

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-164917

(P2015-164917A)

(43) 公開日 平成27年9月17日(2015.9.17)

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
|----------------------------|------------|-------------|
| C07F 7/10 (2006.01) | C07F 7/10 | CSPF 4H039 |
| C07B 61/00 (2006.01) | C07B 61/00 | 300 4H049 |

審査請求 有 請求項の数 13 O L 外国語出願 (全 69 頁)

| | | | |
|--------------|----------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2015-38477 (P2015-38477) | (71) 出願人 | 591035368 |
| (22) 出願日 | 平成27年2月27日 (2015. 2. 27) | | エア プロダクツ アンド ケミカルズ |
| (31) 優先権主張番号 | 61/946, 164 | | インコーポレイテッド |
| (32) 優先日 | 平成26年2月28日 (2014. 2. 28) | | AIR PRODUCTS AND CHEMICALS INCORPORATED |
| (33) 優先権主張国 | 米国 (US) | | アメリカ合衆国 ペンシルヴェニア アレ |
| (31) 優先権主張番号 | 14/625, 158 | | ントウン ハミルトン ブールヴァード |
| (32) 優先日 | 平成27年2月18日 (2015. 2. 18) | | 7201 |
| (33) 優先権主張国 | 米国 (US) | | 7201 Hamilton Boulevard, Allentown, Pennsylvania 18195-1501, USA |
| | | (74) 代理人 | 100099759 |
| | | | 弁理士 青木 篤 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機アミノシランおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 有機アミノシランなどの化合物の良好な調製方法を提供すること。

【解決手段】 制限なく、ジイソプロピルアミノシラン (DIPAS) 等の有機アミノシランは、酸化ケイ素および窒化ケイ素膜等のケイ素含有膜の堆積のための前駆体である。本明細書中に記載されているのは、ヒドリドシランを含むケイ素源によるイミンの触媒ヒドロシリル化を介した、有機アミノジシランおよび有機アミノカルボシラン等の有機アミノシラン化合物、または他の化合物を製造する方法である。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランから選択された化合物を生成する方法であって、

式 $R-N=C R' R''$ (式中、 R 、 R' および R'' は、それぞれ独立して、水素、 $C_{1\sim 10}$ 直鎖アルキル基、 $C_{3\sim 10}$ 分枝アルキル基、 $C_{3\sim 10}$ 環状アルキル基、 $C_{2\sim 10}$ アルケニル基、 $C_{4\sim 10}$ 芳香族基、 $C_{4\sim 10}$ 複素環基、 $C_{1\sim 10}$ 直鎖有機アミノ基、 $C_{2\sim 10}$ 分枝有機アミノ基、シリル基、 $C_{1\sim 10}$ 直鎖カルボシリル基、および $C_{2\sim 10}$ 分枝カルボシリル基から選択され、 R' および R'' または R および R' の少なくとも 1 つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' または R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有するイミンと、ヒドリドシランを含むケイ素源とを、該イミンとケイ素源とを反応させるのに十分な反応条件下で触媒の存在下反応させ、そして該化合物を提供すること、

の各ステップを含む、方法。

【請求項 2】

該化合物が、該有機アミノシランを含み、そして N 、 N -ジイソプロピルアミノシラン、 N -sec-ブチル- N -イソプロピルアミノシラン、 N 、 N -ジsec-ブチルアミノシラン、 N -メチル- N -シクロペンチルアミノシラン、 N -エチル- N -シクロペンチルアミノシラン、 N -シクロペンチル- N - n -プロピルアミノシラン、 N -シクロペンチル- N -イソプロピルアミノシラン、 N -シクロヘキシル- N -メチルアミノシラン、 N -エチル- N -シクロヘキシルアミノシラン、および N -シクロヘキシル- N -イソプロピルアミノシランからなる群から選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

該化合物が、該有機アミノジシランを含み、そして N 、 N -ジイソプロピルアミノジシラン、 N -sec-ブチル- N -イソプロピルアミノジシラン、 N 、 N -ジsec-ブチルアミノジシラン、 N -エチル- N -シクロペンチルアミノジシラン、 N -シクロペンチル- N - n -プロピルアミノジシラン、 N -シクロペンチル- N -イソプロピルアミノジシラン、 N -sec-ブチル- N -シクロペンチルアミノジシラン、 N -シクロヘキシル- N -メチルアミノジシラン、 N -エチル- N -シクロヘキシルアミノジシラン、および N -シクロヘキシル- N -イソプロピルアミノジシランからなる群から選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

該化合物が、該有機アミノカルボシランを含み、そして 1-(N 、 N -ジイソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン、1-(N 、 N -ジイソプロピルアミノ)-1、3-ジシラプロパン、1-(N 、 N -ジイソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン、1-(N 、 N -ジイソプロピルアミノ)-1-シラシクロペンタン、1-(N 、 N -ジイソプロピルアミノ)-1、3-ジシラシクロブタン、 N 、 N -ジイソプロピルアミノメチルシラン、 N - n -プロピル- N -イソプロピルアミノメチルシラン、 N -sec-ブチル- N -イソプロピルアミノメチルシラン、 N -シクロヘキシル- N -イソプロピルアミノメチルシラン、および N 、 N -ジエチルアミノフェニルシランからなる群から選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

該化合物が、100 ppm 以下のハロゲン化物を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

該化合物が、10 ppm 以下のハロゲン化物を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

該化合物が、1 ppm 以下のハロゲン化物を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

10

20

30

40

50

該触媒が、ハロゲン化物のない触媒を含み、そして該化合物には、ハロゲン化物が実質的にない、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

該触媒が、アルカリ土類金属錯体を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

該ヒドリドシランが、式 $R^1 R^2 R^3 SiH$ (式中、 R^1 、 R^2 および R^3 は、それぞれ独立して、水素、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖アルキル基、 $C_{3 \sim 10}$ 分枝アルキル基、 $C_{4 \sim 10}$ 環状アルキル基、 $C_{2 \sim 10}$ アルケニル基、 $C_{4 \sim 10}$ 芳香族基、 $C_{4 \sim 10}$ 複素環基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖有機アミノ基、 $C_{2 \sim 10}$ 分枝有機アミノ基、シリル基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖カルボシリル基、および $C_{2 \sim 10}$ 分枝カルボシリル基から選択され、そして R^1 および R^2 、 R^1 および R^3 、 R^2 および R^3 の少なくとも 1 つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R^1 および R^2 、 R^1 および R^3 、または R^2 および R^3 のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有する、請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 11】

式 $HN(R)(CHR'R'')$ (式中、 R 、 R' および R'' は、それぞれ独立して、水素、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖アルキル基、 $C_{3 \sim 10}$ 分枝アルキル基、 $C_{3 \sim 10}$ 環状アルキル基、 $C_{2 \sim 10}$ アルケニル基、 $C_{4 \sim 10}$ 芳香族基、 $C_{4 \sim 10}$ 複素環基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖有機アミノ基、 $C_{2 \sim 10}$ 分枝有機アミノ基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖カルボシリル基、および $C_{2 \sim 10}$ 分枝カルボシリル基から選択され、そして R' および R'' または R および R' の少なくとも 1 つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' または R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有する有機アミンの調製方法であって、

20

式 $R-N=CR'R''$ (式中、 R 、 R' および R'' は、それぞれ独立して、水素、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖アルキル基、 $C_{3 \sim 10}$ 分枝アルキル基、 $C_{3 \sim 10}$ 環状アルキル基、 $C_{2 \sim 10}$ アルケニル基、 $C_{4 \sim 10}$ 芳香族基、 $C_{4 \sim 10}$ 複素環基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖有機アミノ基、 $C_{2 \sim 10}$ 分枝有機アミノ基、シリル基、 $C_{1 \sim 10}$ 直鎖カルボシリル基、および $C_{2 \sim 10}$ 分枝カルボシリル基から選択され、 R' および R'' または R および R' の少なくとも 1 つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' または R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有するイミンと、ヒドリドシランを含むケイ素源とを、該イミンとケイ素源とを反応させるのに十分な条件下でアルカリ土類金属触媒の存在下反応させ、そして有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランから選択される化合物を提供することと、

30

該有機アミンを提供するのに十分な条件下で該化合物とプロトン源とを反応させることと、

を含む方法。

【請求項 12】

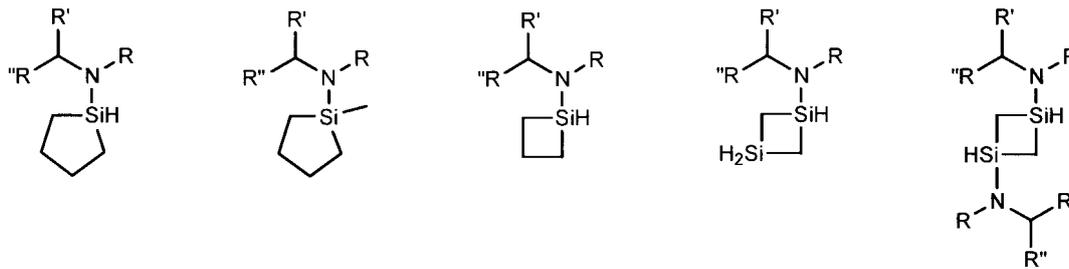
該プロトン源が、水、アルコール、またはブレンステッド酸からなる群から選択される、請求項 11 に記載の方法。

40

【請求項 13】

以下の構造：

【化 1】



10

(式中、R、R'およびR''は、それぞれ独立して、水素、C₁~10直鎖アルキル基、C₃~10分枝アルキル基、C₃~10環状アルキル基、C₂~10アルケニル基、C₄~10芳香族基、C₄~10複素環基、C₁~10直鎖有機アミノ基、C₂~10分枝有機アミノ基、シリル基、C₁~10直鎖カルボシリル基、およびC₂~10分枝カルボシリル基から選択され、そしてR'およびR''またはRおよびR'の少なくとも1つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、またはR'およびR''またはRおよびR'のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。)によって表される、有機アミノカルボシラン化合物。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2014年2月28日付け米国特許仮特許出願番号第61/946、164号明細書(参照によりその全てを本明細書中に取り込む)の優先的利益を主張する。

【背景技術】

【0002】

本明細書中に記載されているのは、例えば、ケイ素含有膜を堆積させるための化学的前駆体として有用であることができる有機アミノシラン化合物を製造するための方法である。また本明細書中に記載されているのは、種々の工業用途における使用に好適な、化合物、さらに具体的に言うと、有機アミン、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および/または有機アミノカルボシラン化合物である。

30

【0003】

SiH₃または-SiH₂-部分を含む有機アミノシランは、制限なく、酸化ケイ素および窒化ケイ素膜またはそれらのドーパされたもの等のケイ素含有膜の堆積のための望ましい前駆体である。例えば、制限なく、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および/または有機アミノカルボシラン等の揮発性化合物は、半導体機器の製造におけるケイ素含有膜の堆積のために使用される重要な前駆体である。有機アミノシラン化合物のある特定の態様は、ジイソプロピルアミノシラン(DIPAS)であり、これは、そうした膜の制御された堆積のための望ましい物理的特性を示すことが予め示されている。DIPASは、ジイソプロピルアミン(DIPA)またはリチウムジイソプロピルアミドと、モノクロロシラン(MCS)またはモノクロロジシラン(MCDS)との直接反応によって調製できるが、MCSまたはMCDSは、豊富な汎用化学品ではなく、したがって限定された入手可能性および価格の不安定性に曝されている。さらに、MCSを使用した有機アミノシランの合成は、非常に吸水性であることができる化学量論量のアミン塩酸塩を生成することができ、それによって有機アミノシラン生成物の回収を複雑にする。

40

【0004】

従来技術は、有機アミノシラン化合物の生成のためのいくつかの方法を記載する。日本国特許第49-1106732号明細書は、ロジウム(Rh)錯体の存在下、イミンとヒドリドシランとの反応によるシリルアミンの調製方法を記載する。調製された例示的なシ

50

リルアミンは： $\text{PhCH}_2\text{N}(\text{Me})\text{SiEt}_3$ 、 $\text{PhCH}_2\text{N}(\text{Me})\text{SiHPh}_2$ 、 $\text{PhCH}_2\text{N}(\text{Ph})\text{SiEt}_3$ 、および $\text{PhMeCHN}(\text{Ph})\text{SiHEt}_2$ （式中「Ph」はフェニルを意味し、「Me」はメチルを意味し、そして「Et」はエチルを意味する。）を含む。

【0005】

米国特許第号6、072、085明細書は、イミン、求核活性化剤、シラン、および金属触媒を含む反応混合物から第2級アミンを調製する方法を記載する。触媒は、ヒドロシリル化反応によってイミンの還元を触媒するように作用する。

【0006】

米国特許第6、963、003号明細書（本願の譲受人によって所有されている）は、式 $\text{R}^1\text{R}^2\text{NH}$ を有する第2級アミン、式 R^2NH_2 を有する第1級アミンまたはそれらの組み合わせからなる群から選択される化学量論的過剰の少なくとも1種のアミンと、式 $\text{R}^3_n\text{SiCl}_{4-n}$ を有する少なくとも1種のクロロシランとを、十分な無水条件下で反応させて、アミノシラン生成物およびアミン塩酸塩を含む液体が生成されることを含む有機アミノシラン化合物の調製方法を提供し、ここで R^1 および R^2 は、それぞれ独立して、1~20の炭素原子を有する直鎖、環状または分枝アルキル基であることができ； R^3 は水素原子、アミン基、または1~20の炭素原子を有する直鎖、環状または分枝アルキル基であることができ；そしてnは1~3の範囲の数である。

10

【0007】

（本願の譲受人によって所有されている）米国特許第7、875、556号明細書は、酸とアリアルシランとを溶媒の存在下で反応させること、第2級アミンおよび第3級アミンを加えること、および相分離を使用して反応副生成物および蒸留を使用して溶媒を除去することによる有機アミノシランの製造方法を記載する。

