

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成20年4月3日(2008.4.3)

【公開番号】特開2002-20391(P2002-20391A)

【公開日】平成14年1月23日(2002.1.23)

【出願番号】特願2001-146523(P2001-146523)

【国際特許分類】

C 07 F	7/14	(2006.01)
B 01 J	23/46	(2006.01)
B 01 J	23/62	(2006.01)
B 01 J	23/64	(2006.01)
B 01 J	23/89	(2006.01)
B 01 J	35/02	(2006.01)
C 07 F	7/08	(2006.01)
C 07 F	7/12	(2006.01)
C 08 K	5/00	(2006.01)
C 08 L	83/05	(2006.01)
C 07 B	61/00	(2006.01)

【F I】

C 07 F	7/14	
B 01 J	23/46	3 0 1 Z
B 01 J	23/62	Z
B 01 J	23/64	Z
B 01 J	23/89	Z
B 01 J	35/02	H
C 07 F	7/08	X
C 07 F	7/12	Q
C 07 F	7/12	R
C 08 K	5/00	
C 08 L	83/05	
C 07 B	61/00	3 0 0

【手続補正書】

【提出日】平成20年2月20日(2008.2.20)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 式: $R^1_a H_b S_i X_{4-a-b}$ (式中、各 R^1 は 1 ~ 20 個の炭素原子を含むアルキル、4 ~ 12 個の炭素原子を含むシクロアルキル、およびアリールからなる群から独立に選ばれ、各 X はハロゲンであり、 $a = 0 \sim 3$ 、 $b = 1 \sim 3$ 、および $a + b = 1 \sim 4$ である) により表される水素化ケイ素と、(B) (i) 置換および非置換の不飽和炭化水素化合物、(ii) 置換または非置換の不飽和炭化水素置換基を含むケイ素化合物、並びに(iii) (i) と(ii) の混合物からなる群から選ばれる不飽和反応物とを、担体に担持された、元素状または化合物の形態にある活性ヒドロシリル化金属と、元素状または化合物の形態にある表面偏析金属とを含んでなる二金属触媒の存在下、0 ~ 350 の温度範囲で接触させることを含み、前記活性ヒドロシリル化金属が前記表面偏析金属

と異なるヒドロシリル化方法。

【請求項 2】 前記水素化ケイ素がメチルジクロロシラン、トリクロロシラン、ジメチルクロロシラン、ジクロロシランおよびトリメチルシランからなる群から選ばれる請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 前記不飽和反応物が、イソブテン、1-オクテン、塩化アリル、アセチレン、エチレン、プロピレン、1-ヘキセン、1-ドデセン、1-オクタデセン、1,5-ヘキサジエン、1,4-ヘキサジエン、シクロペンテン、シクロヘキセン、シクロオクテンおよび3,3,3-トリフルオロプロパンからなる群から選ばれる請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】 前記活性ヒドロシリル化金属が元素状または化合物の形態にあるルテニウム、ロジウム、コバルト、パラジウム、イリジウム、白金、クロムおよびモリブデン金属からなる群から選ばれ、前記表面偏析金属が元素状または化合物の形態にある銅、ニッケル、錫、銀、亜鉛、カドミウム、金、レニウム、オスミウム、イリジウムおよびルテニウム金属からなる群から選ばれる請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】 前記活性ヒドロシリル化金属が元素状または化合物の形態にあるルテニウムまたは白金であり、前記表面偏析金属が元素状または化合物の形態にある銅、錫またはルテニウムである請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】 前記活性ヒドロシリル化金属が元素基準で触媒の0.01~2.0質量%をなし、前記表面偏析金属が元素基準で触媒の0.01~2.0質量%をなす請求項 1 記載の方法。

【請求項 7】 元素基準で、前記活性ヒドロシリル化金属が触媒の0.03~3質量%をなし、前記表面偏析金属が触媒の0.05~1.5質量%をなす請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】 触媒の元素基準で、前記活性ヒドロシリル化金属が触媒の0.05~1質量%をなし、前記表面偏析金属が触媒の0.1~1.0質量%をなす請求項 1 記載の方法。

