



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 18 264 T2** 2004.10.21

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 046 646 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C07F 7/18**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 18 264.6**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 107 305.7**

(96) Europäischer Anmeldetag: **19.04.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **25.10.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **23.06.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **21.10.2004**

(73) Patentinhaber:

General Electric Co., Schenectady, N.Y., US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL

(74) Vertreter:

**WUESTHOFF & WUESTHOFF Patent- und
Rechtsanwälte, 81541 München**

(72) Erfinder:

**Gunther, Michael Lee, Danbury, Connecticut,
06811, US; Pohl, Eric Raymond, Mt. Kisco, New
York 10549, US**

(54) Bezeichnung: **Bis-Silyl-tertiäre Amines**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft neue Strukturen aus gewissen tertiären Bissilylaminen und die Herstellung und Verwendung derselben.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Aminosilane haben viele Verwendungen bei der Haftvermittlung von anorganischem Material, z. B. Siliciumdioxid, Kieselsäure-haltigen Füllstoffen, Metalloxiden und Keramiken, mit organischen Materialien, z. B. Harzen, bei der Bildung von sich durchdringenden Polymer-Netzwerken mit organischen Materialien und der Vernetzung von organischen und Silicon-Materialien. Die meisten dieser Silane schließen nur eine primäre oder sekundäre Amino-Funktionalität ein. Jedoch können primäre und sekundäre Amin-Funktionalitäten in der Endverwendungs-Formulierung übermäßig reaktiv sein, indem sie Nebenreaktionen eingehen und im Lauf der Zeit die Wirksamkeit verlieren.

[0003] Darüber hinaus werden viele sekundäre Amine unter Verwendung von Mono-, Di- oder Trialkoxy-funktionellen Silanen synthetisiert. Demgemäß kann die Nützlichkeit in wässrigen Lösungen beeinträchtigt werden, indem die Silane Polysiloxane, die nicht wünschenswert sind, z. B. stabile kubische Strukturen bilden. Diese Strukturen haften schlecht.

[0004] K. Shiena und M. Kumada offenbaren die Synthese und Reaktion von gewissen Silicon-haltigen Aminen in MEM. FAC. ENG. OSAKA CITY UNIV., Bd. 1, S. 1–14, 1959 und KOGYO KAGAKU ZASSHI, Bd. 63, 173–175, 1960.

Zusammenfassung der Erfindung

[0005] Tertiäre Bissilylamine gemäß den der Beschreibung angefügten Ansprüchen 1 bis 6 stellen eine kontrollierte Reaktivität und gute Haftung bereit.

Detaillierte Beschreibung der erfindungsgemäßen Struktur

[0006] In der obigen Formel I ist jedes R^1 ein einwertiger Rest, z. B. Wasserstoff, eine Silylgruppe, eine Iminogruppe, ein Dialkylamin oder bevorzugt eine Kohlenwasserstoff-Funktionalität, einschließlich, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, Aryl, Allyl, Cycloalkyl, Alkyl (linear oder verzweigt) oder Aralkyl, die Heteroatome, z. B. Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel enthalten kann. R^1 könnte auch eine Silyl-Funktionalität oder eine Acyl-Funktionalität (z. B. Trimethoxysilyl oder Acetyl) sein. Beispiele für R^1 sind $-N=C(CH_3)_2$, $-Si(OCH_3)_3$ und $-CH=CHCH_3$. Am bevorzugtesten ist R^1 ein Alkyl mit 1 bis 10 Kohlen-

stoffatomen, z. B. Methyl, Ethyl, Isopropyl, Cyclohexyl oder t-Butyl.

[0007] Y ist ein Heteroatom, das aus Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel ausgewählt ist. Der Wert von b hängt von der Wertigkeit von Y ab, d. h. $b = 1$ für Y = Sauerstoff oder Schwefel und $b = 2$ für Y = Stickstoff. Vorzugsweise ist Y Sauerstoff.

