

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4707791号
(P4707791)

(45) 発行日 平成23年6月22日(2011.6.22)

(24) 登録日 平成23年3月25日(2011.3.25)

(51) Int.Cl. F I
C O 7 F 7/18 (2006.01) C O 7 F 7/18 W
C O 9 D 183/14 (2006.01) C O 9 D 183/14

請求項の数 18 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2000-51696 (P2000-51696)	(73) 特許権者	501073862
(22) 出願日	平成12年2月28日(2000.2.28)		エボニック デグサ ゲーエムベーハー
(65) 公開番号	特開2000-247984 (P2000-247984A)		Evonik Degussa GmbH
(43) 公開日	平成12年9月12日(2000.9.12)		ドイツ連邦共和国 エッセン レリングハウザー シュトラーセ 1-11
審査請求日	平成18年12月20日(2006.12.20)		Rellinghauser Strasse 1-11, D-45128 Essen, Germany
(31) 優先権主張番号	19908636.2	(74) 代理人	100061815
(32) 優先日	平成11年2月27日(1999.2.27)		弁理士 矢野 敏雄
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100099483
			弁理士 久野 琢也
		(74) 代理人	100114890
			弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

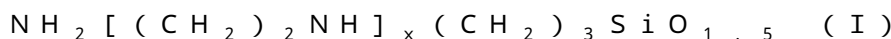
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アミノ官能性ケイ素化合物の水ベース組成物、その製造法ならびにその使用

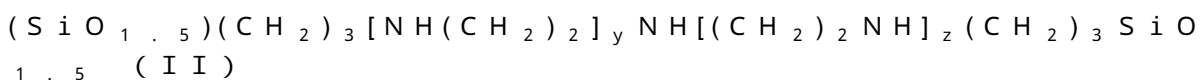
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水溶性でアミノ官能性であり、かつアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物および水からなる組成物において、組成物が、一般式 I



[式中、x は 0、1 または 2 に等しい] で示されるケイ素化合物および一般式 II



[式中、y および z は 0、1 または 2 に等しく、かつ同じかまたは異なっている] のケイ素化合物を含有することを特徴とする、組成物。

10

【請求項 2】

組成物がアルコール含量を有し、アルコール含量が 5 質量%未満である、請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】

組成物が酸含量を有する、請求項 1 または 2 記載の組成物。

【請求項 4】

pH 値が 11 未満である、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の組成物。

【請求項 5】

ケイ素化合物含量が 60 質量%未満である、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の組成物。

20

【請求項 6】

一般式 I および一般式 I I のケイ素化合物の質量比 I / I I が 1 以上である、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の組成物。

【請求項 7】

式 I および I I によるケイ素化合物が、この式 I および I I によるケイ素化合物に対して平衡で存在するシラノールおよびシロキサンを含む、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の組成物。

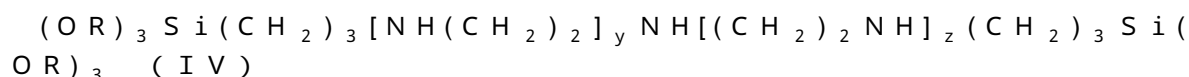
【請求項 8】

水溶性でアミノ官能性であり、かつアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物及び水からなる組成物を製造する方法において、一般式 I I I



[式中、x は 0、1 または 2 に等しく、かつ R は、炭素原子 1 ~ 4 個を有する線状または分枝鎖状のアルキル基を表す] で示されるアミノシランおよび / またはその縮合生成物少なくとも 1 つ、

および一般式 I V



[式中、y および z は 0、1 または 2 に等しく、かつ同一または異なっており、R は炭素原子 1 ~ 4 個を有する線状または分枝鎖状のアルキル基である] で示されるアミノシランおよび / またはその縮合生成物少なくとも 1 つ

を混合し、水を添加し又は水と酸を添加し、加水分解し、かつ加水分解アルコールを除去することを特徴とする、組成物の製造方法。

【請求項 9】

組成物がアルコール含量を有し、アルコール含量が 5 質量 % 未満である、請求項 8 記載の組成物。

【請求項 10】

組成物が酸含量を有する、請求項 8 または 9 記載の組成物。

【請求項 11】

一般式 I I I および一般式 I V のアミノシランを、質量比 I I I / I V 1 以上で使用する、請求項 8 から 10 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 12】

