

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4744080号
(P4744080)

(45) 発行日 平成23年8月10日(2011.8.10)

(24) 登録日 平成23年5月20日(2011.5.20)

(51) Int.Cl.

F I

C O 8 G 77/388 (2006.01)

C O 8 G 77/388

請求項の数 17 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2003-521702 (P2003-521702)	(73) 特許権者	590001418
(86) (22) 出願日	平成14年8月12日 (2002.8.12)		ダウ コーニング コーポレーション
(65) 公表番号	特表2005-523342 (P2005-523342A)		DOW CORNING CORPORA TION
(43) 公表日	平成17年8月4日 (2005.8.4)		アメリカ合衆国 48686-0994
(86) 国際出願番号	PCT/EP2002/009821		ミシガン州 ミッドランド ウェスト サ ルツバーグ ロード 2200 ビーオー ボックス 994
(87) 国際公開番号	W02003/016380	(74) 代理人	100110423
(87) 国際公開日	平成15年2月27日 (2003.2.27)		弁理士 曾我 道治
審査請求日	平成17年7月21日 (2005.7.21)	(74) 代理人	100084010
(31) 優先権主張番号	0120058.3		弁理士 古川 秀利
(32) 優先日	平成13年8月17日 (2001.8.17)	(74) 代理人	100094695
(33) 優先権主張国	英国 (GB)		弁理士 鈴木 憲七

最終頁に続く

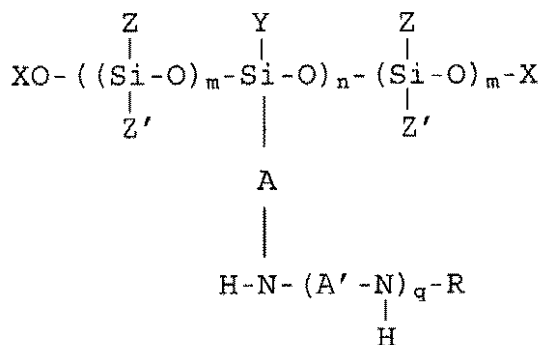
(54) 【発明の名称】 ポリシロキサン及びそれらの調製

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記式：

【化 1】



(式中、A 及び A' はそれぞれ独立して 1 ~ 6 個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルキレン基であり；

q = 0 ~ 4 であり；

R は、水素、1 ~ 4 個の炭素原子を有するアルキル基及びヒドロキシアルキル基からなる群より選択され；

Y はアルキル又はアリール基であり；
 Z 及び Z' は同じでも異なってもよく、それぞれアルキル又はアリール基であり；
 X は、水素又は 1 個以上のエーテル結合を任意に含有する脂肪族基であり、ただし、少なくとも 1 つの X は 8 ～ 30 個の炭素原子を有する脂肪族基であり；
 m = 4 ～ 1000 であり；
 n = 1 ～ 1000 である) のアミノ官能性ポリシロキサン。

【請求項 2】

アミノ基の 0.2 ～ 25 % が、カルボン酸塩形状にある請求項 1 に記載のアミノ官能性ポリシロキサン。

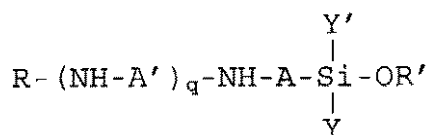
【請求項 3】

アミノアルキル基及び Si に結合した少なくとも 1 つのアルコキシ基を含有するアミノシラン (A) を、カルボン酸 (C)、シラノール官能性ポリシロキサン (B) 及び 8 ～ 30 個の炭素原子を有する脂肪族アルコールと反応させることを含み、カルボン酸 (C) のカルボン酸基とアミノシラン (A) のアミノ基とのモル比が 1 : 1 未満であるような量のカルボン酸 (C) であり、シラノール官能性ポリシロキサン (B) のシラノール基とアミノシラン (A) の Si に結合したアルコキシ基とのモル比が 1 : 1 より大きいような量のシラノール官能性ポリシロキサン (B) であり、これによりアミノシラン (A) が、(A) と (B) との間のシロキサン縮重合反応のための触媒として働くカルボン酸塩に部分的に転換される、アミノ官能性ポリシロキサンの調製方法。

【請求項 4】

アミノシラン (A) が下記式：

【化 2】



(式中、A 及び A' はそれぞれ独立して 1 ～ 6 個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルキレン基であり；q = 0 ～ 4 であり；R は、水素、1 ～ 4 個の炭素原子を有するアルキル基及びヒドロキシアルキル基からなる群より選択され；R' は、1 ～ 6 個の炭素原子を有するアルキル基及びアルコキシアルキル基からなる群より選択され；Y 及び Y' はそれぞれ独立して、基 - OR'、アルキル基、アリール基からなる群より選択される) を有する請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

アミノシラン (A) の基 Y が非置換アルキル基であり、基 Y' が式 - OR' である請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

アミノシラン (A) の結合 A 及び A' が、それぞれ独立して 2 ～ 4 個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルキレン基であり；q = 1 であり；R が水素である請求項 4 に記載の方法。

【請求項 7】

シラノール官能性ポリシロキサン (B) が、4 ～ 1000 の重合度の直鎖ヒドロキシル末端封鎖ポリジメチルシロキサンである請求項 3 に記載の方法。

【請求項 8】

シラノール官能性ポリシロキサン (B) が、メチル基と、アルキル基、アルケニル基、アリール基及びアラルキル基からなる群より選択される 2 ～ 30 個の炭素原子含有基とを含有する直鎖ヒドロキシル末端封鎖ポリオルガノシロキサンである請求項 3 に記載の方法。

