



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113563589 B

(45) 授权公告日 2023.05.23

(21) 申请号 202110944283.5

B01J 31/30 (2006.01)

(22) 申请日 2021.08.17

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

US 2008033136 A1, 2008.02.07

申请公布号 CN 113563589 A

US 5484950 A, 1996.01.16

(43) 申请公布日 2021.10.29

审查员 李金洪

(73) 专利权人 烟台顺明新材料有限公司

地址 264000 山东省烟台市莱阳市经济开发
区海河路6号

(72) 发明人 陈雪 管拥顺 王海燕

(74) 专利代理机构 北京慕达星云知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)

11465

专利代理师 崔自京

(51) Int. Cl.

C08G 77/46 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用

(57) 摘要

一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,所述催化剂的应用过程为:(1)将三(三苯基膦)氯化铈用有机溶剂溶解,得催化剂溶液备用;(2)将含氢硅油和不饱和聚醚混合均匀后升温到40-50℃后,加入所述催化剂溶液继续升温至100-110℃,反应2h,即得聚醚改性硅油。本发明采用该催化剂比铂系催化剂具有更好的反应活性,在硅氢加成反应中可以完全替代(或部分替代)铂系催化剂,另外该催化剂较铂系催化剂相对便宜,可适当降低生产成本。

1. 一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,所述铈系催化剂为三(三苯基膦)氯化铈,所述铈系催化剂的浓度为3ppm,所述有机硅加成反应是指聚醚改性硅油的加成反应过程;

所述聚醚改性硅油的制备过程为:

(1) 将三(三苯基膦)氯化铈用有机溶剂溶解,得催化剂溶液备用;

(2) 将含氢硅油和不饱和聚醚混合均匀后升温到40-50℃后,加入所述催化剂溶液继续升温至100-110℃,反应2h,即得聚醚改性硅油。

2. 根据权利要求1所述的一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,步骤(1)中所述有机溶剂为四氢呋喃和/或甲苯。

3. 根据权利要求1所述的一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,步骤(1)中所述三(三苯基膦)氯化铈与所述有机溶剂的质量百分比为1-10%:90-99%。

4. 根据权利要求1所述的一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,步骤(2)中所述含氢硅油和所述不饱和聚醚按照氢与不饱和键摩尔比1:1.2-1.4的比例混合。

5. 根据权利要求1所述的一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,步骤(2)中所述含氢硅油的含氢量为0.1-0.2mol/100g。

6. 根据权利要求1所述的一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,其特征在于,步骤(2)中不饱和聚醚为烯丙醇聚醚、甲基封端烯丙基聚醚、和炔醇聚醚中的任意一种。

一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用

技术领域

[0001] 本发明属于有机硅精细化学技术领域,尤其涉及一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用。

背景技术

[0002] 在有机硅聚醚硅油生产过程中常常伴有有机硅氢加成反应的进行,在一般反应中常用的催化剂为六水合氯铂酸、“零价态”铂金配体络合物等铂系催化剂,此类铂金催化剂造价不菲,拉高生产成本。

[0003] 为此,如何提供一种催化效果率高、成本低的有机硅加成反应催化剂,是本领域研发技术人员亟需解决的问题。

发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明提供了一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,本发明采用该催化剂比铂系催化剂具有更好的反应活性,在硅氢加成反应中可以完全替代(或部分替代)铂系催化剂,另外该催化剂较铂系催化剂相对便宜,可适当降低生产成本。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,所述铈系催化剂为三(三苯基膦)氯化铈。

[0007] 本发明在有机硅加成反应中,在相同的反应条件下使用等同剂量的威尔金森(三(三苯基膦)氯化铈)类型的铈系催化剂和铂系催化剂催化硅氢加成反应,铈系催化剂表现出比铂系催化剂更高的反应活性,说明在实际生产中可以使用威尔金森催化剂替代传统的铂系催化剂,同时可以减少生产成本。

[0008] 优选地,所述铈系催化剂的浓度为3ppm。

[0009] 在3ppm加入量时,铈系催化剂表现出比铂系催化剂更高的反应活性。

[0010] 优选地,所述有机硅加成反应是指聚醚改性硅油的加成反应过程。

[0011] 优选地,所述聚醚改性硅油的制备过程为:

[0012] (1)将三(三苯基膦)氯化铈用有机溶剂溶解,得催化剂溶液备用;