加水分解を 100 未満の温度で実施する、請求項 8 から 11 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 13】

加水分解を 4 ~ 12 の pH 値で実施する、請求項 8 から 12 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 14】

酸として少なくとも 1 つのブレンステッド酸を添加する、請求項 8 から 13 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 15】

加水分解アルコールの濃度を蒸留により低下させる、請求項 8 から 14 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 16】

組成物の pH 値を 11 未満の値に調節する、請求項 8 から 15 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 17】

ガラス表面および鉱物表面、ガラス繊維表面および鉱物繊維表面、平面ガラス、中空ガラスおよび合わせガラスならびに顔料の変性のための、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の組成物の使用方法。

【請求項 18】

10

20

30

40

50

被覆系、防蝕剤、塗料およびラッカーならびにエポキシ樹脂、フェノール樹脂、不飽和ポリエステル（UP）樹脂もしくはアクリル樹脂中の成分としての、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の組成物の使用方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、水溶性でアミノ官能性であり、かつ実質的にアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物、水、場合により少ない含量のアルコールおよび場合により少ない含量の酸からなる組成物に関する。更に、該組成物は溶剤を含有せず、その際、水およびアルコールは、溶剤の量から除外されている。

10

【0002】

【従来の技術】

アミノシランは、水溶性定着剤として公知である。また、多官能性オルガノポリシロキサンを有する、水をベースとする組成物も定着剤として公知である、欧州特許出願公開第 0716128A 2 号明細書参照。この系の場合に、水溶性の改善の原因は、実質的にアミノ官能性基に帰因する。

【0003】

更に、アミノ官能性シランまたはアミノ官能性シロキサンの一連の適用範囲は、次のとおりである：

被覆系において、防蝕剤の分野において、表面の殺微生物加工のため、木材処理の際、電子写真トナーの製造の際、液状アミノシリコン中の成分として（米国特許第 5077421 号明細書）、エポキシ樹脂中の成分として [Chemical Abstracts (1991) - CA 114: 83579s]、有機変性ガラスの製造のため（欧州特許出願公開第 0223987A 2 号明細書）、粘着防止剤として [Chemical Abstracts (1983) - CA 99: 133650c]、ガラス表面およびガラス繊維表面の変性のため、廃水処理の際、顔料処理のため、触媒中の成分としてならびにその製造のため（米国特許第 4053534 号明細書）、凝集剤としての使用、ここでは幾つかの例のみを挙げたに過ぎない。

20

【0004】

更に、アミノ官能性で部分加水分解したアルコキシシラノールオリゴマーを、無機粉末の凝集体形成を減少させるために使用することは、公知である。従って、米国特許第 5543173 号明細書の記載からは、また、そのような調製物も相当量のアルコールを含有し、かつ更に、上述のシラノールオリゴマーが依然として明らかな量の加水分解アルコールを遊離させうるということが認められうる。

30

【0005】

アミノシラン、例えばアミノプロピルトリエトキシシランまたはアミノプロピルトリメトキシシランは水溶性であるので、これらは、例えば水性ガラス繊維層における、水をベースとする適用を可能にする。また、ここで、加水分解の際に生じるアルコールの形成が不利な結果をもたらす。例えば、アミノプロピルトリエトキシシランは、水への適用の場合に、使用されたシラン質量約 62% で、加水分解生成物としてのエタノールが発生する。エタノールは、可燃性の水溶性液体として、このような適用溶液の引火点を低下させ、このことは、一般に高価な防爆装置の使用を必要とする。

40

【0006】

アルコール含有溶液の別の欠点は、環境上および処理技術上の理由から、溶剤であるアルコールを、時として極めて費用のかかる技術的な処置により除去されなければならないという状態である。

【0007】

アミノアルコキシシランは、加水分解の際に、1 分子当たり最大 1 個のシラントリオール基を形成しうる。シラノールおよび別のシラノール官能基は、相互に、または他の OH 官能基、例えば支持体の OH 官能基または溶解、乳化もしくは懸濁したモノマー物質またはポリマー物質の OH 基と架橋してよい。このような OH 官能基は、例えば次のものであ

