



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 118475587 A

(43) 申请公布日 2024. 08. 09

(21) 申请号 202280081384.7

(22) 申请日 2022.11.28

(30) 优先权数据

21213073.6 2021.12.08 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.06.07

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2022/083399 2022.11.28

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/104560 EN 2023.06.15

(71) 申请人 赢创运营有限公司

地址 德国埃森

(72) 发明人 N·马里恩 H·默奇

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

专利代理师 谭邦会

(51) Int.Cl.

C07F 7/14 (2006.01)

B01J 23/42 (2006.01)

B01J 31/00 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页

(54) 发明名称

通过氢化硅烷化制备3-卤代丙基三卤代硅
烷的方法

(57) 摘要

本发明涉及合成至少一种3-卤代丙基三卤
代硅烷化合物的方法、新型催化剂体系的用途和
新型组合物。

1. 合成至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的方法,其包含使以下物质反应:

I) 至少一种不饱和化合物,其选自:烯丙基卤和甲代烯丙基卤;和

II) 至少一种H-硅烷,其选自:三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷;

其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的反应在以下物质的存在下进行:

III) 卡斯特催化剂;和

IV) 至少一种根据式 (A) 的助催化剂:



其中

R¹是芳基;

每个R²独立地为烷基;并且

n选自0和1。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,R¹是苯基。

3. 根据权利要求1和2中任一项所述的方法,其特征在于,R²是C1-C4烷基,优选甲基。

4. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种助催化剂与所述卡斯特催化剂的摩尔比为1:1至100:1,优选2:1至50:1,更优选5:1至25:1。

5. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的摩尔比为2:1至0.2:1,优选1.5:1至0.5:1,更优选1.2:1至0.8:1。

6. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的反应在至少一种溶剂中进行,所述溶剂优选为至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

7. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的反应在30°C-250°C,优选50°C-220°C,更优选80°C-200°C的温度范围内进行。

8. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的反应在惰性气氛中进行。

9. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述方法包括按给定顺序进行的方法步骤:

A1) 混合所述至少一种H-硅烷、所述卡斯特催化剂和所述至少一种根据式 (A) 的助催化剂,从而获得预混物;和

A2) 将所述至少一种不饱和化合物加入到所述预混物中。

10. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物是烯丙基氯。

11. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种H-硅烷是三氯硅烷。

12. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述至少一种不饱和化合物是烯丙基氯,所述至少一种H-硅烷是三氯硅烷,并且所述至少一种根据式 (A) 的助催化剂选

自N,N-二甲基苯胺和N,N-二甲基苯甲酰胺。

13. 适用于介导氢化硅烷化反应的催化剂组合物, 所述反应优选是至少一种选自烯丙基卤和甲代烯丙基卤的不饱和化合物与至少一种选自三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷的H-硅烷的氢化硅烷化反应, 以得到3-卤代丙基三卤代硅烷化合物, 所述催化剂组合物包含:

α) 卡斯特催化剂; 和

β) 至少一种根据式 (A) 的助催化剂:



其中

R¹是芳基;

每个R²独立地为烷基; 并且

n选自0和1。

14. 根据权利要求13所述的催化剂组合物在氢化硅烷化反应中的用途, 优选用于至少一种选自烯丙基卤和甲代烯丙基卤的不饱和化合物与至少一种选自三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷的H-硅烷的氢化硅烷化反应中, 以得到3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

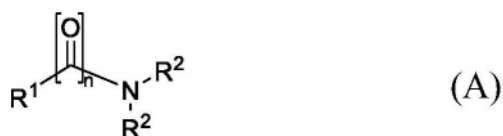
15. 反应性组合物, 其包含

a) 至少一种不饱和化合物, 其选自: 烯丙基卤和甲代烯丙基卤;

b) 至少一种H-硅烷, 其选自: 三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷;

c) 卡斯特催化剂; 和

d) 至少一种根据式 (A) 的助催化剂:



其中

R¹是芳基;

每个R²独立地为烷基; 并且

n选自0和1。

通过氢化硅烷化制备3-卤代丙基三卤代硅烷的方法

[0001] 本发明涉及合成至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的方法、催化剂组合物及其在氢化硅烷化反应中的用途,以及反应性组合物。