20

【0008】

（本願の譲受人によって所有されている）米国特許出願公開第2012/0277457号明細書は、以下の式：



（式中、 R^1 および R^2 は、それぞれ独立して、 $\text{C}_1\sim\text{C}_{10}$ の直鎖、分枝または環状、飽和または不飽和、芳香族、複素環、置換または非置換アルキル基から選択され、 R^1 および R^2 は結合して環状基を形成するか、または R^1 および R^2 は、環状基を形成するために結合しない。）を有する有機アミノシラン化合物を製造するための方法を記載し、この方法は、式 $\text{H}_n\text{SiX}_{4-n}$ （式中、nは0、1、または2であり、そしてXはCl、Br、またはClとBrとの混合物である。）を有するハロシランとアミンとを反応させて、ハロアミノシラン化合物 $\text{X}_{4-n}\text{H}_{n-1}\text{SiNR}^1\text{R}^2$ （式中、nは1、2および3から選択された数であり；そしてXは、Cl、Br、またはClとBrとの混合物である。）を含むスラリーを提供すること；少なくとも還元剤の一部がハロアミノシラン化合物と反応し、そしてアミノシラン化合物を含む最終生成混合物を提供する還元剤をスラリー中に導入すること、の各ステップを含む。

30

【0009】

韓国特許第10-1040325号明細書は、第2級アミンとトリクロロアルキルシランとを無水雰囲気中および溶媒の存在下で反応させてアルキルアミノクロロシラン中間体を生成させることと、金属水素化物 LiAlH_4 を還元剤としてアルキルアミノクロロシラン中間体に加えてアルキルアミノシランを生成させることとを含むアルキルアミノシランの調製方法を提供する。次にこのアルキルアミノシランを蒸留工程に供しアルキルアミノシランを分離し、そして精製する。

40

【0010】

参照文献 題名“Homogeneous Catalytic Hydrosilylation of Pyridines”，L. Hao et al.，Angew. Chem.，Int. Ed. Vol. 37，1998，pp. 3126-29は、 $[\text{Cp}_2\text{TiMe}_2]$ 等のチタノセン錯体触媒の存在下で、 PhSiH_2Me 、 Ph_2SiH_2

50

および PhSiH_3 による、ピリジン、例えば $\text{RC}_5\text{H}_4\text{N}$ ($\text{R} = \text{H}$ 、3-Me、4-Me、3- CO_2Et) のヒドロシリル化を記載し、これは高収率の 1-シリル化テトラヒドロピリジン誘導体および中間体シリルチタノセン付加物、 $\text{Cp}_2\text{Ti}(\text{SiHMePh})(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})$ (I) を提供する。

【0011】

参照文献 題名 “Stoichiometric Hydrosilylation of Nitriles and Catalytic Hydrosilylation of Imines and Ketones Using a μ -Silane Diruthenium Complex”, H. Hashimoto et al., *Organometallics*, Vol. 22, 2003, pp. 2199-2201 は、Ru-H-Si 相互作用を有するニルテニウム錯体、 $\{\text{Ru}(\text{CO})_2(\text{SiTol}_2\text{H})\}_2(\mu\text{-dppm})(\mu\text{-}^2\text{:}^2\text{-H}_2\text{SiTol}_2)$ と、ニトリル RCN との化学量論的反応の間に、 μ -イミノシリル錯体 $\text{Ru}_2(\text{CO})_4(\mu\text{-dppm})(\mu\text{-SiTol}_2)(\mu\text{-RCH:NSiTol}_2)$ ($\text{R} = \text{Me}$ 、Ph、t-Bu、CH:CH₂) を高い収率で合成する方法を記載する。

10

【0012】

参照文献 題名 “Titanocene-Catalyzed Hydrosilylation of Imines: Experimental and Computational Investigations of the Catalytically Active Species”, H. Gruber-Woelfler et al., *Organometallics*, Vol. 28, 2009, pp. 2546-2553 は、触媒前駆体として (R,R)-エチレン-1,2-ビス(5-4,5,6,7-テトラヒドロ-1-インデニル)チタン(R)-1,1'-ピナフス-2-オレート(1) および (S,S)-エチレン-1,2-ビス(5-4,5,6,7-テトラヒドロ-1-インデニル)チタン二塩化物(2) を使用したイミンの非対称触媒ヒドロシリル化を記載する。RLi (R = アルキル、アリール) およびシランを用いた活性化の後では、これらの錯体は、ヒドロシリル化反応のための知られた触媒である。

20

【0013】

参照文献 “Iridium-Catalyzed Reduction of Secondary Amides to Secondary Amines and Imines by Diethylsilane”, C. Cheng et al., *J. Am. Chem. Soc.*, Vol. 134, 2012, pp. 110304-7 は、 $[\text{Ir}(\text{COE})_2\text{Cl}]_2$ 等のイリジウム触媒と還元体としてのジエチルシランとを使用することによる、2級アミドのイミンおよび第2級アミンへの触媒還元を記載する。

30

【0014】

上記の従来技術である合成反応は、種々の欠陥に苦しむ。例えば、触媒を使用しない合成経路中で、有機アミノシランの合成は、例えば、(a) アリールシラン、トリフリン酸、第2級アミン、および第3級アミン、(b) シリルハロゲン、過剰の第2級アミン、および金属水素化物、または (c) シリルハロゲン、アルカリ金属アミド、および金属水素化物を使用する複数のステップを必要とする。それぞれのこれらの合成経路は、非常に高い発熱反応を管理するために大幅な冷却を必要とし、そしてる過工程によりその後除去されなければならない大幅な量の塩副生成物を生成する。

40

【0015】

代わりに、イミンの触媒ヒドロシリル化を含む上記の合成反応は、通常第2級アミンの合成のために使用され、または代わりに、独自の触媒を根本的に強調するために使用される。したがって、上記の参照文献は、使用される有機アミノシラン、例えば、ケイ素含有膜の堆積のための前駆体としての有機アミノシランの合成、単離、および精製のための方法を記載していない。シラン(SiH_4)、ジシラン(Si_2H_6)、またはメチルシラン(MeSiH_3) ガス等のケイ素含有源が、イミンの触媒ヒドロシリル化のための Si-H 出発材料またはケイ素原料物質として使用され、例えば、ジイソプロピルアミノシラ

50

ン(DIPAS)、ジイソプロピルアミノジシラン(DIPADS)、およびジイソプロピルアミノメチルシラン等の有機アミノシランまたは有機アミノジシラン化合物を生成する上記参照文献中に記載がないことにさらに注目すべきである。さらに、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランの合成または有機アミンの合成のためのいずれかの、イミンのヒドロシリル化のための触媒として、多くの遷移金属より豊富にあり、そしてより高価でないCa、Sr、Ba等のアルカリ土類金属の錯体の使用を教示する従来技術はない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0016】

したがって、市販されている試薬を使用して、イミンの触媒ヒドロシリル化を介して比較的高い収率で、制限なく、有機アミン、有機アミノシラン(例えば、DIPAS)、有機アミノジシラン(例えば、DIPADS)、および有機アミノカルボシラン等の化合物を製造する方法を提供するニーズがある。反応混合物からの生成物の除去または分離を促進する手段によって、制限なく、DIPAS等の有機アミノシランを製造する方法を提供するニーズがまたある。使用する試薬および/または還元剤のコストを削減することによって、全体的な生産コストを低下させる有機アミノシランおよび/または有機アミンを製造する方法を提供するニーズがある。トリフリン酸、金属アミド、および金属水素化物試薬を含むもの等の高度の発熱反応に関連した危険を取り除く、有機アミノシランおよび/または有機アミンの製造方法を提供するニーズがある。ケイ素含有膜を堆積させる前駆体として使用される場合、潜在的なハロゲン化合物汚染を避けるために、精製された生成物中に減少したハロゲン化合物不純物があるように、ハロシラン出発材料を使用することを避けた有機アミノシランおよび/または有機アミンを製造する方法を提供することへのニーズがある。現在のところ広く使用される貴金属(Ru、Rh、Ir、Pd、およびPt)触媒に比較して、より安く、より地球上で豊富な金属触媒を使用してイミンのヒドロシリル化を介して、制限なく、有機アミン、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシランへのニーズがある。

【課題を解決するための手段】

【0017】

本明細書中に記載されているのは、化合物、さらに具体的に言うと有機アミノシラン、有機アミノジシラン、有機アミノカルボシランおよび/または有機アミンを製造するための方法であり、そうした化合物を製造する従来技術に対して、以下：(a)最終生成物において塩素不純物となるであろうクロロシラン試薬の使用を避け、それによって最終生成物がケイ素含有膜を堆積させる前駆体として使用される場合に、クロライド汚染を除くこと；(b)従来技術の方法において共通である、アミン塩酸塩またはアルカリ金属塩副生成物を除去する追加の濾過工程への必要性を避けること、および/または(c)自然発火性アルキルリチウム、金属水素化物試薬、またはトリフリン酸等の極度に腐食性の試薬の使用を避けること、の利点の1つまたは2つ以上を提供する。この点で、本明細書中に記載された方法は、増加した生成物純度を提供すること、最終生成物の収率を改善すること、および/または潜在的な環境衛生および安全性の問題を避けること、の方法の1つまたは2つ以上において、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、有機アミノカルボシラン、および有機アミン等の化合物を製造するための従来技術の方法を改善する。用語「有機アミノシラン」は、本明細書中で使用される場合は、少なくとも1つのN原子、少なくとも1つの炭素含有基、および少なくとも1つのSi原子を含み、そして制限なく、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランを含む化合物を意味する。

【0018】

一つの形態では、本明細書中に記載されているのは、式 $R-N=CR'R''$ (式中、R、R'およびR''は、それぞれ独立して、水素、 C_{1-10} 直鎖アルキル基、 C_{3-10} 分枝アルキル基、 C_{3-10} 環状アルキル基、 C_{2-10} アルケニル基、 C_{4-10}

10

20

30

40

50

芳香族基、 C_{4-10} 複素環基、 C_{1-10} 直鎖有機アミノ基、 C_{2-10} 分枝有機アミノ基、シリル基、 C_{1-10} 直鎖カルボシリル基、および C_{2-10} 分枝カルボシリル基から選択され、そして R' および R'' もしくは R および R' の少なくとも1つは、結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' もしくは R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有するイミンと、ヒドリドシランを含むケイ素源とを、ケイ素源とイミンとが反応し、そしてこの化合物を提供するのに十分な条件下触媒の存在下で反応させること、のステップを含む、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランからなる群から選択された化合物を調製するための方法である。式 $R-N=C(R')R''$ を有するイミンのある態様において、式中の R' および R'' 、 R および R' の少なくとも1つ、または R' および R'' ならびに R および R' の両方は、結合して置換または非置換環状環を形成する。式 $R-N=C(R')R''$ を有するイミンのほかの態様において、式中の R' および R'' または R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。本明細書中に記載された方法のある特定の態様において、反応ステップは、溶媒の存在下で行われる。本明細書中に記載された方法の他の態様では、反応ステップは、溶媒なしで行われる。

【0019】

別の形態では、式 $HN(R)(CHR'R'')$ (式中、 R 、 R' および R'' は、それぞれ独立して、水素、 C_{1-10} 直鎖アルキル基、 C_{3-10} 分枝アルキル基、 C_{3-10} 環状アルキル基、 C_{2-10} アルケニル基、 C_{4-10} 芳香族基、 C_{4-10} 複素環基、 C_{1-10} 直鎖有機アミノ基、 C_{2-10} 分枝有機アミノ基、 C_{1-10} 直鎖カルボシリル基、および C_{2-10} 分枝カルボシリル基から選択され、 R' および R'' または R および R' の少なくとも1つは結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' または R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有する有機アミンを調製する方法が提供され、これは以下のステップ：有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および式 $R-N=C(R')R''$ (式中、 R 、 R' および R'' は、それぞれ独立して、水素、 C_{1-10} 直鎖アルキル基、 C_{3-10} 分枝アルキルまたは C_{3-10} 環状アルキル、 C_{2-10} アルケニル、 C_{4-10} 芳香族、 C_{4-10} 複素環、 C_{1-10} 直鎖または C_{2-10} 分枝有機アミノ基、シリル基、または C_{1-10} 直鎖カルボシリルまたは C_{2-10} 分枝カルボシリル基から選択され、 R' および R'' 、 R および R' の少なくとも1つは、結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R' および R'' ならびに R および R' のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有するイミンと、ヒドリドシランを含むケイ素源とを、イミンとケイ素源とが反応し、そして化合物を提供するのに十分な反応条件下、アルカリ土類金属触媒の存在下で反応させることによって有機アミノカルボシランから選択された化合物を生成させることと；この化合物とプロトン源とを有機アミンを提供するのに十分な条件下で反応させることを含む。ある態様において、プロトン源は、水、アルコール、またはブレンステッド酸からなる群から選択される。

【0020】

さらなる形態では、以下の構造：

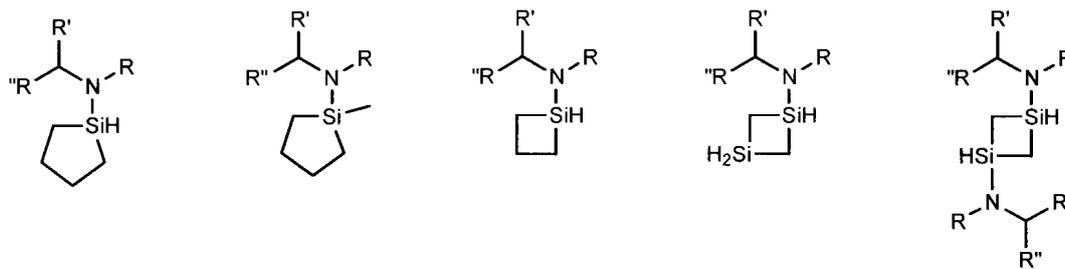
10

20

30

40

【化 1】



10

(式中、R、R'およびR''は、それぞれ独立して、水素、C₁~10直鎖アルキル基、C₃~10分枝アルキル基、C₃~10環状アルキル基、C₂~10アルケニル基、C₄~10芳香族基、C₄~10複素環基、C₁~10直鎖有機アミノ基、C₂~10分枝有機アミノ基、シリル基、C₁~10直鎖カルボシリル基、またはC₂~10分枝カルボシリル基から選択され、そしてR'およびR''またはRおよびR'の少なくとも1つは結合して置換または非置換環状環を形成するか、またはR'およびR''またはRおよびR'のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。)によって表される有機アミノカルボシラン化合物が提供される。