50

ってよい：ケイ酸表面、ガラス表面、鋳物表面、ガラス繊維表面もしくは鋳物繊維表面上のシラノール官能基、セルロース、皮革、紙、木材等上のOH官能基、しかし金属表面もしくは金属酸化物表面のOH官能基および調製物、例えば天然物質もしくは合成物質のエマルジョンまたは天然物質もしくは合成物質の分散液中のプラスチックもしくはポリマーの表面上のOH官能基。高い架橋密度および可能な場合にはこれに伴う使用特性の改善を達成するために、例えば、1分子当たり2個のシラントリオール単位が望ましいであろう。1分子当たり2個のシラントリオール単位は、ビス(トリアルコキシシリルアルキル)アミンの加水分解の際に得られる。しかしながら、このような化合物の水溶液は、安定ではない。これらは、ゲル化および凝集をもたらし、ひいては適用能力がない。

【0008】

10

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、ビス(トリヒドロキシシリルアルキル)アミンまたはそれから誘導されるシロキサンを含有し、できるだけ少量のアルコール含量を有し、更に溶剤不含であり、かつ実質的にアルコキシ基不含であるケイ素化合物を含有する、水をベースとする薬剤を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

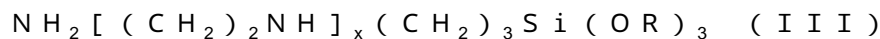
このおかれた課題は、本発明によれば、特許請求の範囲の記載に応じて解決される。

【0010】

【発明の実施の形態】

20

意外なことに、水溶性でアミノ官能性であり、かつ実質的にアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物、水、場合により少量のアルコール含量および場合により少量の酸含量からなり、低粘性で、一般に澄明な、幅広く長期に亘り貯蔵安定な組成物が得られることが見出され、その際、一般式 I I I



[式中、xは0、1または2に等しく、かつRは、炭素原子1~4個を有する線状もしくは分枝鎖状のアルキル基を表す]で示されるアミノシランおよび/またはその縮合生成物少なくとも1つ、

および一般式 I V



30

[式中、yおよびzは0、1または2に等しく、かつ同一または異なっており、Rは炭素原子1~4個を有する線状もしくは分枝鎖状のアルキル基である]で示されるアミノシランおよび/またはその縮合生成物少なくとも1つ

を混合し、水および場合により酸を添加し、加水分解し、かつ加水分解アルコールを実質的に除去する。

【0011】

更に、当該の組成物は、通常、液状で良好に適用可能な形で得られ、また、通常、実質的に溶剤不含でもある。従って、本発明による組成物の使用の際に、この中に含有される一般式 I および I I のケイ素化合物に基づき、ポリマー状に硬化されたシロキサン構造中の高い架橋密度および処理された物質、例えば複合材料、例えばガラス繊維強化プラスチックおよび鋳物繊維強化プラスチック、塗料およびラッカー、充填されたポリマーの機械的性質、化学的および熱的性質の明らかな改善が達成されることができ。

40

【0012】

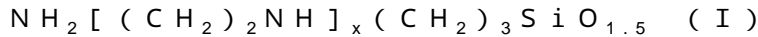
また、好適には、本発明による組成物は、それぞれの比で水で希釈されていてよく、その際、付加的に加水分解アルコールを生じない。通常、当該の組成物は、卓越して12ヶ月を上回り貯蔵安定である。

【0013】

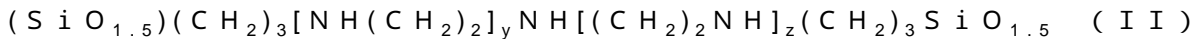
従って、本発明の対象は、水溶性でアミノ官能性であり、かつ実質的にアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物、水、場合によりアルコール含量および場合により酸含量からな

50

る組成物であり、その際、該組成物が一般式 I



[式中、xは0、1または2に等しい]で示されるケイ素化合物および一般式 II



[式中、yおよびzは0、1または2に等しく、かつ同じかまたは異なっている]の化合物を含有する。

【0014】

有利に、本発明による組成物は、5質量%未満、特に有利に1質量%未満、まさに特に有利に1質量ppm~0.5質量ppmのアルコールの含量を有する。殊に、そのような化合物は、アルコールとしてメタノールおよび/またはエタノールを含有してよい。

10

【0015】

更に、本発明による組成物は、60質量%未満、有利に50質量%未満のケイ素化合物の含量を有し、特に好ましくは、ケイ素化合物の含量は、0.01~40質量%、まさに特に好ましくは0.5~40質量%にある。

