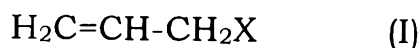


73.950/SZE

KIVONAT

Eljárás 3-as helyzetben funkcionálizált propilszilánok előállítására

A találmány tárgya eljárás 3-funkcionálizált propilszilánok előállítására az (I) általános képletű allilvegyületek

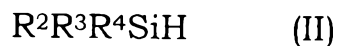


amely képletben

X jelentése Cl, Br, I, F, Cn, SCN, SH, SR, OH, NRR^1 vagy OR,
ahol

R és R^1 jelentése egymástól függetlenül 1-6 szénatomos
alkil- vagy 3-7 szénatomos alkilcsoport,

(II) általános képletű,

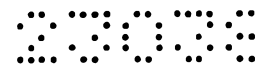


amely képletben

R^2 , R^3 és R^4 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom,
halogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 1-6 szénatomos

halogén-alkil-, 3-6 szénatomos allil-, 1-4 szénatomos alkoxi-,
fenil-, aril- vagy aralkil-csoport

szilánokra történő, 0 és 200 °C közötti hőmérsékleten, 800 mbar és 25 bar közötti nyomáson és platina katalizátor jelenlétében végrehajtott addíciójával, amelynek során a (II) általános képletű szilánt az (I) általános képletű propénvegyületre vonatkoztatott 3-100 szoros mólfeleslegben érintkeztetjük a katalizátorral.

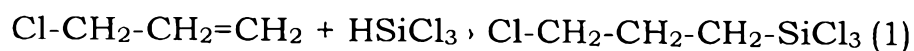


73.950/SZE

Eljárás 3-as helyzetben funkcionáliszt
propilszilánok előállítására

A jelen találmány tárgya eljárás 3-as helyzetben funkcionáliszt propilszilánok előállítására.

Ismeretes, hogy a hidrogénszilán, például allil-kloriddal, homogén vagy heterogénplatina katalizátorok jelenlétében 3-klór-prop-ilszilánná reagálnak. Ezt a reakciót általános nevén hidroszili-lezésnek nevezzük (ld. 1-es egyenlet)



Homogén hidroszili-lezésről akkor beszélünk, ha katalizátorként oldható platinavegyületeket, legegyszerűbb esetben például a $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ képlettel rendelkező vegyületet alkalmazzuk (vö. DE-OS 28 51 3456, CS 176 910, US 4,292,433, US 4,292,434,



DE-AS 11 87 240, DE-PS 11 65 029). Heterogén hidroszililezés esetén hordozóra felvitt elemi platinát vagy platinavegyületeket alkalmazunk (vö. US 2,637,738, DE-PS 20 12 229, DE-PS 28 15 316).

Ismeretes továbbá, hogy például a hidrogénszilán allil-kloriddal 3-klór-propilszilánna történő átalakítása során az alkalmazott allil-klorid egy része egy mellékreakcióban propénné és a megfelelő klórszilánna reagál (ld. pl. a 2. egyenletet)



Így például allil-klorid triklór-szilánnal történő reagáltatása esetén a reakcióba lépő allil-klorid 25-30 mól%-a alakul át propénné a fentiekben ismertetett mellékreakció szerint. Ezzel egyidejűleg ekvivalens mennyiségű szilícium-tetraklorid is képződik.

A keletkező klór-propilszilán és a szilícium-tetraklorid molaránya egyfajta, a reakció szelektivitására jellemző érték, amelynek nagysága jellemzően 2,33 : 1 (az allil-kloridra vonatkoztatott 70 %-os kitermelés esetén) és 3 : 1 (75 %-os kitermelés) között mozog.

Ismeretes továbbá az is, hogy nyomás alá helyezhető készülékekben történő speciális reakciólevezetéssel a



propénképződés csökkenthető. Ennek eredményeképpen a propén a hidrogénszilánnal kvantitatív módon propilszilánná reagál tovább. A mellékreakcióból származó propén a normál nyomáson, szokásos módon végrehajtott reakcióknál is a megfelelő propilszilánná alakul tovább egy további, hidrogénszilánnal lejátszódó mellékreakció (ld. 3-as egyenlet) során (vö. pl. DE 34 04 703 C).