【請求項 9】 前記方法が、前記不飽和反応物の不飽和炭素-炭素結合に対して化学量論的に過剰な水素化ケイ素を使用して行われる請求項 1 記載の方法。

【請求項 10】 前記方法が、前記不飽和反応物の不飽和炭素-炭素結合に対して0.1~1.0%化学量論的に過剰な水素化ケイ素を使用して行われる請求項 1 記載の方法。

【請求項 11】 前記担体上に分散された前記活性ヒドロシリル化金属および前記表面偏析金属の粒度が1nm~500nmの範囲内にある請求項 1 記載の方法。

【請求項 12】 前記担体上に分散された前記活性ヒドロシリル化金属および前記表面偏析金属の粒度が5nm~60nmの範囲内にある請求項 1 記載の方法。

【請求項 13】 前記担体上に分散された前記活性ヒドロシリル化金属および前記表面偏析金属の粒度が10nm~20nmの範囲内にある請求項 1 記載の方法。

【請求項 14】 前記担体が、カーボン、シリカ、酸化チタン、酸化アルミニウム、アルミノケイ酸塩、および酸化アルミニウムと酸化ジルコニアの混合酸化物からなる群から選ばれる請求項 1 記載の方法。

【請求項 15】 前記担体が活性炭である請求項 1 記載の方法。

【請求項 16】 前記活性炭が50m²/g~1400m²/gの比表面積を有する請求項 15 記載の方法。

【請求項 17】 前記活性炭が1100m²/g~1300m²/gの比表面積を有する請求項 15 記載の方法。

【請求項 18】 前記接触が60~250の温度範囲で行われる請求項 1 記載の方法。

【請求項 19】 前記接触が80~190の範囲内の温度で行われる請求項 1 記載の方法。

【請求項 20】 (A)式: R¹_aH_bS i X_{4-a-b} (式中、各R¹は1~2個の炭素原子を含むアルキル、4~12個の炭素原子を含むシクロアルキル、およびアリールからなる群から独立に選ばれ、各Xはハロゲンであり、a=0~3、b=1~3、およびa+

$b = 1 \sim 4$ である)により表される水素化ケイ素と、(B)(i)置換および非置換の不飽和炭化水素化合物、(ii)置換または非置換の不飽和炭化水素置換基を含むケイ素化合物、並びに(iii)(i)と(ii)の混合物からなる群から選ばれる不飽和反応物とを、カーボン担体に担持された、元素状または化合物の形態にある白金を含む活性ヒドロシリル化金属と、元素状または化合物の形態にある銅、ルテニウム、錫またはレニウムを含む表面偏析金属とを含んでなる二金属触媒の存在下、80 ~ 190 の温度範囲で接触させることを含み、前記活性ヒドロシリル化金属が前記表面偏析金属と異なるヒドロシリル化方法。

【請求項 21】 前記水素化ケイ素がメチルジクロロシラン、トリクロロシラン、ジメチルクロロシランおよびジクロロシランからなる群から選ばれ、前記不飽和反応物がイソブテン、1-オクテン、塩化アリルおよび3,3,3-トリフルオロプロペンからなる群から選ばれる請求項 20 記載の方法。

【請求項 22】 (A) 式: $R^{1a}H_bSiX_{4-a-b}$ (式中、各 R^1 は 1 ~ 20 個の炭素原子を含むアルキル、4 ~ 12 個の炭素原子を含むシクロアルキル、およびアリールからなる群から独立に選ばれ、各 X はハロゲンであり、 $a = 0 \sim 3$ 、 $b = 1 \sim 3$ 、および $a + b = 1 \sim 4$ である)により表される水素化ケイ素および式: $R^{2m}SiO(-R^{2_2}SiO)_n - (R^{2_2}SiO)_o - SiR^{2_m}$ (式中、 R^2 は水素、1 ~ 20 個の炭素原子を含むアルキル、4 ~ 12 個の炭素原子を含むシクロアルキル、およびアリールからなる群から独立に選ばれ、 $m = 0 \sim 3$ 、 $n = 0 \sim 100$ 、および $o = 0 \sim 100$ である)により表されるシロキサンと、(B)(i)置換および非置換の不飽和炭化水素化合物、(ii)置換または非置換の不飽和炭化水素置換基を含むケイ素化合物、並びに(iii)(i)と(ii)の混合物からなる群から選ばれる不飽和反応物とを、担体に担持された、元素状または化合物の形態にある活性ヒドロシリル化金属と、元素状または化合物の形態にある表面偏析金属とを含んでなる二金属触媒の存在下、0 ~ 350 の温度範囲で接触させることを含み、前記活性ヒドロシリル化金属が前記表面偏析金属と異なるヒドロシリル化方法。

