



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102188996 B

(45) 授权公告日 2013. 01. 23

(21) 申请号 201110066026. 2

(22) 申请日 2011. 03. 18

(73) 专利权人 杭州师范大学

地址 310036 浙江省杭州市西湖区文一路
222 号杭州师范大学有机硅实验室

(72) 发明人 来国桥 白赢 彭家建 厉嘉云
蒋剑雄

(74) 专利代理机构 杭州杭诚专利事务有限公
司 33109

代理人 俞润体

(56) 对比文件

CN 101058077 A, 2007. 10. 24,

CN 101322946 A, 2008. 12. 17,

US 6166238 A, 2000. 12. 26,

WO 2004030816 A1, 2004. 04. 15,

王玲治. 聚-r- 氨丙基硅氧烷- 铂络合物
对不饱和化合物的硅氢加成的催化活性和选择
性. 《催化学报》. 1981, 第 2 卷 (第 3 期),

Qian Jiang Miao. Silica-supported
Karstedt-type catalyst. 《Catalysis
Communications》. 2003, 第 4 卷

审查员 潘慧

(51) Int. Cl.

B01J 31/22 (2006. 01)

C07F 7/18 (2006. 01)

C07F 7/14 (2006. 01)

C07F 7/08 (2006. 01)

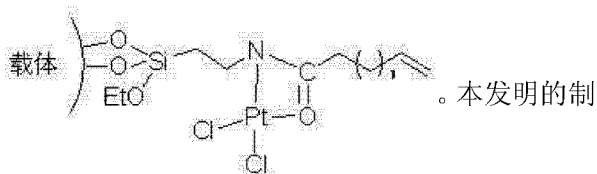
权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

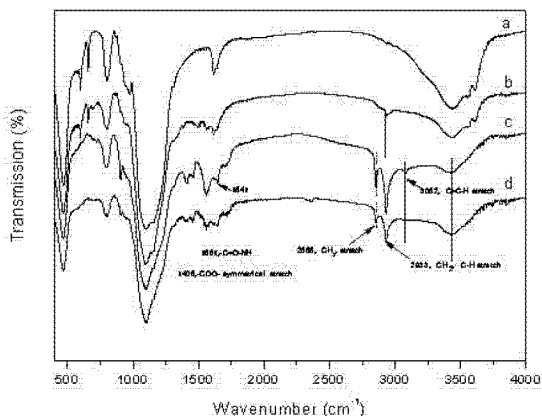
一种负载型硅氢加成反应催化剂及其制备方法

(57) 摘要

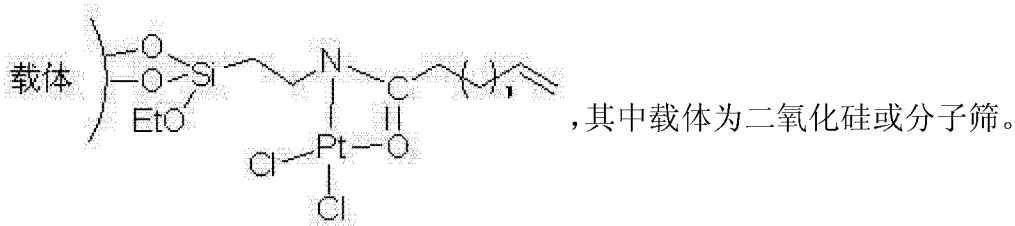
本发明涉及一种负载型硅氢加成反应催
化剂及其制备方法。它需要解决的技术问题
是, 提供一种适用于硅氢加成反应的多相催
化剂及其制备方法, 该催化剂使用时反应条
件温和, 安全, 有效, 与产物分离方便, 可回收
再利用。本发明的催化剂具有如下结构式:



备方法按如下步骤: 1) 用偶联剂改性载体表面; 2)
用官能团化合物修饰载体表面; 3) 与铂化合物
配位络合制备催化剂。



1. 一种负载型硅氢加成反应催化剂,其特征在于:是一种具有如下结构式的负载型硅氢加成反应 Pt 催化剂:



2. 一种如权利要求 1 所述的负载型硅氢加成反应催化剂的制备方法,其特征在于按如下步骤:

1) 用偶联剂改性载体表面:加入载体到溶剂中,载体和溶剂的质量比为 1:30 ~ 50,搅拌均匀;加入偶联剂,偶联剂和载体的质量比为 1:1~100,搅拌均匀;搅拌状态下,滴加水和乙醇的混和溶液,水和乙醇体积比为 1:5~5:1;滴加完毕,升温至 50 ~ 150 °C,继续搅拌,处理时间为 2 ~ 24 h,过滤、洗涤、烘干,得改性载体;所述载体为二氧化硅或分子筛,所述溶剂为甲苯、苯或二甲苯,所述偶联剂为 γ -氨丙基烷氧基硅烷;

2) 用官能团化合物修饰载体表面:在溶剂中,用官能团化合物与改性载体反应,改性载体和溶剂质量比为 1:20 ~ 100,官能团化合物和改性载体的质量比为 1:8~100,反应温度为 50 ~ 150°C,反应时间为 8 ~ 24h,过滤、洗涤、烘干,得二次改性载体;所述溶剂为水、丙酮或四氢呋喃,所述官能团化合物为十一烯酸;

3) 与铂化合物配位络合:在溶剂中,加入二次改性载体与铂化合物配位络合反应,得产品;二次改性载体与溶剂质量比为 1:10~100,铂化合物与二次改性载体质量比为 1:20~10000,反应温度为 30 ~ 100 °C,反应时间为 8 ~ 24 h,除去溶剂,烘干;所述铂化合物为氯铂酸、氯化铂、氯亚铂酸钾或氯铂酸钾,所述溶剂为四氢呋喃、乙醇、甲醇、丙酮或水。

一种负载型硅氢加成反应催化剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及有机化学领域中的催化剂及其制备方法,具体是一种负载型硅氢加成反应催化剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 催化烯烃硅氢加成反应在有机合成化学中占有重要的地位,是合成有机硅偶联剂和功能有机硅化合物及聚合物最重要的途径之一。通常直接使用氯铂酸作为催化剂,实验和工业生产使用得最多的是 Speier's 催化剂(氯铂酸异丙醇溶液)和 Karstedt's 催化剂(氯铂酸与含有乙烯基的硅烷或硅氧烷络合)。这两种催化剂虽具有较高活性,但产物选择性不高;并且作为均相催化剂,反应结束后催化剂难以从反应体系中分离,对贵金属 Pt 的使用来说无疑是一种浪费。

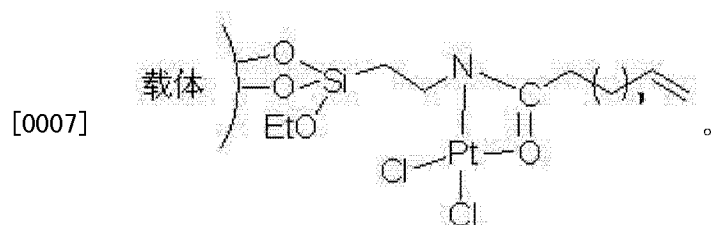
[0003] 负载型的铂催化剂用于硅氢加成反应中,文献也有所报道。利用 Al_2O_3 、 SiO_2 、活性炭、氧化镁负载 Pt 制备的催化剂用于烯烃的硅氢化反应。无机载体负载的 Pt 多相催化剂最大的优点就在于其可以方便地与产物进行分离。但是这些多相催化剂用在硅氢加成反应中,往往是在高温、高压条件下进行,反应过程中铂容易流失,催化剂很快失活。另外,得到的产物选择性也不高,所以这些多相催化剂的催化效果也不理想。一些研究者采用偶联剂对 SiO_2 进行改性,然后负载铂与其它元素的配合物作为催化剂用于硅氢加成反应中,可以取得比单纯 SiO_2 负载铂更好的催化效果。在铂用量提高的情况下,也就是降低催化剂的活性前提下,可以取得较好的硅氢加成产物的选择性。

