(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3636390号
(P3636390)
(45)発行日　平成17年4月6日(2005.4.6)　(24)登録日　平成17年1月14日(2005.1.14)

(51)Int.Cl.[7]	F I		
B01D 15/00	B01D	15/00	K
B01J 20/18	B01D	15/00	G
B01J 20/20	B01J	20/18	B
	B01J	20/20	B

請求項の数 3　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平7-123541
(22)出願日　平成7年5月23日(1995.5.23)
(65)公開番号　特開平8-38804
(43)公開日　平成8年2月13日(1996.2.13)
審査請求日　平成13年12月26日(2001.12.26)
(31)優先権主張番号　247812
(32)優先日　平成6年5月23日(1994.5.23)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者　590001418
ダウ・コーニング・コーポレーション
DOW CORNING CORPORATION
アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド（番地なし）
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100096932
弁理士　小川　泰二郎
(74)代理人　100088269
弁理士　戸田　利雄
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ハロシラン類の精製方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

ハロシランと炭化水素を含む液体混合物を前記炭化水素に選択的に吸着性を示す吸着剤と接触させ、これによって前記混合物の前記炭化水素の含量を減らすことを含み、前記吸着剤が０．５～０．８ｎｍの孔のマトリックスで連結され０．３ｃｍ^3／ｇを超えるミクロポアを与える均一なサイズの穴を有する高シリカゼオライトである、ハロシラン類の炭化水素含量を減らす方法。

【請求項２】

ハロシランと炭化水素を含む液体混合物を前記炭化水素に選択的に吸着性を示す吸着剤と接触させ、これによって前記混合物の前記炭化水素の含量を減らすことを含み、前記吸着剤がスルフォン化スチレン／ジビニルベンゼン樹脂の熱分解物である、ハロシラン類の炭化水素含量を減らす方法。

【請求項３】

前記ハロシランがトリメチルクロロシラン、ジメチルクロロシラン、フェニルメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、テトラクロロシラン及びジメチルビニルクロロシランからなる群から選ばれる請求項１又は２に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【産業上の利用分野】

本発明は、ハロシランの精製方法に関する。この方法は、ハロシラン及び炭化水素を含

む混合物を炭化水素に対して選択的に吸着性を示す吸着剤と接触させ、これによってこの混合物の炭化水素含量を減らすことからなる。この方法は特に、炭化水素汚染物質がクロロシランの沸点に類似しているときに、クロロシラン類から汚染物質を除去するのに有用である。

【０００２】

【従来の技術】

ハロシラン中の炭化水素汚染物質は、ハロシランだけでなく、ハロシランから作られる製品において、望ましくない臭い及び色のような品質問題を引き起こす。更に、未反応物質を回収しプロセスにフィードバックする、ハロシランを原料として用いる循環プロセスにおいては、このプロセス中に炭化水素が蓄積され、プロセスの容量と運転の制御を減らしてしまう。これらの炭化水素汚染物質を前記ハロシラン類から除くことを、蒸留のような標準的な方法で行うのは、しばしばそれらが近似した沸点を持っているために困難である。

【０００３】

この方法は、米国特許Ｎｏ.２３８０９９５に記載されているように、適当な触媒の存在下に有機ハロゲン化物とケイ素メタロイドの反応によって調製されるハロシランから炭化水素汚染物質を除くのに有用である。

【０００４】

空気と炭化水素の混合物、例えば石油製品の製造と転移（ｔｒａｎｓｆｅｒ）の際に発生するもの、から炭化水素を回収するのに吸着剤を用いることは、次のものに記載されている：米国特許Ｎｏ.４０５６３６９；米国特許Ｎｏ.４０６６４２３；米国特許Ｎｏ.４４６２８１１；及び米国特許Ｎｏ.４３３８１０１。これら炭化水素を回収するのに用いられる典型的な吸着剤は活性炭である。