Így például, valamely technológiai berendezésben, allil-klorid és triklórszilán heterogén-katalitikus, platinázott aktívszénrel töltött savban végrehajtott átalakítása során 1000 kg felhasznált 3-klór-propil-triklórszilán esetén 230 kg propil-triklórszilán keletkezik. Ez azt jelenti, hogy a triklórszilánból a céltermékbe beépült triklórszilán-mennyiségre vonatkoztatva kb. 28 %-nyi felesleget kell alkalmazni (vö. DE 41 19 994 A1).

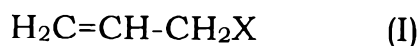
Az ismert eljárások hátránya egyrészt, hogy hidrogénszilán-felesleg alkalmazására van szükség, másrészt pedig a keletkező, nem kívánt propilszilánok elválasztása csak nehezen megoldható, nem beszélve arról, hogy ezen vegyületek szinte alig rendelkeznek felhasználási területtel, ártalmatlanításuk viszont igen nagy költségeket emészt fel.

Ennek megfelelően, a jelen találmány feladata egy olyan, a 3-as helyzetben funkcionális propilszilánok előállítására szolgáló



eljárás kidolgozása, amelyeknél a fent említett hátrányos tényezők nem jelentkeznek.

A találmány tárgya eljárás 3-funkcionalizált propilszilánok előállítására az (I) általános képletű allilvegyületek

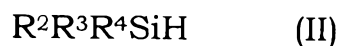


amely képletben

X jelentése Cl, Br, I, F, Cn, SCN, SH, SR, OH, NRR^1 vagy OR, ahol

R és R^1 jelentése egymástól függetlenül 1-6 szénatomos alkil- vagy 3-7 szénatomos alkilcsoport,

(II) általános képletű,



amely képletben

R^2 , R^3 és R^4 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, halogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 1-6 szénatomos halogén-alkil-, 3-6 szénatomos allil-, 1-4 szénatomos alkoxi-, fenil-, aril- vagy aralkil-csoport

szilánokra történő, 0 és 200 °C közötti hőmérsékleten, 800 mbar és 25 bar közötti nyomáson és platina katalizátor jelenlétében végrehajtott addíciójával, amelynek során a (II) általános képletű

szilánt az (I) általános képletű propénvegyületre vonatkoztatott 3-100 szoros mólfeleslegben érintkeztetjük a katalizátorral.

Meglepő módon azt tapasztaltuk, hogy a melléktermék-képződés visszaszorítható, amennyiben a katalizátoron a hidrogénszilán nagy feleslegben van jelen. Ebben az esetben az allil-klorid és a triklórszilán reakciójánál elérhető szelektivitás az általában tapasztalható 74 %-os, allil-kloridra vonatkoztatott Cl-PTS (propil-trklórszilán) kitermelés-értékről 85 %-ra emelkedik. Ezzel egyidejűleg a képződött PTS melléktermék mennyisége 50 %-kal, míg a triklórszilán illetve allil-klorid edukt szükséglet rendre 20 illetve 12 %-kal csökken.

X jelentése előnyösen halogénatom, különösen klóratom.

Az eljárás kivitelezhető normál nyomáson, túlnyomáson vagy akár csökkentett nyomáson is. A reakciót előnyösen 800 mbar és 10 bar, különösen 800 mbar és 6 bar közötti nyomáson végezzük.

A találmány szerinti eljárást célszerűen úgy hajtjuk végre, hogy az allilvegyületet és a nagy sztöchiometriai feleslegben lévő hidrogénszilánt egy megfelelő edényben a katalizátorral együtt, 0-300 °C, előnyösen 25-200 °C hőmérsékleten addig reagáltatjuk, ameddig az allilvegyület teljes mennyisége el nem reagál.



Ennek során (II) általános képletű szilán találmány szerinti, a platinakatalizátorral történő érintkeztetés során jelentkező nagy feleslege többféle úton is kialakítható.

Egyik megoldás szerint, a (II) általános képletű komponens feleslege a katalizátoron beállítható közvetlenül az (I) és (II) általános képletű komponensek összekeverésével.

Egy másik megoldás szerint úgy járhatunk el, hogy egy megfelelő reakcióedényben az addíciós reakció mindkét komponensét érintkeztetjük a katalizátorral, amelynek során a reagáló komponensek aránya, azaz a szilánkomponens találmány szerinti nagy feleslege is tetszés szerint beállítható. Az erre a célra alkalmazott reakcióedény lehet akár egy szakaszosan üzemeltetett keverőüst vagy akár egy folyamatosan üzemeltetett, katalizátorral töltött csőreaktor is.