[0004] 硅氢加成反应作为有机硅领域中的基本反应,其核心技术就在于适合该反应催化剂的制备。因此,研究和制备具有高活性、高选择性的硅氢加成反应催化剂具有重要的意义和实用价值。

发明内容

[0005] 本发明需要解决的技术问题是提供了一种适用于硅氢加成反应的多相催化剂及其制备方法,该催化剂使用时反应条件温和,安全,有效,与产物分离方便,可回收再利用。

[0006] 本发明的负载型硅氢加成反应催化剂,是一种具有如下结构式的负载型 Pt 催化剂:



[0008] 该负载型硅氢加成反应催化剂通过下述方法实现:以无机物为催化剂载体,通过偶联剂和特殊官能团改性修饰载体表面,然后与铂化合物配位络合,形成高效的适合硅氢加成反应的负载型铂催化剂。

[0009] 本发明的负载型硅氢加成反应催化剂的制备方法,按如下步骤:

[0010] 1) 用偶联剂改性载体表面:加入载体到溶剂中,载体和溶剂的质量比为 1:30 ~ 50,搅拌均匀(5 ~ 60 min 即可);加入偶联剂,偶联剂和载体的质量比为 1:1~100,搅拌均匀(10 ~ 100 min 即可);搅拌状态下,滴加水和乙醇的混和溶液,水和乙醇体积比为 1:5~5:1;滴加完毕,升温至 50 ~ 150 °C,继续搅拌,处理时间为 2 ~ 24 h,过滤、洗涤、烘干,得改性载体;所述载体为二氧化硅或分子筛,所述溶剂为甲苯、苯或二甲苯,所述偶联剂为 γ -氨丙基烷氧基硅烷;

[0011] 2) 用官能团化合物修饰载体表面:在溶剂中,用官能团化合物与改性载体反应,改性载体和溶剂质量比为 1:20 ~ 100,官能团化合物和改性载体的质量比为 1:8~100,反应温度为 50 ~ 150°C,反应时间为 8 ~ 24h,过滤、洗涤、烘干,得二次改性载体;所述溶剂为水、丙酮或四氢呋喃,所述官能团化合物为十一烯酸;

[0012] 3) 与铂化合物配位络合:在溶剂中,加入二次改性载体与铂化合物配位络合反应,得产品;二次改性载体与溶剂质量比为 1:10~100,铂化合物与二次改性载体质量比为 1:20~10000,反应温度为 30 ~ 100 °C,反应时间为 8 ~ 24 h,除去溶剂,烘干;所述铂化合物为氯铂酸、氯化铂、氯亚铂酸钾或氯铂酸钾,所述溶剂为四氢呋喃、乙醇、甲醇、丙酮或水。

[0013] 本发明具有的有益效果是:

[0014] 1、由于本发明制备的催化剂是改性无机物载体负载型催化剂,具有高效催化、可回收循环使用等特点,同时也为硅氢加成反应催化剂增加了一个新品种。

[0015] 2、本发明制备的催化剂针对不饱和烯烃硅氢加成反应具有很好的催化效果,可以催化其与多种含氢硅烷的加成反应,适用性较为广泛。

[0016] 3、本发明制备的催化剂使用过程中,反应条件温和,安全,催化活性高,加成产物选择性高。

[0017] 4、本发明提供的制备方法简单,易于控制,重现性比较好,具有一定的经济社会效益。

附图说明

[0018] 图 1 是载体、改性载体及其催化剂红外谱图。其中 (a) 载体二氧化硅, (b) 改性二氧化硅, (c) 二次改性二氧化硅, (d) Pt 催化剂。