20

【発明を実施するための形態】

【0021】

有機アミノシラン、有機アミノジシラン、有機アミノカルボシラン、および有機アミン等の化合物を調製する方法は、式R-N=C R' R'' (式中、R、R'およびR''は、それぞれ独立して、水素、C₁~10直鎖アルキル基、C₃~10分枝アルキル基、C₃~10環状アルキル基、C₂~10アルケニル基、C₄~10芳香族基、C₄~10複素環基、C₁~10直鎖有機アミノ基、C₂~10分枝有機アミノ基、シリル基、C₁~10直鎖カルボシリル基、およびC₂~10分枝カルボシリルから選択され、そしてR'およびR''またはRおよびR'は結合して、置換または非置換環状環(cyclic ring)を形成することができる。)を有するイミンを使用して本明細書中に記載されている。式R-N=C R' R''を有するイミンのある態様において、式中のR'およびR''またはRおよびR'は結合して置換または非置換環状環を形成する。これらの態様では、イミンは、式R-NH₂を有する第1級アミンと、式R' R'' C=Oを有するケトンまたはアルデヒドとを縮合させることによって、合成できる。式R-N=C R' R''を有するイミンのほかの態様において、式中のR'およびR''またはRおよびR'は、置換または非置換環状環を形成するために結合しない。

30

【0022】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「アルキル」は、1~10または3~10の炭素原子をそれぞれ有する直鎖または分枝の官能基をいう。例示的な直鎖アルキル基は、メチル、エチル、n-プロピル、n-ブチル、n-ペンチル、およびヘキシルを含むがこれらに限られない。例示的な分枝アルキル基は、イソプロピル、イソブチル、sec-ブチル、tert-ブチル、イソペンチル、tert-ペンチル、イソヘキシル、およびネオヘキシルを含むがこれらに限られない。ある態様において、アルキル基は、それに結合した、アルコキシ基、ジアルキルアミノ基、カルボシリル基、またはそれらの組み合わせ等の、しかしこれらに限られない1種または2種以上の官能基を有することができる。他の態様において、アルキル基は、それに結合した1種または2種以上の官能基を有さない。

40

【0023】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「環状アルキル」は、3~10または4~10の炭素原子を有する環状官能基をいう。例示的な環状アルキル基は、シクロブチ

50

ル、シクロペンチル、シクロヘキシル、およびシクロオクチル基を含むがこれらに限られない。

【0024】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「アリール」は、5～10の炭素原子を有する芳香族環状官能基をいう。例示的なアリール基は、フェニル、ベンジル、クロロベンジル、トリル、およびo-キシリルを含むがこれらに限られない。いくつかの態様において、芳香族環状基は、酸素、または窒素等の他の元素を有することができる。例示的なそうした基は、ピロリル(pyrrolyl)、フラニル、ピリジニル、ピリダジニルを含むが、これらに限られない。

【0025】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「アルケニル基」は、1つまたは2つ以上の炭素-炭素二重結合を有し、かつ2～10または2～6の炭素原子を有する基をいう。例示的なアルケニル基は、ビニル基またはアリル基を含むがこれらに限られない。

【0026】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「アルキニル基」は、1つまたは2つ以上の炭素-炭素三重結合を有し、かつ2～10または2～6の炭素原子を有する基をいう。

【0027】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「カルボシラン」は、炭素、水素、およびケイ素を含み、1～10の炭素原子および1～10のケイ素原子を有し、かつ少なくとも1つのSi-C結合を含む有機シランをいう。カルボシランの例は、制限なく、メチルシラン、エチルシラン、ジエチルシラン、ジメチルシラン、トリエチルシラン、1、2-ジメチルジシラン、1、4-ジシラブタン、2-メチル-1、3-ジシラプロパン、1、3-ジシラプロパン、1-シラシクロペンタン、1-メチル-1-シラシクロペンタン、1-シラシクロブタン、1、3-ジシラシクロブタン、およびフェニルシランを含む。

【0028】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「カルボシリル」は、炭素、水素、およびケイ素を含み、1～10の炭素原子および1～10のケイ素原子を有し、かつ少なくとも1つのSi-C結合を含む有機シリル基をいう。カルボシリル基の例は、制限なく、メチルシリル(-SiMeH₂)、エチルシリル(-SiEtH₂)、ジエチルシリル(-SiEt₂H)、ジメチルシリル(-SiMe₂H)、トリエチルシリル(-SiEt₃)、トリメチルシリル(-SiMe₃)、1、2-ジメチルジシリル(-SiMeHSiMeH₂)、1、4-ジシラブチル(-SiH₂CH₂CH₂SiH₃)、ジメチルビニルシリル(-SiMe₂CH=CH₂)、およびフェニルシリル(-SiPhH₂)を含む。

【0029】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「シリル」は、非置換シリル基(-SiH₃)をいう。

【0030】

上記の式および本明細書中の記載において、用語「有機アミノ」は、1～10または1～4の炭素原子を含むことができる、ジアルキルアミノ、アルキルアミノ、またはアリーラルキルアミノ基をいう。例示的な有機アミノ基は、ジメチルアミノ(Me₂N-)、ジエチルアミノ(Et₂N-)、ジイソプロピルアミノ(ⁱPr₂N-)、イソプロピル-sec-ブチルアミノ、N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ、1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ、N-フェニル-N-イソプロピルアミノ、tert-ブチルアミノ(^tBuNH-)、tert-ペンチルアミノ(^tAmNH-)、n-プロピルアミノ(ⁿPrNH-)、およびイソプロピルアミノ(ⁱPrNH-)を含むがこれらに限られない。

【0031】

本明細書中に記載された式のある態様において、環状環等の置換基は、置換されている

10

20

30

40

50

ことができ、または1つまたは2つ以上の原子または基、例えば、水素原子の代わりに、原子置換を有することができる。例示的な置換基は、酸素、硫黄、ハロゲン原子（例えば、F、Cl、I、またはBr）、窒素、およびリンを含むがこれらに限られない。ほかの態様において、置換基は非置換ではない。

【0032】

本明細書中に記載された方法は、ケイ素含有膜の堆積において、前駆体として、制限なく使用できる、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシラン等の化合物の合成への別の経路として、イミンの触媒ヒドロシリル化を含む。例えば、一態様では、有機アミノシランⁱPr₂N-SiH₃は、イミンN-イソプロピルイソプロピリデンイミンと、シランガスSiH₄のケイ素源とを反応させることによって、簡便に合成されることができ得るであろう。別の態様では、有機アミノジシランⁱPr₂N-SiH₂SiH₃は、イミンN-イソプロピルイソプロピリデンイミンと、ジシランガスSi₂H₆のケイ素源とを反応させることによって、類似の様式で得ることができ得るであろう。本明細書中に記載された方法を、例えば、制限なく、(有機アミノ)SiH₃、(有機アミノ)SiH₂SiH₃、(有機アミノ)SiH₂SiH₂(有機アミノ)、(有機アミノ)SiH₂CH₂CH₂SiH₃、(有機アミノ)SiH₂CH₂CH₂SiH₂(有機アミノ)、(有機アミノ)SiHet₂、(有機アミノ)SiH(CH₂CH₂CH₂CH₂)、(有機アミノ)SiMe(CH₂CH₂CH₂CH₂)、(有機アミノ)SiH(CH₂CH₂CH₂)、(有機アミノ)SiH(CH₂SiH₂CH₂)、(有機アミノ)SiH(CH₂)₂SiH(有機アミノ)、(有機アミノ)SiH₂Me、または(有機アミノ)SiH₂Ph等の他の有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン化合物を調製するために、使用できる。ある態様において、非対称イミンは、ケイ素源を含む反応混合物中で試薬として使用され、触媒の存在下で、非対称有機アミノ基を有する有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシランを提供するために、使用でき得るであろう。この点で、これらの非対称有機アミノ前駆体は、さもなければ、対応するアミン[例えば(^sBu)(ⁱPr)NH、(^tBu)(ⁱPr)NH]の欠乏により従来技術を使用して合成することは、実現不可能であったであろう。

【0033】

本明細書中に記載された方法は、有機アミノシラン（例えば、DIPAS）、有機アミノジシラン（例えば、DIPADS）、有機アミノカルボシラン等であるがこれらに限られない望ましい化合物を比較的高い収率で合成する手段を提供する。この点で、本明細書中に記載された合成方法を使用して化合物のために手に入れることのできる例示的な収率は、使用されたイミンに基づいて、50モル%以上、55モル%以上、60モル%以上、65モル%以上、70モル%以上、75モル%以上、80モル%以上、または90モル%以上である。ケイ素源が少なくとも2つのSi-H基を有するヒドリドシラン試薬を含む合成プロセスにおいて、いったん1つのヒドロシリル化が単一のケイ素原子において起こると、同じケイ素原子において生じる第2の、第3の、または第4のヒドロシリル化の速度は、著しくかつ連続してより遅くなる。対照的に、リチウムアミドと、Si-X_n（X=ハロゲン化物またはH、n=2、3、4）化合物との反応を含む合成プロセスにおいて、または第1級または第2級アミンと該化合物を反応させる場合、過度のアミノ化を防ぐことは難しい。したがって、本明細書中に記載された方法等のより微妙で、より厳しくないヒドロシリル化の方法において、有機アミノシラン等の化合物を調製するための速度的選択がある。

【0034】

上記に記載したように、イミンは、ケイ素源と反応して、制限なく、有機アミノシラン（例えば、DIPAS）、有機アミノジシラン（例えば、DIPADS）、および有機アミノカルボシラン等の化合物を含む反応混合物を生成する。これらの態様では、ケイ素源試薬R¹R²R³SiH（式中、R¹、R²およびR³は、それぞれ独立して、水素、C₁-10直鎖アルキル基、C₃-10分枝アルキル基、C₄-10環状アルキル基、C₂

10

20

30

40

50

～ 10 アルケニル基、C₄～ 10 芳香族基、C₄～ 10 複素環基、C₁～ 10 直鎖有機アミノ基、C₂～ 10 分枝有機アミノ基、シリル基、C₁～ 10 直鎖カルボシリル基、およびC₂～ 10 分枝カルボシリル基から選択され、そしてR¹およびR²、R¹およびR³、またはR²およびR³の少なくとも1つが結合して置換または非置換環状環を形成し、R¹およびR²、R¹およびR³、またはR²およびR³はいずれも置換または非置換環状環を形成するために結合しない。)の式を有するヒドリドシランを含むことができる。

【0035】

アルキル官能性は最終の有機アミノシラン生成物の精製プロセスおよび貯蔵の間に安定性を与えるために充分大きいことが好ましいが、イミン試薬は、直鎖または分枝の有機R、R'およびR''官能性を含む、第2アルジミンR-N=C(H)R'、または第2ケチミンR-N=C(R')R''を含むことができ、そしてR、R'およびR''は、本明細書中に記載された通りである。例示的なイミンは、N-イソプロピルイソプロピリデンイミン、N-イソプロピル-sec-ブチリデンイミン、N-sec-ブチル-sec-ブチリデンイミン、およびN-tert-ブチルイソプロピリデンイミンを含むがこれらに限られない。

10

【0036】

反応混合物中の、イミンのヒドリドシランに対するモル比は、1～0.5、1～1、2～1、3～1、5～1、または10～1の範囲である。ヒドリドシラン試薬がケイ素原子当たり1つまたは2つのみのSi-H結合を含む態様において、反応は、特にイミンが大きい置換基を有する場合、単一の置換アミン誘導体のみを与えることができ、そしてより高いイミン比に敏感である。ヒドリドシラン試薬が、反応混合物において、ケイ素原子当たり3つまたは4つ以上のSi-H結合を含む態様において、過剰のヒドリドシランが、ビス(アミノ)シラン生成物を避けるために使用される。いくつかの態様において、ヒドリドシランは、シラン、メチルシラン、ジエチルシラン、またはトリメチルシラン等の1つのSi-H_x基(式中、xは1～4の数である。)のみを有する。ジシラン、1、4-ジシラブタン、またはポリシラン等のヒドリドシランが1超のSi-H_x基(式中、xは1～3の数である。)他の態様において、所望の有機アミノジシランまたは有機アミノカルボシラン生成物が、ただ1つの有機アミノ基を有する場合、過剰のヒドリドシランが使用される。ある特定の態様において、反応混合物は、イミン：ヒドリドシランで1：2、2～1：2.3のモル比を有し、反応の進行を速やかにし、完了させかつヒドリドシラン分子当たり1超のヒドロシリル化反応を防ぐことを確かにする。

20

30

【0037】

反応混合物中における触媒のイミンに対するモル比は、0.1～1、0.05～1、0.01～1、0.005～1、0.001～1、0.0005～1、0.0001～1、0.00005～1、または0.00001～1の範囲である。ある特定の態様において、0.05～0.07当量の触媒が、1当量のイミン当たりで使用される。別の特定の態様において、0.00008当量の触媒が、1当量のイミン当たりで使用される。

【0038】

ある態様において、ヒドリドシラン試薬、イミン試薬、および触媒を含む反応混合物は、さらに無水溶媒を含む。例示的な溶媒は、直鎖、分枝、環状またはポリエーテル(例えば、テトラヒドロフラン(THF)、ジエチルエーテル、ジグリム、および/またはテトラグリム);直鎖、分枝、または環状アルカン、アルケン、芳香族および八口炭素(例えばペンタン、ヘキサン、トルエンおよびジクロロメタン)を含むがこれらに限られないことができる。加えられる場合、1種または2種以上の溶媒の選択は、反応混合物中に含まれる試薬、触媒の溶解度、および/または選択された中間体生成物および/または最終生成物のための分離プロセスとのその適合性によって影響される場合がある。他の態様において、反応混合物は溶媒を含まない。これらのまたは他の態様において、イミンおよびヒドリドシラン試薬の混合物は、反応混合物中で反応のための液体媒体として使用できる。しかし、ほかの態様において、反応混合物はなんらかの溶媒を含まない。