Egy további megoldás szerint a katalizátoron jelenlévő (II) általános képletű vegyület-felesleg kialakítható oly módon is, hogy egy legalább kettő, előnyösen kettő-tíz csőreaktorból álló kaszkádrendszert alkalmazunk, ahol az (I) általános képletű komponenst a reaktorok között, részletekben utánadagoljuk, majd az éppen soron következő reaktorban elreagáltatjuk. A reakciósémát az 1. ábrán mutatjuk be.



A találmány ezen kiviteli alakja szerint a folyamatosan üzemeltetett, katalizátorral töltött csőreaktoroknál a szilánkomponens találmány szerinti feleslege oly módon is kialakítható, hogy legalább kettő, előnyösen azonban kettő-tíz azonos csőreaktor oly módon kapcsolunk egymás után, hogy az első reaktort olyan, a szilánkomponenst nagy feleslegben tartalmazó keverékkel tápláljuk, amelyből az allilkomponens ugyanezen első reaktorban teljesen elreagál. Az első reaktorból kilépő termékkeveréket ezután kis mennyiségű allilkomponenssel keverjük, amelynek eredményeképpen a szilánkomponens ismét nagy feleslegben lesz jelen, és az így kapott új keveréket tápláljuk a második reaktorba. Ez az eljárás az összes, egymás után kapcsolt reaktornál végrehajtható, amelynek során a reaktorok között minden esetben utánadagoljuk az allilkomponenst. Így a katalizátoron a találmány szerinti szilánkomponens-felesleg állandóan jelen van.

A találmány egy további kiviteli alakja szerint a kaszkádrendszer helyettesíthetjük egyetlen csőreaktorral is, ahol a kisebb mennyiségben jelen lévő (I) általános képletű komponens adagolása legalább egy, előnyösen azonban egy-kilenc a reaktor oldalára csatlakoztatott csővezetéken keresztül történik. ez a kiviteli alak a 2. ábrán látható. Ennek megfelelően, egyetlen csőreaktoron való végigfutás alatt egy-kilenc adagolóhely áll rendelkezésre az allil-komponens mindenkori, megfelelően kis



mennyiségben történő bejuttatására. Ezzel a katalizátoron lokálisan állandóan fenntartható a szilánfelesleg.

A találmány egy további kiviteli alakjánál a szilánfelesleget a katalizátoron oly módon növelhetjük, hogy a csőrektoron áthaladó anyagáram túlnyomó részét visszavezetjük a reaktorfejbe, és a körfolyamatból mindig csak annyi terméket veszünk el, amely a másik oldalon eduktkeverékként bevitelre került. Ezzel a szilán-komponens allilkomponenssel szembeni, eduktkeverékben beállított feleslege a körforgásban résztvevő anyag és a bejuttatott edukt mennyiség függvényében megsokszorozható, mivel az allilkomponens a csőreaktorban elreagál. Ezt a kiviteli alakot a 3. ábrán mutatjuk be.

Ennek a módszernek az alkalmazásával, az eduktáramban beállított 3:1-es szilánfelesleg esetén a paraméterek megfelelő megválasztásával esetén a katalizátoron 15:1-nél nagyobb szilánfelesleg-értékek is elérhetők.

A találmány szerinti, a szilánkomponens katalizátoron jelenlevő feleslegének elérését célzó eljárás módok egymással kombinálva is alkalmazhatók.

Kiindulási anyagként olyan (II) általános képletű szilánok alkalmazhatók, amelyekben

R^2 , R^3 és R^4 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, halogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 1-6 szénatomos



alkoxi-, 1-6 szénatomos halogénalkil-, 3-6 szénatomos allil-, fenil-, aril vagy aralkil-csoport.

Előnyösen szilánokat, így például triklórszilánt vagy vegyesen, szubsztituált szilánokat, így például metil-, etil-, vagy propil-hidrogén-diklórszilánt vagy dimetil-hidrogénklórszilánt alkalmazunk.

A platinakatalizátort bármely oxidációs fokú változatában alkalmazhatjuk. A katalízis történhet homogén vagy heterogén úton is. Heterogén katalízis esetén a katalitikusan aktív platinavegyület jelen lehet hordozóra felvitt alakjában is (vö. US 26 37 738, DE-PS 20 12 229, DE-PS 29 15 316).

