

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4338348号
(P4338348)

(45) 発行日 平成21年10月7日(2009.10.7)

(24) 登録日 平成21年7月10日(2009.7.10)

(51) Int.Cl.		F I		
C O 7 F	7/12	(2006.01)	C O 7 F	7/12 R
C O 7 F	7/14	(2006.01)	C O 7 F	7/14
C O 7 B	61/00	(2006.01)	C O 7 B	61/00 3 0 0

請求項の数 10 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2002-24159 (P2002-24159)	(73) 特許権者	501073862
(22) 出願日	平成14年1月31日(2002.1.31)		エボニック デグサ ゲーエムベーハー
(65) 公開番号	特開2002-302495 (P2002-302495A)		Evonik Degussa GmbH
(43) 公開日	平成14年10月18日(2002.10.18)		ドイツ連邦共和国 エッセン レリングハウザー シュトラーセ 1-11
審査請求日	平成17年1月11日(2005.1.11)		Rellinghauser Strasse 1-11, D-45128 Essen, Germany
(31) 優先権主張番号	10104966.8	(74) 代理人	100061815
(32) 優先日	平成13年2月3日(2001.2.3)		弁理士 矢野 敏雄
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100094798
			弁理士 山崎 利臣
		(74) 代理人	100099483
			弁理士 久野 琢也

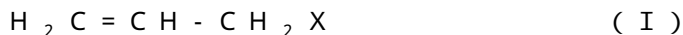
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 3-位で官能化されたプロピルシランの製法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式 I :



[式中、X = Cl、Br、I、F、CN、SCN、SH、SR、OH、NRR¹ 及び OR であってよく、R 及び R¹ は、2つとも相互に無関係で、(C₁ ~ C₆) アルキル又は (C₃ ~ C₇) アルキルを表わす] のアリル化合物を、式 II :



[式中、R²、R³、R⁴ は、全て相互に無関係で、水素、ハロゲン、(C₁ ~ C₆) アルキル、(C₁ ~ C₆) ハロアルキル、(C₃ ~ C₆) アリル、(C₁ ~ C₄) アルコキシ、フェニル、アリール又はアルアルキルを表わす] のシランに、0 ~ 200 の反応温度及び 800 ミリバール ~ 25 バールの圧力で、白金触媒の存在下に付加させることによって、3-位で官能化されたプロピルシランを製造するに当たり、使用されるシラン (II) を、プロペン化合物 (I) に対して、1.5 ~ 100 倍のモル過剰量で、触媒と接触させることを特徴とする、3-位で官能化されたプロピルシランの製法。

【請求項2】

式 II のシランとして、トリクロルシラン、メチル水素ジクロルシラン、エチル水素ジクロルシラン、プロピル水素ジクロルシラン又はジメチル水素クロルシランを使用する、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

10

20

付加反応を不連続的に操作される攪拌釜中で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

付加反応を、触媒を充填した連続的に作動する管反応器中で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

触媒上の成分 (I I) の過剰を、直接、成分 (I) 及び (I I) の混合によって調整する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

排出される生成物混合物の大部分を、連続的に作動する管反応器の頭頂部へ戻すことによって、触媒上の成分 (I I) の過剰を生じさせる、請求項 4 に記載の方法。

10

【請求項 7】

少なくとも 2 個の管反応器のカスケードを使用し、この際、成分 (I) を、各々、反応器の間で、分量で後供給し、各々後続の反応器中で反応し尽させることによって、触媒上の成分 (I I) の過剰を達成させる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

単一の管反応器を使用し、この際、不足量の成分 (I) の後供給は、反応器の側面に設置された 1 から 9 本までの配管を通して行なう、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

触媒濃度を、アリル化合物に対して 0 . 1 ~ 1 0 0 0 0 p p m に調整する、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 1 0】

反応を、8 0 0 ミリバール ~ 1 0 バールの圧力で実施する、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、3 - 位で官能化されたプロピルシランの製法に関する。

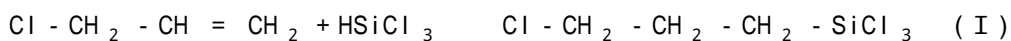
【0 0 0 2】

【従来の技術】

水素シランが、例えば、均一又は不均一の白金 - 触媒の存在下に塩化アリルと反応して、3 - クロルプロピルシランが得られることは公知である。この反応は、一般に、ヒドロシリル化と称される (例えば、反応式 I 参照)。