【請求項 23】 前記シロキサンがビス-トリメチルシロキシメチルヒドロシランである請求項 22 記載の方法。

【請求項 24】 前記水素化ケイ素が、メチルジクロロシラン、トリクロロシラン、ジメチルクロロシラン、ジクロロシランおよびトリメチルシランからなる群から選ばれる請求項 22 記載の方法。

【請求項 25】 前記不飽和反応物が、イソブテン、1-オクテン、塩化アリル、アセチレン、エチレン、プロピレン、1-ヘキセン、1-ドデセン、1-オクタデセン、1,5-ヘキサジエン、1,4-ヘキサジエン、シクロペンテン、シクロヘキセン、シクロオクテンおよび3,3,3-トリフルオロプロペンからなる群から選ばれる請求項 22 記載の方法。

【請求項 26】 前記活性ヒドロシリル化金属が元素状または化合物の形態にあるルテニウム、ロジウム、コバルト、パラジウム、イリジウム、白金、クロムおよびモリブデン金属からなる群から選ばれ、前記表面偏析金属が元素状または化合物の形態にある銅、ニッケル、錫、銀、亜鉛、カドミウム、金、レニウム、オスミウム、イリジウムおよびルテニウム金属からなる群から選ばれる請求項 22 記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

【実施例】

本発明を例示するために、以下の例を示す。これらの例は、特許請求の範囲を限定するものではない。

例 1. 0.5% Pt - 0.1% Cu / C 二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランと

塩化アリルのヒドロシリル化についての評価脱イオン水(50ml)中の、Aldrich Chemical Company Inc.から入手したクロロ白金酸溶液(H₂PtCl₆·6H₂O, 0.52g, 38.6質量%のPtを含有)およびCuCl₂(0.875g)の水溶液を調製した。H₂PtCl₆·6H₂OおよびCuCl₂を含むこの水溶液を、Calgon BPLF3活性炭(40g)、6×16メッシュを含むフラスコにゆっくり加え、そして活性炭を均一にコートして二金属触媒を形成するようにフラスコ内容物を攪拌した。20~350の温度範囲で水素ガスまたは水素-アルゴン混合ガスの流れを用いて、触媒を、その使用に先立つて予め還元して、金属塩をその金属結晶に転化させた。全ての実験を、冷却コイル、加熱用マントル、熱電対および温度調節器を備えた1リットル連続攪拌式タンク反応器(CSTR)内で行った。このCSTRに20gの0.5%Pt-0.1%Cu/C二金属触媒を入れ、そして140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにトリクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および塩化アリル(150g/時, 2.0モル/時)を供給し、そして2.5分間の接触時間の間、ゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で、温度を20に保った。CSTRからの生成物を、生成物の組成を調べるために、熱伝導度検出器(TCD)を使用するガスクロマトグラフィー(GC)により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用してこの例を繰り返した。反応温度、全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した塩化アリルとして定義される反応速度を表1に示す。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

例2. 例1に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された0.5%Pt-0.5%Ru/C二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランと塩化アリルのヒドロシリル化についての評価

CSTRに20gの0.5%Pt-0.5%Ru/C二金属触媒を入れ、そして140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにトリクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および塩化アリル(150g/時, 2.0モル/時)を供給し、そして2.5分間の接触時間の間、ゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で、温度を40に保った。CSTRからの生成物を、生成物の組成を調べるために、熱伝導度検出器(TCD)を使用するガスクロマトグラフィー(GC)により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した塩化アリルとして定義される反応速度を表1に示す。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0030】

例3. 例1に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された0.5%Pt/C触媒の存在のもとでのトリクロロシランと塩化アリルのヒドロシリル化についての評価