【０００５】

米国特許Ｎｏ.４３０５７３４は、炭鉱のような産業活動から放出されるメタンを回収する方法を記載している。それは、炭化水素キャリヤーガス混合物を、この混合物から炭化水素成分を選択的に吸着する吸着ベッドに通し、実質的に炭化水素のないキャリヤーガスの流れを作りだすものである。この方法は、空気からメタンを分離するために、また、ポリエチレン製造設備から放出される空気流又は窒素流からメタンを分離するのに特に有用である。

【０００６】

米国特許Ｎｏ.４７８４６７２は、ごみ埋め立て場ガス中に存在するメタン及び二酸化炭素から炭化水素及びハロ炭化水素を除くのに、活性炭を用いうることを教えている。

【０００７】

米国特許Ｎｏ.４４２１５３２は、産業廃棄ガスから揮発性有機物質を回収する方法を開示している。この方法は、揮発性有機物質を除去するために、活性炭、シリカゲル、アルミナ又はモレキュラーシーブのような吸着剤のベッドに廃棄ガスを通すことを含む。次いで、このベッドを水蒸気又は熱ガスでストリッピングすることにより再生する。

【０００８】

チェコ特許８９３９６は、オルガノクロロシラン類を製造する直接法から塩化メチルを回収する方法を示している。この方法においては、直接法から得られるガス状混合物を、最初に希ＮａＯＨ又はＫＯＨ溶液で処理して加水分解性メチルクロロシラン類を除く。次いで、処理されたガスを活性炭と接触させ、この活性炭は塩化メチルを吸着する。続いて、この塩化メチルは、熱脱着により、場合によっては同時に減圧して、活性炭から回収される。

【０００９】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者等は、ハロシランの液体又は気体中に存在する炭化水素汚染物質は、このハロシランの液体又は気体を、炭化水素に対して選択的に吸着性を有する吸着剤と接触させることにより、意外にも減少することを見いだした。先行技術は、そのような吸着剤はハロ

シランの液体又は気体から炭化水素汚染物質を選択的に吸着することを認識していない。

【００１０】

【課題を解決するための手段】

本発明は、ハロシランの炭化水素含量を減らす方法である。それは、ハロシランと炭化水素を含む混合物を、炭化水素に対して選択的に吸着性を有する吸着剤と接触させ、これによってこの混合物の炭化水素含量を減らすことを含む。

【００１１】

それから炭化水素が吸着される好ましいハロシランは、式$R_a H_b SiX_{4-a-b}$で表され、ここに、ａ＝０～３であり、ｂ＝０～３であり、ａ＋ｂ＝０～３であり、Ｘはハロゲンであり、Ｒは炭素原子数１～１２の１価の炭化水素基である。好ましいハロゲン、Ｘは塩素である。Ｒはメチル、エチル、プロピル、ｔｅｒｔ－ブチル、ビニル、アリル及びフェニルから選ばれる。

【００１２】

前記ハロシランは、トリメチルクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、ジメチルクロロシラン、フェニルメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、トリクロロシラン、テトラクロロシラン、メチルビニルジクロロシラン及びジメチルジビニルクロロシランである。

【００１３】

本発明方法によって除去される炭化水素は、一般に蒸留過程の後にハロシラン類中に痕跡量で見いだされるようなものである。このハロシラン中に存在する特定の種類の炭化水素は、個々のハロシラン及びその分離ヒストリー（歴史）に依存するであろう。これらの炭化水素は、飽和炭化水素、不飽和炭化水素及びハロゲン化炭化水素を含む。本発明方法は、関心のあるハロシランに沸点が近似していて、蒸留では容易に分離できない炭化水素を除くのに特に有用である。本発明方法は、クロロシランから炭素原子数１～１２の炭化水素を除くのに、特に有用である。

【００１４】

ハロシラン及び炭化水素を含む混合物を炭化水素に対して選択的に吸着性を有する吸着剤と接触させ、これによってこの混合物の炭化水素含量を減らす。炭化水素に対して選択的に吸着性を示す吸着剤は、一般に以下の性質によって特徴付けられる：（１）疎水性、（２）親有機物性、（３）中性の表面、及び（４）分極性側基がないこと。そのような吸着剤の例は、活性炭、高シリカゼオライト、例えばＺＳＭ－５、及び炭素モレキュラーシーブを含む合成炭素質材料を含む。そのような吸着剤の特別な例は、この明細書中の例に示されている。