30

【0 0 0 3】



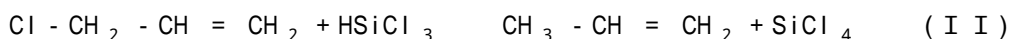
触媒として、可溶性の白金化合物、最も簡単な例では、例えば、 $\text{H}_2 \text{PtCl}_6 \times 6 \text{H}_2 \text{O}$ が使用される場合に、均一のヒドロシリル化という (DE - OS 2 8 5 1 4 5 6、CS - PS 1 7 6 9 1 0、US - PS 4 2 9 2 4 3 3、US - PS 4 2 9 2 4 3 4、DE - AS 1 1 8 7 2 4 0、DE - PS 1 1 6 5 0 2 8 参照)。不均一のヒドロシリル化では、担体上の元素白金又は白金化合物が使用される (US - PS 2 6 3 7 7 3 8、DE - PS 2 0 1 2 2 2 9、DE - PS 2 8 1 5 3 1 6 参照)。

【0 0 0 4】

更に、例えば、アリルクロリドと水素シロキサンとの 3 - クロルプロピルシランへの反応の場合には、使用された塩化アリルの一部と水素シランとが、副反応で、プロペン及び各々水素シランに相応するクロルシランの生成下に反応することが公知である (例えば、反応式 I I 参照)。

40

【0 0 0 5】



即ち、例えば、塩化アリルとトリクロルシランとの反応の際に、反応に到る塩化アリルの 2 5 ~ 3 0 モル % が、この副反応によって、プロペンに変換される。この際、当量の四塩化珪素が生じる。

【0 0 0 6】

50

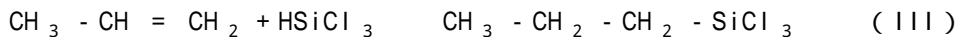
生成するクロロプロピルシラン対四塩化珪素のモル比は、反応の選択性の尺度であり、典型的には、2.33 : 1 (収率70%、塩化アリルに対して) ~ 3 : 1 (収率75%)の値に達する。

【0007】

更に、圧力装置中での特殊な反応操作法によって、プロペン生成を減少させることができることが公知である。この操作法の結果として、プロペンが定量的に水素シランと更に反応して、プロピルシランが生成する。標準圧力下で常法で実施される反応においても、かなりの精度に副反応から由来するプロペンが、更なる副反応で水素シランと反応して、相応するプロピルシランに変換する(同様に、DE3404703C参照)(例えば、反応式3参照)。

10

【0008】



即ち、例えば、工業的装置中で、白金化活性炭を充填した酸中での、塩化アリルとトリクロロシランとの不均一系触媒反応で、3-クロロプロピルトリクロロシラン1000kg当たり、プロピルトリクロロシラン230kgまでが得られる。このことは、目的生成物に導入されるトリクロロシラン量に対して、トリクロロシラン約28%の需要過剰を意味する(同様にDE4119994A1参照)。

【0009】

公知方法は、一方で、水素シランの付加的需要が生じ、他方で、不所望なプロピルシランを分離し難いという欠点を有する。更に、これらの化合物については殆ど適用分野が存在せず、従って、これらの化合物は経費をかけて廃棄しなければならない。

20

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

従って、これらの欠点を有しない、3-位で官能化されたプロピルシランの製法を見つけるという課題がある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、一般式I:



[式中、X = Cl、Br、I、F、CN、SCN、SH、SR、OH、NRR¹及びORであってよく、R及びR¹は、2つとも相互に無関係で、(C₁~C₆)アルキル又は(C₃~C₇)アルキルを表わす]のアリル化合物を、式II:



[式中、R²、R³、R⁴は、全て相互に無関係で、水素、ハロゲン、(C₁~C₆)アルキル、(C₁~C₆)ハロアルキル、(C₃~C₆)アリル、(C₁~C₄)アルコキシ、フェニル、アリール又はアルアルキルを表わしてよい]のシランに、0~200の反応温度及び800ミリバール~25バールの圧力で、白金触媒の存在下に付加させることによって、3-位で官能化されたプロピルシランを製造するための方法であり、この方法は、使用されるシラン(II)を、プロペン化合物(I)に対して、3~100倍のモル過剰量で、触媒と接触させることを特徴とする。