具体实施方式

[0019] 下面通过实施例,对本发明的技术方案作进一步具体的说明。

[0020] 实施例 1

[0021] 1) 用偶联剂改性载体表面:在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中,加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯,室温下搅拌 10 min,加入 10.0 g γ -氨丙基三乙氧基硅烷,搅拌 20 min,室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液,搅拌 2h,加热 100 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇,得到白色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得初次改性二氧化硅。

[0022] 2) 用官能团化合物修饰载体表面:在 250 mL 三口烧瓶中,加入 2.0 g 官能团化合物十一烯酸和 100 mL 水,加热升温至 80°C,搅拌使十一烯酸完全溶解,加入 6.0 g 步骤

1) 的初次改性二氧化硅, 保持温度继续搅拌 3 h, 过滤, 洗涤, 得到淡黄色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得二次改性载体。

[0023] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂: 在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 的二次改性载体, 2.7 mL 氯铂酸四氢呋喃溶液 (Pt 含量为 0.0037 g/mL), 20 mL 四氢呋喃, 室温搅拌反应 24 h。去除溶剂, 60 °C 真空干燥至恒重, 冷却, 得淡黄色粉末——即产品, 铂含量为 0.5 wt%。(见图 1)

[0024] 实施例 2:

[0025] 1) 用偶联剂改性载体表面: 在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中, 加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯, 室温下搅拌 10 min, 加入 6.0 g γ -氨丙基三乙氧基硅烷, 搅拌 20 min, 室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液, 搅拌 2 h, 加热 100 °C 回流搅拌反应 2h。去除甲苯和乙醇, 得到白色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得改性载体。

[0026] 2) 用官能团修饰载体表面: 在 250mL 三口烧瓶中, 加入 2.0 g 十一烯酸和 100 mL 水, 加热升温至 80°C, 搅拌使十一烯酸完全溶解, 加入 6.0 g 步骤 1) 中所得产物, 保持温度继续搅拌 3 h, 过滤, 洗涤, 得到淡黄色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得二次改性载体。

[0027] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂: 在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 中所得二次改性载体, 2.7 mL 氯铂酸四氢呋喃溶液 (Pt 含量为 0.0037 g/mL), 20 mL 四氢呋喃, 升温至 40 °C 搅拌回流反应 12 h。去除溶剂, 60 °C 真空干燥至恒重, 冷却得淡黄色粉末, 铂含量为 0.5 wt%。

[0028] 实施例 3:

[0029] 1) 用偶联剂改性载体表面: 在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中, 加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯, 室温下搅拌 10 min, 加入 5.0 g γ -氨丙基三甲氧基硅烷, 搅拌 20 min, 室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液, 搅拌 2h, 加热 100 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇, 得到白色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得改性载体。

[0030] 2) 用官能团修饰载体表面: 在 250mL 三口烧瓶中, 加入 2.0 g 十一烯酸和 100 mL 水, 加热升温至 80°C, 搅拌使十一烯酸完全溶解, 加入 6.0 g 步骤 1) 中所得产物, 保持温度继续搅拌 3 h, 过滤, 洗涤, 得到淡黄色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得二次改性载体。

[0031] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂: 在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 中所得二次改性载体, 2.7 mL 氯铂酸乙醇溶液 (Pt 含量为 0.0037 g/mL), 20 mL 乙醇, 室温搅拌反应 12 h。去除溶剂, 60 °C 真空干燥至恒重, 冷却得淡黄色粉末, 铂含量为 0.5 wt%。

[0032] 实施例 4:

[0033] 1) 用偶联剂改性载体表面: 在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中, 加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯, 室温下搅拌 10 min, 加入 3.5 g γ -氨丙基乙基二甲氧基硅烷, 搅拌 20 min, 室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液, 搅拌 2h, 加热 100 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇, 得到白色粉末, 在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h, 得改性载体。