[0013] (2)将含氢硅油和不饱和聚醚混合均匀后升温到40-50℃后,加入所述催化剂溶液继续升温至100-110℃,反应2h,即得聚醚改性硅油。

[0014] 在普通的铂金催化体系中,反应温度至少需要120℃及以上,而本发明采用铈系催化剂后,降低了反应温度,说明铈系催化剂比铂系催化剂具有更高的反应活性。

[0015] 优选地,步骤(1)中所述有机溶剂为四氢呋喃和/或甲苯。

[0016] 本发明溶剂可以为四氢呋喃、甲苯或者四氢呋喃和甲苯任意比例混溶,该溶剂会使铈系催化剂充分溶解,加入到反应釜中快速分散,提高反应速率。

[0017] 优选地,步骤(1)中所述三(三苯基膦)氯化铈与所述有机溶剂的质量百分比为1-10%:90-99%。

[0018] 优选地,步骤(2)中所述含氢硅油和所述不饱和聚醚按照氢与不饱和键摩尔比1:1.2-1.4的比例混合。

[0019] 本发明采用配比会使含氢硅油反应彻底,不残留未反应的Si-H键,有利于后期储存。

[0020] 优选地,步骤(2)中所述含氢硅油的含氢量为0.1-0.2mol/100g。

[0021] 本发明采用上述含氢量后,可以保证反应条件温和,若含氢量过高会使反应剧烈放热严重时会产生“交联”现象。

[0022] 优选地,步骤(2)中不饱和聚醚为烯丙醇聚醚、甲基封端烯丙基聚醚、和炔醇聚醚中的任意一种。

[0023] 本发明采用聚醚中含有不饱和键,可与Si-H发生加成反应。

[0024] 经由上述的技术方案可知,与现有技术相比,本发明的有益效果如下:本发明提供了一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,本发明采用该催化剂比铂系催化剂具有更好的反应活性,在硅氢加成反应中可以完全替代(或部分替代)铂系催化剂,另外该催化剂较铂系催化剂相对便宜,可适当降低生产成本。

具体实施方式

[0025] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0026] 实施例1

[0027] 一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,具体包括以下步骤:

[0028] (1)使用99g四氢呋喃将1g三(三苯基膦)氯化铈常温搅拌10min溶解,得催化剂溶液备用;

[0029] (2)将含氢硅油和烯丙醇聚醚(不饱和双键0.97mmol/g)混合均匀后,升温到40℃后,加入所述催化剂溶液继续升温至100℃,反应2h,即得聚醚改性硅油;其中,含氢硅油的含氢量为0.1mol/100g,含氢硅油和烯丙醇聚醚按照氢与不饱和键摩尔比1:1.2的比例混合,三(三苯基膦)氯化铈的浓度为3ppm。

[0030] 实施例2

[0031] 一种铈系催化剂在有机硅加成反应中的应用,具体包括以下步骤:

[0032] (3)使用90g甲苯将10g三(三苯基膦)氯化铈常温搅拌15min溶解,得催化剂溶液备用;

[0033] (4)将含氢硅油和炔醇聚醚(不饱和双键0.97mmol/g)混合均匀后,升温到40℃后,加入所述催化剂溶液继续升温至100℃,反应2h,即得聚醚改性硅油;其中,含氢硅油的含氢量为0.1mol/100g,含氢硅油和炔醇聚醚按照氢与不饱和键摩尔比1:1.4的比例混合,三(三苯基膦)氯化铈的浓度为3ppm。

[0034] 实施例3-5

[0035] 其中,实施例3-5中三(三苯基膦)氯化铈的浓度依次为1ppm、5ppm、7ppm。

[0036] 对比例1-4

[0037] 步骤(1)中用99g异丙醇将1g六水合氯铂酸超声溶解,加入浓度依次为1ppm、3ppm、5ppm、7ppm,其余步骤与实施例1完全相同。

[0038] 实施例1、3-5和对比例1-4最终产物的结果如表1和表2所示,

[0039] 表1实施例1、3-5最终产物的结果

	产物指标	外观	水溶性
[0040]	实施例3	分层液体	分层、不水溶
	实施例1	透明、几乎无色	水溶性佳且透明
	实施例4	透明、颜色较浅	水溶性佳且透明
	实施例5	透明、颜色深黄	水溶性佳、淡黄色

[0041] 表1对比例1-4最终产物的结果

	产物指标	外观	水溶性
[0042]	对比例1	分层液体	分层、不水溶
	对比例2	半透明液体	水溶性较差
	对比例3	透明、颜色较浅	水溶性佳且透明
	对比例4	透明、颜色深黄	水溶性佳、淡黄色

[0043] 从表1和表2中可以看出,在聚醚硅油生产中在相同的反应条件下使用等同剂量的威尔金森类型的铑系催化剂和铂系催化剂催化硅氢加成反应相比,在3ppm加入量时,铑系催化剂表现出比铂系催化剂更高的反应活性,说明在实际生产中可以使用威尔金森催化剂替代传统的铂系催化剂,可以适当减少生产成本。

[0044] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。