40

【0012】

意外にも、触媒上に大過剰量の水素シランが存在する場合に、副生成物の生成が抑制されることが判明した。この際、例えば、塩化アリルとトリクロロシランとの反応の際に、達成される選択率が、塩化アリルに対して、通例のCl-PTS-収率74%から85%まで上昇する。この際、生成される副生成物プロピルトリクロロシランの量は約50%下がり、出発物質トリクロロシランの必要量は約20%下がり、又は塩化アリルは約12%下がる。

【0013】

Xは、有利にハロゲン、殊に塩素であってよい。

【0014】

50

方法では、標準圧、過圧及び減圧で可能である。この際、800ミリパール～10パールの圧力で操作することが有利である。殊に、800ミリパール～6パールの圧力が好適である。

【0015】

本発明による方法の実施は、有利に、アリル化合物及び化学量論的大過剰量で使用される水素シランを、好適な容器中で、触媒と一緒に、0～300、有利に25～200の温度で、アリル化合物の全部が変換されるまで反応させる方法で行なわれる。

【0016】

この際、(II)型のシランの本発明による化学量論的大過剰を、白金触媒との接触の際に、工業的に種々の方法で実現することができる。

10

【0017】

一方で、触媒上での成分IIの過剰を、直接、成分I及びIIの混合によって調整することができる。

【0018】

他方で、好適な反応容器中で、付加反応の2つの成分を触媒と接触させ、そうして反応に到らしめることができ、この際、成分の各々任意の比率、要するに、本発明によるシラン成分の大過剰も調整することができる。この際、反応容器は、不連続的に操作される攪拌釜でも、触媒が充填された連続的に作動する管反応器であってもよい。

【0019】

他方で、触媒上での成分(II)の過剰は、少なくとも2個、有利に2～10個の管反応器のカスケードを使用することによって達成することができ、この際、成分(I)を、各々反応器の間で、配分された量で後供給し、各々の後続の反応器中で反応し尽させる。本発明のこの実施形は、図1中に図示されている。

20

【0020】

本発明のこの実施形によって、触媒が充填された連続的に作動する管反応器の場合には、シラン成分の本発明による過剰は、第1反応器にシラン成分の極大過剰量を含む混合物を供給する方法で、少なくとも2個、有利に2～10個の同種類の管反応器を前後に接続させることによって達成され、この際、アリル成分はこの第1反応器で完全に反応し尽くす。次いで、第1反応器から出た生成物混合物は、少量のアリル成分と混合され、そうして、再び、シラン成分の大過剰量が達成され；そうして生成された新規の混合物が第2反応器に供給される。この方法は、各々反応器の間にアリル成分が供給されることによって、触媒が充填された前後に接続された全管反応器に適用することができる。従って、この触媒上で常に本発明による大過剰量のシラン成分が生じる。

30

【0021】

本発明のもう1つの実施形では、カスケードを、単一の管反応器に代えることができ、この際、不足量の成分(I)の後供給を、少なくとも1個、有利に1～9本の、反応器の側面に設置された配管を通して行なわれる。本発明のこの実施形は、第2図に図示されている。それに応じて、単一の管反応器の経過中に、各々相応する少量のアリル成分を供給するために、アリル成分用の1～9の付加的な供給箇所を使用することができる。従って、局所的に、触媒上に、常に大過剰量のシランを到達させることができる。

40

【0022】

本発明のもう1つの実施形で、管反応器を通過する物質流の大部分を循環させて反応器の頭頂部に戻し、出発混合物として他の側面上に供給される量の生成物混合物だけを循環から取り出すことによって、触媒上でのシラン過剰を高めることができる。この際、アリル成分に対して、出発物質流中で調整されたシラン成分の過剰を、循環量対出発物質量の調整比率に依存して、数倍にさせることができ、それというのも、アリル成分は管反応器の経過中で反応し尽くすからである。本発明のこの実施形は、第3図に図示されている。