【0016】

その際、好適には、本発明による組成物中に、一般式 I および一般式 II のケイ素化合物の重量比 I / II は1以上であり、その際、一般式 I および II は、一般的な理解により、これに対してそれぞれ平衡で存在するシラノールおよびシロキサンの重量比を含む。有利に、一般式 I および一般式 II のケイ素化合物の質量比 I : II は、1~100:1、特に有利に I : II = 1.5~30:1、まさに特に有利に I : II = 1.5~4.5:1にある。

20

【0017】

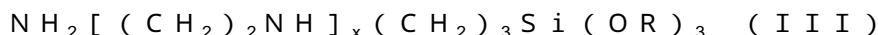
本発明による組成物の安定性、殊に、高い含量の一般式 II の化合物、いわゆる「副生成物」を含有する希釈溶液または溶液の安定性を依然として改善するために、有機または無機のブレンステッド酸の添加によりpH値が調節されてよい。このために、例えば、塩化水素、硝酸、硫酸、ギ酸、酢酸ならびにプロピオン酸が使用されてよい。

【0018】

本発明による組成物のpH値は、1~14の範囲内にある。好適には、11未満、好ましくは4~9の範囲内にある。

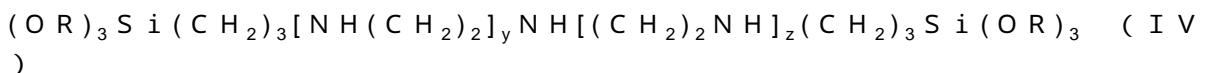
【0019】

更に、本発明の対象は、水溶性でアミノ官能性であり、かつ実質的にアルコキシ基不含のケイ素化合物の混合物、水、場合によりアルコール含量および場合により酸含量からなる組成物の製造方法であり、この方法は、一般式 III



[式中、xは0、1または2に等しく、Rは、炭素原子1~4個を有する線状または分枝鎖状のアルキル基を表す]で示されるアミノシランおよび/またはその縮合生成物少なくとも1つ、

および一般式 IV



40

[式中、yおよびzは0、1または2に等しく、かつ同一または異なっており、Rは炭素原子1~4個を有する線状または分枝鎖状のアルキル基である]で示されるアミノシランおよび/またはその縮合生成物少なくとも1つ、

を混合し、水および場合により酸を添加し、加水分解し、かつ加水分解アルコールを実質的に除去することにより特徴付けられる。

【0020】

III / IV が1未満を有する式 III および IV のエダクトの重量比の場合に、ゲル形成または極めて濃い混濁が生じ、かつこれにより特に有利な適用を妨害しうることが見出された。

【0021】

50

好適には、本発明による方法の場合に、一般式 I I I および一般式 I V のエダクトは、重量比 I I I / V 1 以上、有利に重量比 I I I : I V = 1 ~ 1 0 0 : 1、特に有利に重量比 I I I : I V = 1 . 5 ~ 3 0 : 1、まさに特に有利に重量比 I I I : I V = 1 . 5 ~ 4 . 5 : 1 で使用される。

【 0 0 2 2 】

従って、水をベースとする 残留量にまで アルコール不含の溶液のみが入手可能であり、これはビス(トリヒドロキシシリルアルキル)アミンまたは相応する一般式 I I のオリゴマー状シロキサンまたはポリマー状シロキサンを含有する。

【 0 0 2 3 】

本発明による方法の場合に、一般式 I I I のアミノシランとして、好ましくは $H_2N(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (AMMO) 10

$H_2N(C H_2)_3 S i(O C_2 H_5)_3$ (AMEO)

$H_2N(C H_2)_2 N H(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (DAMO)

$H_2N(C H_2)_2 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (TRIAMO)

および式 I V による化合物として、有利に

$(H_3 C O)_3 S i(C H_2)_3 N H(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (ビス - AMMO)

$(H_5 C_2 O)_3 S i(C H_2)_3 N H(C H_2)_3 S i(O C_2 H_5)_3$ (ビス - AMEO)

$(H_3 C O)_3 S i(C H_2)_3 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (ビス - DAMO)

$(H_3 C O)_3 S i(C H_2)_3 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_2 N H(C H_2)_3 S i(O C H_3)_3$ (ビス - TRIAMO) 20

