내에 있다.



[0027]

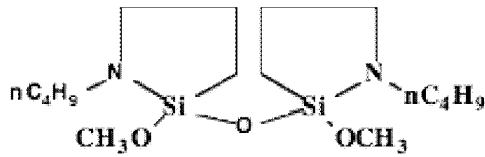
[0028]

유사한 화합물의 합성은 출원인의 미국 특허 공개 제2004/0077892호에 기술되어 있으며, 이 특허는 여기에 참고로 도입된다. 간략히 설명하면, 3-(N,N-디메틸아미노프로필아미노)프로필메틸디메톡시실란이 2 mole% 암모늄 설페이트로 가열된다. 저-진공 조건하에 메탄올이 서서히 제거되어, 사이클릭 및 올리고머 종들의 평형 혼합물을 제공한다. 메탄올의 형성이 화학양론에 접근할 경우, 진공이 증가하여 사이클릭 아자실란이 평형 혼합물로부터 증류된다.

[0029]

비스(n-부틸-1-메톡시사이클로아자-1-실라사이클로펜틸)에테르와 같은 비스(사이클로아자)디실록산을 이용하는

것도 본 발명의 범위 내에 있다.



[0030]

[0031]

모노 및 비스(사이클로아자)실란은 본 발명에 또한 포함되는 새로운 종류의 화합물이다. 이들 화합물은 Si-O-Si 결합에 의해 다리 걸쳐진(bridged) 1개 또는 2개의 사이클릭 구조를 포함한다. 본 발명에 포함되는 이들 화합물의 다른 특정 예는 Si-O-Si 결합에 의해 또 다른 실리콘 원자에 다리 걸쳐진 하나의 사이클릭 구조가 있는 N-알킬아미노알킬사이클로디실록산, 및 N-부틸-1-메톡시-1-(n-부틸아미노프로필디메톡시실록시)사이클로아자실란을 포함한다. 즉, 단지 하나의 사이클릭 링만이 형성된 디실록산 구조는 또한 경화제로서 유용성을 갖는다. 비스(n-부틸-1-메톡시사이클로아자)디실록산에 대해, 단일 사이클릭 링 구조는 n-부틸-1-메톡시-1-(n-부틸아미노프로필디메톡시실록시)사이클로아자실란이다.

[0032]

비스(사이클로아자)실란은 Si-N 결합의 고속 가수분해와 비교하여, 실리콘에 결합된 알콕시기의 상대적으로 느린 가수분해에 의존하지 않기 때문에, 경화속도가 가속화된다. 어느 정도까지는, Si-O-Si 결합은 1차 고리-열림 반응 후보다는 상기 반응보다 앞서 형성된다.

[0033]

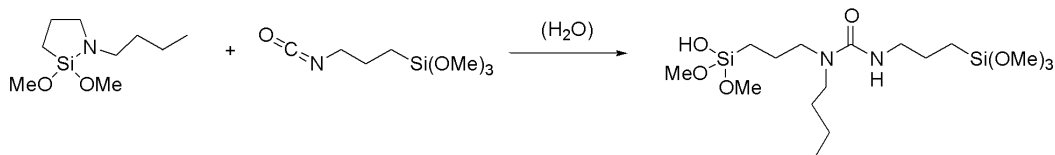
진술한 재료, 안정한 혼합물, 및 화합물에 더해, 본 발명은 또한 상술한 재료의 형성방법에 관한 것이다. 구체적으로, 접착제 특성을 갖는 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산-우레탄 또는 하이브리드 실록산/실세스퀴옥산-에폭시 재료의 형성방법은 먼저 저-습기 조건하에 사이클릭 아자실란과 이소시아네이트 또는 에폭시 관능기 함유 화합물 또는 고분자를 반응시켜 반응 혼합물 형성하는 단계를 포함한다. 물 분자가 아자실란을 소모하여 생성물 형성을 개시하는데, 반응 혼합물의 점도를 증가시켜 부울 수 없을만큼 물의 노출이 너무 클 수 없는 것으로 이해될 수 있다. 선택적으로, 반응 혼합물은 디부틸디라우릴틴, 디메틸딘디네오데카노트, 또는 티타늄 디이소프로폭사이드 비스(펜탄디오네이트)와 같은 촉매 또는 촉진제를 추가로 포함한다. 반응 혼합물은 무수 조건하에서 6개월 또는 심지어 그 이상 동안 저장될 수 있다. 이후, 반응 혼합물은 습기(바람직하게는 50-85% 상대습도)에 노출되어 원하는 하이브리드 재료를 형성한다.