【請求項 9】

カルボン酸 (C) が、ハロゲン又はヒドロキシル基である電子求引性部分によって置換

される請求項 3 に記載の方法。

【請求項 1 0】

カルボン酸 (C) が、乳酸及びフルオロアルカノイル酸からなる群より選択される請求項 9 に記載の方法。

【請求項 1 1】

カルボン酸が、6 ~ 20 個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸である請求項 3 に記載の方法。

【請求項 1 2】

カルボン酸 (C) のカルボン酸基とアミノシラン (A) のアミノ基とのモル比が、0 . 002 ~ 0 . 25 : 1 であるような量のカルボン酸 (C) である請求項 3 に記載の方法。

10

【請求項 1 3】

シラノール官能性ポリシロキサン (B) のシラノール基とアミノシラン (A) の Si に結合したアルコキシ基とのモル比が、1 . 2 ~ 2 . 0 : 1 であるような量のシラノール官能性ポリシロキサン (B) である請求項 3 に記載の方法。

【請求項 1 4】

アルコールを、アミノシラン (A) 、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) と共反応させる請求項 3 に記載の方法。

【請求項 1 5】

アルコールが、エーテルアルコール及びヒドロキシ末端ポリエーテルからなる群より選択される請求項 1 4 に記載の方法。

20

【請求項 1 6】

(A) と (B) との間の縮合反応が、60 ~ 140 の範囲の温度で行われる請求項 3 に記載の方法。

【請求項 1 7】

反応物を急冷するために、水及びアルコール末端封鎖剤からなる群より選択される物質が、10 分 ~ 24 時間の反応時間後に反応物に添加される請求項 3 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

[本発明の分野]

30

本発明は、アミノ官能性ポリシロキサン及びそれらの調製、並びにそれらを含むポリシロキサン組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

[本発明の背景]

アミノ官能性ポリシロキサンは、繊維潤滑剤として、並びに織物軟化剤及びしわ除去剤 (anti-wrinkle agent) として繊維産業において広く使用され、またヘアコンディショナーとしてパーソナルケア産業において、並びにスキンケア組成物においても使用される。

【0003】

アミノ官能性ポリシロキサンは、US - A - 5391675 に記載されているように、(i) 水酸化バリウム及び水酸化ストロンチウムから選択された少なくとも 1 つの化合物、及び (ii) シラノール末端オルガノポリシロキサン化合物及び少なくとも 1 つのケイ素に結合したアルコキシ又はアルコキシアルコキシ (alkoxyalkoxy) 基とアミノアルキル基とを有し、少なくとも 50 の温度で反応する有機ケイ素化合物を持つナトリウムのホウ酸塩及びリン酸塩から選択された少なくとも 1 つの化合物、の両方を含む触媒を混合することにより調製され得る。この方法は、アミノ官能性ポリシロキサンを調製するのに有効であるが、触媒残留物を除去するために徹底的な濾過段階を要求する。残留バリウムは、アミノ官能性での錯体形成のために、この方法を経て作製された材料中にしばしば存在する。これは、ある一定の応用において不利益であることがある。

40

【0004】

50

US - A - 5344906は、少なくとも1つのシラノール基を有する有機ケイ素化合物を第四級アンモニウムリン酸塩、ホウ酸塩、炭酸塩又はケイ酸塩と接触することを含む有機ケイ素縮合生成物の生成方法を記述している。ここで、ケイ素に結合した有機置換基は、アミノ、ハロゲン、メルカプト、ヒドロキシル、アミド又はエステル置換基により任意に置換された炭化水素基であり得る。

【0005】

US - A - 4633002は、触媒量の有機金属化合物の存在下、シラノール末端有機ケイ素化合物とアミノ官能性シラン化合物とを反応することを含むアミノ官能性有機ケイ素化合物の調製方法を記述している。

【0006】

WO - A - 99 / 06486及びUS - B - 6284860は、ブレンステッド又はルイス酸の存在下、オルガノポリシロキサンと、OH末端基と、少なくとも1つの第二級又は第三級アミン基を含有するアルコキシシランとを反応することによるアミノ官能性ポリシロキサンの調製を記述している。ブレンステッド又はルイス酸は、好ましくは酸性のリン酸エステルであるが、無機酸又はスルホン酸若しくはカルボン酸であり得、OH末端オルガノポリシロキサンのOH基に対して等量又はわずかな過剰量で使用され、アルコキシシランはOH末端オルガノポリシロキサンに対して化学量論的過剰量で添加される。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0007】

[本発明の要約]

アミノ官能性ポリシロキサンの調製のための本発明による方法は、アミノアルキル基及びSiに結合した少なくとも1つのアルコキシ基を含有するアミノシラン(A)を、カルボン酸(C)、及びシラノール官能性ポリシロキサン(B)、及び8~30個の炭素原子を有する脂肪族アルコールと反応させることを含み、カルボン酸(C)のカルボン酸基とアミノシラン(A)のアミノ基のモル比が1:1未満であるような量のカルボン酸(C)であり、シラノール官能性ポリシロキサン(B)のシラノール基とアミノシラン(A)のSiに結合したアルコキシ基のモル比が1:1より大きいような量のシラノール官能性ポリシロキサン(B)であり、これによりアミノシラン(A)が、(A)と(B)との間のシロキサン縮重合反応のための触媒として働くカルボン酸塩に少なくとも部分的に転換される。

【0008】

本発明の方法は、アミノ官能性ポリシロキサン反応生成物が望まれない触媒残留物を含有しないという利益を有する。触媒として働くアミンカルボン酸塩は、カルボン酸塩形状にあるアミン単位としてアミノ官能性ポリシロキサンに組み込まれる。アミンカルボン酸塩は、SiOH基とSiに結合したアルコキシ基との間の反応のための優れた触媒であり、SiOH基とSiOH基との反応を拡張するシロキサン鎖のための良好な触媒でもある。アミノ官能性ポリシロキサン反応組成物は濾過を要求せず、また生成物中のトリアルキルアミン臭気を発生する危険を有するアンモニウム塩触媒を分解するための熱処理も要求しない。アミノ官能性ポリシロキサンは、多数の応用における使用のために準備された透明な液体反応生成物として調製され得る。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