【００１５】

ハロシラン及び炭化水素を含む混合物は、気体又は液体のハロシランと固体を接触させるための標準的な方法によって、炭化水素に対して選択的な吸着性を示す吸着剤と接触させることができる。この混合物は液体であるときが好ましい。この方法は、バッチ法でも連続法でも実施できる。好ましい方法においては、一旦、吸着剤が炭化水素で飽和に達し、漏出が起こると、この吸着剤は、次いで脱着され、このプロセスに再循環される。このプロセスは、吸着材料の多重ベッドを用いる連続法として実施でき、ここではベッドの吸着と脱着が段階的に行われて、連続プロセスを提供する。炭化水素に対して選択的に吸着性を示す吸着剤の吸着と脱着は、標準的な方法、例えば、圧力動揺（ｐｒｅｓｓｕｒｅ ｓｗｉｎｇ）吸着脱着法、温度動揺（ｔｅｍｐｅｒａｔｕｒｅ ｓｗｉｎｇ）吸着脱着法又は圧力及び温度動揺吸着脱着法の組み合わせによって達成することができる。吸着剤の脱着の方法が何であるかは、本発明方法にとって重要ではなく、当技術分野で公知のどんな方法であってもよい。

【００１６】

ハロシラン及び炭化水素を含む混合物が炭化水素に対して選択的に吸着性を示す吸着剤と接触する時間の長さは、用いられる個々の吸着剤、吸着されるべき炭化水素及び炭化水素の濃度に依存する。有用な接触時間の例をここに示す。一般に、混合物から全ての炭化

水素が吸着されるに充分な接触時間ならば、どんな時間であっても有用であると考えられる。

【００１７】

【実施例】

以下に、本発明を説明するための例を示す。これらの例は特許請求の範囲を限定しようとするものではない。以下の例で処理されたクロロシラン類は処理に先立って蒸留により精製されたものである。これらのクロロシラン中の炭化水素の濃度は、水素炎イオン化形分析計（ＦＩＤ）を用いるガスクロマトグラフィー（ＧＣ）分析により測定した。

【００１８】

例１（参考例）

架橋ポリスチレンポリマーの、トリメチルクロロシランからの炭化水素の除去の能力を評価した。この評価は、１ｇのＡｍｂｅｒｌｉｔｅ（商標）ＸＡＤ－４樹脂（Ｒｏｈｍ ａｎｄ Ｈａａｓ， Ｐｈｉｌａｄｅｌｐｈｉａ， ＰＡ）をフラスコに入れることによって行った。３９７７ppm の飽和炭化水素を含むトリメチルクロロシランのサンプル２０ｇをこのフラスコに入れた。この混合物を含むフラスコを２時間振とうし、次いでサンプルを採り、ＧＣ－ＦＩＤによって分析した。トリメチルクロロシランの炭化水素含量にさほどの減少は見られなかった。

【００１９】

例２（参考例）

イオン交換樹脂の、ジメチルジクロロシランからの炭化水素の除去の能力を評価した。この評価は、５ｇのＸＵＳ－４０２８５（商標）イオン交換樹脂（Ｔｈｅ Ｄｏｗ Ｃｈｅｍｉｃａｌ Ｃｏｍｐａｎｙ，Ｍｉｄｌａｎｄ， ＭＩ）をフラスコに入れることによって行った。４１０ppm の飽和炭化水素を含むジメチルジクロロシランのサンプル４２ｇをこのフラスコに入れた。この混合物を含むフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルを採り、ＧＣ－ＦＩＤによって分析した。ジメチルジクロロシランの炭化水素含量にさほどの減少は見られなかった。

