

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-152176

(P2014-152176A)

(43) 公開日 平成26年8月25日(2014.8.25)

(51) Int.Cl. F 1 テーマコード (参考)
C 0 7 F 7/18 (2006.01) C O 7 F 7/18 Y 4 H O 4 9

審査請求 有 請求項の数 6 O L 外国語出願 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2014-2159 (P2014-2159)	(71) 出願人	390008969
(22) 出願日	平成26年1月9日 (2014.1.9)		ワッカー ケミー アクチエンゲゼルシャ フト
(31) 優先権主張番号	10 2013 201 851.7		Wacker Chemie AG
(32) 優先日	平成25年2月5日 (2013.2.5)		ドイツ連邦共和国 ミュンヘン ハンスー ザイデループラッツ 4
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		Hanns-Seidel-Platz 4, D-81737 Muenchen , Germany
		(74) 代理人	110001173
			特許業務法人川口国際特許事務所
		(72) 発明者	コンラート・マウトナー
			ドイツ国、84489・ブルクハウゼン、 ベートーベンシュトラッセ・11
		Fターム(参考)	4H049 VN01 VP11 VQ79 VR22 VR42 VS12 VW02 VW14

(54) 【発明の名称】 管束反応器中でのオルガノクロロシランの加水分解

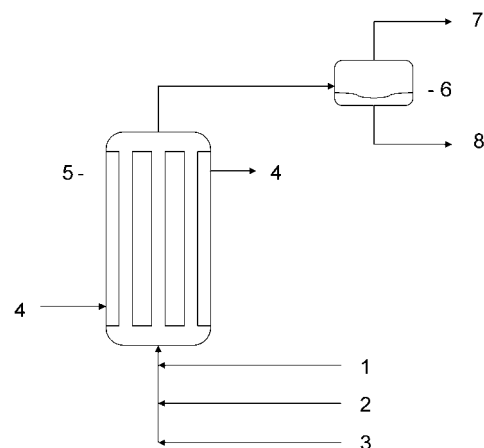
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】熱伝達においてより経済的および効果的であり、また極めてより制御しやすい、オルガノクロロシランを加水分解するための方法の提供。

【解決手段】管束反応器中でオルガノクロロシランと水を反応させてポリオルガノシロキサンおよび塩化水素を含有する粗製加水分解物を形成することを含む、オルガノクロロシランを加水分解するための方法。前記管束反応器中の熱伝達は管の周りを通過する熱媒体を介して行われ、反応温度が20～150で反応圧力が0.5～10バールで水が飽和塩酸の形態で使用され、原料及び反応物の反応器中の滞留時間が0.5秒から15分である方法。

【選択図】 図1

Fig. 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

オルガノクロロシランを加水分解するための方法であって、管束反応器中でオルガノクロロシランと水を反応させて、ポリオルガノシロキサン含有粗製加水分解物および塩化水素を形成することを含む、方法。

【請求項 2】

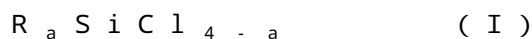
請求項 1 に記載の方法であって、前記管束反応器中の熱伝達が、管の周りを通過させる熱伝達媒体を介して行われる、方法。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 のいずれかに記載の方法であって、反応温度が、0.5 パールから 10 パールにおいて 20 から 150 の範囲である、方法。

【請求項 4】

請求項 1 から 3 のいずれかに記載の方法であって、使用するオルガノクロロシランが、一般式 I :



(式中、

R は、水素、1 - 12 個の炭素原子のアルキル、または 6 - 12 個の炭素原子のアリールであり、および

a は、1、2 または 3 である。)

を有する、方法。

【請求項 5】

水が飽和塩酸の形態で使用される、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

請求項 1 から 5 のいずれかに記載の方法であって、前記反応器中の滞留時間が、0.5 秒から 15 分の範囲である、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、管束反応器中でオルガノクロロシランを加水分解するための方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ガス状の塩化水素の放出によるオルガノクロロシラン、特にジメチルジクロロシランの加水分解は、熱エネルギーの供給を必要とする。通常、加水分解は、シラン、供給水または供給塩酸のための予熱器を用いて行なわれる。

【0003】

DD 217813、US 2758124 (添付図中)、US 7208617 または EP 876419 は、入熱について詳述することなく、オルガノクロロシランの加水分解のための環状の装置について記載している。US 6225490 は、内部攪拌機を備えた容器として加水分解反応器を例示している。エネルギー入力については、記載されていない。US 7479567 は、飽和塩酸が加熱または蒸発される連続蒸発器を通してエネルギーが入力される反応カラム中で加水分解するための方法について記載している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】旧東独国特許第 217813 号明細書