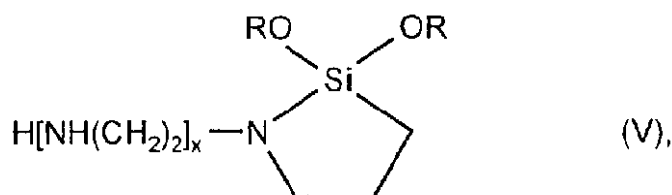
が使用される。また、しかしながら、他のアルコキシ基を有する相応する化合物が使用されてもよく、好ましくは、加水分解性基としてのメトキシ基およびエトキシ基である。更に、そのつど一般式 I I I および I V の化合物の 1 つ以上を有する混合物が使用されてよい。

【 0 0 2 4 】

また、一般式 I I I のアミノシランは、環化されて存在してよく、式 V 参照、かつそのようなものとして、本発明による方法で使用されることができる。また、一般式 V の化合物は、当該の場合に、式 I I I で示される化合物に組み込まれる：

【 0 0 2 5 】

【 化 1 】



【 0 0 2 6 】

[式中、R はメチル、エチル、プロピルまたはブチルであり、かつ x は 0、1 または 2 である]。 40

【 0 0 2 7 】

そのような環が、加水分解またはアルコールシスの際に開環し、かつ相応するアミノアルキルアルコキシシランもしくはアミノアルキルアルコキシシラノールが得られることは公知である。

【 0 0 2 8 】

同様に、環形または二環形の一般式 I V の化合物が存在してよく、かつ本発明による方法の際にそのようなものとして使用されることができる。

【 0 0 2 9 】

一般に、本発明による方法は、一般式ⅠⅠⅠおよびⅠⅣのアミノシランが混合され、一緒に加水分解され、かつ生じた加水分解アルコールが留去されるようにして実施される。アルコキシシランの混合は、使用されるシランの凝固点および沸点の間の温度範囲で行われることができる。通常、加水分解の実施のためにシラン混合物に、水が過剰量で添加される。

【0030】

好適には、水溶液中のシランの濃度は、60質量%未満、好ましくは50質量%未満、特に好ましくは0.01~40質量%、まさに特に好ましくは0.5~40質量%の値で使用される。このパラメータの差異が、ゲル形成または濃い混濁をまねきうる。アルコキシシランの加水分解の際に、アルコールが形成される。

10

【0031】

一般に、加水分解は、0~100の範囲の温度で実施されることができる。有利に、加水分解は、100未満の温度、特に有利に90未満の温度、まさに特に有利に60未満の温度で実施される。その際、通常、例えば攪拌により、良好な強力混合のために考慮される。

【0032】

好適には、本発明による方法の際に、加水分解は、4~12の範囲のpH値で実施される。

【0033】

更に、シラン混合物またはシラン混合物/水の系またはすでに加水分解された系に、酸または塩基が、pH値の調整するために添加されてよい。

20

【0034】

有利に、本発明による方法の場合に、少なくとも1つのブレンステッド酸が添加される。また、必要ならば、ブレンステッド塩基を添加してよく、例えば苛性カリ液、苛性ソーダ液ならびにアンモニアまたはアミン、幾つかのみを挙げたに過ぎない。

【0035】

酸として、特に好ましいのは、本明細書の場合に、塩化水素、硫酸、硝酸、過塩素酸、ギ酸、酢酸および/またはプロピオン酸である。

【0036】

更に、本発明による方法の場合に、加水分解アルコールの濃度は、蒸留により低下し、その際、蒸留は、有利に90未満の温度で、特に有利に60未満で、好適には減圧下に実施される。

30

【0037】

蒸留は、有利に、蒸留塔により、塔頂にアルコールがもはや測定できなくなるまで行われることができ、その際、塔底に所望の生成物が生じ、かつ場合により更に後処理されることができる。混濁物質が生じる場合には、ろ過、沈降、遠心分離を用いるか、または標準方法に類似して、生成物から分離されることができる。

【0038】

本発明による組成物の適用は、濃縮溶液または水で希釈された溶液から行われることができる。水での希釈の際に、こうして希釈された組成物の貯蔵安定性は、酸の添加により改善されることができる。好適には、希釈された組成物のpH値は、9未満の値に調節される。

40

【0039】

殊に、本発明により取得された生成物は、水溶性であり、自発的にそれぞれの比で水と混和性であることが可能であり、高い含量のビス(トリヒドロキシシリルアルキル)アミンおよびそれから誘導されるシロキサンを含有し、実質的にアルコール不含であるという利点を有する。