【0023】

この方法で、触媒上のパラメーターの好適な選択時に、3：1の出発物質流中のシラン過剰で、15：1よりも大きいシラン過剰を達成することができる。

50

【0024】

触媒との接触の際に、シラン成分の高過剰量を達成するために、前記の本発明による方法を、組み合わせて適用することもできる。

【0025】

出発成分として本発明により使用可能なシランは、構造型 I I :



[式中、 R^2 、 R^3 及び R^4 は、全て相互に無関係で、水素、ハロゲン、($C_1 \sim C_6$)アルキル、($C_1 \sim C_6$)アルコキシ、($C_1 \sim C_6$)ハロアルキル、($C_3 \sim C_6$)アリル、フェニル、アリール又はアルアルキルであってよい]のシランを包含する。

【0026】

シラン、例えばトリクロルシラン又は混合置換されたシラン、例えばメチル-、エチル-、プロピル水素ジクロルシラン又はジメチル水素クロルシランを使用することが有利である。

【0027】

白金触媒は、各酸化段階で使用することができる。触媒反応は、均一でも不均一でも行なうことができる。不均一系触媒反応では、触媒活性白金化合物を担体上に付着させることができる(US-PS 2637738、DE-PS 2012229、DE-PS 2915316参照)。

【0028】

触媒は、使用されるアリル化合物に対して、化学量論的量でも、触媒的量でも、例えば0.1~10000ppm、有利に10~500ppmの量で使用することができる。

【0029】

不均一系触媒を有利に使用することができる。

【0030】

この際、選択率とは、所望の生成物3-クロルプロピルトリクロルシラン(C1-PTS)と四塩化珪素との間のモル比であると理解される。

【0031】

本発明による実施例は、3-クロルプロピルトリクロルシランの達成された選択率及び収率によって、本発明による方法の利点を示す。

【0032】

【実施例】

例1(比較例)

白金付粒化活性炭(白金1質量%)約100gが充填されている、長さ40cm及び内容量150mlの加熱可能な管反応器中に、触媒の湿潤のために、先ず、3-クロルプロピルトリクロルシラン1リットルを供給する。その後、約90及び2パールの圧力で、1時間当たり、トリクロルシランと塩化アリル(モル比1.43:1)とから成る混合物200mlを供給する。5時間操作の後に、反応器出口で、試料を取出し、冷却させ、分析する。次の生成物組成が得られる:

トリクロルシラン(TCS)	6.75質量%
塩化アリル(ACL)	- 質量%
四塩化珪素(STC)	19.31質量%
プロピルトリクロルシラン(PTS)	19.26質量%
3-クロルプロピルトリクロルシラン(C1-PTS)	54.68質量%。

従って、物質質量に対する反応の選択率について、2.27:1の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3-クロルプロピルトリクロルシランの収率69.4%に相当する。

【0033】

例2

例1と同様であるが、トリクロルシラン対アリルクロリドのモル比が2.8:1であるという相違点を伴う。分析後に、次の生成物組成が得られる:

10

20

30

40

50

トリクロルシラン (T C S)	4 3 . 2 2 質量%
塩化アリル (A C 1)	- 質量%
四塩化珪素 (S T C)	9 . 6 9 質量%
プロピルトリクロルシラン (P T S)	1 0 . 1 4 質量%
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (C 1 - P T S)	3 9 . 9 6 質量%。

従って、物質量に対する反応の選択率について、3 . 0 6 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率75 . 4 %に相当する。

【 0 0 3 4 】

例 3

10

例 1 と同様であるが、反応器末端を出る生成物混合物の大部分を、ポンプによって、反応器頭頂部に戻すという相違点を伴う。この際、循環容量対出発物容量の比率を13 : 1 に調整する。従って、質量流バランスから、反応器頭頂部で、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比3 : 1 が得られる。この方法で、97時間後に初めて、生成物混合物の試料を取出し、分析する。次の生成物組成が得られる：

トリクロルシラン (T C S)	7 . 8 2 質量%
塩化アリル (A C 1)	0 . 1 9 質量%
四塩化珪素 (S T C)	1 5 . 6 7 質量%
プロピルトリクロルシラン (P T S)	1 6 . 3 9 質量%
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (C 1 - P T S)	5 9 . 1 3 質量%。

20

従って、物質量に対する反応の選択率について、3 . 0 2 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率75 . 1 %に相当する。