[0034] 2) 用官能团修饰载体表面: 在 250mL 三口烧瓶中, 加入 2.0 g 十一烯酸和 100 mL

水,加热升温至 90℃,搅拌使十一烯酸完全溶解,加入 6.0 g 步骤 1) 中所得产物,保持温度继续搅拌 3 h,过滤,洗涤,得到淡黄色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得二次改性载体。

[0035] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂:在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 中所得二次改性载体,氯化铂(含 Pt 0.02 g),20 mL 甲醇,升温至 40 °C 搅拌反应 12 h。去除溶剂,60 °C 真空干燥至恒重,冷却得淡黄色粉末,铂含量为 1 wt%。

[0036] 实施例 5:

[0037] 1) 用偶联剂改性载体表面:在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中,加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯,室温下搅拌 10 min,加入 8.0 g γ -氨丙基甲基二乙氧基硅烷,搅拌 20 min,室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液,搅拌 2h,加热 110 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇,得到白色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得改性载体。

[0038] 2) 用官能团修饰载体表面:在 250mL 三口烧瓶中,加入 2.0 g 十一烯酸和 100 mL 水,加热升温至 80℃,搅拌使十一烯酸完全溶解,加入 6.0 g 步骤 1) 中所得产物,保持温度继续搅拌 3 h,过滤,洗涤,得到淡黄色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得二次改性载体。

[0039] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂:在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 中所得二次改性载体,2.7 mL 氯铂酸钾四氢呋喃溶液(含 Pt 0.01 g),20 mL 四氢呋喃,升温至 60 °C 搅拌回流反应 12 h。去除溶剂,60 °C 真空干燥至恒重,冷却得淡黄色粉末,铂含量为 0.5 wt%。

[0040] 实施例 6:

[0041] 1) 用偶联剂改性载体表面:在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中,加入 20.0 g 硅胶和 250 mL 甲苯,室温下搅拌 10 min,加入 6.0 g γ -氨丙基甲基二乙氧基硅烷,搅拌 20 min,室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液,搅拌 2h,加热 120 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇,得到白色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得改性载体。

[0042] 2) 用官能团修饰载体表面:在 250mL 三口烧瓶中,加入 2.0 g 十一烯酸和 100 mL 水,加热升温至 80℃,搅拌使十一烯酸完全溶解,加入 6.0 g 步骤 1) 中所得产物,保持温度继续搅拌 3 h,过滤,洗涤,得到淡黄色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得二次改性载体。

[0043] 3) 与铂化合物配位络合制备铂催化剂:在 50 mL 反应瓶中加入 2.0 g 步骤 2) 中所得二次改性载体,2.7 mL 氯亚铂酸钾水溶液(含 Pt 0.01 g),20 mL 水,升温至 60 °C 搅拌回流反应 12 h。去除溶剂,60 °C 真空干燥至恒重,冷却得淡黄色粉末,铂含量为 0.5 wt%。

[0044] 实施例 7:

[0045] 1) 用偶联剂改性载体表面:在带有加料口和搅拌装置的 500 mL 反应器中,加入 20.0 g 4A 分子筛和 250 mL 甲苯,室温下搅拌 10 min,加入 6.0 g γ -氨丙基甲基二乙氧基硅烷,搅拌 20 min,室温下滴加 10 mL 水和 30 mL 乙醇的混和溶液,搅拌 2h,加热 120 °C 回流搅拌反应 2 h。去除甲苯和乙醇,得到白色粉末,在温度为 80 °C 真空条件下干燥 24 h,得改性载体。

[0046] 2)用官能团修饰载体表面:在250mL三口烧瓶中,加入2.0 g十一烯酸和100 mL水,加热升温至80℃,搅拌使十一烯酸完全溶解,加入6.0 g步骤1)中所得产物,保持温度继续搅拌3 h,过滤,洗涤,得到淡黄色粉末,在温度为80℃真空条件下干燥24 h,得二次改性载体。