40

【0039】

50

本明細書中に記載された方法において、ヒドリドシラン試薬とイミン試薬との間の反応は、約 0 ~ 約 100 の範囲の 1 つまたは 2 つ以上の温度において起こる。反応のための例示的な温度は、以下の終点： 0 、 10 、 20 、 30 、 40 、 50 、 60 、 70 、 80 、 90 、または 100 の任意の 1 つまたは 2 つ以上を有する範囲を含む。この反応のための好適な温度範囲は、ヒドリドシラン試薬、イミン試薬、触媒、および任意選択的溶媒の物理的特性によって、記述できる。特定の反応器温度の範囲の例は、0 ~ 80 または 0 ~ 30 を含むがこれらに限られない。

【0040】

本明細書中に記載された方法のある態様において、反応の圧力は、約 1 ~ 約 115 p s i a または約 15 ~ 約 45 p s i a の範囲であることができる。ヒドリドシラン試薬が周囲条件下で液体であるいくつかの態様において、反応は大気圧下で行われる。ヒドリドシラン試薬が周囲条件下でガスであるいくつかの態様において、反応は、15 p s i a 超において起こる。

10

【0041】

ある態様において、1種または2種以上の試薬は、液体または蒸気として反応混合物に導入されることができる。1種または2種以上の試薬が蒸気として加えられる態様において、窒素または不活性ガス等の非反応性ガスは、キャリアガスとして用いられて、反応混合物に蒸気を送達することができる。1種または2種以上の試薬が液体として加えられる態様において、試薬はニート (n e a t) を加えられ、または代わりに溶媒で希釈されることができる。試薬は、有機アミノシラン生成物を含む粗混合物、または粗液体への所望の転化が達成されるまで、反応混合物に加えらる。ある態様において、反応は、ヒドリドシランおよび/またはイミン試薬を補充することおよび反応器から反応生成物および粗液体を除去することによって、連続的な様式で、行うことができる。

20

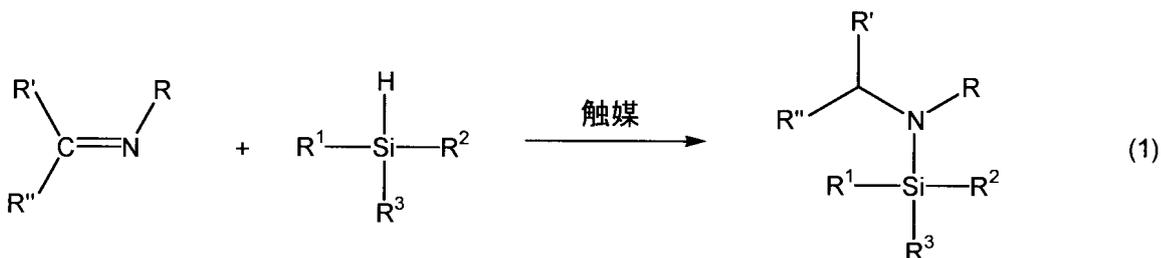
【0042】

本明細書中に記載された触媒ヒドロシリル化の方法の例は、次の反応スキーム (1) で下記に示されるように、ヒドリドシランとイミンとを組み合わせ、周囲条件下 0 . 1 ~ 10 モル% の触媒の存在下で、反応混合物を提供して、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン化合物を生成することを含む。ヒドリドシラン試薬は、以下の式 $R^1 R^2 R^3 SiH$ (式中、 R^1 、 R^2 および R^3 は、それぞれ独立して、水素、 C_{1-10} 直鎖アルキル基、 C_{3-10} 分枝アルキル基、 C_{4-10} 環状アルキル基、 C_{2-10} アルケニル基、 C_{4-10} 芳香族基、 C_{4-10} 複素環基、 C_{1-10} 直鎖有機アミノ基、 C_{2-10} 分枝有機アミノ基、シリル基、 C_{1-10} 直鎖カルボシリル基、および C_{2-10} 分枝カルボシリル基から選択され、そしてヒドリドシラン試薬中の、 R^1 および R^2 、 R^1 および R^3 、または R^2 および R^3 の少なくとも 1 つが結合して置換または非置換環状環を形成するか、または R^1 および R^2 、 R^1 および R^3 、または R^2 および R^3 のいずれもが置換または非置換環状環を形成するために結合しない。) を有する。

30

【化 2】

40



【0043】

反応は、ヒドロシリル化の程度を制御するために、過剰のヒドリドシラン試薬またはイ

50

ミンのいずれかを必要とする場合があり、そしてテトラヒドロフラン (THF) またはヘキサン等の溶媒は、反応の進行を促進するために使用できる。揮発性液体またはガスであるヒドリドシラン試薬 [例えば SiH_4 (シラン)、 Si_2H_6 (ジシラン)、 MeSiH_3 (メチルシラン)、 EtSiH_3 (エチルシラン)、 Et_2SiH_2 (ジエチルシラン)、 PhSiH_3 (フェニルシラン)、 $\text{H}_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{SiH}_3$ (1, 4 - ジシラブタン)、 $\text{H}_3\text{SiCH}_2\text{SiH}_3$ (1, 3 - ジシラプロパン)、 $\text{H}_3\text{SiCH}_2(\text{CH}_2)_2\text{SiH}_3$ (2 - メチル - 1, 4 - ジシラプロパン)、 $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{SiH}_2$ (1 - シラシクロペンタン)、 $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{SiHMe}$ (1 - メチル - 1 - シラシクロペンタン)、 $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{SiH}_2$ (1 - シラシクロブタン)、 $(\text{CH}_2\text{SiH}_2\text{CH}_2)_2\text{SiH}_2$ (1, 3 - ジシラシクロブタン)] では、1 雰囲気 (気圧) 超の圧力が、十分なレベルのこれらの試薬を液相で維持するのに必要である場合がある。いったん、反応が完了するか、または平衡に到達すると、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン生成物は、蒸留によって精製されることができる。上記の反応スキーム (1) を参照すると、最終の有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン生成物は、イミンとヒドリドシランとの反応により生成される。混合期間が十分に長い場合、より少ない過剰量を使用できるが > 50% の化学量論的過剰のヒドリドシランが通常、反応を完了させるために使用される。

10

【0044】

所望の有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン生成物、触媒、および潜在的に残留するイミン、残留するヒドリドシラン、溶媒、または好ましくない有機アミノシラン生成物を含む、粗混合物は、分離プロセスを必要とする場合がある。好適な分離プロセスの例は、蒸留、蒸発、膜分離、ろ過、蒸気相移送、抽出、逆相カラムを使用した部分蒸留、およびそれらの組み合わせを含むがこれらに限られない。特定の態様では、粗流体は、精製工程の間に好ましくない反応の触媒を防ぐために、部分的な蒸留によって所望の生成物の分離の前に、より低い温度において真空移送または蒸留により残留する触媒から最初に分離される。これらの態様では、圧力は、大気から完全真空まで大幅に変化する。この態様または他の態様において、反応は、約 20 ~ 約 200 の範囲の 1 つまたは 2 つ以上の温度において起こる。反応のための例示的温度は、以下の終点: 20、30、40、50、60、70、80、90、100、110、120、130、140、150、160、170、180、190、または 200 の任意の 1 つまたは 2 つ以上を有する範囲を含む。特別な反応器の温度範囲の例は、20 ~ 200 または 70 ~ 160 を含むがこれらに限られない。

20

30

【0045】

本明細書中に記載された方法のある態様において、反応の圧力は、約 0.1 ~ 約 115 psia または約 10 ~ 約 45 psia の範囲であることができる。ある特定の態様において、この反応は、約 100 psia の圧力下で行われる。

【0046】

ある好ましい態様において、反応混合物中の試薬はガス状である。これらの態様では、触媒と反応混合物との接触は、触媒 ÷ 反応物 (例えば、シランおよび/またはシリカ源ガス) のガス流量によって置き換えられたパルク反応器の体積によって規定されることに關し規定できる。ガスの触媒接触時間は、約 5 ~ 約 200 秒の範囲であることができる。反応性混合物と触媒との接触のための例示的な時間は、以下の終点: 5 秒、10 秒、20 秒、30 秒、40 秒、50 秒、60 秒、70 秒、80 秒、90 秒、100 秒、110 秒、120 秒、130 秒、140 秒、150 秒、160 秒、170 秒、180 秒、190 秒、または 200 秒の 1 つまたは 2 つ以上のいずれかを有する範囲を含む。特別な接触時間の範囲の例は、20 秒 ~ 100 秒または 10 秒 ~ 40 秒を含むがこれらに限られない。

40

【0047】

本明細書中に記載された方法を用いて使用できる例示的な触媒は、アルカリ土類金属触

50

$\text{Ir}_4(\text{CO})_{12}$ 、(アセチルアセトナート)ジカルボニルイリジウム(I)、 $\text{Ir}(\text{Me})_2(\text{C}_5\text{Me}_5)\text{L}$ ($\text{L} = \text{PMe}_3$ 、 PPh_3)、 $[\text{Ir}(\text{シクロオクタジエン})\text{OMe}]_2$ 、 PtO_2 (Adams's 触媒)、 Pt/C 、白金(0) - 1、3 - ジビニル - 1、1、3、3 - テトラメチルジシロキサン (Karstedt's 触媒)、ビス(トリ - tert - ブチルホスフィン)白金(0)、 $\text{Pt}(\text{シクロオクタジエン})_2$ 、 $[(\text{Me}_3\text{Si})_2\text{N}]_3\text{U}[\text{BPh}_4]$ 、 $[(\text{Et}_2\text{N})_3\text{U}][\text{BPh}_4]$ 、および他のハロゲン化物のない M^{n+} 錯体 ($\text{M} = \text{Sc}$ 、 Ti 、 V 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 Y 、 Zr 、 Nb 、 Mo 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 La 、 Ce 、 Pr 、 Nd 、 Pm 、 Sm 、 Eu 、 Gd 、 Tb 、 Dy 、 Ho 、 Er 、 Tm 、 Yb 、 Lu 、 Hf 、 Ta 、 W 、 Re 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 U ; $n = 0$ 、 1 、 2 、 3 、 4 、 5 、 6) を含むがこれらに限られない。

10

【0050】

例示的なハロゲン化物を含む、主基、遷移金属、ランタニド、およびアクチニド触媒は、 BX_3 ($\text{X} = \text{F}$ 、 Cl 、 Br 、 I)、 $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ 、 AlX_3 ($\text{X} = \text{F}$ 、 Cl 、 Br 、 I)、 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{TiX}_2$ ($\text{X} = \text{F}$ 、 Cl)、 $[\text{Mn}(\text{CO})_4\text{Br}]_2$ 、 NiCl_2 、 $(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{ZrX}_2$ ($\text{X} = \text{F}$ 、 Cl)、 PdCl_2 、 PdI_2 、 CuCl 、 CuI 、 CuF_2 、 CuCl_2 、 CuBr_2 、 $\text{Cu}(\text{PPh}_3)_3\text{Cl}$ 、 ZnCl_2 、 $[(\text{C}_6\text{H}_6)\text{RuX}_2]_2$ ($\text{X} = \text{Cl}$ 、 Br 、 I)、 $(\text{Ph}_3\text{P})_3\text{RhCl}$ (Wilkinson's 触媒)、 $[\text{RhCl}(\text{シクロオクタジエン})]_2$ 、ジ - μ - クロロテトラカルボニルニロジウム(I)、ビス(トリフェニルホスフィン)ロジウム(I)カルボニルクロライド、 NdI_2 、 SmI_2 、 DyI_2 、 $(\text{POCOP})\text{IrHCl}$ ($\text{POCOP} = 2$ 、 $6 - (\text{R}_2\text{PO})_2\text{C}_6\text{H}_3$; $\text{R} = \text{}^i\text{Pr}$ 、 $\text{}^n\text{Bu}$ 、 Me)、 $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (Speier's 触媒)、 PtCl_2 、 $\text{Pt}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$ 、および他のハロゲン化物を含む M^{n+} 錯体 ($\text{M} = \text{Sc}$ 、 Ti 、 V 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 Y 、 Zr 、 Nb 、 Mo 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 La 、 Ce 、 Pr 、 Nd 、 Pm 、 Sm 、 Eu 、 Gd 、 Tb 、 Dy 、 Ho 、 Er 、 Tm 、 Yb 、 Lu 、 Hf 、 Ta 、 W 、 Re 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 U ; $n = 0$ 、 1 、 2 、 3 、 4 、 5 、 6) を含むがこれらに限られない。

20

【0051】

ある態様において、本明細書中に記載された方法を使用して調製された、化合物、または有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシラン、およびこの化合物を含む組成物には、好ましくはハロゲン化物イオンが実質的にない。本明細書中で使用される場合、例えば、クロライドおよびフルオライド、ブロマイド、およびヨウダイド等のハロゲン化物イオン(またはハロゲン化物)に関し、用語「実質的にない」は、(質量で) 5 ppm未満、好ましくは3 ppm未満、およびさらに好ましくは、1 ppm未満、そして最も好ましくは、0 ppmを意味する。ハロゲン化物が実質的にない本発明による組成物は、(1) 化学的合成の間にクロライド源を減らすかまたは除去すること、および/または(2) 実施すること効果的な精製プロセスを行って最終の精製された生成物にハロゲン化物が実質的にないように、粗生成物からクロライドを除去すること、によって達成できる。ハロゲン化物源は、本明細書中に記載されたハロゲン化物のない触媒等のハロゲン化物を含まない試薬を使用することによって、合成の間に減少させることができる。同じような方法で、合成は、受け入れ難い高レベルのハロゲン化物の汚染物を含む、ハロゲン化物系溶媒、触媒、または溶媒を使用しないことが好ましい。代わりに、またはさらに、粗生成物は、種々の精製方法によって処理されて、クロライド等のハロゲン化物が実質的にない最終生成物を与えることができる。そうした方法は、従来技術中に充分記載されており、そして、蒸留、または吸着等の精製プロセスを含むことができるがこれらに限られない。蒸留は、沸点の違いを利用することにより所望の生成物から不純物を分離するために通常使用される。吸着はまた、成分の吸着特性の差を利用して、最終の生成物に、ハロゲン化物が実質的にないように分離を行うために使用される。例えば、市販されている固体系などの吸着剤を、クロライド等のハロゲン化物を除去するために使用できる