【 0 0 3 5 】

例 4

例 3 と同様であるが、出発物質トリクロルシラン対塩化アリルのモル比が2 . 8 : 1 であるという相違点を伴う。従って、質量流バランスから、反応器頭頂部で、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比14 : 1 が得られる。次の生成物組成が得られる：

トリクロルシラン (T C S)	4 2 . 4 1 質量%
塩化アリル (A C 1)	0 . 6 8 質量%
四塩化珪素 (S T C)	7 . 8 0 質量%
プロピルトリクロルシラン (P T S)	7 . 5 2 質量%
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (C 1 - P T S)	4 1 . 3 5 質量%。

30

従って、物質量に対する反応の選択率について、4 . 2 5 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率81 . 0 %に相当する。

【 0 0 3 6 】

例 5

例 3 と同様であるが、出発物質トリクロルシラン対塩化アリルのモル比が2 . 0 : 1 であるという相違点を伴う。更に、循環容積対出発物質容積の比率は30 : 1 である。従って、質量流バランスから、反応器頭頂部で、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比25 : 1 が得られる。次の生成物組成が得られる：

40

トリクロルシラン (T C S)	3 0 . 7 1 質量%
塩化アリル (A C 1)	0 . 7 8 質量%
四塩化珪素 (S T C)	7 . 5 1 質量%
プロピルトリクロルシラン (P T S)	8 . 0 5 質量%
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (C 1 - P T S)	5 2 . 9 6 質量%。

従って、物質量に対する反応の選択率について、5 . 6 5 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率85 %に相当する。

【 0 0 3 7 】

50

例 6

例 3 と同様であるが、塩化アリルの総供給量の半量を、付加的に反応器中に反応器の半分の高さまで供給するという相違点を伴う。他の半量は、例 3 におけるように、TCS と一緒に反応器頭頂部に供給する。従って、各々触媒上の TCS モル過剰約 1.4 : 1 が得られる。次の組成が得られる：

トリクロロシラン (TCS)	33.69 質量%	
塩化アリル (ACL)	0.68 質量%	
四塩化珪素 (STC)	10.36 質量%	
プロピルトリクロロシラン (PTS)	10.47 質量%	
3 - クロロプロピルトリクロロシラン (Cl - PTS)	44.80 質量%	10

従って、物質量に対する反応の選択率について、3.5 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロロプロピルトリクロロシランの収率 78% に相当する。

【0038】

例 7

例 2 と同様であるが、反応を、各 1.7 リットルの容積を有する前後に接続された 2 個の反応器中で実施し、混合物の 250 ml を供給するという相違点を伴う。従って、第 1 反応器の入口での TCS モル過剰は、約 2.8 : 1 である。次の組成が得られる：

トリクロロシラン (TCS)	46.56 質量%	
塩化アリル (ACL)	0.00 質量%	
四塩化珪素 (STC)	8.92 質量%	20
プロピルトリクロロシラン (PTS)	9.34 質量%	
3 - クロロプロピルトリクロロシラン (Cl - PTS)	35.18 質量%	

従って、物質量に対する反応の選択率について、3.1 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロロプロピルトリクロロシランの収率 76% に相当する。

【0039】

例 8

例 7 と同様であるが、塩化アリルの総供給量の半量を、まず第 2 反応器の前に供給するという相違点を伴う。他の半量は、例 7 におけるように、TCS と一緒に第 1 反応器に供給する。従って、第 1 反応器の入口での TCS モル過剰は約 5.6 : 1 であり、第 2 反応器については、約 4.4 : 1 である。次の組成が得られる：

トリクロロシラン (TCS)	47.55 質量%	
塩化アリル (ACL)	0.00 質量%	
四塩化珪素 (STC)	7.59 質量%	30
プロピルトリクロロシラン (PTS)	8.03 質量%	
3 - クロロプロピルトリクロロシラン (Cl - PTS)	36.83 質量%	

従って、物質量に対する反応の選択率について、3.6 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロロプロピルトリクロロシランの収率 78% に相当する。