[0008] Vorzugsweise steht a für 3, aber wenn $a < 3$, ist jedes R^2 ein einwertiger Rest, einschließlich, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, eines Kohlenwasserstoff-Rests, eines gesättigten Kohlenwasserstoffs, eines ungesättigten Kohlenwasserstoffs oder Cyano. Vorzugsweise ist R^2 ein Cycloalkyl, Alkyl (linear oder verzweigt) oder Aralkyl, das Heteroatome einschließen kann, z. B.

[0009] Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel. Beispiele für R^2 umfassen Phenyl, Phenylethyl, 3-Oxobutyl oder 2-Methoxypropyl. Am bevorzugtesten ist R^2 Methyl oder Ethyl.

[0010] R^3 ist eine zweiwertige Verbrückungsgruppe, einschließlich, ohne jedoch darauf beschränkt zu sein, eines Alkylens, Alkarylens, Arylens oder Polyalkylenoxids, ist aber bevorzugt ein C_{1-12} -Alkyl, z. B. Propylen oder Butylen, und kann verzweigt, z. B. Neopentyl, cyclisch, z. B. Dimethylencyclohexan, oder ungesättigt, z. B. Dimethylencyclohexen, sein. R^3 kann einen Heteroatom-Substituenten einschließen, z. B. kann R^3 eine Aminogruppe entweder in der Hauptkette oder seitenständig zur Hauptkette einschließen. Falls R^3 eine Amin-Funktionalität einschließt, ist jedes Amin darin ein tertiäres Amin. Spezielle Beispiele für R^3 sind Propylen, n-Butylen, Phenylen, Di(ethylen)ethylamin und Polyoxyethylen.

[0011] X ist ein Carbonyl, das einen einwertigen Rest enthält, z. B. ein Keto-, Ester-, Thioester- oder Amidrest. Bevorzugte Ausführungsformen von X können durch die Formel (II) ausgedrückt werden: $(R^4)_bZC(=O)CH(Q)CH(Q)-$. Z steht für CH_2 , O, S oder N (abhängig davon, ob X ein Keton, Ester, Thioester bzw. Amid ist). Q steht für N, Alkyl, Aryl, Alkaryl oder $(R^4)_bZC(=O)-$; R^4 ist eine Kohlenwasserstoff-Einheit mit einem bis zwanzig Kohlenstoffatomen, die Heteroatome enthalten kann, ein Wasserstoff, ein Silyl oder ein organisches Polymer, z. B. Polyester, Polyurethan, Polyether, Polysulfid oder Polyimid, das selbst eine oder mehrere Gruppen $ZC(=O)CHQCH-QN[R^3SiR^{2-3}_a(Y(R^1)_b)_a]_2$ enthalten kann. R^4 ist bevorzugt ein Alkyl (linear, cyclisch oder verzweigt), Aryl oder Alkaryl und bevorzugter ein Alkyl mit einem bis vier Kohlenstoffatomen. Q ist bevorzugt Wasserstoff. Der Wert von b hängt wie in der Formel I von der Wertigkeit von Z ab, z. B. $b = 1$ für Z = Sauerstoff oder Schwefel und $b = 2$ für Z = Stickstoff.

[0012] Spezielle Beispiele für X umfassen:

$(\text{CH}_3)_3\text{COC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{CH}_3\text{OC}(=\text{O})\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$,
 $(\text{CH}_3\text{CH}_2)\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)-$,
 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5)-$,
 $\text{CH}_3\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}[\text{C}(=\text{O})\text{OCH}_3]-$,
 $\text{H}_2\text{C}=\text{CHOC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{C}_6\text{H}_5\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{CH}_3\text{C}(=\text{O})(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_5\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{CH}_3\text{C}(=\text{O})\text{OC}_6\text{H}_4\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{CH}_3\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}(\text{CN})-$,
 $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{H}_2\text{NC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $(\text{CH}_3)_2\text{NC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $(\text{CH}_3)_2\text{CHNHC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{NHC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{CH}_3\text{SC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{SC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{CH}_3\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_2\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $\text{CF}_3\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$,
 $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{O}[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})]$
 $(\text{CH}_2)_4\text{C}(=\text{O})\text{O}]_{10}\text{C}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2-$