CSTRに20gの0.5%Pt/C触媒を入れ、そして140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにトリクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および塩化アリル(150g/時, 2.0モル/時)を

供給し、そして 2 . 5 分間の接触時間の間、ゲージ圧 1 2 4 1 kPa (1 8 0 p s i g) の圧力で、温度を 4 0 に保った。C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器 (T C D) を使用するガスクロマトグラフィー (G C) により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した塩化アリルとして定義される反応速度を表 1 に示す。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 2】

例 4 . 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランとイソブテンのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、例 1 に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された 2 0 g の 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒を入れた。1 4 0 で 2 リットル / m の流速のアルゴンガスにより触媒を 4 ~ 6 時間乾燥させた。C S T R にトリクロロシラン (3 8 0 g / 時 , 2 . 8 モル / 時) およびイソブテン (1 5 0 g / 時 , 2 . 7 モル / 時) を供給し、そしてゲージ圧 1 2 4 1 kPa (1 8 0 p s i g) の圧力で、温度を 1 0 0 に保った。C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器 (T C D) を使用するガスクロマトグラフィー (G C) により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、全接触時間にわたって反応したイソブテンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応したイソブテンとして定義される反応速度を表 2 に示す。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 3】

例 5 . 0 . 5 % P t / C 触媒の存在のもとでのトリクロロシランとイソブテンのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、例 1 に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された 2 0 g の 0 . 5 % P t / C 触媒を入れた。1 4 0 で 2 リットル / m の流速のアルゴンガスにより触媒を 4 ~ 6 時間乾燥させた。C S T R にトリクロロシラン (3 8 0 g / 時 , 2 . 8 モル / 時) およびイソブテン (1 5 0 g / 時 , 2 . 7 モル / 時) を供給し、そしてゲージ圧 1 2 4 1 kPa (1 8 0 p s i g) の圧力で、温度を 1 0 0 に保った。C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器 (T C D) を使用するガスクロマトグラフィー (G C) により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、全接触時間にわたって反応したイソブテンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応したイソブテンとして定義される反応速度を表 2 に示す。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 7】

例 7 . 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒の存在のもとでのメチルジクロロシランと 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペンのヒドロシリル化についての評価

CSTRに、例1に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された50.5gの0.5%Pt-0.1%Cu/C二金属触媒を入れた。140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにメチルジクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および3,3,3-トリフルオロプロペン(270g/時, 3.4モル/時)を供給し、そして5分間の接触時間の間、ゲージ圧2069kPa(300psig)の圧力で温度を40に保った。CSTRからの生成物を、3,3,3-トリフルオロプロピルメチルジクロロシランおよび1-(メチル)-2,2,2-トリフルオロエチルメチルジクロロシラン(異性体付加物)の組成を調べるため、熱伝導度検出器(TCD)を使用するガスクロマトグラフィー(GC)により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、3,3,3-トリフルオロプロピルメチルジクロロシランおよび異性体付加物として定義される1-(メチル)-2,2,2-トリフルオロエチルメチルジクロロシランの百分率、全接触時間にわたって反応した3,3,3-トリフルオロプロペンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した3,3,3-トリフルオロプロベンの量として定義される反応速度を表4に示す。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

例8.0.5%Pt/C触媒の存在のもとでのメチルジクロロシランと3,3,3-トリフルオロプロベンのヒドロシリル化についての評価

CSTRに50.5gの0.5%Pt/C触媒を入れた。140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにメチルジクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および3,3,3-トリフルオロプロベン(270g/時, 3.4モル/時)を供給し、そして5分間の接触時間の間、ゲージ圧2069kPa(300psig)の圧力で温度を60に保った。CSTRからの生成物を、3,3,3-トリフルオロプロピルメチルジクロロシランおよび1-(メチル)-2,2,2-トリフルオロエチルメチルジクロロシラン(異性体付加物)の組成を調べるため、熱伝導度検出器(TCD)を使用するガスクロマトグラフィー(GC)により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、3,3,3-トリフルオロプロピルメチルジクロロシランおよび異性体付加物として定義される1-(メチル)-2,2,2-トリフルオロエチルメチルジクロロシランの百分率、全接触時間にわたって反応した3,3,3-トリフルオロプロベンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した3,3,3-トリフルオロプロベンの量として定義される反応速度を表4に示す。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0040