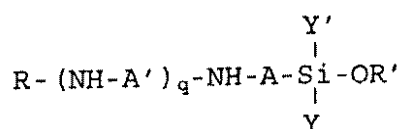
[本発明の詳細な説明]

アミノシラン(A)は、アミノアルキル基及びSiに結合した少なくとも1つのアルコキシ基を含有する。アミノアルキル基は、式 $R - (NH - A')_q - NH - A$ - のものが好ましい。ここで、A及びA'は、それぞれ独立して1~6個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルキレン基であり；q = 0~4であり；Rは水素又は1~4個の炭素原子を有するアルキル若しくはヒドロキシアルキル基である。最も好ましくは、Rは水素であり；q = 0又は1であり；A及びA'（もし存在するならば）は、それぞれ2~4個の炭素原子

を含有する。好ましいアミノアルキル基の例は、 $-(CH_2)_3NH_2$ 、 $-(CH_2)_4NH_2$ 、 $-(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH_2$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2NH(CH_2)_2NH_2$ 、 $-(CH_2)_3NHCH_2CH_2NH(CH_2)_2NH_2$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2NH(CH_2)_3NH_2$ 、 $-(CH_2)_3NH(CH_2)_4NH_2$ 及び $-(CH_2)_3O(CH_2)_2NH_2$ である。Si に結合したアルコキシ基は、不活性置換基又はエーテル結合のような結合を含有し得る。アミノシラン (A) は、好ましくは下記式を有する。

【0010】

【化1】



10

【0011】

ここで、A、A'、q 及び R は上記のように定義され；R' は 1 ~ 6 個の炭素原子を有するアルキル又はアルコキシアルキル基（例えばメチル、エチル、ブチル又はメトキシエチル）であり；Y 及び Y' は、それぞれ独立してアルキル又はアリール基である。最も好ましくは、直鎖ジオルガノシロキサンの調製に関して、アミノシラン (A) の基 Y は、メチルのような無置換アルキル基であり、基 Y' は式 $-OR'$ 、好ましくはメトキシ又はエトキシである。好ましいアミノシラン (A) の例は、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン $(CH_3O)_2(CH_3)Si-CH_2CH(CH_3)CH_2NH(CH_2)_2NH_2$ 及びアミノプロピルメチルジエトキシシラン $(C_2H_5O)_2(CH_3)Si-(CH_2)_3NH_2$ である。

20

【0012】

シラノール官能性ポリシロキサン (B) は、好ましくは直鎖ヒドロキシル末端封鎖ポリジオルガノシロキサン (linear hydroxyl-tipped polydiorganosiloxane) である。それは、例えば直鎖ヒドロキシル末端封鎖ポリジメチルシロキサンであり得、好ましくは 4 ~ 1000、最も好ましくは 10 ~ 100 の重合度の液体ポリジメチルシロキサンである。或いは、ポリシロキサン (B) は、2 ~ 30 個の炭素のアルキル基（例えばエチル、プロピル、ペンチル若しくはヘキシル）、置換アルキル基（例えば 3, 3, 3 - トリフルオロプロピル）又はアルケニル基（例えばビニル、アリル若しくはヘキセニル）、又はケイ素に結合したアリール基（例えばフェニル）若しくはアラルキル基（例えば 2 - フェニルプロピル）を含有し得る。そのような基は、例えば $-Si(CH_3)_2R''-O-$ 単位として、又は $-Si(R'')_2-O-$ 単位として存在してもよい。ここで R'' は、2 ~ 30 個の炭素のアルキル若しくはアルケニル、アリール又はアラルキルである。好ましくは、少なくとも 80 % の、全ケイ素に結合した置換基は、メチル基である。

30

【0013】

使用されるシラノール官能性ポリシロキサン (B) の量は、(B) のシラノール基とアミノシラン (A) の Si に結合したアルコキシ基のモル比が 1 : 1 よりも大きいもので十分である。これは、アミノ官能性アルコキシシラン (A) によるシラノール官能性ポリシロキサン (B) の単なるキャッピング (capping) よりも、鎖伸張重合が起こることを保証する。(B) のシラノール基とアミノシラン (A) の Si に結合したアルコキシ基のモル比は、好ましくは (1.2 ~ 2.0 : 1) の範囲にある。

40

【0014】

カルボン酸の選択は、アミノ官能性ポリシロキサン反応生成物の物理形状に影響し得るが、アミノシランと反応してカルボン酸塩触媒を形成する、反応中で使用されるカルボン酸は、広範囲のカルボン酸から選択され得る。カルボン酸は、例えば 1 又は 2 ~ 20 の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸であり得る。我々は、少なくとも 4 個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸が、透明な液体反応生成物を生成する利益を有することがわかった。透明な反応生成物を生成するための、6 ~ 20 個、特に 8 ~ 18 個の炭素原子を有する脂

50

肪族カルボン酸（例えばオクタン酸、デカン酸又はラウリン酸）の使用は、本発明の好ましい実施形態の一つである。1～3の個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸（例えば酢酸若しくはプロピオン酸）、又はヒドロキシルのような親水性基によって置換されたカルボン酸（例えば乳酸）が使用され得るが、如何なる共存溶媒の欠如下で、曇った(hazy)アミノ官能性ポリシロキサン反応生成物を形成してもよい。電子求引性部分（例えばフッ素若しくは塩素のようなハロゲン、又はヒドロキシル基）によって置換されたカルボン酸は、これらの酸から形成されたアミンカルボン酸塩触媒が、相当に減少した臭気を持つ生成物を生じるので、好ましいことがある。電子求引性部分により置換された酸の例は、乳酸、及びフルオロ酢酸若しくは4,4,4-トリフルオロブタン酸のようなフルオロアルカン酸である。

