

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 2 区分

【発行日】平成 24 年 3 月 29 日 (2012.3.29)

【公表番号】特表 2011-522811 (P2011-522811A)

【公表日】平成 23 年 8 月 4 日 (2011.8.4)

【年通号数】公開・登録公報 2011-031

【出願番号】特願 2011-512043 (P2011-512043)

【国際特許分類】

C 07 F 7/18 (2006.01)

【F I】

C 07 F 7/18 M

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 2 月 7 日 (2012.2.7)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ハロゲン化アンモニウムおよび／または有機アミンハロゲン化水素酸塩を含有するアミノ官能性オルガノシランの後処理法であって、その際、該ハロゲン化アンモニウムおよび／または有機アミンハロゲン化水素酸塩を含有するアミノ官能性オルガノシランに

- 任意に少なくとも 1 つの非極性有機溶媒を混ぜ、
- 苛性アルカリ水溶液を加え、
- 反応させ、
- 引き続き水相を有機相から分離し、
- 該有機相から、場合により存在する溶媒を除去し、

かつ

- 残留した有機相を回収する、ハロゲン化アンモニウムおよび／または有機アミンハロゲン化水素酸塩を含有するアミノ官能性オルガノシランの後処理法。

【請求項 2】

まず

- 一般式 (I V)

$X - Z - Si(R'')_n(OR')_{3-n}$ (I V)、

[式中、X は、Cl、Br または I であり、Z は、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ または $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$ の群からの二価アルキル基であり、R' 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R' は、水素 (H) または直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 8 個を有するアルキル基またはアリール基であり、R'' 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R'' は、直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 8 個を有するアルキル基またはアリール基であり、かつ n は、0、1、2 または 3 である] のハロゲン官能性オルガノシランと、過剰のアンモニアまたは一般式 (V)

$RNH[(CH_2)_2NH]_zR$ (V)、

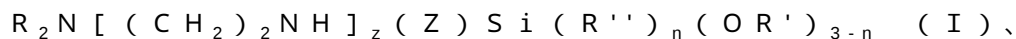
[式中、R 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R は、水素 (H) または直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 4 個を有するアルキル基であり、かつ z は、0、1 または 2 である] の有機アミンとを反応させ、

- 結果得られた反応生成物の混合物から、過剰のアンモニアもしくは反応しなかった有機アミンならびに場合により発生した固体の塩を分離し、その際、任意に少なくとも 1

つの非極性溶媒を混ぜてよく、かつ引き続き

- 結果得られたハロゲン化アンモニウムおよび/またはアミンハロゲン化水素酸塩を含有する生成物混合物を水系後処理し、その際、

- 任意に少なくとも1つの非極性有機溶媒を混ぜ、
- 苛性アルカリ水溶液を加え、
- 反応させ、
- 水相を有機相から分離し、
- 場合により該有機相から溶媒を除去し、かつ
- 残留した有機相から、式(I)



[式中、R基は、同じであるかまたは異なっており、かつRは、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1~4個を有するアルキル基であり、R'基は、同じであるかまたは異なっており、かつR'は、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1~8個を有するアルキル基またはアリール基であり、R''基は、同じであるかまたは異なっており、かつR''は、直鎖状または分枝鎖状のC原子1~8個を有するアルキル基またはアリール基であり、Zは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ または $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$ の群からの二価アルキル基であり、nは、0、1、2または3であり、かつzは、0、1または2である]の少なくとも1つのアミノ官能性オルガノシランを回収することを特徴とする、請求項1記載の方法。

【請求項3】

アミノシラン合成からの生成物混合物に攪拌下で非極性有機溶媒を加え、さらに強苛性アルカリ水溶液を混ぜ、良好な完全混合下で10秒より長く~30分反応させ、かつ引き続き2つの相を形成させることを特徴とする、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】