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0040】

例9.0.5%Pt-0.1%Cu/C二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランと1-オクテンのヒドロシリル化についての評価

CSTRに41.3gの0.5%Pt-0.1%Cu/C二金属触媒を入れた。140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。CSTRにトリクロロシラン(330g/時, 2.4モル/時)および1-オクテン(330g/時, 2.9モル/時)を供給し、そして3.7分間の接触時間の間、ゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で温度を80に保った。CSTRからの生成物を、生成

物の組成を調べるため、熱伝導度検出器（T C D）を使用するガスクロマトグラフィー（G C）により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、接触時間、全反応時間にわたって反応した1-オクテンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した1-オクテンとして定義される反応速度を表5に示す。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

例10.0.5%P t / C触媒の存在のもとでのトリクロロシランと1-オクテンのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、例1に記載の二金属触媒の調製方法と同じような方法により調製された41.3gの0.5%P t / C触媒を入れた。140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。C S T R にトリクロロシラン（330g/時，2.4モル/時）および1-オクテン（330g/時，2.9モル/時）を供給し、そしてゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で温度を80に保った。C S T R からの生成物を、オクチルトリクロロシランの組成を調べるため、熱伝導度検出器（T C D）を使用するガスクロマトグラフィー（G C）により分析した。様々な反応温度で同じ手順を使用して実験を繰り返した。反応温度、接触時間、全反応時間にわたって反応した1-オクテンの量として定義される全転化率、および触媒の単位質量につき単位時間当たり反応した1-オクテンとして定義される反応速度を表5に示す。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

例12.0.5%P t - 0.5%Sn / Al₂O₃二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランと塩化アリルのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、20gの0.5%P t - 0.5%Sn / Al₂O₃二金属触媒を入れ、そして140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。C S T R にトリクロロシラン（330g/時，2.4モル/時）および塩化アリル（150g/時，2.0モル/時）を供給し、そして2.5分の接触時間の間、ゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で温度を120に保った。C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器（T C D）を使用するガスクロマトグラフィー（G C）により分析した。全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率は26%であった。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0046】

例13.0.5%P t - 0.5%Re / Al₂O₃二金属触媒の存在のもとでのトリクロロシランと塩化アリルのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、20gの0.5%P t - 0.5%Re / Al₂O₃二金属触媒を入れ、そして140で2リットル/mの流速のアルゴンガスにより触媒を4~6時間乾燥させた。C S T R にトリクロロシラン（330g/時，2.4モル/時）および塩化アリル（150g/時，2.0モル/時）を供給し、そして2.5分の接触時間の間、ゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で温度を120に保った。C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器（T C D）を使用するガスクロマトグラフィー（G C）により分析した。全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率は26%であった。

0 g / 時 , 2 . 0 モル / 時) を供給し、そして 2 . 5 分の接触時間の間、ゲージ圧 124 kPa (180 psig) の圧力で温度を 120 に保った。 C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器 (T C D) を使用するガスクロマトグラフィー (G C) により分析した。全接触時間にわたって反応した塩化アリルの量として定義される全転化率は 73 % であった。

【手続補正 13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0047

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0047】

例 14 . 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒の存在のもとでのビス - トリメチルシロキシメチルヒドリドシランと 1 - オクテンのヒドロシリル化についての評価

C S T R に、48 . 2 g の 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒を入れ、そして 140 で 2 リットル / m の流速のアルゴンガスにより触媒を 4 ~ 6 時間乾燥させた。 C S T R に式 : $\text{Me}_3\text{SiOSiMe}(\text{H})\text{OSiMe}_3$ により表されるビス - トリメチルシロキシメチルヒドリドシラン (264 g / 時) および 1 - オクテン (126 g / 時) を供給し、そして 7 . 4 分の接触時間の間、ゲージ圧 1103 kPa (160 psig) の圧力で温度を 100 に保った。 C S T R からの生成物を、生成物の組成を調べるため、熱伝導度検出器 (T C D) を使用するガスクロマトグラフィー (G C) により分析した。全接触時間にわたって反応した 1 - オクテンの量として定義される全転化率は 21 % であった。