【0040】

更に、本発明による組成物は、卓越して、水溶性定着剤として、被覆系ならびに防蝕剤中の成分として、殊に金属の被覆の際、表面の殺微生物加工のため、木材処理のため、電子

50

写真トナーのため、液状アミノシリコン中の成分として、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、不飽和ポリエステル樹脂（UP-樹脂）、アクリル樹脂中の成分として、有機変性ガラス中の成分として、医薬品および化粧品のため、ガラス表面および鉱物表面ならびにガラス繊維表面および鉱物繊維表面の変性のため、ただしガラスビーズ、ガラス織物、建築用ガラス織物を含む、ここで幾つかの例のみを挙げたに過ぎない、廃水処理のため、顔料処理のため、触媒の製造の際の成分として、凝集剤として、塗料およびラッカー中の成分として、人造石の製造の際、平面ガラス、中空ガラスおよび合わせガラスの強化のため、ならびにガラス上および他の支持体上へのUV架橋性ポリマー、殊にアクリル化合物の定着剤として、使用される。

【0041】

10

本発明は以下の例により詳細に説明される。

【0042】

【実施例】

例1

水中40%溶液としての、AMEO 80%および“ビス-シクロ-AMEO+ビス-AMEO” 20%（以下、高沸点物と呼ぶ）からなるアルコール不含の混合物の製造装置：

蒸留装置、内部温度計、計量供給装置、ブリッジ蒸留部(Bruckendestillation)、真空ポンプおよび圧力測定装置を有する4lの攪拌反応器

高沸点物120gを、AMEO 480gと混合する。水1250.0gを、攪拌反応器中に装入する。アミノシラン混合物を、30~40分間に亘り計量供給装置により添加する。その際、温度は、室温から約50に上昇する。バッチを、50で3時間攪拌する。その後、エタノール/水混合物約450gを留去する（T：39~41、p：130~100ミリバール、エタノール約70質量%、水約30質量%）。最終生成物を、最後に水で、1500gの重量に調節する（水中“シラン”40質量%）。

20

【0043】

生成物の混濁を、通常の吸引濾過器により改善することができる。フィルター残留物は、全生成物量の0.2質量%未満である。ろ過後に、混濁度は、3~4TE/Fである（DIN/EN 27027；TE/F=混濁単位/ホルマジン(Formazin)）。

【0044】

30

最終生成物は、12ヶ月を上回り貯蔵安定である。

【0045】

例2

水中50%溶液としてのAMEO 80%および“ビス-シクロ-AMEO+ビス-AMEO” 20%（以下、高沸点物と呼ぶ）からなるアルコール不含の混合物の製造装置：

蒸留装置、内部温度計、計量供給装置、ブリッジ蒸留部、真空ポンプおよび圧力測定装置を有する4lの攪拌反応器

高沸点物120gを、AMEO 480gと混合する。水1050gを、攪拌反応器中へ装入する。アミノシラン混合物を、30~40分間に亘り計量供給装置により添加する。バッチを50で3時間攪拌する。その後、エタノール/水混合物約450gを留去する（T：39~41、p：130~100ミリバール、エタノール約70質量%、水約30質量%）。最終生成物を、最後に、水で1200gの重量に調節する（水中“シラン”50質量%）。

40

【0046】

生成物の混濁を、通常の吸引濾過器により改善することができる。フィルター残留物は、全生成物量の0.5質量%未満である。ろ過後に、混濁度は、10未満のTE/Fである（DIN/EN 27027）。

【0047】

例3

50

水中10%溶液としてのAMEO 60%および“ビス-シクロ-AMEO+ビス-AMEO”40%(以下、高沸点物と呼ぶ)からなるアルコール不含の混合物の製造

装置:

蒸留装置、内部温度計、計量供給装置、ブリッジ蒸留部、真空ポンプおよび圧力測定装置を有する4lの攪拌反応器

高沸点物120gをAMEO 180gと混合する。水2000gを攪拌反応器中へ装入する。アミノシラン混合物を、30~40分間に亘り計量供給装置を経て添加し、引続きギ酸でpH値6に調節する。その際、温度は、室温から約50に上昇する。バッチを50で3時間攪拌する。その後、エタノール/水混合物約500gを留去する(T:39~41、p:130~100ミリバール)。最終生成物を、最後に、水で3000gの重量に調節する(水中“シラン”10質量%)。