[0034]

본 발명은 다음의 비-제한적인 실시예를 참조하여 이해될 수 있다.

[0035]

실시예 1: N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실릴사이클로펜탄과 3-이소시아네이트프로필트리메톡시실란의 반응



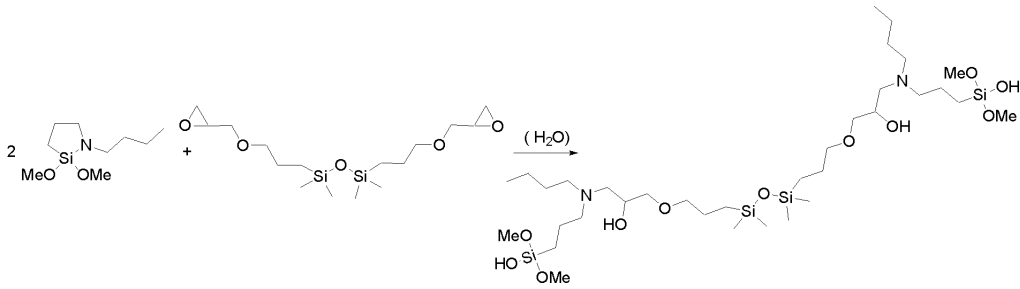
[0036]

[0037]

자석 교반기, 포트(pot) 온도계, 고무 격막(septum), 및 N<sub>2</sub> 버블러(bubbler)에 연결된 어댑터를 구비한 25 ml 3구 플라스크에 1.0 g(5 mmol)의 N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실릴사이클로펜탄을 충전하였다. 1.0 g(5 mmol)의 이소시아네이트프로필트리메톡시실란을 약 5분 후에 첨가하였다. 발열이 관측되지 않았고 혼합물은 액체로 남았다. 15분 동안 실온에서 교반한 후, 2방울의 물을 첨가하였으며, 포트 온도가 6°C 올랐고, 매우 점성의 액체가 형성되었다. 한 방울의 혼합물을 유리 슬라이드 위에 올려놓았고 열은 노란색 필름이 약 2시간 후에 형성되었다.

[0038]

실시예 2: N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄과 1,3-비스(글리시독시프로필)테트라메틸디실록산의 반응



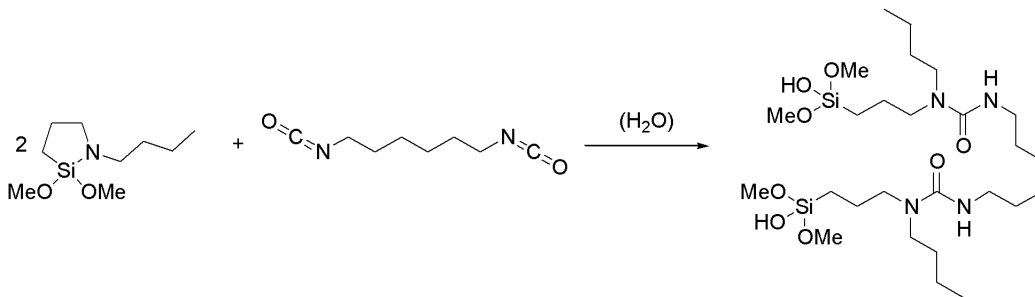
[0039]