10

【0015】

カルボン酸は、アミノシラン(A)に対して、0.05～5、特に0.1又は0.2～1.0又は2.0重量%で好ましくは使用される。このレベルの添加で、(C)のカルボン酸基とアミノシラン(A)のアミノ基とのモル比は、1:1未満であり、一般的に0.002～0.25:1の範囲にある。従って、アミノシラン(A)のアミノ基の少ない割合だけ、例えばアミノ基の0.2～25%が、カルボン酸塩形状である。

【0016】

本発明による一つの好ましい方法において、アルコールは、アミノシラン(A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン(B)と共反応(co-react)される。アルコールは、末端封鎖(end-blocking)アルコキシ基のようなアミノ官能性ポリシロキサンに組み込まれるようになる傾向がある。アルコール基及びSi-OH基の間の反応は、Si-アルコキシ基及びSi-OH基の間の反応よりもよりゆっくりであるが、アルコールが分子量の調節剤として働くのには十分速い。アルコール又は如何なる他の鎖停止剤の欠如の下で、高分子量ヒドロキシ末端封鎖アミノ官能性ポリシロキサンが生成される。アルコールは、8～30個の炭素原子を有する脂肪族アルコール（例えばn-オクタノール、n-デカノール、オクタデカノール、セチルアルコール又は直鎖及び分枝鎖の12～16個の炭素原子のアルコールの商業用混合物）であり得る。6～20個の炭素原子を有する脂肪族カルボン酸を使用して透明な液体反応生成物を生成するとき、そのような高分子量脂肪族アルコールが好ましい。アルコールは、或いはエーテルアルコール（例えば2-メトキシプロパノール若しくは2-ブトキシエタノール）又はヒドロキシ末端ポリエーテル（例えばポリエトキシレート化脂肪性アルコール(polyethoxylated fatty alcohol)若しくはポリプロピレングリコールモノエーテル）であり得る。アミノシラン(A)と反応したカルボン酸は、1～3個の炭素原子を有するアルカン酸又はヒドロキシ置換カルボン酸であり、アルコールは、有利に2～4個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルカノール、特にイソプロパノール又はイソブタノールのような分枝鎖アルコールであり得る。2～4個の炭素のアルコールは、透明な液体アミノ官能性ポリシロキサン反応生成物を形成し得る共溶媒として働く。

20

30

【0017】

アミノシラン(A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン(B)の間の反応は、一般的に0～200の如何なる温度でも行われ得る。少なくとも50の温度が好ましく、最も好ましくは60～120又は200の温度である。そのような高温は、アミノシラン(A)とシラノール官能性ポリシロキサン(B)の最初の反応が、単一の多少妨害されたSiに結合したアルコキシ基で停止されたポリシロキサン(B)を形成するので、アミノシラン(A)がSiに結合した二つのアルコキシ基のみを有する反応に関して特に好ましい。その反応は、一般的に5 mbar～5 barの範囲の圧力、例えば大気圧で行われ得る；特に反応系からの揮発性副生成物（アミノ官能性アルコキシシランから放出したメタノール又はエタノールのような）の除去を促進する必要があるなら、少なくとも反応の後の部分が、減圧下（例えば10～400 mbar）で行われることがしばしば好ましい。

40

【0018】

50

アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) の間の反応は、ポリシロキサン (B) が、迅速な反応をできるように十分に低い粘度を一般的に有するので、薄めていない液相中で便利に行われ得る。その反応は、或いは、溶液、分散液 (dispersion) 又はエマルジョン中で行われ得る。アミノシロキサン生成物がエマルジョン中で使用されるようなら、エマルジョン中の反応が好ましいかもしれない；繊維潤滑剤、織物軟化剤及びしわ除去剤のような繊維処理剤は、しばしばエマルジョンから適用される。

【0019】

一つの好ましい方法において、アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) は、界面活性剤及び水と混合されてエマルジョンを形成し、そして (A) 及び (B) の間の縮合反応がエマルジョン中で行われ、それによってアミノ官能性ポリシロキサンのエマルジョンを形成する。界面活性剤は、例えば非イオン性、陰イオン性又は陽イオン性 (例えばエトキシレート化アルコール (ethoxylated alcohol) 又はフェノール非イオン性界面活性剤) であり得る。添加された界面活性剤の量は、例えばシラノール官能性ポリシロキサン (B) 及びアミノシラン (A) の全重量に対して少なくとも 0.2%、好ましくは少なくとも 0.5%、例えば 2% ~ 10% 又は 20% である。水は、二つの段階で好ましくは加えられる。アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) は、界面活性剤及び少量の水と最初に混合され、水エマルジョン (「濃厚相 (thick phase)」) 中に粘性オイルを形成する。この段階で加えられた水の量は、シラノール官能性ポリシロキサン (B) 及びアミノシラン (A) の全重量に対して、一般的に少なくとも 0.5% であり、好ましくは少なくとも 1% ~ 10% 又は 20% である。さらに、水が例えば 20% 又は 30% ~ 100% 又は 200% で続いて加えられ得、(A) 及び (B) の間の縮合反応を行うために適切な粘度の希釈エマルジョンを形成する。一般的に、アミノシラン (A)、カルボン酸、シラノール官能性ポリシロキサン (B)、界面活性剤及び水が、低温 (一般的に 50 以下、例えば室温) でエマルジョンを形成するように混合され、そのエマルジョンは 50 ~ 200、好ましくは 60 ~ 140 の範囲の温度に加熱されて縮合反応をもたらす。