[0013] Spezielle Beispiele für die Bis(silyl)amine, die in der vorliegenden Erfindung nützlich sind, umfassen:

$[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{OC}(\text{CH}_3)_3$,
 $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{NH}_2)\text{CH}_2]_2$,
 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{CH}_3$,
 $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{SiOSi}(\text{OCH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{NH}_2)\text{CH}_2]_2$,
 $[(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{SCH}_3$,
 $[(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{NO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{SCH}_3$,
 $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3]_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{O}[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})]$
 $(\text{CH}_2)_4\text{C}(=\text{O})\text{O}]_{10}\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OC}(=\text{O})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}[(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]_2$.

Herstellungsverfahren

[0014] Die Amine der vorliegenden Erfindung werden mittels Michael-Additionsreaktions-Chemie aus dem entsprechenden sekundären Bissilylamin und einer α,β -ungesättigten Carbonylverbindung hergestellt, die, ohne darauf beschränkt zu sein, Ketone, Ester, Thioester, Amide und organische Polymere einschließt, welche mindestens eine α,β -ungesättigte Carbonylgruppe enthalten, z. B. ungesättigte Polyester, ungesättigte Polyamide oder Vinylester.

[0015] Die α,β -ungesättigtes Carbonyl enthaltende Verbindung, d. h. $(\text{R}^4)_b\text{ZC}(=\text{O})\text{CQ}=\text{CHQ}$, worin R^4 , Z, Q und b wie in der obigen Formel (II) definiert sind.

[0016] Geeignete Ketone schließen Alkylvinylketone, Allylvinylketone und Phenylvinylketone ein. Geeignete Ester schließen Acrylat-, Methacrylat-, Crotonat-, Cinnamat-, Maleat-, Sorbat-, Itaconat- und Fumaratester von Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Phenyl und Benzyl ein. Ein bevorzugter Ester ist t-Butylacrylat. Die entsprechenden S- oder N-haltigen Verbindungen sind ebenfalls nützlich. Organische Poly-

mere, die α,β -ungesättigte funktionelle Carbonylgruppen enthalten, schließen ungesättigte Polyester, die aus der Kondensation von Diolen mit Disäuren hergestellt werden, wobei einige der Disäuren α,β -ungesättigte Carbonyle enthalten, z. B. Fumar- oder Maleinsäure, Vinylester und mit Acrylat endgestoppte Polyether, Polyamide und Polysulfid-Polymeren ein.

[0017] Die Bissilylamine für die Michael-Reaktion weisen die Formel (III): $[(\text{R}^1)_b\text{Y})_a\text{R}^2_{3-a}\text{SiR}^3]_2\text{NH}$ auf, worin R^1 , R^2 , R^3 , a, b und Y wie in der Formel I sind. Spezielle Beispiele für diese Silane sind Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin, Bis(3-triethoxysilylpropyl)amin, N-(3-Trimethoxysilylpropyl)-N-(4-trimethoxysilylphenyl)amin und Bis(3-triisopropoxysilylpropyl)amin. Derartige Bissilylamine sind unter der eingetragenen Marke SILQUEST® A-1170 für Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin von Witco Corporation erhältlich. Darüber hinaus können Diamine verwendet werden, in denen jedes Amin mit einem Acrylat reagieren würde. Beispielsweise kann $((\text{R}^1)_b\text{Y})_a\text{R}^2_{3-a}\text{Si}(\text{CH}_2)_n\text{NH}(\text{CH}_2)_n\text{NH}(\text{CH}_2)_n\text{SiR}^2_{3-a}(\text{Y}(\text{R}^1)_b)_a$, worin „n“ einzeln 1 bis 10 ist, verwendet werden. Darüber hinaus können diese Amine in der Technik hergestellt werden, wie im US-Patent Nr. 4,526,996 gelehrt.