背景技术

[0002] 氢化硅烷化反应,也称为催化氢化硅烷化,是制备官能硅烷的最重要的反应之一。它们描述了在不饱和键上加成Si-H键。通过该反应制备的一组重要硅烷是3-卤代丙基三卤代硅烷化合物,例如3-氯丙基三氯硅烷(也称为三氯(3-氯丙基)硅烷)。它们通常是通过烯丙基卤(allyl halide)如烯丙基氯和H-硅烷如三卤代硅烷(如三氯氢硅)在铂催化剂存在下的氢化硅烷化制备的。这种类型的反应通常具有中等的选择性和收率。通常发生的副反应是烯丙基卤还原为丙烯,同时形成四卤化硅如 SiCl_4 和 SiBr_4 。然后形成的丙烯最终与一当量的H-硅烷反应,产生丙基三卤代硅烷,例如丙基三氯硅烷。此外,所用不饱和化合物的异构化通常不利地发生。

[0003] 现有技术中已经报道了各种改进上述反应的选择性和收率的尝试。除了使用不同的来源作为金属催化剂之外,已经使用助催化剂来提高收率和选择性。这些助催化剂包括膦、氧、有机含氧化合物如酮和醛、叔醇、醇化物和氮基化合物等。

[0004] DE 1 156 073公开了三烷基胺如三乙胺和三丁胺作为助催化剂与氯铂酸或碳载铂的组合在上述反应中的用途。

[0005] US 4,292,434公开了使用胺作为氯铂酸的助催化剂或使用二卤化铂作为主催化剂合成3-氯丙基三氯硅烷。该方法需要在合成所需硅烷之前的步骤中制备催化剂。该附加步骤自然是不希望的,因为它增加了制备所需硅烷所需的时间,不利地增加了其制备所需的成本和时间。

[0006] US 3,925,434的实施例3和4公开了烯丙基氯与三氯硅烷在由氯铂酸和吩噻嗪组成的催化剂体系存在下的反应。反应的选择性仅为中等(参见所引用文献中的表I)。形成许多副产物,粗混合物中的大部分形成丙基三氯硅烷。特别地,从丙基除去氯原子是不希望的,因为由此获得的烷基硅烷不能进一步官能化。

[0007] DE 102 43 180公开了使用铂催化剂和选自脂族酰胺、腈和胺的配体制备3-氯丙基三氯硅烷。优选的酰胺是N,N-二甲基乙酰胺和N,N-二甲基甲酰胺,优选的胺是N,N-二甲基丁胺、叔丁胺或三乙胺。

[0008] CN 108069996报道了使用氯铂酸作为铂催化剂和甲酰胺及其N-烷基衍生物制备3-氯丙基三氯硅烷。

[0009] CN 102 127 104公开了在正丁胺存在下合成3-氯丙基三氯硅烷。然而,使用这种脂族胺作为助催化剂的选择性差。

[0010] 通常,现有技术的提议存在不令人满意的收率和/或选择性。

[0011] 发明目的

[0012] 因此,本发明的目的是克服现有技术的缺点。本发明的另一个目的是提高以烯丙基卤和H-硅烷为原料制备3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的选择性。进一步希望提高由上述

反应物制备3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的收率。

发明内容

[0013] 这些目的通过根据本发明的合成至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的方法来解决,该方法包括使以下物质反应:

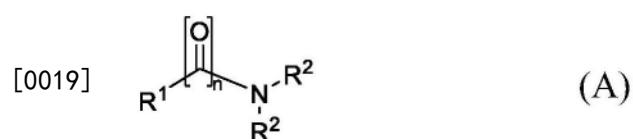
[0014] I) 至少一种不饱和化合物,其选自:烯丙基卤和甲代烯丙基卤(methallyl halide);和

[0015] II) 至少一种H-硅烷,其选自:三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷;

[0016] 其特征在于,所述至少一种不饱和化合物与所述至少一种H-硅烷的反应在以下物质的存在下进行:

[0017] III) 卡斯特(karsted)催化剂;和

[0018] IV) 至少一种根据式(A)的助催化剂:



[0020] 其中

[0021] R¹是芳基;

[0022] 每个R²独立地为烷基;并且

[0023] n选自0和1。

[0024] 通过使组分I和II在III和IV的存在下反应,获得至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