【0020】

生成されたアミノ官能性ポリシロキサンのエマルジョンは、一般的に小さな粒径、例えば 500 nm 未満、しばしば 300 nm 未満のものである。もしアミノシラン (A)、カルボン酸、シラノール官能性ポリシロキサン (B)、界面活性剤及び水の混合物が、4 以下の pH、例えば 2 ~ 4 の範囲の pH、好ましくは約 3 の pH に酸性化されるなら、100 nm 以下、例えば 5 ~ 50 nm の粒径のエマルジョンであるマイクロエマルジョンを形成され得、それらは激しい混合の必要なしに形成する。そのような低 pH は、低 pKa のカルボン酸の使用によって及び / 又は低 pKa の酸官能性界面活性剤の使用によって達成され得る。

【0021】

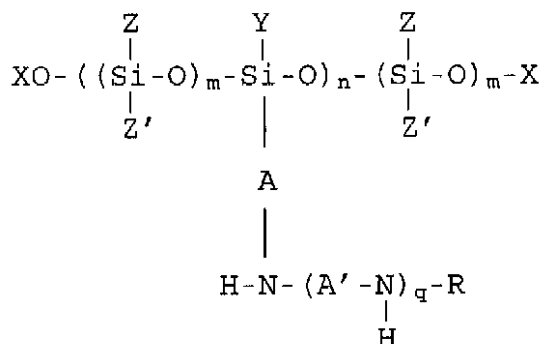
反応時間は、例えば 10 分 ~ 24 時間であり得る。急冷は必要ではないが、所望の時間の後に、水又はアルコール末端封鎖剤 (endblocker) を反応物に添加することによって反応物が急冷され得る。アルコール末端封鎖剤は、上記に記載されたアルコールから選択され得る。反応は、熱の除去により実質的に遅くされ得、もしアルコールのような分子量の調節剤が存在するなら平衡が到達される。もし水冷却が使用されるなら、生成物は分散液又はエマルジョンであり、その中でアミノ官能性ポリシロキサンは一般的に安定して分散される。

【0022】

アミンカルボン酸塩は、Si-OH 及び Si-アルコキシの間の反応のための高選択触媒であり、Si-O-Si の鎖切断及び平衡化に触媒作用を及ぼさないのので、生成されたアミノ官能性ポリシロキサンは、公知の方法により生成されたアミノ官能性ポリシロキサンよりも規則的な構造を有している。本発明により生成されたアミノ官能性ポリシロキサンは、下記の式を有する。

【 0 0 2 3 】

【 化 2 】



10

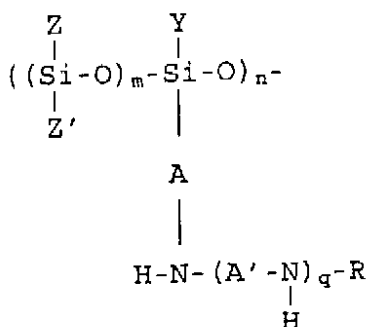
【 0 0 2 4 】

ここで A、A'、R 及び q は、上記のように定義され；Y はアルキル又はアリール基であり；Z 及び Z' は同じでも異なってもよく、それぞれアルキル又はアリール基であり；X は水素又は 1 個以上のエーテル結合を任意に含有する脂肪族基であり、ただし、少なくとも 1 つの X は 8 ～ 30 個の炭素原子を有する脂肪族基であり；m は 4 ～ 100 であり；n は 1 ～ 1000、好ましくは 2 ～ 100 である。最も好ましくは、Y、Z 及び Z' は、全てメチル基である。アミノ官能性ポリマーにおける大部分及び通常少なくとも 90 % の下記式の単位は、シラノール官能性ポリシロキサン (B) の鎖長 m を保持する。

20

【 0 0 2 5 】

【 化 3 】



30

【 0 0 2 6 】

アルコールが、アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) と共反応される場合、少なくとも 1 つ及び通常両方の X 基は、一般的にアルコールから誘導される。具体的には、アルコールが 8 ～ 30 個の炭素原子を有する脂肪族アルコールを用いると、アミノ官能性ポリシロキサンにおける各基 X は、通常 8 ～ 30 個の炭素原子を有する脂肪族基である。

40

【 0 0 2 7 】

アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) の間の反応は、もし望まれるなら液体有機又はシリコン非活性希釈剤の存在下で行われ得る。好ましい希釈剤は、375 m P a s 未満、例えば 5 ～ 100 m P a s の粘度を有する非活性ポリシロキサンである。そのようなポリシロキサンの例は、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサン、テトラデカメチルヘキサシロキサン若しくはヘキサデカメチルヘプタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン若しくはドデカメチルシクロヘキサシロキサン、ヘプタメチル - 3 - { (トリメチルシリル) オキシ

50

}-トリシロキサン (M_3T)、ヘキサメチル-3,3,ビス{(トリメチルシリル)オキシ}トリシロキサン (M_4Q) 若しくはペンタメチル{(トリメチルシリル)オキシ}シクロトリシロキサン、又は非活性(例えばトリメチルシリル末端)ポリジメチルシロキサンを含む。少なくとも5個のケイ素原子を有する環状ポリシロキサン、特にデカメチルシクロペンタシロキサン ($D5$) が、特に好ましい。皮膚接触使用のために、オクタメチルシクロテトラシロキサン ($D4$) の存在を避けることが時には好ましい。本発明の方法は、アミンカルボン酸塩が $Si-OH$ 及び Si -アルキルの間の反応のための高選択触媒であり、 $Si-O-Si$ 結合の鎖切断及び平衡化に触媒作用を及ぼさないという利益を有している。従って、反応は、如何なるシクロテトラシロキサン副生成物の形成なしに、 $D5$ 又はトリメチルシリル末端ポリジメチルシロキサンのような非活性シロキサンにおいて行われ得る。