30

40

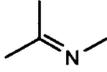
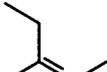
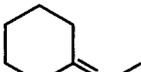
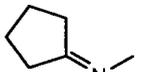
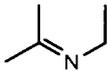
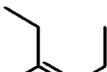
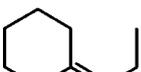
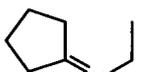
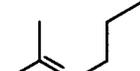
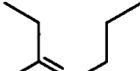
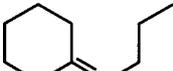
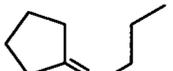
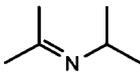
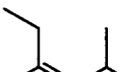
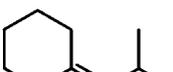
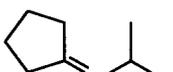
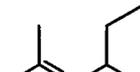
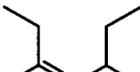
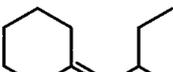
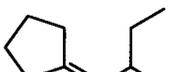
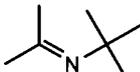
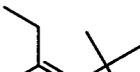
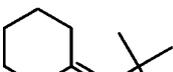
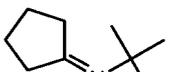
50

。【0052】

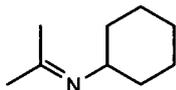
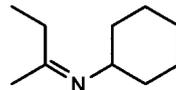
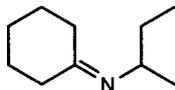
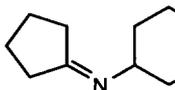
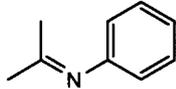
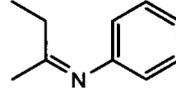
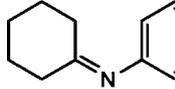
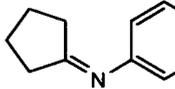
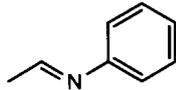
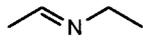
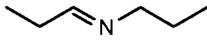
以下の表1は、例示的な有機アミノシラン、有機アミノジシラン、有機アミノカルボシラン、および有機アミン化合物を提供するために、本明細書中に記載された方法において、試薬として使用できるイミンを記載する。

表1．例示的なイミン

【表1-1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| N-イソプロピリデンメチルアミン | N-sec-ブチリデンメチルアミン | N-シクロヘキシリデンメチルアミン | N-シクロペンチリデンメチルアミン | |
|  |  |  |  | 20 |
| N-イソプロピリデンエチルアミン | N-sec-ブチリデンエチルアミン | N-シクロヘキシリデンエチルアミン | N-シクロペンチリデンエチルアミン | |
|  |  |  |  | |
| N-イソプロピリデン-n-プロピルアミン | N-sec-ブチリデン-n-プロピルアミン | N-シクロヘキシリデン-n-プロピルアミン | N-シクロペンチリデン-n-プロピルアミン | |
|  |  |  |  | 30 |
| N-イソプロピリデンイソプロピルアミン | N-sec-ブチリデンイソプロピルアミン | N-シクロヘキシリデンイソプロピルアミン | N-シクロペンチリデンイソプロピルアミン | |
|  |  |  |  | 40 |
| N-イソプロピリデン-sec-ブチルアミン | N-sec-ブチリデン-sec-ブチルアミン | N-シクロヘキシリデン-sec-ブチルアミン | N-シクロペンチリデン-sec-ブチルアミン | |
|  |  |  |  | |
| N-イソプロピリデン-tert-ブチルアミン | N-sec-ブチリデン-tert-ブチルアミン | N-シクロヘキシリデン-tert-ブチルアミン | N-シクロペンチリデン-tert-ブチルアミン | |

【表 1 - 2】

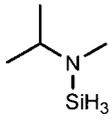
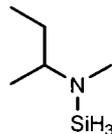
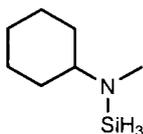
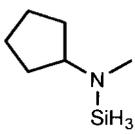
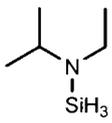
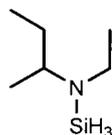
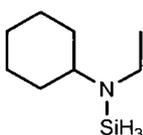
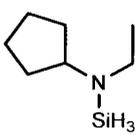
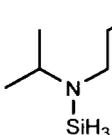
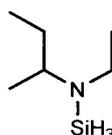
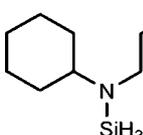
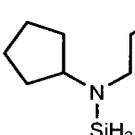
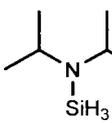
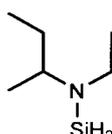
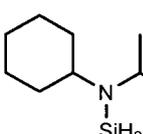
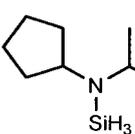
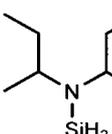
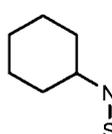
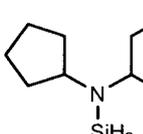
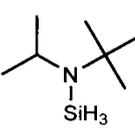
| | | | |
|---|---|---|---|
|  |  |  |  |
| N-イソプロピリ デンシクロヘキシル アミン | N-sec-ブチリ デンシクロヘキシル アミン | N-シクロヘキシリ デンシクロヘキシル アミン | N-シクロペンチリ デンシクロヘキシル アミン |
|  |  |  |  |
| N-イソプロピリ デンフェニルアミン | N-sec-ブチリ デンフェニルアミン | N-シクロヘキシリ デンフェニルアミン | N-シクロペンチリ デンフェニルアミン |
|  |  |  |  |
| N-エチリデンフェ ニルアミン | N-メチリデンメチ ルアミン | N-エチリデンエチ ルアミン | N-n-プロピリ デン-n-プロピルア ミン |

10

20

表 2 . 例示的な有機アミノシラン化合物

【表 2 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| N-メチル-N-イソプロピルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-メチルアミノシラン | N-シクロヘキシル-N-メチルアミノシラン | N-メチル-N-シクロペンチルアミノシラン | |
|  |  |  |  | |
| N-エチル-N-イソプロピルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-エチルアミノシラン | N-エチル-N-シクロヘキシルアミノシラン | N-エチル-N-シクロペンチルアミノシラン | |
|  |  |  |  | 20 |
| N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノシラン | N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノシラン | N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノシラン | |
|  |  |  |  | 30 |
| N、N-ジイソプロピルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノシラン | N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノシラン | N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノシラン | |
|  |  |  |  | 40 |
| N、N-ジsec-ブチルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノシラン | N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノシラン | N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノシラン | |

【表 2 - 2】

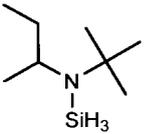
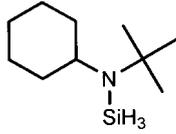
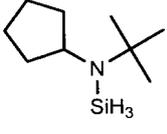
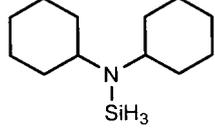
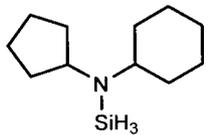
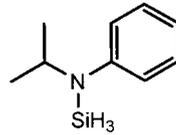
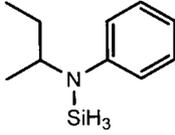
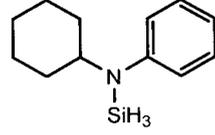
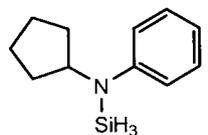
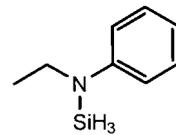
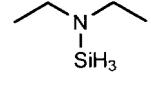
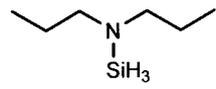
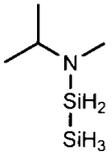
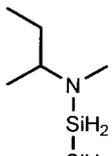
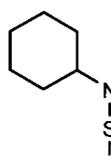
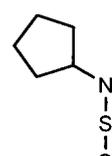
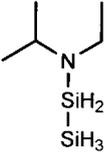
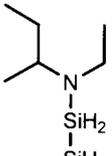
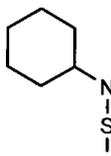
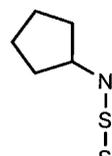
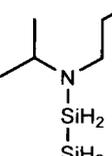
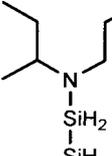
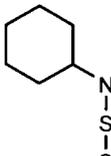
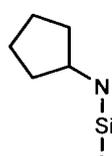
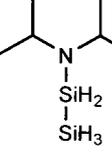
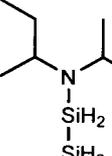
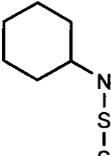
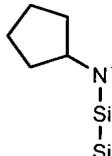
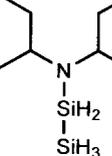
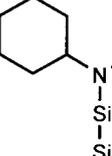
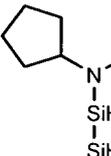
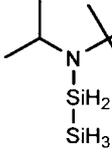
| | | | | |
|---|--|---|---|----|
|  |  |  |  | |
| N-sec-ブチル -N-tert-ブ チルアミノシラン | N-tert-ブチ ル-N-シクロヘキ シルアミノシラン | N-tert-ブチ ル-N-シクロペン チルアミノシラン | N、N-ジシクロヘ キシルアミノシラン | 10 |
|  |  |  |  | |
| N-シクロヘキシル -N-シクロペンチ ルアミノシラン | N-フェニル-N- イソプロピルアミノ シラン | N-sec-ブチル -N-フェニルアミ ノシラン | N-シクロヘキシル -N-フェニルアミ ノシラン | |
|  |  |  |  | |
| N-シクロペンチル -N-フェニルアミ ノシラン | N-エチル-N-フ ェニルアミノシラン | N、N-ジメチルア ミノシラン | N、N-ジエチルア ミノシラン | 20 |
|  | | | | |
| N、N-ジn-プロ ピルアミノシラン | | | | 30 |

表 3 . 例示的な有機アミノジシラン化合物

【表 3 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| N-メチル-N-イソプロピルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-メチルアミノジシラン | N-シクロヘキシル-N-メチルアミノジシラン | N-メチル-N-シクロペンチルアミノジシラン | |
|  |  |  |  | 20 |
| N-エチル-N-イソプロピルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-エチルアミノジシラン | N-エチル-N-シクロヘキシルアミノジシラン | N-エチル-N-シクロペンチルアミノジシラン | |
|  |  |  |  | |
| N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノジシラン | N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノジシラン | N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノジシラン | |
|  |  |  |  | 30 |
| N、N-ジイソプロピルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノジシラン | N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノジシラン | N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノジシラン | |
|  |  |  |  | 40 |
| N、N-ジsec-ブチルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノジシラン | N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノジシラン | N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノジシラン | |

【表 3 - 2】

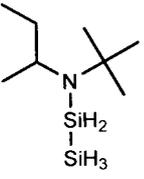
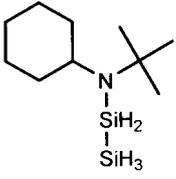
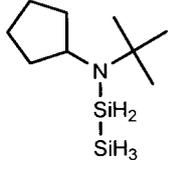
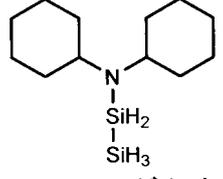
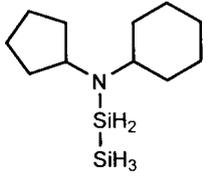
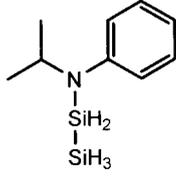
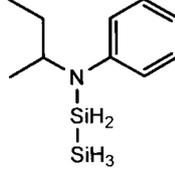
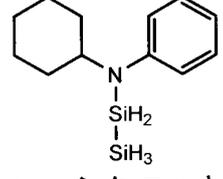
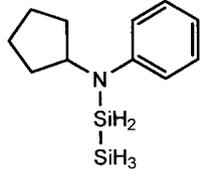
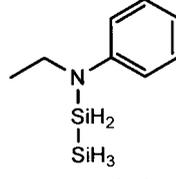
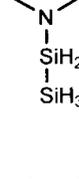
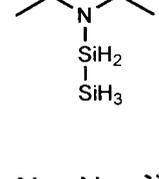
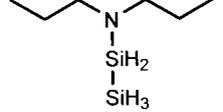
| | | | | |
|---|--|--|--|----|
|  |  |  |  | 10 |
| N-sec-ブチル -N-tert-ブ チルアミノジシラン | N-tert-ブチ ル-N-シクロヘキ シルアミノジシラン | N-tert-ブチ ル-N-シクロペン チルアミノジシラン | N、N-ジシクロヘ キシルアミノジシラ ン | |
|  |  |  |  | 20 |
| N-シクロヘキシル -N-シクロペンチ ルアミノジシラン | N-フェニル-N-イ ソプロピルアミノ ジシラン | N-sec-ブチル -N-フェニルアミ ノジシラン | N-シクロヘキシル -N-フェニルアミ ノジシラン | |
|  |  |  |  | 30 |
| N-シクロペンチル -N-フェニルアミ ノジシラン | N-エチル-N-フ ェニルアミノジシラ ン | N、N-ジメチルア ミノジシラン | N、N-ジエチルア ミノジシラン | |
|  | | | | |
| N、N-ジn-プロ ピルアミノジシラン | | | | |