[0025] 根据本发明的方法可以获得高收率的3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。此外,本发明方法的选择性得到增强,从而产生较少不希望有的副产物,如丙基三卤代硅烷和四卤化硅。在本发明的上下文中,选择性特别是指3-卤代丙基三卤代硅烷化合物相对于丙基三卤代硅烷的选择性。改进的选择性有助于纯化所需的3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。本发明的方法进一步是生态和环境无害的,并且比现有技术的方法原子效率更高。

[0026] 在以下描述和从属权利要求中描述了特别好地解决上述目的的优选实施方案。

具体实施方式

[0027] 除非另有说明,本说明书中的百分比是重量百分比((wt.-%或重量%)。因此,百万分率(缩写为ppm)也是基于重量的并且对应于mg/kg。除非另有说明,本说明书中给出的浓度是相对于整个组合物、溶液或分散体的体积或质量。

[0028] 根据本发明的术语“烷基”包括含有环状和/或非环状结构要素的支链或非支链烷基,其中烷基的环状结构要素天然需要至少三个碳原子。C1-CX烷基在本说明书和权利要求中是指具有1至X个碳原子(X是整数)的烷基。C1-C8烷基例如包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、正戊基、异戊基、仲戊基、叔戊基、新戊基、己基、庚基和辛基。取代的烷基理论上可以通过用官能团取代至少一个氢来获得。除非另有说明,烷基优选地选自取代的或未取代的C1-C8烷基,更优选地选自取代或未取代C1-C4烷基,因为它们具有较高的水溶性。

[0029] 本发明的术语“芳基”是指环状芳香烃残基,例如苯基或萘基,其中各个环碳原子任选地被N、O和/或S取代,例如苯并噻唑基。优选地,所述碳原子中没有一个被诸如上文所述的其他元素取代。此外,芳基任选地通过在每种情况下用官能团取代氢原子而被取代。术语C5-CX芳基是指在环状芳族基团(X自然是整数)中具有5至X个碳原子(任选地被N、O和/或S取代)的芳基。除非另有说明,否则优选C5-C6芳基,甚至更优选C6芳基。

[0030] 除非另有说明,否则上述基团是取代的或未取代的。作为取代基的官能团优选地选自卤化物(氯、溴)、醚(-OR)、硫醚(-SR)、胺(-NH₂、NHR和NR₂)、亚胺、酰胺、酮、酯、烷氧基甲硅烷基(-Si(OR)₃)、烷基甲硅烷基(-SiR₃)、硫醇(-SH)和羟基(-OH)。优选地,上述基团是未取代的。

[0031] 如果从给定的组中选择一个以上的残基,则除非下文另有说明,否则每个残基彼此独立地选择,这意味着它们可以被选择为所述组的相同成员或不同成员。本文描述的方法包括指明的方法步骤。除非另有说明,指明的方法步骤优选按给定顺序进行。所述方法任选地包括在所述方法步骤之前、之后和/或之间进行的另外的方法步骤。除非另有说明或技术上不可行,否则为本发明的一个方面描述的偏好和细节在必要的修改后适用于其他方面。

[0032] 根据本发明的方法可以制备3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。在本发明的上下文中,3-卤代丙基三卤代硅烷化合物特别包括3-卤代丙基三卤代硅烷、3-卤代丙基甲基二卤代硅烷或3-卤代丙基二甲基卤代硅烷和以下描述的那些化合物。优选的3-卤代丙基三卤代硅烷化合物选自:3-氯丙基三氯硅烷、3-溴丙基三氯硅烷、3-氯-2-甲基-丙基三氯硅烷和3-溴-2-甲基-丙基三氯硅烷。更优选3-氯丙基三氯硅烷和3-氯-2-甲基-丙基三氯硅烷作为至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物,在本文中最优选3-氯丙基三氯硅烷。

[0033] 至少一种不饱和化合物选自:烯丙基卤如烯丙基氯(也称为3-氯-1-丙烯,CAS no.107-05-1)和甲代烯丙基卤如甲代烯丙基氯(也称为3-氯化-2-甲基-1-丙烯,CAS 563-47-3)。卤化物优选为氯化物。优选烯丙基卤。甚至更优选至少一种不饱和化合物是烯丙基氯。