【００２０】

例３（実施例）

高シリカゼオライトの、トリメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力を振とう試験にて評価した。この評価は、３ｇの乾燥Ｐｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３ゼオライト（ＵＯＰ，Ｔａｒｒｙｔｏｗｎ， ＮＹ）をフラスコに入れることによって行った。このゼオライトは、高シリカゼオライトであり、均一なサイズの穴が０．５～０．８nmの孔のマトリックスで連結され０．３cm^3／ｇを超えるミクロポアを与えるものと記載されている。２３８９ppm の飽和炭化水素、２１２ppm の不飽和炭化水素及び１２ppm の塩素化炭化水素を含むトリメチルクロロシランのサンプル３０ｇを、前記ゼオライトに加えた。この混合物を含むフラスコを周期的に５５時間振とうした。次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は９４．２％減っており、不飽和炭化水素含量は９９．６％減っており、塩素化炭化水素の含量は５０％減っていた。

【００２１】

例４（実施例）

高シリカゼオライトの、トリメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力をゼオライトの充填カラムを用いて評価した。内径４．６cmのカラムにＰｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３ゼオライト１１６ｇを詰め込んだ。炭化水素を含むトリメチルクロロシランを約３５mL／ｈの速度でこのカラムに供給した。このトリメチルクロロシラン供給物は２８５１ppm の飽和炭化水素、２１ppm の不飽和炭化水素及び６７ppm の塩素化炭化水素を含有していた。この吸着剤が飽和したのち、このカラムを空にし、熱窒素を３３０mL／分の速度で通し、このカラムの温度を２４０℃に上げ、前記吸着剤を再生した。脱着した物質を－２０℃の冷たいトラップに集めた。この冷たいトラップに約３．６ｇの炭化水素が集まった。トリメチルクロロシランを３５mL／ｈで、再びこのカラムに通し、炭化水素で飽和さ

せ、前述のようにして脱着した。約４．４ｇの炭化水素が冷たいトラップに集まった。カラムから集めたトリメチルクロロシラン中にて、飽和炭化水素含量は９６．８％減り、不飽和炭化水素は９５．２％減り、塩素化炭化水素は検出されなかった。

【００２２】

例５（実施例）

合成炭素質吸着剤の、トリメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、０．５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤（Ｒｏｈｍ ａｎｄ Ｈａａｓ，　Ｐｈｉｌａｄｅｌｐｈｉａ，　ＰＡ）をフラスコに入れることによって行った。Ａｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５は、メソポロシティー（ｍｅｓｏｐｏｒｏｓｉｔｙ）０．２０mL／ｇ及び表面積８００m^2／ｇを有するスルフォン化スチレン／ジビニルベンゼン樹脂の熱分解物である。３６９６ppm の飽和炭化水素、１７ppm の不飽和炭化水素及び２５ppm の塩素化炭化水素を含むトリメチルクロロシランのサンプル１０ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを２時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルを分析すると、飽和炭化水素含量は２２．７％減っており、不飽和炭化水素含量は５２．９％減っており、塩素化炭化水素の含量は４４．０％減っていた。

【００２３】

例６（実施例）

高シリカゼオライトの、ジメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの乾燥Ｐｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３　ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。４１０ppm の不飽和炭化水素を含むジメチルジクロロシランのサンプル４２ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの不飽和炭化水素含量は４４．２％減っていた。

【００２４】

例７（実施例）

合成炭素質吸着剤の、ジメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤及び４２ｇの例６に述べたジメチルジクロロシランをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの不飽和炭化水素含量は６０％減っていた。

【００２５】

例８（参考例）

活性炭の、ジメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰＷＡ（商標）Ｐｕｌｖｅｒｉｚｅｄ　Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ（Ｃａｌｇｏｎ，　Ｐｉｔｔｓｂｕｒｇ，　ＰＡ）をフラスコに入れることによって行った。４１０ppm の不飽和炭化水素を含むジメチルジクロロシランのサンプル４２ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの不飽和炭化水素含量は５６．６％減っていた。