[0018] Die Michael-Addukt-Reaktionschemie ist bekannt, wie im US-Patent Nr. 4,122,074 offenbart. Die Reaktion wird vorzugsweise mit einem Überschuss von Amin durchgeführt, um die Anwesenheit von unumgesetzten Acrylaten im Endprodukt zu vermeiden. Das Verfahren kann mit einem Kondensationskatalysator durchgeführt werden. Die Reaktionstemperatur beträgt 65 bis 140°C, und die Reaktionszeit beträgt typisch 6 bis 100 Stunden. Das resultierende Produkt kann destilliert oder filtriert werden, um dasselbe zu reinigen.

Nützlichkeit

[0019] Die tertiären Bissilylamine weisen keinen aktiven Wasserstoff am Stickstoff auf und können so in jedem Reaktionssystem verwendet werden, in dem primäre und sekundäre Amine ansonsten dazu neigen würden, unerwünschte Nebenreaktionen einzugehen. Das tertiäre Amin ist jedoch als Katalysator verfügbar, um die Geschwindigkeit der Silan-Hydrolyse und von Vernetzungsreaktionen zu erhöhen und die Reaktionen der Silylgruppen, die eine hydrolysierbare Gruppe oder nach Hydrolyse Silanolgruppen enthalten, mit anorganischen Materialien zu katalysieren. Die Bissilane weisen mehrere hydrolysierbare Gruppen (z. B. Alkoxy) auf. Die zwei Silylgruppen sorgen für mehrere Anknüpfungen an die anorganische Oberfläche mit starken stabilen Bindungen und bilden Filme mit geringeren Mengen der nicht-bindenden Polysiloxane, z. B. kubischen Strukturen. Beispielhafte Anwendungen umfassen Filme,

Lösungsmittel und Beschichtungsmittel auf wässriger Basis, Klebstoffe, Bindemittel, Grundier-Anstrichmittel, Glasfaserschichten, Downhole-Staubbindung, Gießerei, Anstrichmittel und jede anderer Anwendung, in der bislang Aminosilane verwendet worden sind.

[0020] Die Aminosilane der vorliegenden Erfindung können mit bekannten Zusätzen, wie antistatischen Mitteln, organischen Polymeren, silylierten Polymeren, Siloxan, Schmiermitteln, Pigmenten, Füllstoffen (faserigen und nicht-faserigen), Inhibitoren, Emulgatoren und anderen Silanen, kombiniert werden.

Beispiele

Michael-Addukt von Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin und Methylacrylat

[0021] 1. In einen 3 l-Dreihalskolben, der mit einem Zugabetrichter, einer Vigreux-Kolonne, einem Thermometer, einem Gaseinlass, einem magnetischen Rührstab und einem Heizmantel ausgestattet war, wurden Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin (901,3 g, 2,64 Mol, 1,1 Äq) und Methanol (479,2 g) gegeben. Der Kolben wurde unter Verwendung von Hausstickstoff und einer Gluckertopf-Leitung unter Stickstoff-Atmosphäre gesetzt. Der Kolben wurde auf 50°C erwärmt, und Methylacrylat (207 g, 2,4 Mol, 1,0 Äq) wurde über den Tropftrichter über 1,5 Stunden dazugegeben. Nach 2 Tagen bei Raumtemperatur zeigte die GC-Analyse kein verbleibendes Methylacrylat. Das Methanol wurde unter verringertem Druck (60°C, 0,1 mm Hg) entfernt.