10

【0028】

液体有機又はシリコーン非活性希釈剤は、反応の開始から存在され得るか、又は反応の間に添加され得る。非活性希釈剤の使用は、高分子量及び高粘度のアミノ官能性ポリシロキサンを含有する取扱いが容易な組成物を生成できる。10 Pa・s より大きい、好ましくは20 Pa・s より大きく100 Pa・s 以上までの粘度のアミノ官能性ポリシロキサンは、繊維及びパーソナルケアでの応用に適切な粘度の溶液又は分散液として調製され得る。少なくとも5個のケイ素原子を有し、且つ375 mPa・s 未満の粘度を有する非活性環状ポリシロキサン中のそのような高粘度アミノ官能性ポリシロキサンの溶液は、新規且つ有用な組成物である。非活性希釈剤がシリコーンであるような場合、生成物は一般的にアミノ官能性ポリシロキサンの溶液である。これらの高粘度アミノ官能性ポリシロキサンは、特にヘアのコンディショニングにおいて、及び繊維潤滑剤として特に有用である。

20

【0029】

高分子量アミノ官能性ポリシロキサンを生成するとき、調製の後の段階の間にいくつかの反応物を除去することが好まれるかもしれない。例えば、アミノシラン (A)、カルボン酸及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) は、鎖停止剤として働くアルコールの存在下で最初に反応され得る。シリコーン非活性希釈剤は、反応の間に添加され得る。反応は、それから継続され、アミノ官能性ポリシロキサンの鎖長を増加させ得る。そのような継続された反応は、例えば高温及び/又は減圧で行われて、アルコールの除去を促進する。液体有機又はシリコーン非活性希釈剤の量は、アミノシラン (A) 及びシラノール官能性ポリシロキサン (B) の全重量に対して、例えば10~2000重量%、好ましくは20~500重量%存在し得る。その結果としての非活性希釈剤中のアミノ官能性ポリシロキサンの溶液は、もし要求されるなら使用のために、さらに希釈され得る。

30

【0030】

375 mPa・s 未満の粘度を有する非活性ポリシロキサンに溶解した、ケイ素に結合した少なくとも1つの式 $R-(NH-A')$ _q-NH-A- の基を有する実質的に直鎖のアミノ官能性ポリジオルガノシロキサンを含むポリシロキサン組成物生成物(ここで A 、 A' 、 R 及び q は上記のように定義され、少なくとも10 Pa・s の粘度を有する)は、ヘアコンディショニング又は繊維処理における使用のための価値のある生成物である。アミノ官能性ポリシロキサンと非活性ポリシロキサンの重量比は、好ましくは10:1~1:50である。もし $D4$ が組成物の生成において使用されないなら、組成物の $D4$ 含有量は、一般的に存在するシリコーン材料の0.25重量%未満、通常0.1重量%未満、しばしば0.01重量%未満である。

40

【0031】

本発明により生成されたアミノ官能性ポリジオルガノシロキサンは、一般的に繊維潤滑剤(例えばポリエステル、ポリアミド、アクリル、コットン又はウール繊維のための)として、及び織物軟化剤及び/又はしわ除去剤として繊維産業で使用され得、またヘアコンディショナーとして及びヘアシャンプー及びスキンケア組成物におけるパーソナルケア産業でも使用され得、さらに艶出し剤又は保護コーティングの成分としても使用され得る。

50

。特に、ヘアのためのコンディショニング剤として使用されるとき、本発明により生成されたアミノ官能性ポリジオルガノシロキサンは、濡れたヘアを、ヘアにくしをかけ、より柔軟に乾かすことが容易であり、ヘアに油じみた特性を与えることなく容易にくしをかけさせる。

【 0 0 3 2 】

アミノ官能性ポリジオルガノシロキサンは、有機溶媒溶液中で、又は水溶液若しくは分散液中で使用され得、遊離アミン又は塩形状（例えば形成されたアミノ官能性ポリジオルガノシロキサンにカルボン酸を添加することによって生成された塩化物塩又はカルボン酸塩）で使用され得る。アミノ官能性ポリシロキサンを含有する組成物は、界面活性剤、増粘剤、レオロジー修正添加剤(rheology modifying additive)、香料、ワックス、緩和剤(10 emollient)、洗浄剤、潤滑油、電解質、風味剤、殺生物剤、薬剤又は化粧品活性材料のような付加的成分を含有し得る。

【 0 0 3 3 】

アミノ官能性ポリシロキサンは、形成された後に、反応により化学的に修飾され得る。そのような修飾は、例えば繊維処理剤の調製において公知である。それは、例えばラクトン、特に、US - A - 5 8 2 4 8 1 4 に記載されている条件の下、 γ -カプロラクトン又は γ -ブチロラクトンのような3～8個の環状炭素原子を有する γ -ヒドロキシカルボン酸のラクトンと反応し、式 $-N-C(O)-(CH_2)_x-OH$ （ここでxは2～7である）のヒドロキシアミド基を有するポリマーを形成し得る。アミノ官能性ポリシロキサンは、エポキシドと反応され、 γ -ヒドロキシアミン基を含有するポリマーを形成し得る。20 例えばUS - A - 5 3 5 2 8 1 7 で記載されているように、アミン官能性ポリシロキサンは、エチレンオキシドと反応され、 $-NH-CH_2CH_2OH$ 基を形成し、グリシドールと反応され、 $-NH-CH(CH_2OH)_2$ 基を形成する。或いは、アミン官能性ポリシロキサンは、マイケル型付加においてアクリレート又は他の活性 $C=C$ 結合と反応され得る。例えばアミン官能性ポリシロキサンは、ヒドロキシアクリレートと反応され、 $-NH-CH_2-CH_2-COO-C_2H_4OH$ 基を形成する。アミン官能性ポリシロキサンは、US - A - 5 1 6 4 5 2 2 において記載されたようなジメチル硫酸塩のようなアルキル化剤との反応により四基化(quaternise)され得る。