【００２６】

例９（参考例）

活性炭の、ジメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの１１４Ａ　ＡＷＤ（商標）Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ（Ｃａｌｇｏｎ，　Ｐｉｔｔｓｂｕｒｇ，　ＰＡ）をフラスコに入れることによって行った。４１０ppm の不飽和炭化水素を含むジメチルジクロロシランのサンプル４２ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの不飽和炭化水素含量は５４．４％減っていた。

【００２７】

例１０（実施例）
合成炭素質吸着剤の、ジメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤をフラスコに入れることによって行った。７９１ppm の飽和炭化水素、３７８２ppm の不飽和炭化水素及び２６１２ppm の塩素化炭化水素を含むジメチルクロロシランのサンプルをこのフラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は１６．３％減り、不飽和炭化水素の含量は１０．８％減りそして塩素化炭化水素含量は３４．４％減っていた。

【００２８】
例１１（参考例）
活性炭の、ジメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰＷＡ（商標）Ｐｕｌｖｅｒｉｚｅｄ　Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ及び例１０に記載したジメチルクロロシランのサンプル３７ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は７．０％減り、不飽和炭化水素含量は１４．１％減り、塩素化炭化水素含量は２．２％減っていた。

【００２９】
例１２（参考例）
活性炭の、ジメチルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの１１４Ａ　ＡＷＤ（商標）Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ及び例１０に述べたのと同じジメチルクロロシラン３７ｇを、フラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は２１．０％減り、不飽和炭化水素含量は８．１％減り、塩素化炭化水素含量は７５．６％減っていた。

【００３０】
例１３（実施例）
高シリカゼオライトの、フェニルメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３　ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。９４０ppm の塩素化炭化水素、２９７９ppm の芳香族炭化水素及び２９ppm の塩素化芳香族炭化水素を含むフェニルメチルジクロロシランのサンプル４５ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの塩素化炭化水素含量は９８．７％減り、芳香族炭化水素含量は８４．４％減り、塩素化芳香族炭化水素は検出されなかった。

【００３１】
例１４（実施例）
合成炭素質吸着剤の、フェニルメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤及び例１３に述べたのと同じフェニルメチルジクロロシランをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの塩素化炭化水素含量は９３．７％減り、芳香族炭化水素含量は９９．０％減り、塩素化芳香族炭化水素は検出されなかった。

【００３２】
例１５（参考例）
活性炭の、フェニルメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰＷＡ（商標）Ｐｕｌｖｅｒｉｚｅｄ　Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ及び例１４に述べたのと同じフェニルメチルジクロロシラン４５ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコか

ら取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの塩素化炭化水素含量は２８．３％減り、芳香族炭化水素含量は５９．４％減り、塩素化芳香族炭化水素含量は３０．４％減っていた。

【００３３】

例１６（参考例）

活性炭の、フェニルメチルジクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの１１４Ａ　ＡＷＤ（商標）Ａｃｔｉｖａｔｅｄ　Ｃａｒｂｏｎ及び例１４に述べたのと同じフェニルメチルジクロロシラン４５ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの塩素化炭化水素含量は７５．７％減り、芳香族炭化水素含量は８９．６％減り、塩素化芳香族炭化水素は３２．３％減った。

【００３４】

例１７（実施例）

高シリカゼオライトの、フェニルトリクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、３ｇのＰｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３　ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。４６２ppm の芳香族炭化水素を含むフェニルトリクロロシランのサンプル６０ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの芳香族炭化水素含量は８８．８％減っていた。

【００３５】

例１８（実施例）

合成炭素質吸着剤の、フェニルトリクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、３ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤及び例１７に述べたのと同じフェニルトリクロロシラン６０ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの芳香族炭化水素含量は９０．２％減っていた。

【００３６】

例１９（実施例）

高シリカゼオライトの、トリクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３　ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。８４７ppm の飽和炭化水素を含むトリクロロシランのサンプル４２ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は２２．０％減っていた。