Michael-Addukt von Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin und t-Butylacrylat

[0022] 2. In einen 2 l-Dreihalskolben, der mit einem Spiralkühler, einem Zugabetrichter, einem Heizmantel, einem Thermometer, einem PTFE-beschichteten Rührstab und einem Gaseinlass ausgestattet war, wurden Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin (751,3 g, 2,2 Mol, 1 Äq) und Methanol (402 g) eingeführt. Der Kolben wurde auf 40°C erwärmt und unter Verwendung von Hausstickstoff und einer Gluckertopf-Leitung unter Stickstoff-Atmosphäre gesetzt. t-Butylacrylat (253,8 g, 2,0 Mol, 0,9 Äq) wurde über den Zugabetrichter über 40 Minuten dazugegeben. Die Wärme wurde bis zum Rückfluss erhöht und ca. 6 Stunden gehalten. Methanol wurde unter Atmosphärendruck abgezogen, gefolgt von einem Abziehen unter Hochvakuum, um letzte Spuren von Methanol und Acrylat zu entfernen. Das Produkt wurde durch ein 0,1 µm-Abestocel-Kissen filtriert. Die GC-MS-Analyse zeigte das Michael-Addukt als das Hauptprodukt (ca. 90%) an. Die Reaktion wurde mit einem Überschuss an Amin durchgeführt, was den verbleibenden 10% des Produkts Rechnung trägt. Das Produkt wird als Amin A bezeichnet.

Michael-Addukt von Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin und n-Butylacrylat

[0023] 3. In einen 2 l-Dreihalskolben, der mit einem Spiralkühler, einem Zugabetrichter, einem Heizmantel, einem Thermometer, einem PTFE-beschichteten Rührstab und einem Gaseinlass ausgestattet war, wurde Bis(3-trimethoxysilylpropyl)amin (751,3 g, 2,2 Mol, 1 Äq) eingeführt. Der Kolben wurde auf 40°C und unter Verwendung einer Gluckertopf-Leitung unter Stickstoff-Atmosphäre gesetzt. n-Butylacrylat (253,8 g, 2,0 Mol, 0,9 Äq) wurde über den Tropftrichter über 25 Minuten dazugegeben. Die Wärme wurde über 1 Stunde auf 50°C erhöht, gefolgt von 4 Stunden bei 70°C. Die GC-Analyse zeigte eine niedrige Umwandlung an. Die Temperatur wurde 42 Stunden auf 100°C, 18 Stunden auf 120°C und dann 42 Stunden auf 140°C erhöht. Leichtflüchtige Materialien wurden unter verringertem Druck unter Verwendung eines Kurzweg-Destillationskopfes abgezogen. Das Produkt wurde unter Verwendung einer Molekulardestillationsvorrichtung mit fallendem Film destilliert. Unter Verwendung von refluxierendem 1-Octanol als Wärmequelle wurde das Rohprodukt mit 50 Tropfen/Minute bei 0,3 mm Hg in die Destillationsvorrichtung eingespeist. Die GC-MS-Analyse zeigte das Michael-Addukt als Hauptprodukt (ca. 90%) an. Die Reaktion wurde mit einem Überschuss von Amin durchgeführt, was den verbleibenden 10% des Produkts Rechnung trägt.

Herstellung und physikalische Tests (Lösungsmittel-Beständigkeit) der Filme

[0024] 4. Acryl-Polymere wurden unter Verwendung eines Styrol-Acryl-Latex (SCX2500, S. C. Johnson & Son) bewertet, welcher 6% Koaleszenzmittel Diethylen glycolmonobutylether enthält. Die Mischung (zur Kontrolle verwendet) wurde auf 4" x 12"-Aluminiumplatten aufgetragen und 7 Tage bei Raumtemperatur gehärtet. Der Film wurde unter Verwendung eines ASTM D 4752-87 MEK-Reibungstest bewertet. Der Kontrollfilm versagte nach 10 Reibevorgängen. 3% Amin A wurden zu der Kontrollmischung gegeben und auf ein Aluminiumsubstrat aufgetragen. Der Film wurde unter den gleichen Bedingungen wie die Kontrolle gehärtet. Der Amin A enthaltende Film versagte nach 24 Reibevorgängen in dem MEK-Reibungstest (240%-ige Zunahme gegenüber der Kontrolle).