【0040】

例 9

例 8 と同様であるが、反応を、各 1.7 リットルの容積を有する前後に接続された 3 個の反応器中で実施するという相違点を伴う。塩化アリルの総供給量の各 1/3 を、まず第 2 及び第 3 反応器の前に供給し、他の 1/3 を TCS と一緒に、第 1 反応器に供給する。第 1 反応器の入口での TCS モル過剰は、約 8.4 : 1 であり、第 2 反応器については、約 7.3 : 1 であり、第 3 反応器については、約 6.1 : 1 である。次の組成が得られる：

トリクロロシラン (TCS)	48.14 質量%	40
塩化アリル (ACL)	0.00 質量%	
四塩化珪素 (STC)	6.89 質量%	
プロピルトリクロロシラン (PTS)	7.26 質量%	
3 - クロロプロピルトリクロロシラン (Cl - PTS)	37.71 質量%	

従って、物質量に対する反応の選択率について、4.0 : 1 の値が得られる。これは、塩

50

化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率 80% に相当する。

【0041】

例 10

例 9 と同様であるが、各 0.8 リットルの容積を有する反応器を使用し、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比が 3.4 : 1 であるという相違点を伴う。第 3 反応器の末端で出る生成物混合物の最大部分を、ポンプによって、第 1 反応器の入口に還流させ、この際、循環容積対出発物質容積の比率を、10 : 1 に調整する。質量流バランスは、第 1 反応器の入口での TCS モル過剰について、約 57.4 : 1 を生じ、第 2 反応器については、約 55 : 1 であり、第 3 反応器については、約 54 : 1 を生じる。次の組成が得られる：

トリクロルシラン (TCS)	57.55 質量%	10
塩化アリル (ACL)	0.16 質量%	
四塩化珪素 (STC)	3.77 質量%	
プロピルトリクロルシラン (PTS)	3.94 質量%	
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (Cl-PTS)	34.58 質量%。	

従って、物質質量に対する反応の選択率について、5.7 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率 85% に相当する。

【0042】

例 11

例 7 と同様であるが、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比が 3.4 : 1 であり、第 2 反応器の末端で出る生成物混合物の最大部分を、ポンプによって、第 1 反応器の入口に還流させるという相違点を伴う。この際、循環容積対出発物質容積の比率を、10 : 1 に調整する。質量流バランスは、第 1 反応器の入口での TCS モル過剰について、約 23 : 1 を生じる。次の組成が得られる：

トリクロルシラン (TCS)	56.79 質量%	20
塩化アリル (ACL)	0.03 質量%	
四塩化珪素 (STC)	4.42 質量%	
プロピルトリクロルシラン (PTS)	4.62 質量%	
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (Cl-PTS)	34.14 質量%。	

従って、物質質量に対する反応の選択率について、5.1 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率 84% に相当する。

【0043】

例 12

例 4 と同様であるが、反応器容積は 4 m³ であるという相違点を伴う。トリクロルシラン対塩化アリルのモル比は、1.8 : 1 であり、混合物 1180 リットルを供給する。この際、循環容積対出発物質容積の比率を、5.5 : 1 に調整する。質量流バランスは、反応器の入口での TCS モル過剰について、約 4.5 : 1 を生じる。次の組成が得られる：

トリクロルシラン (TCS)	26.15 質量%	40
塩化アリル (ACL)	0.11 質量%	
四塩化珪素 (STC)	11.13 質量%	
プロピルトリクロルシラン (PTS)	11.63 質量%	
3 - クロルプロピルトリクロルシラン (Cl-PTS)	50.98 質量%。	

従って、物質質量に対する反応の選択率について、3.5 : 1 の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロルプロピルトリクロルシランの収率 78% に相当する。

【0044】

例 13

例 8 と同様であるが、トリクロルシラン対塩化アリルのモル比が 2.0 : 1 であり、第 2 反応器の末端で出る生成物混合物の最大部分を、ポンプによって、第 1 反応器の入口に戻すという相違点を伴う。この際、循環容積対出発物質容積の比率を、11.5 : 1 に調整する。質量流バランスは、第 1 反応器の入口での TCS モル過剰について、約 21 : 1 を生じ、第 2 反応器については、約 20 : 1 を生じる。次の組成が得られる：

トリクロロシラン (T C S)	33.27 質量%
塩化アリル (A C l)	0.09 質量%
四塩化珪素 (S T C)	7.30 質量%
プロピルトリクロロシラン (P T S)	7.62 質量%
3 - クロロプロピルトリクロロシラン (C l - P T S)	51.72 質量%。