【実施例】

【 0 0 3 4 】

本発明は、以下の実施例により説明される。

[実施例 1]

おおよそ60 cP (90 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(5.0 g)、酢酸(0.5 g)及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール(5.1 g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85℃に加熱した。反応混合物は、それから減圧(100 mbar)下、4時間、85℃で揮発性成分を除去した。その結果として生じた曇った流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1265 cPの粘度を有していた。40

【 0 0 3 5 】

[実施例 2]

おおよそ60 cP (90.2 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(5.2 g)、オクタン酸(1.0 g)及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール(5.1 g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、1時間、85℃に加熱した。反応混合物は、それから減圧(25 mbar)下、1時間、85℃で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、798 cPの粘度を有していた。50

【 0 0 3 6 】

[実施例 3]

おおよそ 60 cP (80 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (5 . 2 g)、オクタン酸 (1 . 0 g) 及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール (15 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (50 m b a r) 下、2 時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、586 cP の粘度を有していた。

10

【 0 0 3 7 】

[実施例 4]

おおよそ 60 cP (400 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (25 g)、オクタン酸 (5 . 0 g) 及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール (100 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、4 時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (50 m b a r) 下、2 時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、210 cP の粘度を有していた。

20

【 0 0 3 8 】

[実施例 5]

おおよそ 60 cP (95 . 2 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (3 . 2 g)、オクタン酸 (0 . 13 g) 及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール (1 . 7 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、4 時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (100 m b a r) 下、4 時間、85 で揮発性成分を除去した。4 時間後、反応を停止させ、透明なアミノ官能性シロキサンを生じた。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、903 cP の粘度を有していた。

30

【 0 0 3 9 】

[実施例 6]

おおよそ 60 cP (95 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (3 . 3 g)、ヘプタフルオロノナン酸 (0 . 5 g) 及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール (15 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、3 時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (100 m b a r) 下、3 時間、100 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1222 cP の粘度を有していた。

40

【 0 0 4 0 】

[実施例 7]

おおよそ 60 cP (259 . 1 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (15 . 5 g)、オクタン酸 (0 . 88 g) 及び $C_{13} \sim C_{15}$ の脂肪族アルコール (18 . 3 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (20 m b a r) 下、6 時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、 $C_{13} \sim C_{15}$ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーで

50

あった。そのポリマーは、6099 cPの粘度を有していた。

【0041】

[実施例8]

おおよそ60 cP (98 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (1.99 g) 及びオクタン酸 (0.50 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (20 mbar) 下、2時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、10690 cPの粘度を有していた。

10

【0042】

[実施例9]

おおよそ60 cP (139.8 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (7.35 g)、乳酸 (0.10 g) 及びC₁₃~C₁₅の脂肪族アルコール (2.59 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (100 mbar) 下、2時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた曇った流体は、C₁₃~C₁₅のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1297 cPの粘度を有していた。

20

【0043】

[実施例10]

おおよそ60 cP (349.3 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (18.38 g)、乳酸 (0.37 g) 及びC₁₃~C₁₅の脂肪族アルコール (7.35 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (140 mbar) 下、2時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた曇った流体は、C₁₃~C₁₅のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1779 cPの粘度を有していた。

30

【0044】

[実施例11]

おおよそ60 cP (314.1 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (16.52 g)、乳酸 (0.33 g)、C₁₃~C₁₅の脂肪族アルコール (6.60 g) 及びイソプロパノール (37.5 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、80 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (200 mbar) 下、2時間、100 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、C₁₃~C₁₅のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、2556 cPの粘度を有していた。

40

【0045】

[実施例12]

おおよそ60 cP (139.1 g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (7.35 g)、乳酸 (0.25 g) 及びイソプロパノール (14 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、80 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (100 mbar) 下、4時間、85 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、5136 cPの粘度を有していた。

50

【 0 0 4 6 】

[実施例 1 3]

おおよそ 60 c P (1 3 9 . 1 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (7 . 3 5 g)、乳酸 (0 . 2 5 g) 及びイソプロパノール (1 4 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、8 0 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (1 0 0 m b a r) 下、8 時間、8 5 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、9 8 0 0 5 1 c P の粘度を有していた。

【 0 0 4 7 】

[実施例 1 4]

おおよそ 60 c P (9 8 . 3 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノプロピルメチルジメトキシシラン (3 . 2 g) 及びオクタン酸 (0 . 5 3 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、8 5 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (2 0 0 m b a r) 下、3 時間、1 0 0 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1 0 6 4 c P の粘度を有していた。

【 0 0 4 8 】

[実施例 1 5]

おおよそ 60 c P (1 3 9 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (7 . 3 5 g)、乳酸 (0 . 2 5 g)、イソプロパノール (1 4 . 1 g) 及びヘキサデカノール (2 0 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、8 5 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (1 0 0 m b a r) 下、4 時間、8 5 で揮発性成分を除去した。その結果として生じた流体は、C₁₆ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、4 0 ~ 5 0 の間の融点を持つ低融点ワックス様材料であった。

【 0 0 4 9 】

[実施例 1 6]

おおよそ 60 c P (2 3 7 . 6 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (5 . 3 7 g)、乳酸 (0 . 6 1 g) 及びイソプロパノール (3 0 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、8 5 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (1 0 0 m b a r) 下、4 時間、8 5 で揮発性成分を除去し、C₁₃ ~ C₁₅ の脂肪族アルコール (2 7 g) を添加した。反応混合物は、それから 8 5 、1 0 0 m b a r でもう 2 時間、揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、C₁₃ ~ C₁₅ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1 7 9 5 c P の粘度を有していた。