【００３７】

例２０（実施例）

高シリカゼオライトの、テトラクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３　ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。１２１６ppm の飽和炭化水素を含むテトラクロロシランのサンプル４８ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は２０．７％減っていた。

【００３８】

例２１（実施例）

合成炭素質吸着剤の、テトラクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５　炭素質吸着剤及び例２０に述べたのと同じテトラクロロシラン４８ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分

析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は２１．１％減っていた。

【００３９】

例２２（参考例）

活性炭の、テトラクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰＷＡ（商標）Ｐｕｌｖｅｒｉｚｅｄ Ａｃｔｉｖａｔｅｄ Ｃａｒｂｏｎ及び例２０に述べたのと同じテトラクロロシラン４８ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は３．１％減っていた。

【００４０】

例２３（参考例）

活性炭の、テトラクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの１１４Ａ ＡＷＤ（商標）Ａｃｔｉｖａｔｅｄ Ｃａｒｂｏｎ及び例２１に述べたのと同じテトラクロロシラン４８ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は６．７％減っていた。

【００４１】

例２４（実施例）

高シリカゼオライトの、ジメチルビニルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの乾燥Ｐｕｒａｓｉｅｖｅ（商標）４２３ ゼオライトをフラスコに入れることによって行った。１３４ppm の飽和炭化水素、８５８ppm の不飽和炭化水素及び１５５７ppm の塩素化炭化水素を含むジメチルビニルクロロシランのサンプル３７ｇを、前記フラスコに加えた。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は９４．８％減り、不飽和炭化水素含量は９７．４％減り、塩素化炭化水素は３７．３％減っていた。

【００４２】

例２５（実施例）

合成炭素質吸着剤の、ジメチルビニルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＡｍｂｅｒｓｏｒｂ（商標）５７５炭素質吸着剤及び例２４に述べたのと同じジメチルビニルクロロシラン３６ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は８５．８％減り、不飽和炭化水素含量は９８．４％減り、塩素化炭化水素は３７．３％減っていた。

【００４３】

例２６（参考例）

活性炭の、ジメチルビニルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇのＰＷＡ（商標）Ｐｕｌｖｅｒｉｚｅｄ Ａｃｔｉｖｅ Ｃａｒｂｏｎ及び例２４に述べたのと同じジメチルビニルクロロシラン３５ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は６７．２％減り、不飽和炭化水素含量は９０．８％減り、塩素化炭化水素は３２．４％減っていた。

【００４４】

例２７（参考例）

活性炭の、ジメチルビニルクロロシランからの炭化水素の除去能力を評価した。この評価は、５ｇの１１４Ａ ＡＷＤ（商標）Ａｃｔｉｖｅ Ｃａｒｂｏｎ及び例２４に述べたのと同じジメチルビニルクロロシラン３７ｇをフラスコに入れることによって行った。このフラスコを４時間振とうし、次いでサンプルをこのフラスコから取り出し、ＧＣ－ＦＩＤにより分析した。このクロロシランサンプルの飽和炭化水素含量は８６．６％減り、不

飽和炭化水素含量は９８．５％減り、塩素化炭化水素は３８．７％減っていた。

フロントページの続き

(72)発明者 キャサリン リン ボゼ アルムクウィスト
アメリカ合衆国, オハイオ, ウエスト チェスター, ハイアリー ドライブ ８９９９
(72)発明者 マイケル アンソニー ディアツ
アメリカ合衆国, ケンタッキー, ルイスビル, コッパー クリーク ドライブ ８２３５
(72)発明者 ローランド リー ハーム
アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドランド, ディロウェイ １７０５
(72)発明者 ジェームス リチャード ハスラー, ジュニア
アメリカ合衆国, インディアナ, マディソン, ノース ヒアフォード レーン ６５５
(72)発明者 ジェームス スコット スミス
アメリカ合衆国, ミシガン, ミッドランド, ジェファーソン アベニュ ４７０９

審査官 服部 智

(56)参考文献 特開昭５３－１１１０４３（ＪＰ，Ａ）
特開昭６２－１４２１８８（ＪＰ，Ａ）