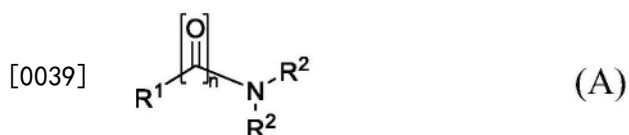
[0034] 至少一种H-硅烷选自:三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷。H-硅烷包含至少一个通过单键与硅原子结合的氢原子。至少一种H-硅烷选自:三卤代硅烷和甲基二卤代硅烷。甚至更优选的是三卤代硅烷。存在于至少一种H-硅烷中的卤素原子优选独立地选自氯和溴,更优选地卤素原子为氯原子。特别优选地,所述至少一种H-硅烷是三氯硅烷(H-SiCl₃)。

[0035] 至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的摩尔比优选为2:1至0.2:1,更优选为1.5:1至0.5:1,甚至更优选为1.2:1至0.8:1。

[0036] 卡斯特催化剂是本领域已知的。卡斯特催化剂是1,1,3,3-四甲基-1,3-二乙烯基二硅氧烷的铂络合物(CAS no.68478-92-2)。卡斯特催化剂通常作为醇溶液使用。在本文中,醇优选地选自:甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇和上述的混合物,特别优选异丙醇。至少一种醇与卡斯特催化剂的重量比优选为20:1至1:10,优选为10:1至1:5,更优选为5:1至1:2。

[0037] 卡斯特催化剂与至少一种不饱和化合物的摩尔比优选为1:10至1:10,000,000,更优选为1:100至1:1,000,000,甚至更优选为1:1,000至1:100,000。

[0038] 所述至少一种助催化剂根据式(A):



[0040] 其中

[0041] R^1 是芳基；

[0042] 每个 R^2 独立地为烷基；并且

[0043] n 选自0和1。

[0044] R^1 优选为未取代的芳基，更优选未取代的C5-C12芳基，甚至更优选未替代的C5-C6芳基，最优选（未取代的）苯基。 R^2 优选为C1-C4烷基，更优选为甲基。 n 优选为1。

[0045] 最优选地，所述至少一种助催化剂选自：N,N-二甲基苯胺和N,N-二甲基苯甲酰胺。

[0046] 根据至少一种根据式(A)的助催化剂与卡斯特催化剂的摩尔比优选为1:1至100:1，更优选为2:1至50:1，甚至更优选为5:1至25:1。

[0047] 优选地，至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的反应在至少一种溶剂中进行，应用上文描述的优选方案，溶剂优选为至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。本领域技术人员可以基于常规实验选择其他溶剂。然而，至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物作为至少一种溶剂出人意料地提高了反应的收率和选择性。

[0048] 优选地，至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的反应在30°C-250°C，优选50°C-220°C，更优选80°C-200°C的温度范围内进行。

[0049] 至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的反应持续时间没有特别限制。可以进行该反应直到消耗掉至少一种不饱和化合物和/或至少一种H-硅烷。通常，至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的反应进行1分钟至24小时，优选进行1至12小时，更优选进行2至6小时。

[0050] 优选地，至少一种不饱和化合物与至少一种H-硅烷的反应在惰性气氛中进行。本领域技术人员知道如何为此目的提供惰性气氛的各种方式。一种特别方便的方法是在惰性气体如氮气、氩气或上述气体的混合物中进行反应。

[0051] 在本发明的一个实施方案中，至少一种不饱和化合物是烯丙基氯，至少一种H-硅烷是三氯硅烷，并且至少一种根据式(A)的助催化剂选自：N,N-二甲基苯胺和N,N-二甲基苯甲酰胺。

[0052] 根据本发明的方法优选地包含以给定顺序进行的以下方法步骤：

[0053] A1) 混合至少一种H-硅烷、卡斯特催化剂和至少一种根据式(A)的络合剂，从而获得预混合物；以及

[0054] A2) 将至少一种不饱和化合物加入到所述预混合物中。

[0055] 通过使方法步骤A2中获得的混合物反应，获得3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。优选在方法步骤A2中连续加入所述至少一种不饱和化合物。在本发明的上下文中，连续添加应理解为添加所述至少一种不饱和化合物一定的时间段，而不是在一个步骤中添加。一定的时间段是指反应总持续时间的1-25%，优选2-10%。

[0056] 任选地，根据本发明的合成至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物的方法之后是步骤A3：