【 0 0 5 0 】

[実施例 1 7]

おおよそ 60 c P (2 7 5 . 5 g) の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン (9 . 5 4 g)、乳酸 (2 . 6 7 g)、イソプロパノール (3 3 g) 及び C₁₃ ~ C₁₅ の脂肪族アルコール (4 . 9 5 g) を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2 時間、8 5 に加熱した。反応混合物は、それから減圧 (1 0 0 m b a r) 下、4 時間、8 5 で揮発性成分を除去し、C₁₃ ~ C₁₅ の脂肪族アルコール (1 0 g) を添加した。反応混合物は、それから 8 5 、1 0 0 m b a r でもう 2 時間、揮発性成分を除去した。その結果として生じた透明な流体は、C₁₃ ~ C₁₅ のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そ

10

20

30

40

50

のポリマーは、1516cPの粘度を有していた。

【0051】

[実施例18]

おおよそ60cP(98g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノプロピルメチルジエトキシシラン(2.0g)及びオクタン酸(0.1g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85℃に加熱した。反応混合物は、それから減圧(200mbar)下、4時間、100℃で揮発性成分を除去し、水(10%w/w)を添加した。その結果として生じた乳状の白色流体は、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、1159cPの粘度を有していた。

10

【0052】

[実施例19]

おおよそ60cP(96.7g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(1.99g)、オクタン酸(0.33g)及びC₁₃~C₁₅の脂肪族アルコール(1.24g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85℃に加熱した。反応混合物は、それから減圧(100mbar)下、5時間、85℃で揮発性成分を除去し、水(10%w/w)を添加した。その結果として生じた乳状の白色流体は、C₁₃~C₁₅のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基の混合物で末端キャップされたアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、4615cPの粘度を有していた。

20

【0053】

[実施例20]

おおよそ60cP(139g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(7.35g)、プロパン-2-オール(14g)及び乳酸(0.25g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下で、2時間還流した。プロパン-2-オールを、それから減圧(100mbar)下で除去した。1時間後、デカメチルシクロペンタシロキサン(146.35g)を添加し、反応を85℃/100mbarで続けた。6.5時間後、反応を止めた。その結果として生じた、デカメチルシクロペンタシロキサン中のアミノ官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーの溶液は、60000cPの粘度を有していた。²⁹Si NMR分析は、オクタメチルシクロテトラシロキサンの形成を示さなかった。

30

【0054】

[実施例21]

おおよそ60cP(170g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(10.1g)及びオクタン酸(2.0g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰め、窒素下、2時間、85℃に加熱した。反応混合物は、それから減圧(100mbar)下、4時間、85℃で揮発性成分を除去した。反応混合物を、それから50℃に冷却し、グリシドール(8.0g)を添加した。反応を50℃で4時間保持し、それから85℃に加熱し、もう2時間この温度で保持した。その結果として生じた透明な流体は、C₁₃~C₁₅のアルコキシ、メトキシ及びシラノール末端基で末端キャップされたアミノポリオール官能性ポリジメチルシロキサンコポリマーであった。そのポリマーは、25000cPの粘度を有していた。

40

【0055】

[実施例22]

おおよそ60cP(170g)の粘度を持つシラノール末端封鎖ポリジメチルシロキサン、アミノエチルアミノイソブチルメチルジメトキシシラン(10.1g)及びオクタン酸(5.0g)を、凝縮器及び温度計を備えた三口フラスコに詰めた。その反応物を、室温で、2時間撹拌した。2時間後、上記冷間混合物(cold-blend)(15.0g)を、ソ

50

フタノール(Softanol) 50 (3 g) 及びソフタノール 70 (6 g) と 10 分間混合し、その後、水 (7 . 2 g) を添加した。ソフタノール 50 及びソフタノール 70 は、それぞれ 5 及び 7 個のエチレンオキシド基を持つエトキシレート化 $C_{12} \sim C_{14}$ の第 2 級アルコール界面活性剤である。結果として生じた濃厚相を、さらに 10 分間攪拌し、さらに水 (68 . 5 g) を 1 時間にわたって添加した。水の添加の完了と同時に、酢酸 (0 . 25 g) を添加し、結果として生じるマイクロエマルジョンを、減圧 (400 m b a r) 下で、さらに 6 時間、85 に加熱し、アミノ官能性シロキサンマイクロエマルジョンを生じた。

。

フロントページの続き

(74)代理人 100111648

弁理士 梶並 順

(74)代理人 100118072

弁理士 醍醐 美知子

(72)発明者 ウェストール、スティーヴン

イギリス国、サウス・グラモーガン・シーエフ 6 3 ・ 1 イーピー、バリー、ブルックフィールド・
アベニュー 4 3

(72)発明者 サージェナー、エイヴリル

イギリス国、カーディフ・シーエフ 2 3 ・ 8 ピーピー、ゲートサイド・クローズ 7

(72)発明者 ハップフィールド、ピーター・チェシャー

イギリス国、カーマーセン・エスエイ 3 3 ・ 6 エイエイ、トレヴォーン、ヘンフィッチ・ロード、
パーク・ワイ・ゲリ

審査官 吉備永 秀彦

(56)参考文献 特開昭 6 0 - 1 7 7 0 2 4 (J P , A)

特開 2 0 0 0 - 1 9 8 8 5 2 (J P , A)

特開平 0 7 - 0 1 1 0 0 0 (J P , A)

米国特許第 0 6 2 8 4 8 6 0 (U S , B 1)

米国特許第 0 4 6 3 3 0 0 2 (U S , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C08G 77/00- 77/62

CA/REGISTRY(STN)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)