[0025] 5. Urethan/Acryl-Hybridpolymere wurden unter Verwendung einer Urethan-Hybridemulsion (Flexane 620, Air Products and Chemicals, Inc.) bewertet. Die reine Emulsion, zur Kontrolle verwendet, wurde auf eine Aluminiumplatte gegossen und 15 Minuten bei 66°C und dann 7 Tage bei Raumtemperatur gehärtet. Der Film wurde unter Verwendung einer Isopropanol-Hammerreibung (1 Pfund-Hammer) bewertet. Die Kontrolle versagte nach 80 Reibevorgängen. Flexan 620, das 3% Amin A enthielt, wurde auf

Aluminiumplatten gegossen und unter den gleichen Bedingungen wie die Kontrolle gehärtet. Der Film versagte nach 340 Isopropanol-Hammerreibevorgängen (425%-ige Zunahme gegenüber der Kontrolle).

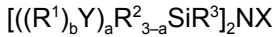
fungsgruppe ist; Y Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel ist; b für 1 oder 2 steht; und a = 1 bis 3.

8. Verfahren nach Anspruch 7, in dem ein stöchiometrischer Überschuss von Amin verwendet wird.

Patentansprüche

Es folgt kein Blatt Zeichnungen

1. Amin, umfassend:



worin

R¹ und R² einwertige Reste sind;

R³ eine zweiwertige Verknüpfungsgruppe ist;

a für 1 bis 3 steht;

Y Sauerstoff, Stickstoff oder Schwefel ist;

b für 1 oder 2 steht, abhängig von der Valenz von Y;

und worin X für (R⁴)_bZC(=O)CH(Q)CH(Q)- steht, worin Z für CH₂, O, S oder N steht;

Q für N, Alkyl, Aryl, Alkaryl oder C(=O)Z(R⁴)_b steht und R⁴ eine Kohlenwasserstoff-Einheit mit einem bis zwanzig Kohlenstoffatomen, Wasserstoff, eine Silylgruppe oder ein organisches Polymer ist; b für 1 oder 2 steht, abhängig von der Valenz von Z.

2. Amin nach Anspruch 1, in dem a = 3, Y Sauerstoff ist und R¹ ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Aryl, Allyl, Cycloalkyl, Alkyl (linear oder verzweigt) oder Alkaryl.

3. Amin nach Anspruch 1, in dem R² ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus einem gesättigten Kohlenwasserstoff, einem ungesättigten Kohlenwasserstoff und Cyano.

4. Amin nach Anspruch 1, in dem R³ ein (C₁-C₁₂)-Alkyl ist.

5. Amin nach Anspruch 1, in dem R⁴ ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus einer Kohlenwasserstoff-Einheit mit einem bis zwanzig Kohlenstoffatomen, Wasserstoff und einer Silylgruppe.

6. Amin nach Anspruch 5, in dem Q für H steht und Z für O steht.

7. Verfahren zur Herstellung von Aminen nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6, umfassend die Umsetzung

(a) einer α,β-ungesättigten Carbonylverbindung der Formel (R⁴)_bZC(=O)CQ=CHQ, worin Z für CH₂, O, S oder N steht; Q für H, Alkyl, Aryl, Alkaryl oder C(=O)Z(R⁴)_b steht und R⁴ eine Kohlenwasserstoff-Einheit mit einem bis zwanzig Kohlenstoffatomen, Wasserstoff, ein Silyl oder ein organisches Polymer ist; b für 1 oder 2 steht; und

(b) eines Bis(silyl)amins der Formel [((R¹)_bY)_aR²_{3-a}SiR³]₂NH, worin R¹ und R² jeweils ein einwertiger Rest sind; R³ eine zweiwertige Verknüp-