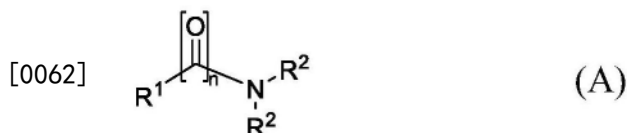
[0057] A3) 纯化所述3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

[0058] 本领域技术人员知道如何纯化所述化合物的各种方法。例如,通过选自蒸馏、过滤、沉淀或上述方法的组合的至少一种方法纯化所获得的混合物,蒸馏是最优选的纯化方法。

[0059] 本发明进一步涉及适用于介导(mediating)氢化硅烷化反应的催化剂组合物,所述反应优选是至少一种选自烯丙基卤和甲代烯丙基卤的不饱和化合物与至少一种选自三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷的H-硅烷的氢化硅烷化反应,以得到3-卤代丙基三卤代硅烷化合物,所述催化剂组合物包含:

[0060] α) 卡斯特催化剂;和

[0061] β) 至少一种根据式(A)的助催化剂:



[0063] 其中

[0064] R¹是芳基;

[0065] 每个R²独立地为烷基;并且

[0066] n选自0和1。

[0067] 根据本发明的催化剂组合物可以介导(或催化)氢化硅烷化反应,特别是上述反应,即在后一种情况下,它可以使至少一种不饱和化合物和至少一种H-硅烷转化为3-卤代丙基三卤代硅烷化合物,而自身不必经历永久性变化。

[0068] 本发明的另一个方面涉及根据本发明的催化剂组合物在氢化硅烷化反应中的用途,优选用于至少一种选自烯丙基卤和甲代烯丙基卤的不饱和化合物与至少一种选自三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷的H-硅烷的氢化硅烷化反应中,以得到3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

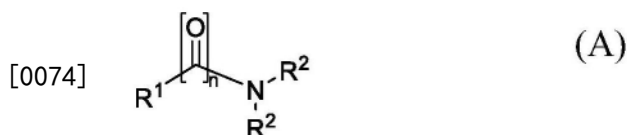
[0069] 在本发明的另一个方面,它涉及一种反应性组合物,其包含

[0070] a) 至少一种不饱和化合物,其选自:烯丙基卤和甲代烯丙基卤;

[0071] b) 至少一种H-硅烷,其选自:三卤代硅烷、甲基二卤代硅烷和二甲基卤代硅烷;

[0072] c) 卡斯特催化剂;和

[0073] d) 至少一种根据式(A)的助催化剂:



[0075] 其中

[0076] R¹是芳基;

[0077] 每个R²独立地为烷基;并且

[0078] n选自0和1。

[0079] 所述反应性组合物可用于合成至少一种3-卤代丙基三卤代硅烷化合物。

[0080] 基于反应性组合物的总量,所述至少一种不饱和化合物的量优选为5重量%-80重量%,更优选为10重量%-60重量%,甚至更优选为15重量%-50重量%。

[0081] 基于反应性组合物的总量,所述至少一种H-硅烷的量优选为10重量%-90重量%,

更优选为20重量%-85重量%，甚至更优选为30重量%-80重量%。

[0082] 基于反应性组合物的总量，所述卡斯特催化剂的量优选为0.1ppm-10重量%，更优选为0.5ppm-1重量%，甚至更优选为1ppm-0.1重量%。

[0083] 基于反应性组合物的总量，至少一种根据式(A)的助催化剂的量优选为0.1ppm-10重量%，更优选为0.5ppm-5重量%，甚至更优选为1ppm-1重量%。

[0084] 所述反应性组合物优选包含至少一种溶剂，该溶剂优选地选自上文所述的那些溶剂。基于反应性组合物的总量，所述至少一种溶剂在反应性组合物中的量优选为10重量%-90重量%，更优选为20重量%-80重量%，甚至更优选为30重量%-70重量%。上述组分的量可以任选地根据溶剂的量减少。

[0085] 上述量优选地相对于在反应开始之前使用的总量。

[0086] 本发明可以以高收率和高选择性进行简单和经济的水解硅烷化反应。

[0087] 现在将通过参考以下非限制性实施例来说明本发明。

[0088] 实施例

[0089] 合成程序I:

[0090] 将装有Liebig冷凝器的100ml四颈烧瓶置于油浴中，然后在氮气氛下加入36.5g 3-氯丙基三氯硅烷、15.0g三氯氢硅、卡斯特催化剂(在异丙醇中20重量%铂，64mg铂/kg反应性组合物)和表1中给出量的助催化剂(如果有的话)。Liebig冷凝器本身连接到冷却阱(异丙醇/干冰)。通过注射泵，将8.5g烯丙基氯加入到混合物中(1mL/min)。在完全加入烯丙基氯后，将油浴加热至180°C，直到底部温度达到所述温度，但至少持续3小时。结果列于表1。

[0091] GC分析:使用配备有Restek RTX 200柱(L:60m, ID:0.53mm, d_f :3 μ m)的Agilent 6890N气相色谱仪并应用以下温度程序获得色谱图:温度:40°C;初始时间(Init Time):7.00min;速率:15°C/min;最终温度:240°C;最终时间:10.00min;进样器温度(Inj.Temp):250°C;检测器温度(Det.Temp):280°C.相关化合物的保留时间如下:8.26min,三氯硅烷;9.70min,四氯硅烷;10.01min,烯丙基氯;15.53min,丙基三氯硅烷;19.45min,3-氯丙基三氯硅烷。

[0092] 选择性

[0093] 通过将3-氯丙基三氯硅烷的GC面积除以四氯化硅的GC面积来计算选择性。对于每一个四氯化硅分子，在氢化硅烷化反应中都会产生一个非常不需要的丙基三氯硅烷分子，四氯化硅的量是评估3-氯丙基三氯硅相对于丙基三氯硅氧烷的选择性的一种方便的方法。

[0094] 表1

[0095]

#	Pt [ppm]	助催化剂	[ppm]	添加剂/Pt 摩尔比	GC 面积 [%]			选 择 性
					三氯硅烷	烯丙基氯	3-氯丙基 三氯硅烷	
1°	64	无			0.1	3.7	71.1	1.6
2°	64	乙二醇二甲醚	425	14	0.4	3.4	71.2	1.8
3°	64	二乙二醇二甲醚	425	10	0.2	3.6	71.5	2.0
4°	64	二甲基乙酰胺	425	15	0.15	0.82	89.2	6.9
5°	64	乙酰胺	425	22	1.2	0	88.3	6.1
6°	64	甲基乙酰胺	425	18	3.5	1.8	83.1	6.7
7°	64	N,N-二甲基丙酰胺	425	13	0.7	0.03	87.9	6.8
8*	64	N,N-二甲基苯胺	640	16	0.5	0.2	89.1	7.8
9*	64	N,N-二甲基苯甲酰胺	425	9	0.17	0.3	88.4	7.5
10°	64	N-丁胺	425	18	0.52	0.71	86.1	5.8

[0096] °对比例,*根据本发明的实施例

[0097] 使用根据式(A)的助催化剂的根据本发明的方法给出了迄今为止最好的选择性。尽管许多助催化剂,如乙酰胺或二甲基乙酰胺,与没有任何助催化剂的参比反应相比被证明是有效的,但仅使用以下式(A)的化合物,在我们的实施例中为N,N-二甲基苯胺和N,N-二甲基苯甲酰胺,产生的选择性大大高于7。

[0098] 合成程序II:

[0099] 重复上述合成程序(合成程序I),将卡斯特催化剂替换为氯铂酸。结果示于下表2中。

[0100] 表2

[0101]

#	Pt [ppm]	助催化剂	[ppm]	添加剂/Pt 摩 尔比	GC 面积[%]			选 择 性
					三氯硅烷	烯丙基氯	3-氯丙基 三氯硅烷	
1°	64	N,N-二甲基苯胺	640	16	1.3	0.5	82.6	2.8
2°	64	N,N-二甲基苯甲 酰胺	425	9	0.7	0.1	87.3	5.8

[0102] °对比例

[0103] 表2中给出的结果显示铂源对反应结果的强烈影响。特别是,当从卡斯特催化剂转化为氯铂酸时,收率仅略有降低。在后一种情况下获得的选择性低得多,可以看到最明显的效果。这一观察结果证明了卡斯特催化剂和式(A)的助催化剂的组合在氢化硅烷化反应中的独特性,特别是本说明书中描述的反应中。

[0104] 考虑到本说明书或本文公开的本发明的实践,本发明的其他实施方案对于本领域技术人员将是显而易见的。说明书和实施例仅被认为是示例性的,本发明的真实范围仅由所附权利要求限定。