【特許文献 2】米国特許第 2758124 号明細書

【特許文献 3】米国特許第 7208617 号明細書

【特許文献 4】欧州特許第 876419 号明細書

【特許文献 5】米国特許第 6225490 号明細書

【特許文献 6】米国特許第 7479567 号明細書

10

20

30

40

50

【発明の概要】

【0005】

本発明は、管束反応器中でオルガノクロロシランと水を反応させてポリオルガノシロキサンを含有する粗製加水分解物および塩化水素を形成することを含む、オルガノクロロシランを加水分解するための方法を提供する。

【0006】

オルガノクロロシランを加水分解するための既存の方法と対比して、この加水分解は、環状の装置で行なわれておらず、または単独の入熱手段を備えたカラムで行なわれていない。

【発明の効果】

10

【0007】

この方法は、熱伝達においてより経済的および効果的であり、また極めてより制御しやすい。管束反応器は、必要な加水分解を確実にし、同時に適切なエネルギー入力を確実にする。特に温度制御がより均一にされ得る。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】一例としてオルガノクロロシランを加水分解するための方法を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

管束反応器中でオルガノクロロシランを加水分解するための方法は、複数の並列接続された管の中で起こる。管の長さおよび数は、伝達すべきエネルギーの量によって決まり、言い換えると、加水分解すべきオルガノクロロシランの量および放出されるガス状の塩化水素の量によって決まる。管束反応器中の管の数は、好ましくは5から100の範囲であり、特に10から50の範囲である。

20

【0010】

管は、任意の所望の幾何学的形状であってよい。管は、ほぼ円形の径を有していることが好ましい。これらは、まっすぐで、並列に配置されていることが好ましい。

【0011】

管の内径は、好ましくは10mmから150mmであり、特に15mmから45mmである。

30

【0012】

管の長さは、好ましくは0.5mから10mであり、特に1mから5mである。

【0013】

管束反応器は、垂直に設置されていることが好ましい。

【0014】

管束反応器中での熱伝達は、管の周りを並流または向流で通過している熱伝達媒体を介して行われる。

【0015】

使用する熱伝達媒体は、任意の従来の熱伝達流体であってよく、特に油であり、好ましくは0.5パールから20パールの蒸気が好ましい。

40

【0016】

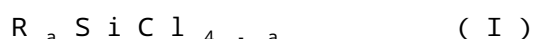
管は、濃塩酸に耐性がある材料で構成されていることが好ましく、それらの例は、タンタル、ジルコニウム、炭化ケイ素、および好ましくはグラファイトである。

【0017】

反応温度は、好ましくは20 から150 であり、特に45 から85 である。反応圧力は、好ましくは0.5パールから10パールであり、より好ましくは2パールから6パールである。

【0018】

使用するオルガノクロロシランは、好ましくは一般式I：



50

を有し、式中、

R は、水素、1 - 12 個の炭素原子のアルキル、または 6 - 12 個の炭素原子のアリールであり、および

a は、2 または 3 である。

【0019】

R の好ましい意味は、水素、メチルおよびフェニルである。

【0020】

ジメチルジクロロシラン、メチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン、メチルトリクロロシランおよびジメチルクロロシラン、またはそれらの混合物から選択されたオルガノクロロシランを使用することが好ましい。ジメチルジクロロシランが特に使用される。

10

【0021】

加水分解プロセスは、溶媒を用いてさらに実施することができる。

【0022】

オルガノクロロシラン 100 重量部当りに使用する溶媒の量は、好ましくは 50 重量部以下であり、特に 20 重量部以下である。溶媒は、5 から 20 個の炭素原子の脂肪族および芳香族炭化水素ならびに低粘度シロキサン混合物から選択されることが好ましい。シロキサンの例は、シクロジメチルポリシロキサン、シクロポリメチルシロキサン、トリメチルシリル末端停止オリゴジメチルシロキサン、ヒドロキシ末端停止オリゴジメチルシロキサンである。溶媒は使用しないことが好ましい。

20

【0023】

酸を含まない形態で使用する水、または希塩酸として使用する水は、最高、オルガノクロロシラン内で加水分解を行う塩素の化学量論量まで使用する。使用する水の量は、加水分解される塩素にとって化学量論的に必要な量の 95 モル% 以下であることが好ましい。水を飽和塩酸形態で使用する場合、過剰水を使用することも可能である。