[0047] 3)与铂化合物配位络合制备铂催化剂:在50 mL反应瓶中加入2.0 g步骤2)中所得二次改性载体,2.7 mL氯亚铂酸钾水溶液(含Pt 0.01 g),20 mL水,升温至60℃搅拌回流反应12 h。去除溶剂,60℃真空干燥至恒重,冷却得淡黄色粉末,铂含量为0.5 wt%。

[0048] 实施例8:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0049] 称取实施例1中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,60℃硅油浴中反应2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为99.8%,β-加成产物产率为92.7%。

[0050] 实施例9:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0051] 称取实施例2中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,60℃硅油浴中反应2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为99.8%,β-加成产物产率91.5%。

[0052] 实施例10:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0053] 称取实施例3中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,60℃硅油浴中反应2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为100%,β-加成产物产率89.5%。

[0054] 实施例11:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0055] 称取实施例4中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,60℃硅油浴中反应2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为99.6%,β-加成产物产率91.5%。

[0056] 实施例12:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0057] 称取实施例5中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,70℃硅油浴中反应1 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为95.6%,β-加成产物产率91.9%。

[0058] 实施例13:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0059] 称取实施例6中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,80℃硅油浴中反应1 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为97.6%,β-加成产物产率90.5%。

[0060] 实施例14:催化苯乙烯硅氢加成反应

[0061] 称取实施例7中催化剂0.4 g,9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷置于100毫升的单口烧瓶中,80℃硅油浴中反应1 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为98.5%,β-加成产物产率91.2%。

[0062] 实施例15:催化剂重复使用实验1

[0063] 将实施例8中的反应产物移除,催化剂留于反应器中,加入9.6 g (0.1 mol)苯乙烯和18.0 g (0.11 mol)三乙氧基氢硅烷,60℃硅油浴中反应2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经GC-MS检测,苯乙烯转化率为99.5%,β-加成产物得率91.7%。

[0064] 实施例 16 :催化剂重复使用实验 2

[0065] 将实施例 15 中的反应产物移除,催化剂留于反应器中,加入 9.6 g (0.1 mol) 苯乙烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷,60 °C 硅油浴中反应 2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经 GC-MS 检测,苯乙烯转化率为 99.1%, β -加成产物得率 91.4%。

[0066] 实施例 17 :催化剂重复使用实验 3

[0067] 将实施例 16 中的反应产物移除,催化剂留于反应器中,加入 9.6 g (0.1 mol) 苯乙烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷,60 °C 硅油浴中反应 2 h,冷却、沉降、分离得产物,产物经 GC-MS 检测,苯乙烯转化率为 99.2%, β -加成产物得率 91.3%。

[0068] 实施例 18 :催化不同烯烃与硅烷的加成反应

[0069] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,11.2 g (0.1 mol) 辛烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,60 °C 硅油浴中反应 2h,冷却,产物经 GC-MS 检测,辛烯转化率为 100%, β -加成产物得率 99.7%。

[0070] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,16.8 g (0.1 mol) 十二烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,70 °C 硅油浴中反应 2 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十二烯转化率为 96.4%, β -加成产物得率为 99.3%。

[0071] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,19.6 g (0.1 mol) 十四烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,70 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十四烯转化率为 92.1%, β -加成产物得率 99.5%。

[0072] 称取实施例 1 催化剂 0.4g,25.2 g (0.1 mol) 十八烯和 18.0 g (0.11 mol) 三乙氧基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,90 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十八烯转化率为 89.3%, β -加成产物得率 98.1%。

[0073] 称取实施例 1 催化剂 0.4g,11.2 g (0.1 mol) 辛烯和 12.6 g (0.11 mol) 甲基二氯氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,40 °C 硅油浴中反应 2 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,辛烯转化率为 100%, β -加成产物得率 99.2%。