A katalizátort alkalmazhatjuk akár sztöchiometrikus, akár katalitikus, így például az alkalmazott allilvegyületre vonatkoztatott 0,1 – 10000 ppm, előnyösen 10 – 500 ppm mennyiségben.

Előnyösen heterogén katalizátort alkalmazunk.

Ennek során a szelektivitás-adat alatt a kívánt 3-klór-propil-tri-klórszilán termék (Cl-PTS) és a szilícium-tetraklorid mólarányát értjük.



Az alábbi példák az elért szelektivitással és 3-klór-propil-triklór-szilán kitermelési értékekkel alátámasztják a találmány szerinti eljárás előnyeit.

1. példa (összehasonlító példa)

Egy fűthető, 40 cm hosszú és 150 ml térfogatú, kb. 100 g platinázott, granulált aktívszénrel töltött csőreaktorba a katalizátor megtöltésére 1 l 3-klór-propil-triklór-szilánt adagolunk. Ezután kb. 90 °C-on, 2 bar nyomáson 200 ml/óra anyagáram mellett 1,43:1 arányú triklór-szilán/allil-klorid elegyet táplálunk be. Öt óra üzemeltetés után a reaktor kimeneténél a kijövő anyagból mintát veszünk, lehűtjük, majd analizáljuk. A következő termékösszetételt kapjuk:

6,75 tömeg % triklór-szilán (TCS)

- tömeg % allil-klorid (ACI)

19,31 tömeg % szilícium-tetraklorid

19,26 tömeg % propil-triklór-szilán (PTS)

54,68 tömeg % 3-klór-propil-triklór-szilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 2,27:1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 69,4 %-os 3-klór-propil-triklór-szilánt kitermelésnek felel meg.



2. példa

Az 1. példával analóg módon, kiindulási keverékként 2,8 : 1 arányú triklórszilán/allil-klorid keveréket a következő termékösszetételt kapjuk:

- 43,22 tömeg % triklórszilán (TCS)
- tömeg % allil-klorid (ACl)
- 9,69 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 10,14 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 39,96 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,06 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 75,4 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

3. példa

Az 1. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reaktor végén kilépő termékkeverék nagy részét a reaktorfejbe visszavezetjük. A keringetett anyag és az edukt mennyiségének arányát 3 : 1 -re állítjuk be. A tömegáram-egyensúlyból adódóan a reaktorfejben a triklórszilán/allil-klorid arány 13 : 1 lesz. A folyamat megkezdésétől számított 97 óra után mintát veszünk, amelyből a következő termékösszetételt kapjuk:



- 7,82 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,19 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 15,67 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 16,39 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 59,13 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,02 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 75,1 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

4. példa

Az 3. példával analóg módon járunk el, kiindulási keverékként 2,8 : 1 arányú triklórszilán/allil-klorid keveréket alkalmazva, amelynek eredményeképpen a tömegáram-egyensúlyból adódóan a reaktorfejben a triklórszilán/allil-klorid arány 14 : 1 lesz. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 42,41 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,68 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 7,80 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 7,52 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 41,35 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)



Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 4,25 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 81,0 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

5. példa

Az 3. példával analóg módon járunk el, kiindulási keverékként 2,0 : 1 arányú triklórszilán/allil-klorid keveréket alkalmazva, amelynek eredményeképpen a tömegáram-egyensúlyból adódóan a reaktorfejen a triklórszilán/allil-klorid arány 30 : 1 lesz. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 31,71 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,78 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 7,51 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 8,05 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 52,96 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 5,65 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 85 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

6. példa

Az 3. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy az allil-klorid összes beadagolt mennyiségének a felét a



reaktor kb. félmagasságánál adagoljuk be, míg a maradékot a 3. példával megegyezően, a TCS-nal együtt, a reaktorfejbe juttatjuk. Így a reaktorfejben a katalizátoron kb. 14 : 1 arányú TCS/allil-klorid arány alakul ki. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 33,69 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,68 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 10,36 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 10,47 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 44,80 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,5 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 78 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