非極性有機溶媒としてトルエンを使用することを特徴とする、請求項1から3までのいずれか1項記載の方法。

【請求項5】

苛性アルカリ水溶液として苛性ソーダ液または苛性カリ液を使用することを特徴とする、請求項1から4までのいずれか1項記載の方法。

【請求項6】

pH値12~14を有する苛性アルカリ水溶液を使用することを特徴とする、請求項1から5までのいずれか1項記載の方法。

【請求項7】

アルカリ液の添加後に5~100の範囲の温度で反応させることを特徴とする、請求項1から6までのいずれか1項記載の方法。

【請求項8】

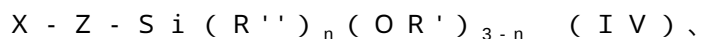
存在する有機溶媒を有機相から周囲圧力または減圧下で留去することを特徴とする、請求項1から7までのいずれか1項記載の方法。

【請求項9】

相分離後に残留する有機相を濾過することを特徴とする、請求項1から8までのいずれか1項記載の方法。

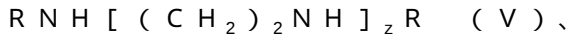
【請求項10】

- A) 一般式(IV)



[式中、Xは、Cl、BrまたはIであり、Zは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ または $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$ の群からの二価アルキル基であり、R'基は、同じであるかまたは異なっており、かつR'は、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1~8個を有するアルキル基またはアリール基であり、R''基は、同じであるかまたは異なっており、かつR''は、直鎖状または分枝鎖状のC原子1~8個を有するアルキル基またはアリール基であり、かつnは、0、1、2また

は 3 である] のハロゲン官能性オルガノシランを、過剰のアンモニアまたは一般式 (V)



[式中、R 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R は、水素 (H) または直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 4 個を有するアルキル基であり、かつ z は、0、1 または 2 である] の有機アミンと、加圧および温度上昇下で、液相中で反応させ、

- B) 引き続き、過剰のアンモニアまたは有機アミンを分離し、かつ、その際にハロゲン化アンモニウムまたは有機アミンハロゲン化水素酸塩が完全に液相に溶解したままであり、

- C) 結果得られた液相を晶析装置に移し、その際、任意に少なくとも 1 つの非極性有機溶媒を加え、かつ該晶析装置を、先立つ反応段階より低い圧力段階でまたは周囲圧力にて稼働させ、ハロゲン化アンモニウムもしくは有機アミンハロゲン化水素酸塩と粗生成物を分離し、

- D) 結果得られた粗生成物もしくは生成物混合物に、任意に少なくとも 1 つの非極性有機溶媒を加え、苛性アルカリ水溶液を加え、反応させ、引き続き水相を有機相から分離し、該有機相から溶媒を除去し、かつ

- E) 残液中に残留する有機相を濾過し、かつ / または蒸留により式 (I) に従った少なくとも 1 つのアミノ官能性オルガノシランを回収することを特徴とする、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

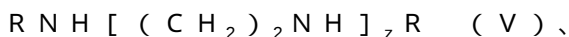
本発明による方法の有利な一実施態様の場合、好ましくは、まず

- 一般式 (IV)



[式中、X は、Cl、Br または I であり、Z は、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-(\text{CH}_2)_4-$ または $-(\text{CH}_2)(\text{CH})\text{CH}_3(\text{CH}_2)-$ の群からの二価アルキル基、有利にはプロピルであり、R' 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R' は、水素 (H) または直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 8 個を有するアルキル基またはアリール基、有利にはメチルまたはエチルであり、R' 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R' は、直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 8 個を有するアルキル基、例えばメチル、エチル、プロピル、ブチル、好ましくはメチル、またはアリール基であり、かつ n は、0、1、2 または 3 であり、好ましくは 0 である] のハロゲン官能性オルガノシラン

を、過剰のアンモニアまたは一般式 (V)



[式中、R 基は、同じであるかまたは異なっており、かつ R は、水素 (H) または直鎖状または分枝鎖状の C 原子 1 ~ 4 個を有するアルキル基、有利には H または n - ブチルであり、かつ z は、0、1 または 2 である] の有機アミンと反応させ、