[0040]

자석 교반기, 포트 온도계, 고무 격막, 및 N<sub>2</sub> 버블러에 연결된 어댑터를 구비한 250 ml 3구 플라스크에 40.7 g(0.2 mol)의 N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실릴사이클로펜탄을 충전하였다. 36.3 g(0.1 mol)의 1,3-비스(글리시독시프로필)테트라메틸디실록산을 15분에 걸쳐 첨가하였다. 발열이 관측되지 않았고 혼합물은 액체로 남았다. 2 시간 동안 실온에서 교반한 후, 3.6 g(0.2 mol)의 물을 첨가하였으며, 포트 온도가 10분에 걸쳐 20℃에서 31℃로 올랐고, 매우 점성의 액체가 형성되었다. 3시간 동안 실온에서 교반한 후, 포트 온도가 10분에 걸쳐 다시 6℃ 올랐고 겔 같은 재료가 형성되었다.

[0041]

실시예 3: N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄과 1,6-다이소시아네이토헥산의 반응



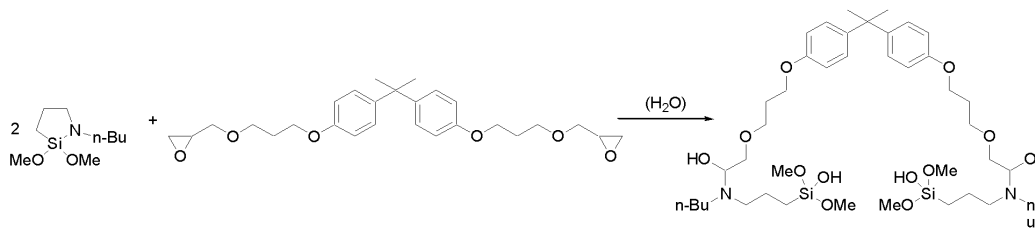
[0042]

[0043]

자석 교반기, 포트 온도계, 고무 격막, 및 N<sub>2</sub> 버블러에 연결된 어댑터를 구비한 25 ml 3구 플라스크에 1.0 g(5 mmol)의 N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실릴사이클로펜탄을 충전하였다. 0.4 g(2.5 mmol)의 1,6-다이소시아네이토헥산을 첨가하였다. 발열이 관측되지 않았고 혼합물은 액체로 남았다. 15분 동안 실온에서 교반한 후, 2방울의 물을 첨가하였으며, 포트 온도가 7℃ 올랐고, 매우 점성의 액체가 형성되었다. 한 방울의 혼합물을 유리 슬라이드 위에 올려놓았고 열은 노란색 고체가 약 2시간 후에 형성되었다.

[0044]

실시예 4: N-n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄과 비스페놀 A의 반응

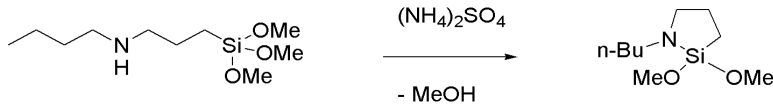


[0045]

[0046]

자석 교반기, 포트 온도계, 고무 격막, 및 N<sub>2</sub> 버블러에 연결된 어댑터를 구비한 250 ml 3구 플라스크에 20.3 g(0.1 mol)의 N-n-부틸-아자-실라사이클로펜탄을 충전하였다. 22.8 g(0.05 mol)의 비스페놀-A 프로폭실레이트 디글리시딜 에테르를 15분에 걸쳐 첨가하였다. 매우 약간의 발열이 관측되지 않았고(약 3℃) 혼합물은 액체로 남았다. 4시간 동안 실온에서 교반한 후, 0.8 g의 물을 첨가하였다. 포트 온도가 10분에 걸쳐 20℃에서 27℃로 올랐고, 매우 점성의 액체가 형성되었다. 1시간 동안 실온에서 교반한 후, 1.0 g의 물을 첨가하였으며, 포트 온도가 10분에 걸쳐 20℃에서 25℃로 올랐고, 고체 덩어리가 형성되었다.