従って、物質量に対する反応の選択率について、4.8 : 1の値が得られる。これは、塩化アリルに対して、3 - クロロプロピルトリクロロシランの収率83%に相当する。

【図面の簡単な説明】

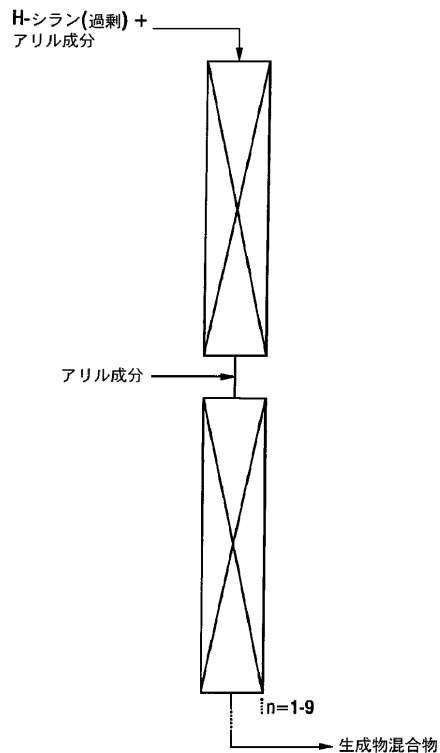
【図1】 2 ~ 10個の管反応器のカスケードを使用する本発明の1実施形を示す図。

【図2】 単一の管反応器を使用する本発明の1実施形を示す図。

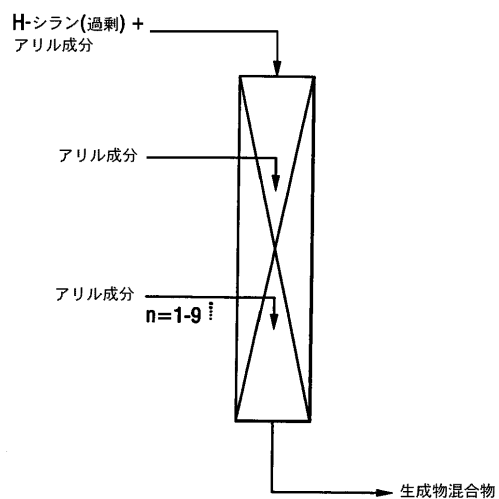
【図3】 管反応器を通過する物質流の大部分を循環させる本発明の1実施形を示す図。

10

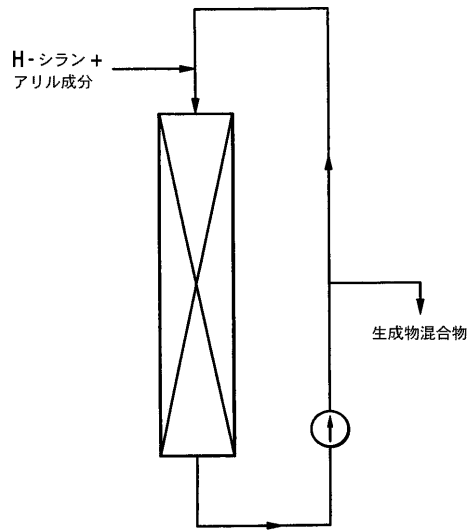
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

- (74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
- (74)代理人 230100044
弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 クリストフ バッツ - ゾーン
ドイツ連邦共和国 ハーナウ - ミッテルブーヘン リートシュトラッセ 10アー
- (72)発明者 ペーター バンスター
ドイツ連邦共和国 ローデンバッハ イム ロッホザイフ 8
- (72)発明者 ルードルフ ミヒェル
ドイツ連邦共和国 フライゲリヒト ヨーゼフシュトラッセ 36
- (72)発明者 ミハエル アルベルト
ドイツ連邦共和国 ノイシュタット ドクトル - ゲルデラー - シュトラッセ 29
- (72)発明者 イーヴォ ヴリュエンス
ベルギー国 ショーテン クルイニンゲン - シュトラッセ 213

審査官 関 美祝

- (56)参考文献 特開昭55 - 145693 (JP, A)
特公昭44 - 018844 (JP, B1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07F 7/12
C07F 7/14
C07F 7/20