[0074] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,16.8 g (0.1 mol) 十二烯和 12.6 g (0.11 mol) 甲基二氯氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,40 °C 硅油浴中反应 2 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十二烯转化率为 98.2%, β -加成产物得率 98.9%。

[0075] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,19.6 g (0.1 mol) 十四烯和 12.6 g (0.11 mol) 甲基二氯氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,40 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十四烯转化率为 94.3%, β -加成产物得率 92.0%。

[0076] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,25.2 g (0.1 mol) 十八烯和 12.6 g (0.11 mol) 甲基二氯氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,40 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十八烯转化率为 90.6%, β -加成产物得率 87.5%。

[0077] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,11.2 g (0.1 mol) 辛烯和 14.9 g (0.11 mol) 二甲苯基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,60 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,辛烯转化率为 100%, β -加成产物得率 98.9%。

[0078] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g,16.8 g (0.1 mol) 十二烯和 14.9 g (0.11 mol) 二甲苯基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中,60 °C 硅油浴中反应 3 h,冷却,产物经 GC-MS 检测,十二烯转化率为 96.5%, β -加成产物得率 97.5%。

[0079] 称取实施例 1 催化剂 0.4g, 19.6 g (0.1 mol) 十四烯和 14.9 g (0.11 mol) 二甲基苯基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中, 90 °C 硅油浴中反应 4 h, 冷却, 产物经 GC-MS 检测, 十四烯转化率为 92.1%, β -加成产物得率 90.7%。

[0080] 称取实施例 1 催化剂 0.4 g, 25.2 g (0.1 mol) 十八烯和 14.9 g (0.11 mol) 二甲基苯基氢硅烷置于 100 毫升的单口烧瓶中, 90 °C 硅油浴中反应 4 h, 冷却, 产物经 GC-MS 检测, 十八烯转化率为 90.5%, β -加成产物得率 82.8%。

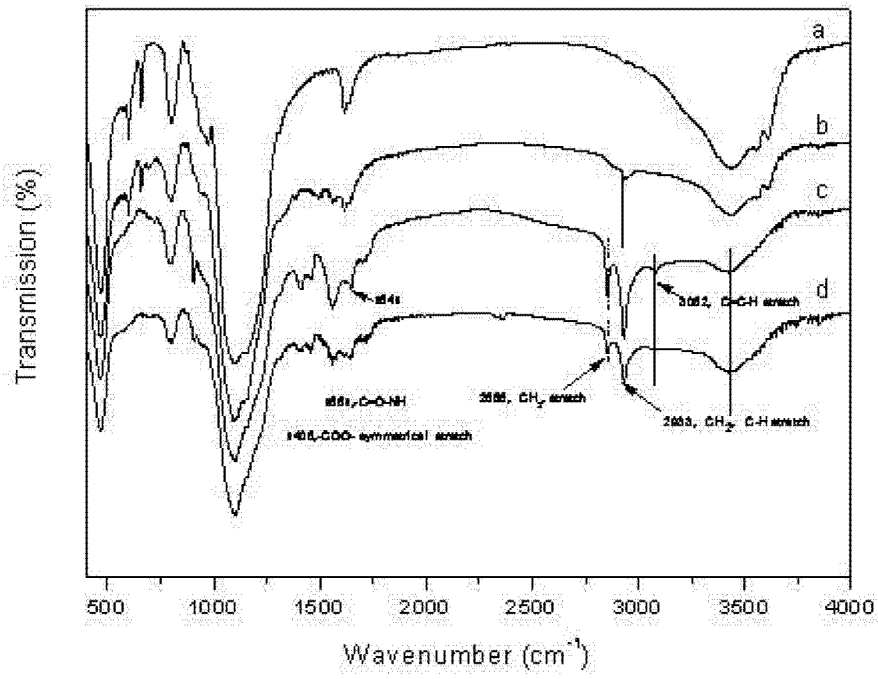


图 1