10

【0048】

生成物の混濁を、通常の吸引濾過器により改善することができる。フィルター残留物は、全生成物量の0.5質量%未満である。ろ過後に、混濁度は、10未満のTE/Fである(DIN/EN 27027)。

【0049】

例4

水中40%溶液としてのDMAO 83%および“ビス-シクロ-DAMO+ビス-DAMO”17%(以下、高沸点物と呼ぶ)からなるアルコール不含の混合物の製造

装置:

20

蒸留装置、内部温度計、計量供給装置、ブリッジ蒸留部、真空ポンプおよび圧力測定装置を有する4lの攪拌反応器

高沸点物102gをDAMO 498gと混合する。水1090gを、攪拌反応器中へ装入する。アミノシラン混合物を、30~40分間に亘り計量供給装置により添加し、引続きギ酸(260g)でpH値6に調節する。その際、温度は、室温から約50に上昇する。バッチを50で3時間攪拌する。その後、エタノール/水混合物約450gを留去する(T:39~41、p:130~100ミリバール)。最終生成物は、最後に、水で1500gの重量に調節する(水中“シラン”40質量%)。

【0050】

生成物の混濁を、通常の吸引濾過器により改善することができる。フィルター残留物は、全生成物量の0.5質量%未満である。ろ過後に、混濁度は、10未満のTE/Fである(DIN/EN 27027)。

30

【0051】

例5

水中40%の溶液としてのTRIAMO 80%および“ビス-シクロ-TRIAMO+ビス-TRIAMO”20%(以下、高沸点物と呼ぶ)からなるアルコール不含の混合物の製造

装置:

蒸留装置、内部温度計、計量供給装置、ブリッジ蒸留部、真空ポンプおよび圧力測定装置を有する4lの攪拌反応器

40

高沸点物120gをTRIAMO 480gと混合する。水1110gを、攪拌反応器中へ装入する。アミノシラン混合物を、30~40分間に亘り計量供給装置により添加し、引続きギ酸(240g)でpH値6に調節する。その際、温度は、室温から約50に上昇する。バッチを50で3時間攪拌する。その後、エタノール/水-混合物約450gを留去する(T:39~41、p:130~100ミリバール)。最終生成物は、最後に、水で1500gの重量に調節する(水中“シラン”40質量%)。

【0052】

生成物の混濁を、通常の吸引濾過器により改善することができる。フィルター残留物は、全生成物量の0.5質量%未満である。ろ過後に、混濁度は、10未満のTE/Fである(DIN/EN 27027)。

50

フロントページの続き

- (74)代理人 230100044
 弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 ブルクハルト シュタントケ
 ドイツ連邦共和国 レルラッハ クリショナシュトラーセ 25
- (72)発明者 ローラント エーデルマン
 ドイツ連邦共和国 ヴェール ハルトシュトラーセ 10
- (72)発明者 アルベルト・ヨハネス フリングス
 ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン デューラーシュトラーセ 50
- (72)発明者 ミヒヤエル ホルン
 ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン マイゼンライン 11
- (72)発明者 ペーター イェンクナー
 ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン フリードリッヒ・エーベルト・シュトラーセ 8/22
- (72)発明者 ラルフ ラーヴェン
 ドイツ連邦共和国 シュヴェルシュタット タールマツトシュトラーセ 16
- (72)発明者 ヘルムート マック
 ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン ヴィーゼンタールシュトラーセ 81
- (72)発明者 ヤロスラフ モンキーヴィッツ
 ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン ブルステルシュトラーセ 2 アー
- (72)発明者 ギュンター スヴィタラ
 ドイツ連邦共和国 ノインキルヒェン・ゼールシャイト ヴィーシャイダー シュトラーセ 18

審査官 関 美祝

- (56)参考文献 特開平02-237990(JP,A)
 特開平08-208998(JP,A)
 特公昭48-012704(JP,B1)
 特開平07-331014(JP,A)
 カナダ国特許発明第01238997(CA,C)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07F 7/10
 C07F 7/18
 C07F 7/21
 C09D 183/00
 C09J 183/00
 C08G 77/00
 C07L 83/00
 CAplus(STN)
 REGISTRY(STN)