

【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 0 7 F 7/14 (2006.01)

B 0 1 J 23/46 (2006.01)

B 0 1 J 23/62 (2006.01)

B 0 1 J 23/64 (2006.01)

B 0 1 J 23/89 (2006.01)

B 0 1 J 35/02 (2006.01)

C 0 7 F 7/08 (2006.01)

C 0 7 F 7/12 (2006.01)

C 0 8 K 5/00 (2006.01)

C 0 8 L 83/05 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【 F I 】

C 0 7 F 7/14

B 0 1 J 23/46 3 0 1 Z

B 0 1 J 23/62 Z

B 0 1 J 23/64 Z

B 0 1 J 23/89 Z

B 0 1 J 35/02 H

C 0 7 F 7/08 X

C 0 7 F 7/12 Q

C 0 7 F 7/12 R

C 0 8 K 5/00

C 0 8 L 83/05

C 0 7 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 - トリフルオロプロペ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 ~ 20 質量%をなし、前記表面偏析金属が元素基準で触媒の 0.01 ~ 20 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 ~ 15 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 ~ 10 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 ~ 10 % 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 1 nm ~ 500 nm 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 5 nm ~ 60 nm 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 10 nm ~ 20 nm 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ウム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 $50 \text{ m}^2/\text{g} \sim 1400 \text{ m}^2/\text{g}$ 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 $1100 \text{ m}^2/\text{g} \sim 1300 \text{ m}^2/\text{g}$ 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: $\text{R}^1_a \text{H}_b \text{SiX}_{4-a-b}$ (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 ~ 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： $R^1_a H_b Si X_{4-a-b}$ (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および式： $R^2_m Si O(-R^2_2 Si O)_n - (R^2_2 Si O)_o - Si R^2_m$ (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リド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 (50 ml) 中の、Aldrich Chemical Company Inc. から入手したクロロ白金酸溶液 ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0.52 g, 38.6 質量%のPtを含有) および CuCl_2 (0.875 g) の水溶液を調製した。 $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ および CuCl_2 を含むこの水溶液を、Calgon BPLF3 活性炭 (40 g)、 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、その使用に先立って予め還元して、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 20 g 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 (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および塩化アリル (150 g / 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 1241 kPa (180 psig) 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、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 20 g 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 (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および塩化アリル (150 g / 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 1241 kPa (180 psig) 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、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 20 g 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 (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および塩化アリル (150 g / 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、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5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

例4. 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イソブテ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20g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(380g/時, 2.8モル/時)およびイソブテン(150g/時, 2.7モル/時)を供給し、そしてゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で、温度を100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(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】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

例5. 0.5%Pt/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

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20g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にトリクロロシラン(380g/時, 2.8モル/時)およびイソブテン(150g/時, 2.7モル/時)を供給し、そしてゲージ圧1241kPa(180psig)の圧力で、温度を100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(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】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

例7. 0.5%Pt-0.1%Cu/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-トリフルオロプロペ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-トリフルオロプロペ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-トリフルオロプロペ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 (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、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% Pt / 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

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 41.3 g 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 にトリクロロシラン (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および 1 - オクテン (330 g / 時, 2.9 モル / 時) を供給し、そして ゲージ圧 1241 kPa (180 psig) の圧力で温度を 80 に保った。CSTR 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 (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、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% Pt - 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

CSTR に、20 g の 0.5% Pt - 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。CSTR にトリクロロシラン (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および塩化アリル (150 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 1241 kPa (180 psig) の圧力で温度を 120 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 (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。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% Pt - 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

CSTR に、20 g の 0.5% Pt - 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。CSTR にトリクロロシラン (330 g / 時, 2.4 モル / 時) および塩化アリル (150 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 1241 kPa (180 psig) の圧力で温度を 120 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 (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。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 1 2 4 1 k P a (1 8 0 p s i g) の圧力で温度を 1 2 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。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 7 3 % であった。

【手続補正 1 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 4 7】

例 1 4 . 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、4 8 . 2 g の 0 . 5 % P t - 0 . 1 % C u / C 二金属触媒を入れ、そして 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 (2 6 4 g / 時) および 1 - オクテン (1 2 6 g / 時) を供給し、そして 7 . 4 分の接触時間の間、ゲージ圧 1 1 0 3 k P a (1 6 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。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 2 1 % であった。