7. példa

A 2. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reakciót két, egymással sorbakapcsolt, egyenként 1,7 l térfogatú reaktorban hajtjuk végre, és 250 ml keveréket adagolunk be. Így az első reaktorba való belépéskor a triklórszilán/allil-klorid arány kb. 2,8 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:



- 46,56 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,00 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 8,92 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 9,34 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 35,18 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,1 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 76 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

8. példa

A 7. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy az allil-klorid alkalmazott összes mennyiségének a felét közvetlenül a második reaktorba való belépés előtt adagoljuk az elegyhez míg a maradékot a 7. példával megegyezően, a TCS-nal együtt, még az első reaktorba való belépés előtt. Így az első reaktorba való belépéskor a triklórszilán/allil-klorid arány kb. 5,6 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 47,55 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,00 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 7,59 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 8,03 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 36,83 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)



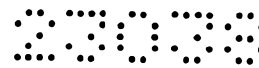
Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,6 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 78 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

9. példa

A 8. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reakciót három, egymással sorbakapcsolt, egyenként 1,7 l térfogatú reaktorban hajtjuk végre. Az összes felhasznált allil-kloridot három egyenlő részletben, az első, a második, illetve a harmadik reaktorba való belépés előtt adagoljuk be. Így az első reaktorba való belépéskor a triklórszilán/allil-klorid arány kb. 8,4 : 1, míg a második reaktornál ugyanez az érték 7,3 : 1 és a harmadik reaktorra 6,1 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 48,14 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,00 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 6,89 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 7,26 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 37,71 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 4,0 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 80 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.



10.példa

A 9. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reaktorok térfogata 0,8 l, és a TCS/allil-klorid mólarány 3,4 : 1. A harmadik reaktorból kilépő termékkeverék legnagyobb részét egy pumpa segítségével az első reaktor bemenetéhez juttatjuk vissza, amelynek során a keringetett anyag és edukt mennyiségének arányát 10 : 1 -re állítjuk be. Az anyagáram-mérlegből az egyes reaktorokra adódó TCS/allil-klorid arányok rendre kb. 57 : 1, 55 : 1, és 54 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:

57,55 tömeg % triklórszilán (TCS)

0,16 tömeg % allil-klorid (ACI)

3,77 tömeg % szilícium-tetraklorid

3,94 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)

34,58 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 5,7 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 85 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

11.példa



A 7. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a TCS/allil-klorid mólarány $3,4 : 1$, és a második reaktorból kilépő termékkeverék legnagyobb részét egy pumpa segítségével az első reaktor bemenetéhez juttatjuk vissza, amelynek során a keringetett anyag és edukt mennyiségének arányát $10 : 1$ -re állítjuk be. Az anyagáram-mérlegből az egyes reaktorokra adódó TCS/allil-klorid arány kb. $23 : 1$. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 56,79 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,03 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 4,42 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 4,62 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 34,14 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása $5,1 : 1$. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 84 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

12.példa

A 4. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a reaktor térfogata 4 m^3 . A TCS/allil-klorid mólarány $1,8 : 1$, és 1180 l keveréket adagolunk be. A keringetett anyag és az edukt mennyiségének arányát $5,5 : 1$ -re állítjuk be. Az anyagáram-mér-



legből TCS/allil-klorid arány a reaktorba való belépéskor kb. 4,5 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 26,15 tömeg % triklórszilán (TCS)
- 0,11 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 11,13 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 11,63 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 50,98 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 3,5 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 78 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.

13.példa

A 8. példával analóg módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a TCS/allil-klorid mólarány 2,0 : 1, és a második reaktorból kilépő termékkeverék legnagyobb részét egy pumpa segítségével az első reaktor bemenetéhez juttatjuk vissza, amelynek során a keringetett anyag és az edukt mennyiségének arányát 11,5 : 1 - re állítjuk be. Az anyagáram-mérlegből a reaktorokba való belépéskor adódó TCS/allil-klorid arányok rendre kb. 21 : 1, és 20 : 1. A következő termékösszetételt kapjuk:

- 33,27 tömeg % triklórszilán (TCS)



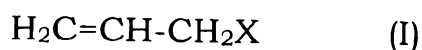
- 0,09 tömeg % allil-klorid (ACl)
- 7,30 tömeg % szilícium-tetraklorid
- 7,62 tömeg % propil-triklórszilán (PTS)
- 51,72 tömeg % 3-klór-propil-triklórszilán (Cl-PTS)

Ezekből az eredményekből a reakció anyagmennyiségekre vonatkoztatott szelektivitása 4,8 : 1. Ez az allil-kloridra vonatkoztatott 83 %-os 3-klór-propil-triklórszilánt kitermelésnek felel meg.



SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás 3-funkcionalizált propilszilánok előállítására az (I) általános képletű allilvegyületek



amely képletben

X jelentése Cl, Br, I, F, Cn, SCN, SH, SR, OH, NRR¹ vagy OR, ahol

R és R¹ jelentése egymástól függetlenül 1-6 szénatomos alkil- vagy 3-7 szénatomos alkilcsoport,

(II) általános képletű,



amely képletben

R², R³ és R⁴ jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, halogénatom, 1-6 szénatomos alkil-, 1-6 szénatomos halogén-alkil-, 3-6 szénatomos allil-, 1-4 szénatomos alkoxi-, fenil-, aril- vagy aralkil-csoport

szilánokra történő, 0 és 200 °C közötti hőmérsékleten, 800 mbar és 25 bar közötti nyomáson és platina katalizátor jelenlétében végrehajtott addíciójával, amelynek során a (II) általános képletű



szilánt az (I) általános képletű propénvegyületre vonatkoztatott 3-100 szoros mólfeleslegben érintkeztetjük a katalizátorral.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy (II) általános képletű szilánként triklórszilánt, metil-hidrogén-diklór-szilánt, etil-hidrogén-diklórszilánt, propil-hidrogén-diklórszilánt, vagy dimetil-hidrogén-klórszilánt alkalmazunk.

3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy szakaszosan működtetett keverőüstben hajtjuk végre.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egy folyamatosan működtetett, katalizátorral töltött csőreaktorban hajtjuk végre.

5. Az 1 igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a (II) általános képletű komponens katalizátoron jelenlévő feleslegét közvetlenül az (I) általános képletű komponens és a (II) általános képletű komponens összekeverésével állítjuk be.

6. Az 1 igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a (II) általános képletű komponens katalizátoron jelenlévő feleslegét a kilépő termékkeverék legnagyobb részének egy csőreaktor reaktorfejébe történő visszavezetésével hozzuk létre.



7. Az 1 igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a (II) általános képletű komponens katalizátoron jelenlévő feleslegét oly módon hozzuk létre, hogy egy legalább két csőreaktorból álló kaszkárendszer alkalmazunk, ahol az (I) általános képletű komponens a reaktorok között részletekben adagoljuk, és az éppen következő reaktorban elreagáltatjuk.

8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy egyetlen csőreaktort alkalmazunk, ahol az (I) általános képletű komponens utánadagolását a reaktorra csatlakoztatott legfeljebb kilenc csővezeték segítségével végezzük.

9. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reakciót a 3-8. igénypontok szerinti eljárás módoszatok bármely kombinációjával hajtjuk végre.

10. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a katalizátor-koncentráció az allil-vegyületre vonatkoztatva 0,1 – 10000 ppm.

11. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reakciót 800 mbar – 10 bar nyomáson hajtjuk végre.

A meghatalmazott

Szentpéteri Zsolt
szabadalmi ügyvivő
az S.B.G. & K. Szabadalmi Ügyvivői Iroda
tagja
H-1062 Budapest, Andrásy út 113.
Telefon: 461-1000 Fax: 461-1099



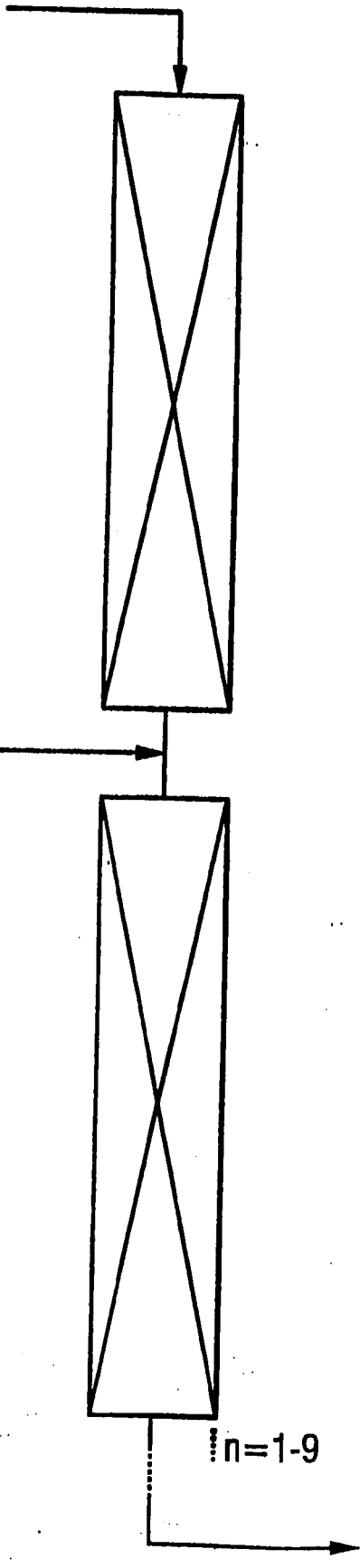
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