- そうして得られた反応生成物の混合物から、過剰のアンモニアもしくは反応しなかった有機アミンならびに場合により発生した固体の塩を分離し、その際、該方法のこの箇所

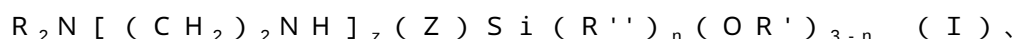
で、任意に非極性溶媒、好ましくはトルエンを混ぜてよく、かつ引き続き

- そうして得られたハロゲン化アンモニウムおよび / またはアミンハロゲン化水素酸塩

を含有する生成物混合物を水系後処理し、その際

- 該生成物混合物に、任意に少なくとも 1 つの非極性有機溶媒を混ぜ、
- 苛性アルカリ水溶液を加え、
- 反応させ、
- 水相を有機相から分離し、

- 場合により、該有機相から溶媒を除去し、かつ
- 残留した有機相から、式 (I)



[式中、R基は、同じであるかまたは異なっており、かつRは、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1～4個を有するアルキル基、有利にはHまたはn-ブチルであり、R'基は、同じであるかまたは異なっており、かつR'基は、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1～8個を有するアルキル基またはアリール基、有利にはメチルまたはエチルであり、R''基は、同じであるかまたは異なっており、かつR''は、直鎖状または分枝鎖状のC原子1～8個を有するアルキル基、例えばメチル、エチル、プロピル、ブチル、好ましくはメチル、またはアリール基であり、Zは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ または $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$ の群からの二価アルキル基、有利にはプロピルであり、nは、0、1、2または3であり、好ましくは0であり、かつzは、0、1または2である]の少なくとも1つのアミノ官能性オルガノシランを回収することにより行う。そのうえ同様に、一般式(II)および/または(III)の化合物も回収することができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

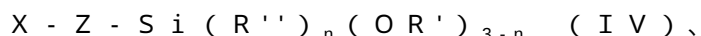
【補正方法】変更

【補正の内容】

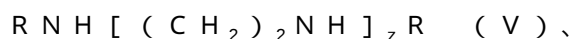
【0016】

殊に該粗生成物もしくは生成物混合物は、

- A) 一般式(IV)



[式中、Xは、Cl、BrまたはIであり、Zは、 $-CH_2-$ 、 $-(CH_2)_2-$ 、 $-(CH_2)_3-$ 、 $-(CH_2)_4-$ または $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$ の群からの二価アルキル基であり、R'基は、同じであるかまたは異なっており、かつR'は、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1～8個を有するアルキル基またはアリール基であり、R''基は、同じであるかまたは異なっており、かつR''は、直鎖状または分枝鎖状のC原子1～8個を有するアルキル基またはアリール基であり、かつnは、0、1、2または3である]のハロゲン官能性オルガノシランを、過剰のアンモニアまたは一般式(V)



[式中、R基は、同じであるかまたは異なっており、かつRは、水素(H)または直鎖状または分枝鎖状のC原子1～4個を有するアルキル基、有利にはHまたはn-ブチルであり、かつzは、0、1または2である]の有機アミンと、加圧下で、すなわち、常圧(周囲圧力)下でまたは高められた圧力、および温度上昇下で、好ましくは1～120barおよび10～140℃で、液相中で反応させ、

- B) 引き続き過剰のアンモニアまたは有機アミンを分離し、好ましくは蒸留するか、または固相もしくは無機相および有機相の相分離を実施し、かつ、その際にそのつどハロゲン化アンモニウムまたは有機アミンハロゲン化水素酸塩が完全に液相に溶解したままであり、

- C) そうして得られた液相を晶析装置に移し、その際、任意に少なくとも1つの非極性溶媒、好ましくはトルエンを混ぜてよく、かつ該晶析装置を、先行する反応段階より低い圧力段階でまたは周囲圧力にて稼働させ、ハロゲン化アンモニウムもしくは有機アミンハロゲン化水素酸塩と粗生成物を分離する場合に得られる。