【0024】

供給ポイントおよび時間で効果がある圧力および温度で水を飽和塩酸として使用することが好ましい。

【0025】

オルガノクロロシランと、塩酸の形態であってもよい水と、溶媒を使用する場合は任意の溶媒とを、好ましくは 10 から 80 で反応器の上流で混合し、混合物として反応器中に供給する。混合は、反応器のすぐ上流で行なうことが好ましい。供給ポイントの順番は、本発明の方法にとって重要ではない。

30

【0026】

反応器中の混合物の滞留時間は、好ましくは 0.5 秒から 15 分であり、特に 0.5 秒から 4 分である。

【0027】

反応過程で形成する塩化水素は、飽和塩酸を使用した場合、ガス状の形態で得られる。水および希塩酸を使用した場合、塩化水素は、その飽和限界を超えるまで塩酸に溶解する。加水分解を行う塩素に対して準化学量論量の水を使用する場合、反応器からガス状の塩化水素だけが取り出され、塩酸が取り出されないように方法を実行し得る。

40

【0028】

粗製加水分解物は、ポリオルガノシロキサンおよび非転換オルガノクロロシランから選択される成分を含有していることが好ましい。

【0029】

粗製加水分解物中のポリオルガノシロキサンは、環状および直鎖状の、塩素を含有する、または塩素を含有しない、オリゴおよびポリオルガノシロキサンから選択されることが好ましい。

【0030】

粗製加水分解物中のオリゴおよびポリオルガノシロキサンは、両側がヒドロキシ末端も

50

しくは塩素末端である、またはそれぞれ一端がヒドロキシ末端であり、もう一端が塩素末端である短鎖シロキサン、ならびに環状シロキサンから選択されることが好ましい。粗製加水分解物は、圧力および温度に応じて溶解した塩化水素も含有している。

【0031】

塩酸を含む、または含まない、粗製加水分解物および塩化水素の反応混合物は、反応器から出るとすぐ、相分離手段で気相および液相に分離され、次いで従来の方法でさらに処理されることが好ましい。

【0032】

図1は、一例としてオルガノクロロシランを加水分解するための方法を示している。

【0033】

ライン1によって供給されたオルガノクロロシラン、ライン2によって供給された溶媒およびライン3によって供給された水または塩酸は、混合され、加熱されてから管束反応器5に入れられる。管束反応器5の中では、オルガノクロロシランは、水を用いて加水分解されて、ポリオルガノシロキサンを含有する粗製加水分解物および塩化水素が形成される。管束反応器5は、熱伝達媒体4を介して熱が供給される。塩酸を含む、または含まない、粗製加水分解物および塩化水素の反応混合物は、管束反応器5から出て、相分離手段6中でガス状の塩化水素7と加水分解物および任意の塩酸の液体混合物8に分離される。

【0034】

前述の式中における前述したすべての記号は、互いに単独でそれぞれの意味を有する。特に断りがない限りにおいては、量またはパーセント値は、いずれも重量によるものであり、圧力は、いずれも0.10MPa（絶対値）であり、温度は、いずれも20である。

【符号の説明】

【0035】

- 1 オルガノクロロシラン
- 2 溶媒
- 3 水または塩酸
- 4 熱伝達媒体
- 5 管束反応器
- 6 相分離手段
- 7 ガス状の塩化水素
- 8 加水分解物および任意の塩酸の液体混合物

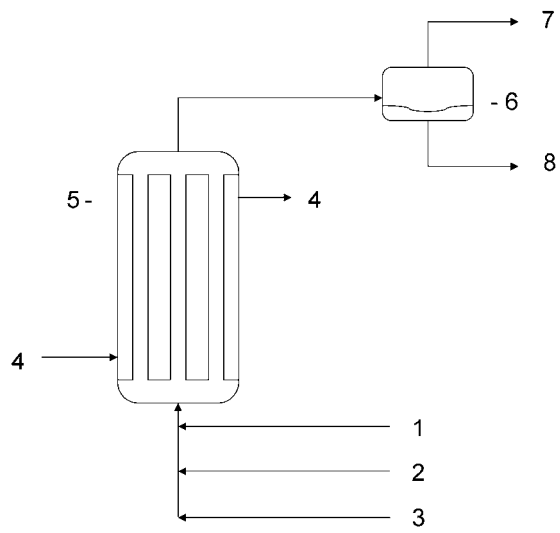
10

20

30

【 図 1 】

Fig. 1



【外国語明細書】
2014152176000001.pdf