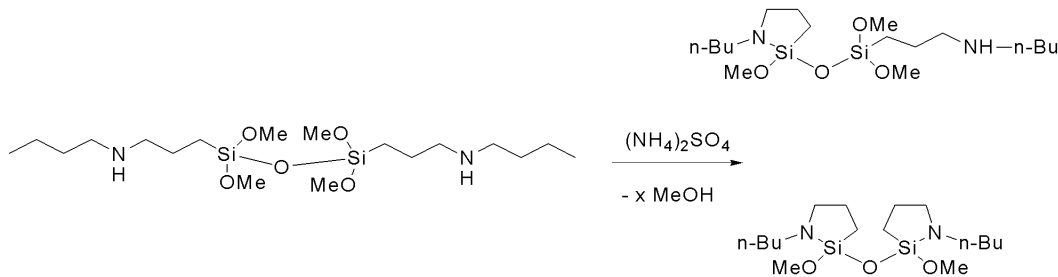
[0047] 실시예 5: n-부틸-아자-2,2-디메톡시실라사이클로펜탄의 형성



[0048]

[0049] 자석 교반기, 포트 온도계, 및 증류 헤드를 갖는 4피트 길이 패킹 칼럼을 구비한 2000 ml 3구 플라스크에 588.5 g(2.5 mol)의 n-부틸아미노-프로필트리메톡시실란 및 2.5 g의  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 를 충전하였다. 포트 혼합물을 160 내지 180°C에서 ~50 mmHg으로 20 내지 40시간에 걸쳐 가열하였다. 메탄올을 그 형성시에 포트에서 제거하였고 크루드 (crude) 생성물 혼합물을 리시버에 수집하였다. 크루드의 재-증류는 순수 타이틀 화합물을 제공하였다: 339 g(53%). FTIR 및 GC-MS는 생성물의 구조를 확인하였다. MS: m/z (%): 203 (M+, 7), 160(M+C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, 100).

[0050] 실시예 6: n-부틸-1-메톡시-1-(n-부틸아미노프로필디메톡시실록시)사이클로아자실란 및 비스(n-부틸-1-메톡시사이클로아자-1-실라사이클로펜틸)에테르의 형성



[0051]

[0052] 자석 교반기, 포트 온도계, 및 증류 헤드가 장착된 1피트 길이 패킹 칼럼을 구비한 2000 ml 3구 플라스크에 637.1 g(1.5 mol)의 1,3-디(n-부틸아미노)프로필-1,1,3,3-테트라메톡시디실록산 및 3.2 g의  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 를 충전하였다. 포트 혼합물을 160 내지 180°C에서 ~2 내지 5 mmHg에서 20 내지 40시간에 걸쳐 가열하였다. 메탄올을 그 형성시에 포트에서 제거하였다. 얻어진 포트 크루드를 180°C 미만의 포트 온도에서 0.3 mmHg로 증류함으로써 179 g(37%)의 모노사이클릭 및 바이사이클릭 화합물의 혼합물을 제공하였다; FTIR 및 GC-MS는 생성물의 구조를 확인하였다. 모노사이클릭의 MS: m/z (%), 392 (M+, 1%), 360(M+MeOH), 317(M+ - MeOH - C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, 100%). 바이사이클릭의 MS: m/z (%), 360(M+, 5%), 317(M+ - C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, 100%).

[0053] 상술한 실시형태에 대한 변경이 광범위한 본 발명의 개념에서 벗어나지 않고 이루어질 수 있음이 이 분야의 기술자에게 이해될 것이다. 따라서, 본 발명은 개시된 특정 실시형태에 제한되지 않는 것으로 이해되고, 첨부된 청구범위에 의해 특정된 본 발명의 정신 및 범위 내에서 변경을 포함하는 것으로 의도된다.