P0200377

H-szilán (felesleg) + allilkomponens

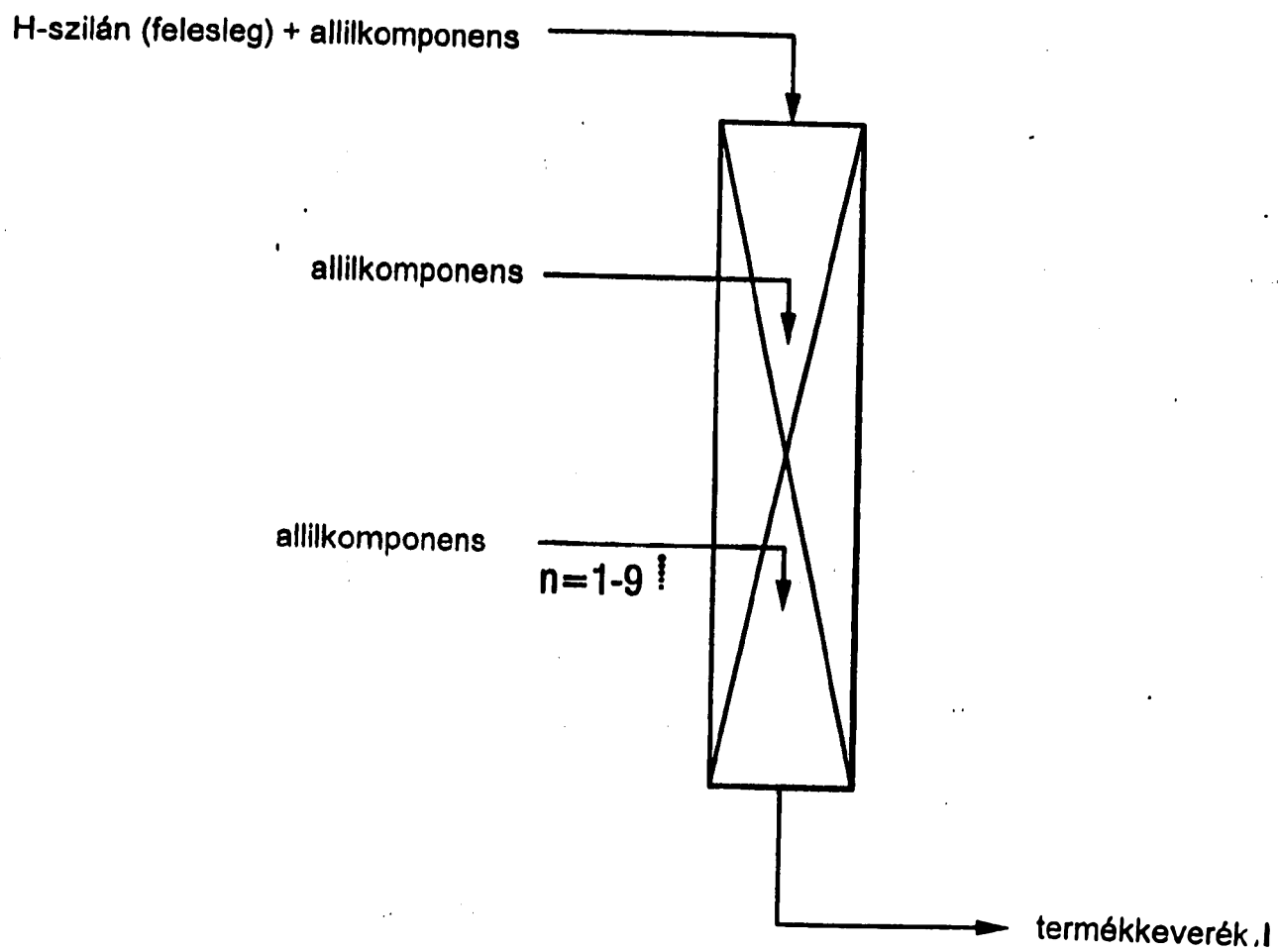
1 / 3

allilkomponens

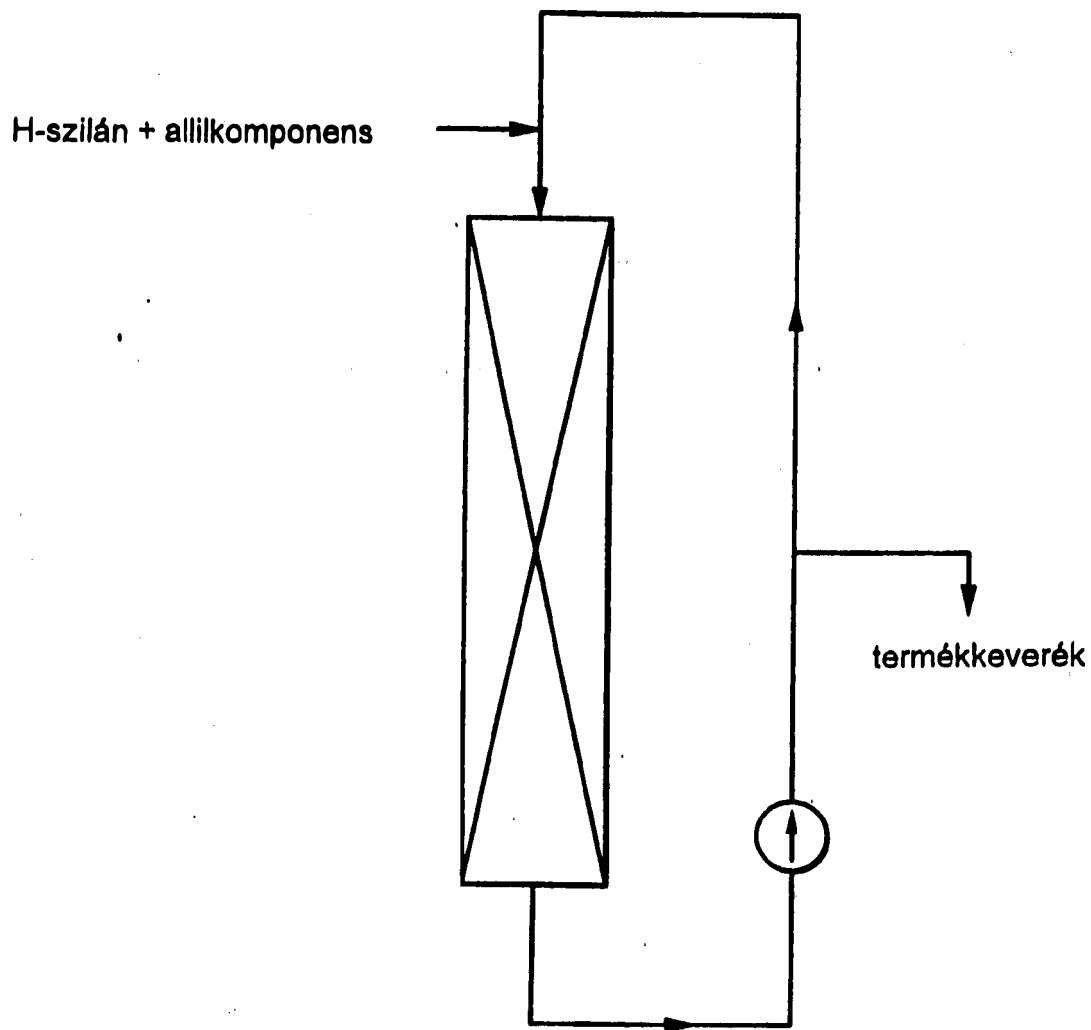


1. ÁBRA

termékkeverék



2. ÁBRA



3. ÁBRA