表 4 . 例示的な有機アミノジシラン (さらに具体的に言うと 1、2 - ビス (有機アミノ) ジシラン) 化合物

【表 4 - 1】

| | | | | |
|---|--|--|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、2-ビス (N-メチル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-メチルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-メチル-N-シクロペンチルアミノ) ジシラン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、2-ビス (N-エチル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-エチルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-エチル-N-シクロペンチルアミノ) ジシラン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>1、2-ビス (N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ) ジシラン</p> | |

【表 4 - 2】

| | | | | |
|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|----|
| | | | | 10 |
| 1、2-ビス (N、N-ジイソプロピルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン | |
| | | | | 20 |
| 1、2-ビス (N、N-ジsec-ブチルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン | |
| | | | | 30 |
| 1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) ジシラン | 1、2-ビス (N、N-ジシクロヘキシルアミノ) ジシラン | |

【表 4 - 3】

| | | | | |
|---|---|--|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、2-ビス (N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-フェニル-N-イソプロピルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ) ジシラン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、2-ビス (N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N-エチル-N-フェニルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N,N-ジメチルアミノ) ジシラン</p> | <p>1、2-ビス (N,N-ジメチルアミノ) ジシラン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>1、2-ビス (N,N-ジn-プロピルアミノ) ジシラン</p> | | | | |

表 5 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと有機アミノ - 1、4 - ジシラブタン) 化合物

【表 5 - 1】

| | | | | |
|-------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|----|
| | | | | 10 |
| 1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,4-ジシラブタン | |
| | | | | 20 |
| 1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,4-ジシラブタン | |
| | | | | 30 |
| 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | 1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン | |

【表 5 - 2】

| | | | | |
|---|---|---|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1-(N、N-ジイソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1-(N、N-ジsec-ブチルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N、N-ジシクロヘキシルアミノ)-1、4-ジシラブタン</p> | |

【表 5 - 3】

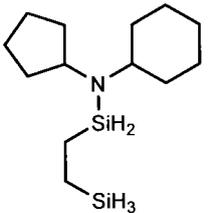
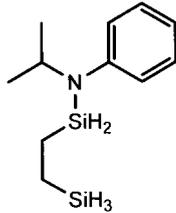
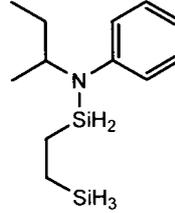
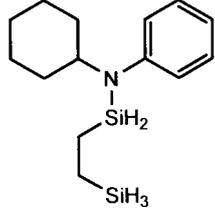
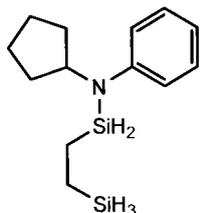
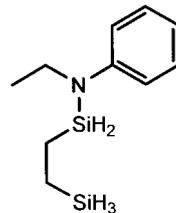
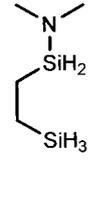
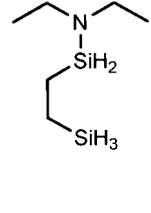
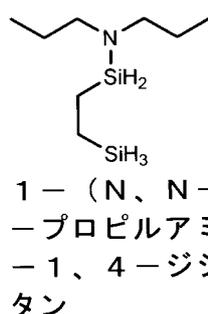
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N-エチル-N-フェニルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N,N-ジメチルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | <p>1-(N,N-ジエチルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | |
|  | | | | 30 |
| <p>1-(N,N-ジn-プロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン</p> | | | | |

表 6 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと 1, 4 - ビス (有機アミノ) - 1, 4 - ジシラブタン) 化合物

【表 6 - 1】

| | | | | |
|--|---|---|---|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、4-ビス (N-メチル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-メチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-メチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、4-ビス (N-エチル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-エチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-エチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | 30 |
| | | | | 40 |
| <p>1、4-ビス (N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | |

【表 6 - 2】

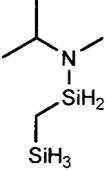
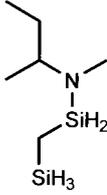
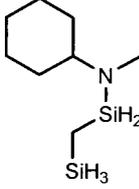
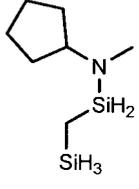
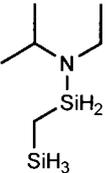
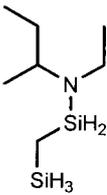
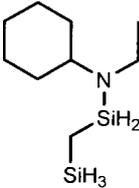
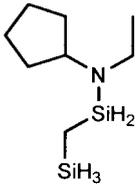
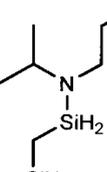
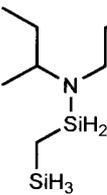
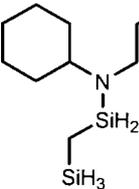
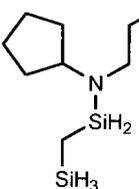
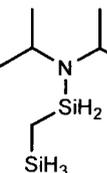
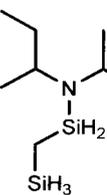
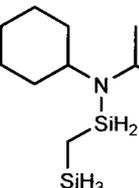
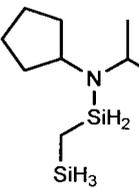
| | | | | |
|---|---|---|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、4-ビス (N、N-ジイソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、4-ビス (N、N-ジsec-ブチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | 30 |
| | | | | 40 |
| <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N、N-ジシクロヘキシルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | |

【表 6 - 3】

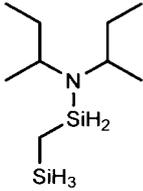
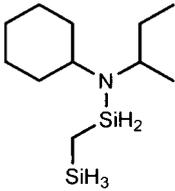
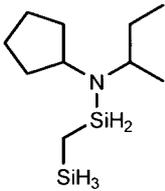
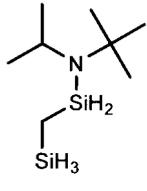
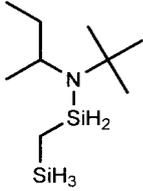
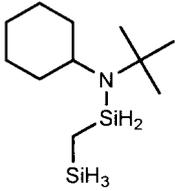
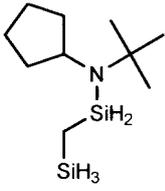
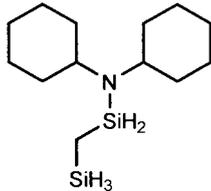
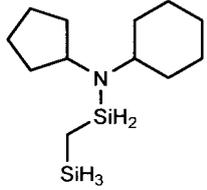
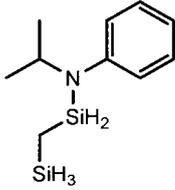
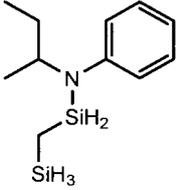
| | | | | |
|--|--|---|---|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、4-ビス (N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-フェニル-N-イソプロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、4-ビス (N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N-エチル-N-フェニルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N,N-ジメチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | <p>1、4-ビス (N,N-ジエチルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | 30 |
| | | | | 40 |
| <p>1、4-ビス (N,N-ジn-プロピルアミノ) -1、4-ジシラブタン</p> | | | | |

表 7 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと有機アミノ - 1、3 - ジシラプロパン) 化合物

【表 7 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 40 |
| 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | |

【表 7 - 2】

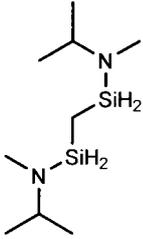
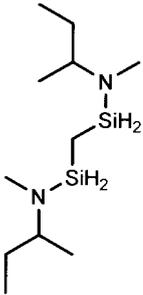
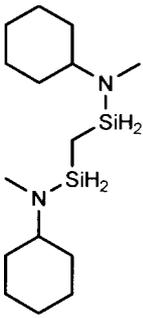
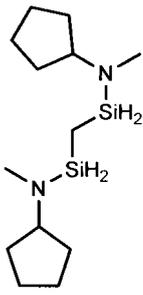
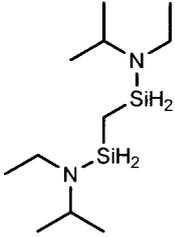
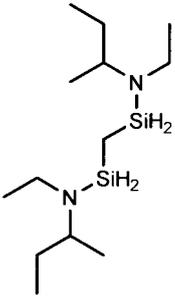
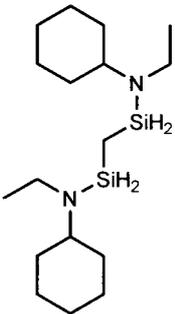
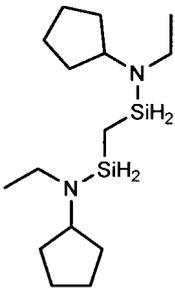
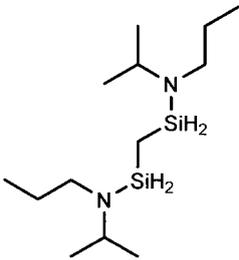
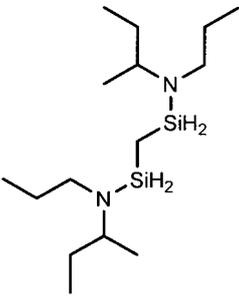
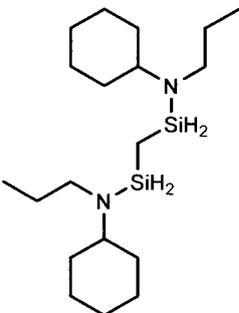
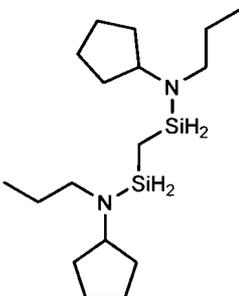
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>1-(N,N-ジイソブチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N,N-ジシクロヘキシルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | |
|  |  |  |  | 30 |
| <p>1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ)-1,3-ジシラプロパン</p> | |

【表 7 - 3】

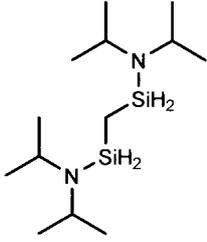
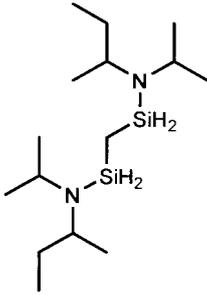
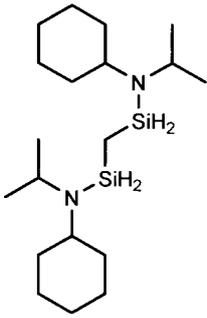
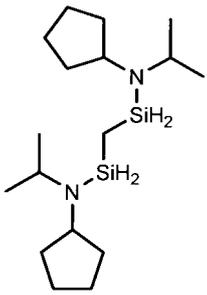
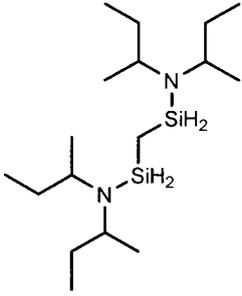
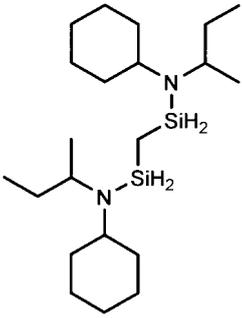
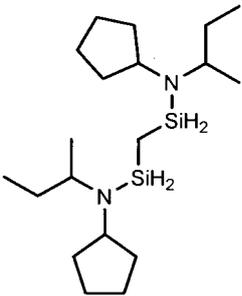
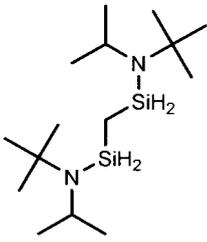
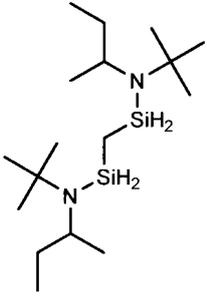
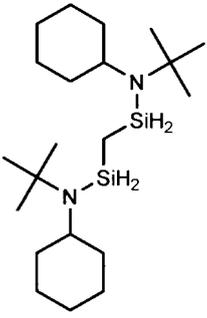
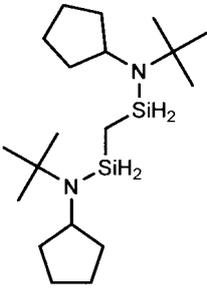
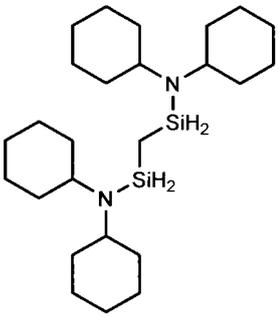
| | | | | |
|-------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----|
| | | | | 10 |
| 1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-エチル-N-フェニルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N,N-ジメチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | 1-(N,N-ジエチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | |
| | | | | 20 |
| 1-(N,N-ジエチルアミノ)-1,3-ジシラプロパン | | | | |

表 8 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと 1, 3 - ビス (有機アミノ) - 1, 3 - ジシラプロパン) 化合物

【表 8 - 1】

| | | | | |
|---|---|--|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1、3-ビス (N-メチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-メチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-メチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1、3-ビス (N-エチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-エチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-エチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 30 |
|  |  |  |  | 40 |
| 1、3-ビス (N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | |

【表 8 - 2】

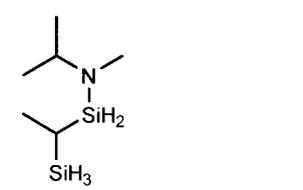
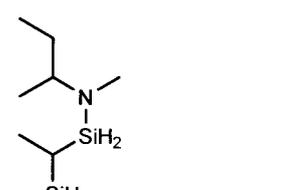
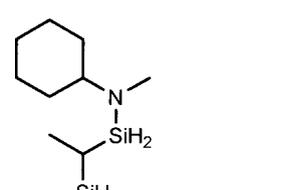
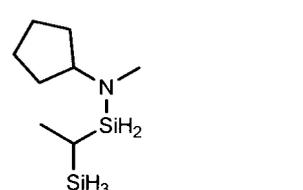
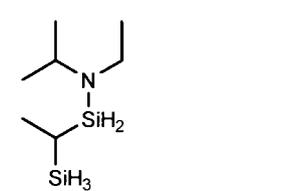
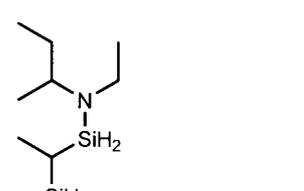
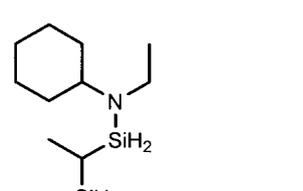
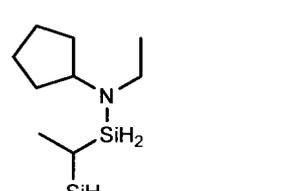
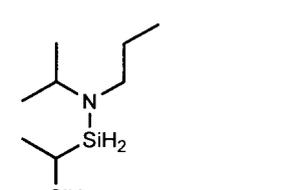
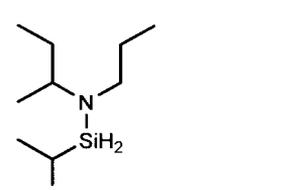
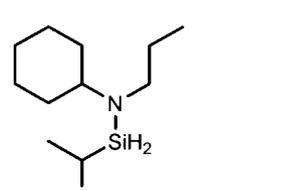
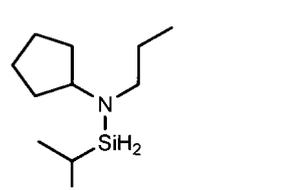
| | | | | |
|---|---|--|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1、3-ビス (N、N-ジイソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1、3-ビス (N、N-ジsec-ブチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 30 |
|  |  |  |  | 40 |
| 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | 1、3-ビス (N、N-ジシクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラプロパン | |

【表 8 - 3】

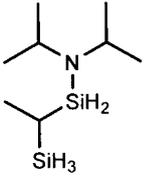
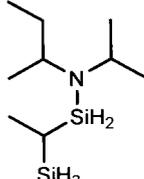
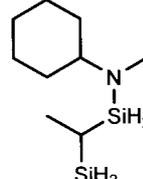
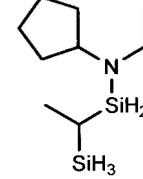
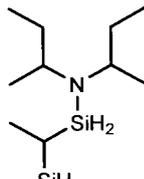
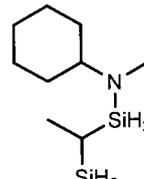
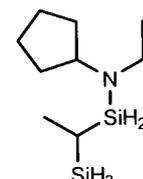
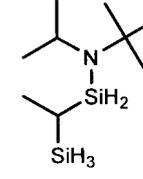
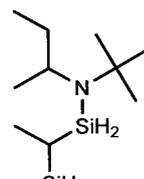
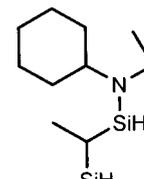
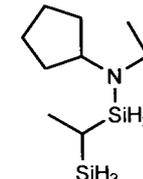
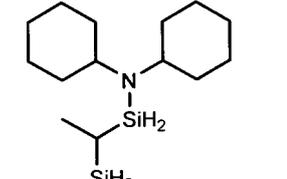
| | | | | |
|---|---|--|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-フェニル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-エチル-N-フェニルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N、N-ジメチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N、N-ジエチルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | 30 |
| | | | | 40 |
| <p>1、3-ビス (N、N-ジn-プロピルアミノ) -1、3-ジシラプロパン</p> | | | | |

表 9 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと 1 - 有機アミノ - 2 - メチル - 1、3 - ジシラプロパン) 化合物

【表 9 - 1】

| | | | | |
|---|---|--|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | |
|  |  |  |  | 30 |
| <p>1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | <p>1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン</p> | |

【表 9 - 2】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N、N-ジイソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N、N-ジsec-ブチルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | 1-(N、N-ジシクロヘキシルアミノ)-2-メチル-1、3-ジシラプロパン | |

【表 9 - 3】

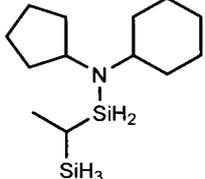
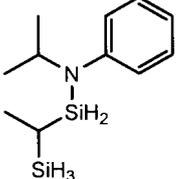
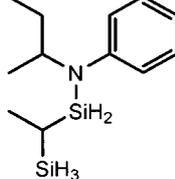
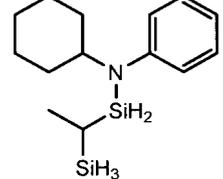
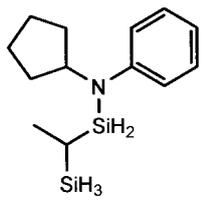
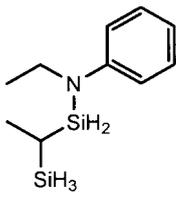
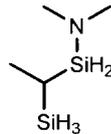
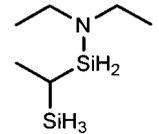
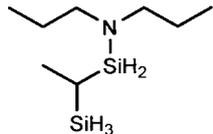
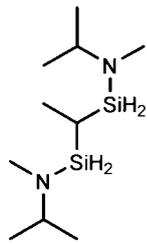
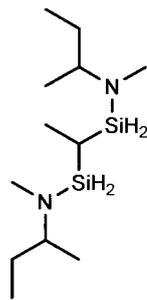
| | | | | | |
|---|---|---|---|----|----|
|  |  |  |  | 10 | |
| 1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | | |
|  |  |  |  | | 20 |
| 1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N-エチル-N-フェニルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N,N-ジメチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | 1-(N,N-ジメチルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | | |
|  | | | | 30 | |
| 1-(N,N-ジn-プロピルアミノ)-2-メチル-1,3-ジシラプロパン | | | | | |

表 10 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと 1, 3 - ビス (有機アミノ) - 2 - メチル - 1, 3 - ジシラプロパン) 化合物

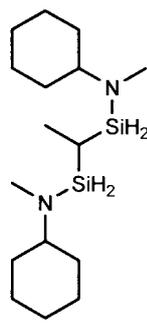
【表 10 - 1】



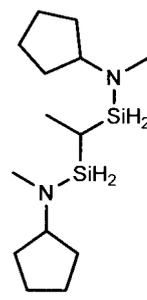
1、3-ビス (N-メチル-N-イソプロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-メチルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン

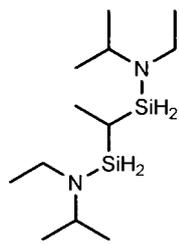


1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン

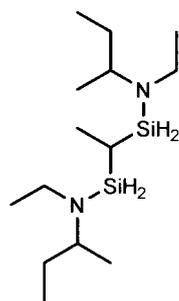


1、3-ビス (N-メチル-N-シクロペンチルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン

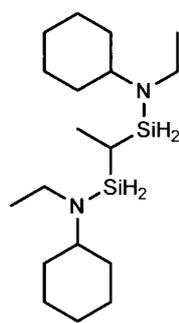
10



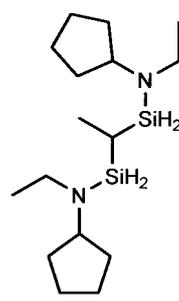
1、3-ビス (N-エチル-N-イソプロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-エチルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



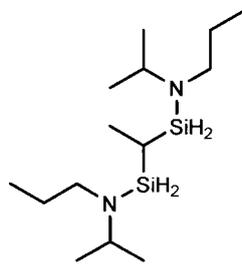
1、3-ビス (N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



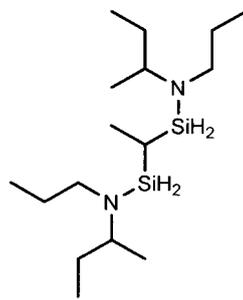
1、3-ビス (N-エチル-N-シクロペンチルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン

20

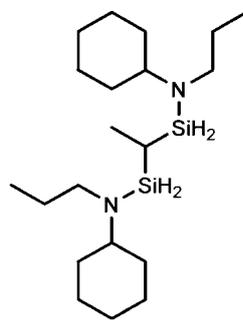
30



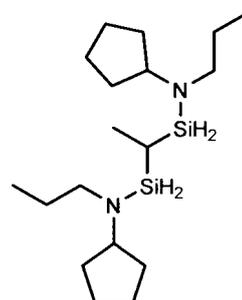
1、3-ビス (N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



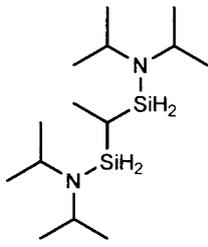
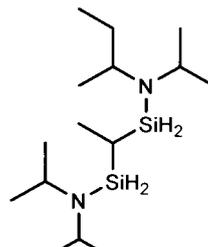
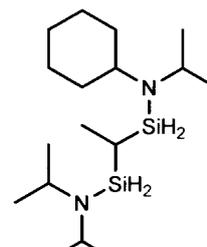
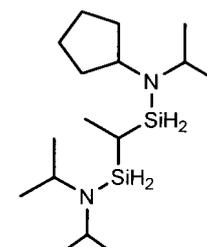
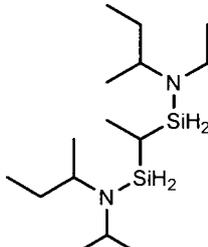
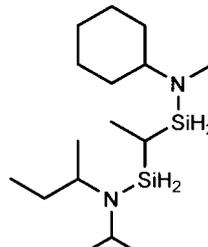
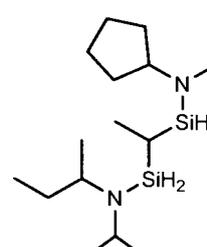
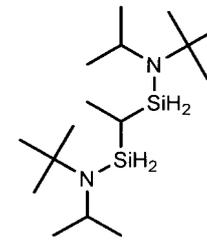
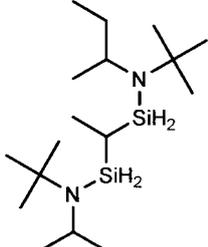
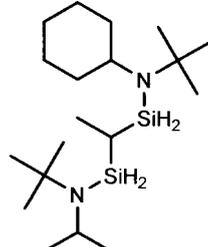
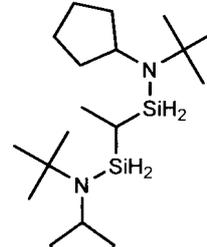
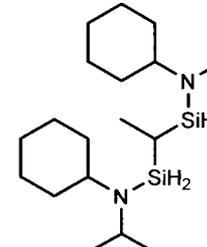
1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン



1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ) - 2-メチル-1、3-ジシラプロパン

40

【表 10 - 2】

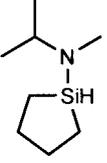
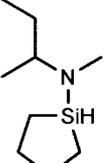
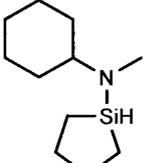
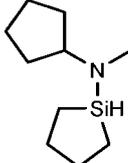
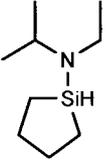
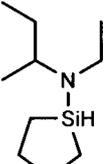
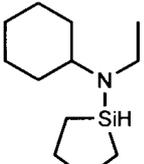
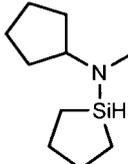
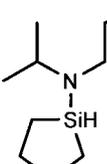
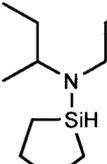
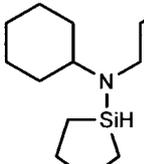
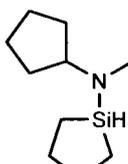
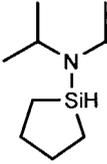
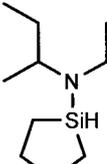
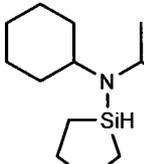
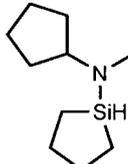
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>1、3-ビス (N、N-ジイソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>1、3-ビス (N、N-ジsec-ブチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | 30 |
|  |  |  |  | 40 |
| <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N、N-ジシクロヘキシルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | |

【表 10 - 3】

| | | | | |
|---|---|--|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-フェニル-N-イソプロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N-エチル-N-フェニルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N,N-ジメチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | <p>1、3-ビス (N,N-ジエチルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | 30 |
| | | | | 40 |
| <p>1、3-ビス (N,N-ジn-プロピルアミノ) -2-メチル-1、3-ジシラプロパン</p> | | | | |

表 11 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと有機アミノシラシクロペンタン) 化合物

【表 1 1 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-シラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-シラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-シラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 40 |
| 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | 1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン | |

【表 1 1 - 2】

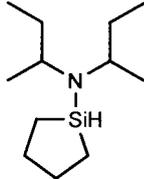
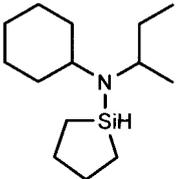
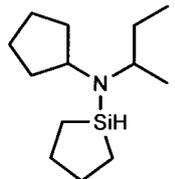
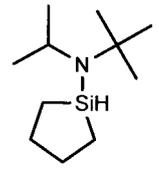
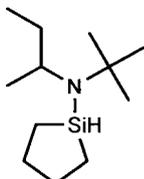
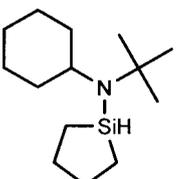
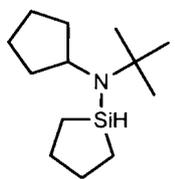
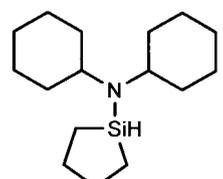
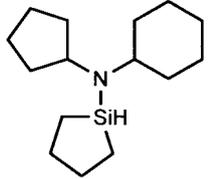
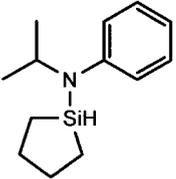
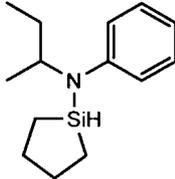
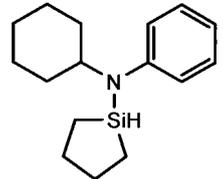
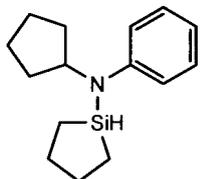
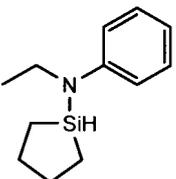
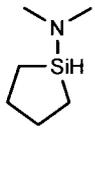
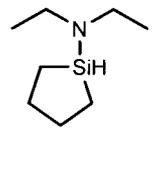
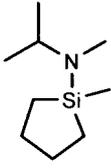
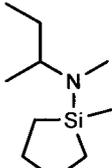
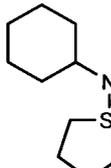
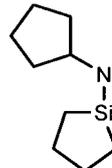
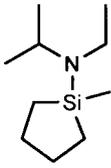
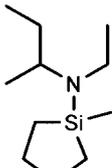
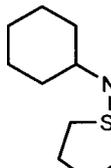
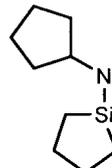
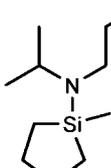
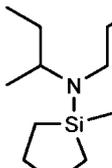
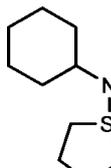
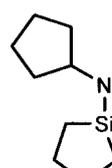
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
|  |  |  |  | 20 |
|  |  |  |  | 30 |
|  |  |  |  | 40 |
|  | | | | |

表 1 2 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと有機アミノメチルシラシクロペンタン) 化合物

【表 1 2 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | |

【表 1 2 - 2】

| | | | | |
|---|---|---|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1-(N、N-ジイソプロピルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1-(N、N-ジsec-ブチルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | <p>1-(N、N-ジシクロヘキシルアミノ) - 1-メチルシラシクロペンタン</p> | |

【表 1 2 - 3】

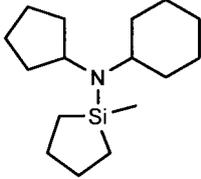
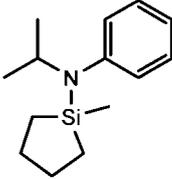
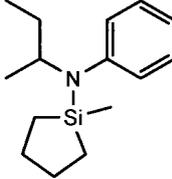
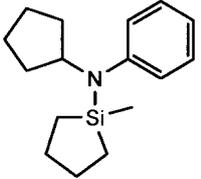
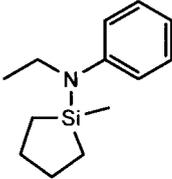
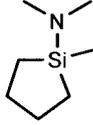
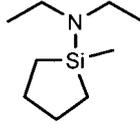
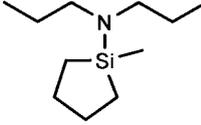
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N-エチル-N-フェニルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N,N-ジメチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | 1-(N,N-ジメチルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | |
|  | | | | 30 |
| 1-(N,N-ジn-プロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタン | | | | |

表 1 3 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと環状 4 員環を有する有機アミノシラシクロブタン) 化合物

【表 13 - 1】

| | | | | |
|--|--|--|--|----|
| | | | | 10 |
| | | | | 20 |
| | | | | 30 |
| | | | | 40 |

【表 13 - 2】

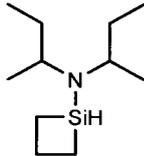
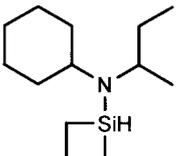
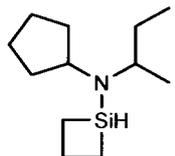
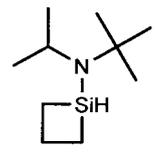
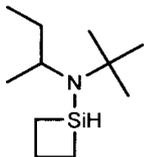
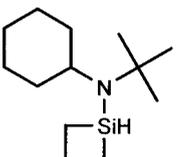
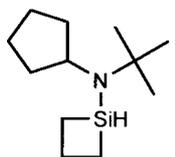
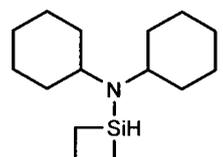
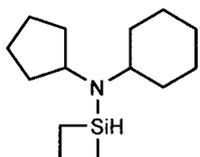
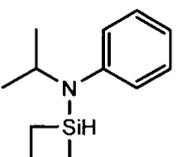
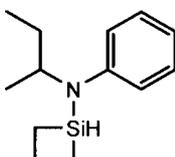
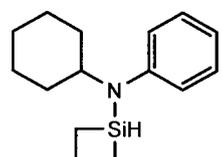
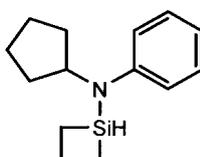
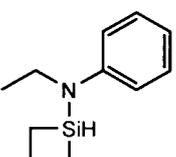
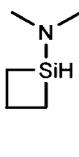
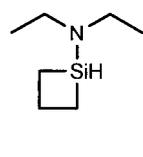
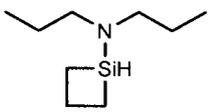
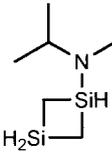
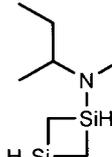
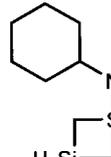
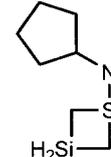
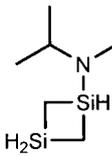
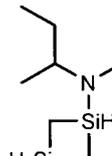
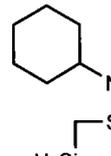
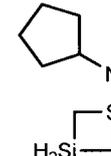
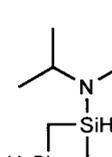
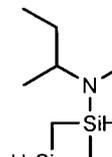
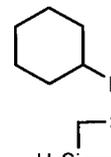
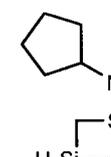
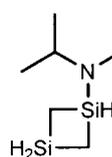
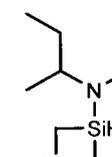
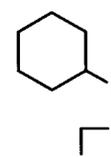
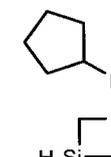
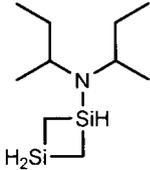
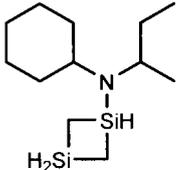
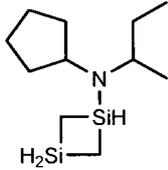
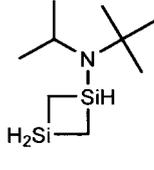
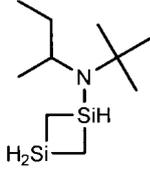
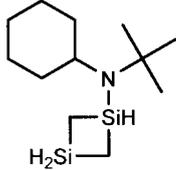
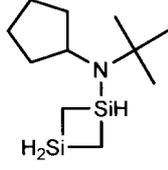
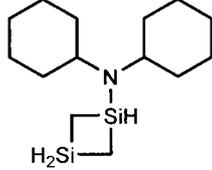
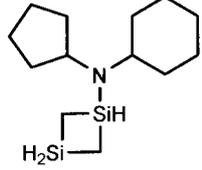
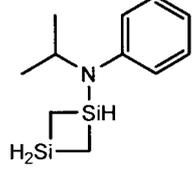
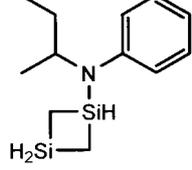
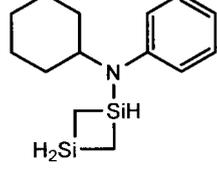
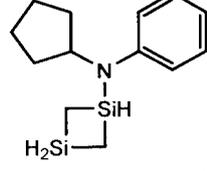
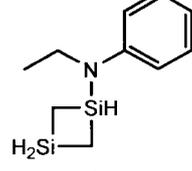
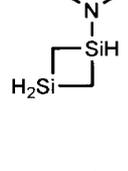
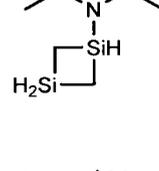
| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N、N-ジイソブチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) - シラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N、N-ジシクロヘキシルアミノ) - シラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ) - シラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 40 |
| 1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N-エチル-N-フェニルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N、N-ジメチルアミノ) - シラシクロブタン | 1-(N、N-ジエチルアミノ) - シラシクロブタン | |
|  | | | | |
| 1-(N、N-ジn-プロピルアミノ) - シラシクロブタン | | | | |

表 14 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと環状 4 員環を有する有機アミノ - 1、3 - ジシラシクロブタン) 化合物

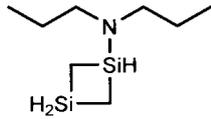
【表 1 4 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N-メチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-メチルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-メチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-エチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-エチルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-エチル-N-シクロペンチルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 40 |
| 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | 1-(N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン | |

【表 1 4 - 2】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1-(N、N-ジイソブチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1-(N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N、N-ジシクロヘキシルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1-(N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-フェニル-N-イソプロピルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | |
|  |  |  |  | 40 |
| 1-(N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N-エチル-N-フェニルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N、N-ジメチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | 1-(N、N-ジエチルアミノ)-1、3-ジメチルシクロヘキサタン | |

【表 1 4 - 3】

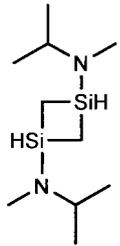
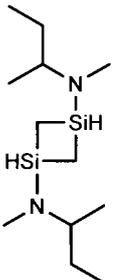
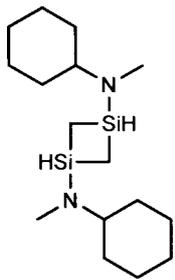
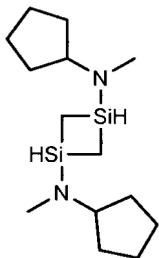
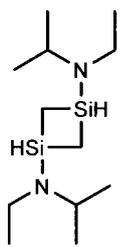
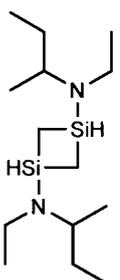
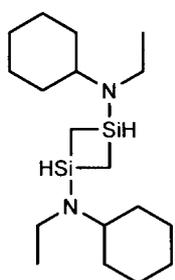
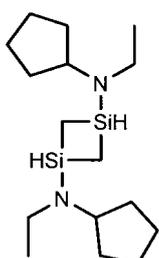
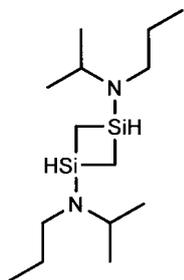
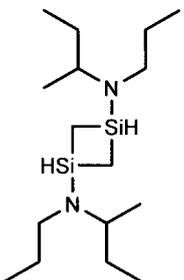
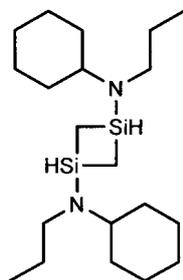
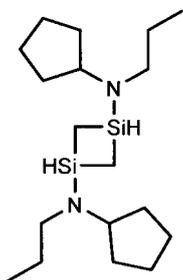


1 - (N、N - ジn
- プロピルアミノ)
- 1、3 - ジシラシ
クロブタン

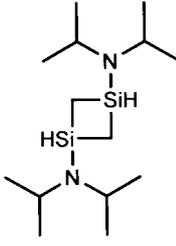
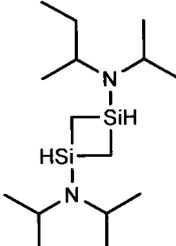
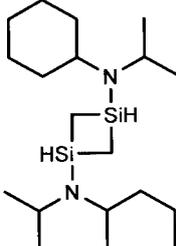
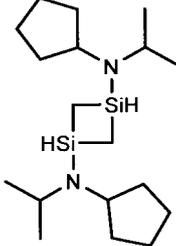
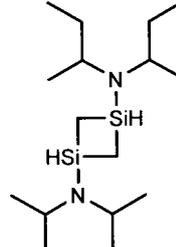
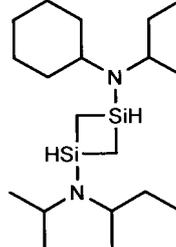
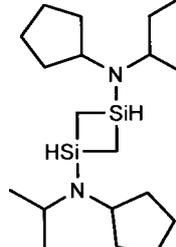
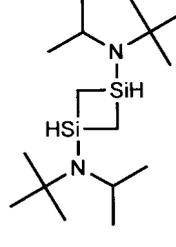
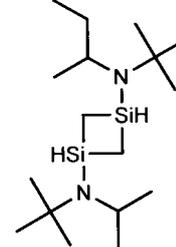
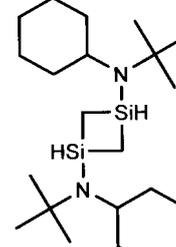
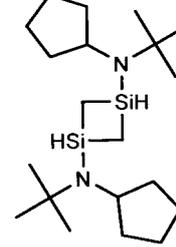
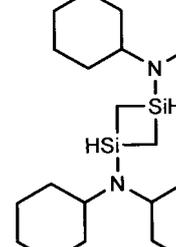
10

表 1 5 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと環状 4 員環を有する
1、3 - ビス (有機アミノ) - 1、3 - ジシラシクロブタン) 化合物

【表 15 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>1、3-ビス (N-メチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-メチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-メチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-メチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>1、3-ビス (N-エチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-エチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-エチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-エチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | |
|  |  |  |  | 40 |
| <p>1、3-ビス (N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン</p> | |

【表 15 - 2】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| 1、3-ビス (N、N-ジイソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 20 |
| 1、3-ビス (N、N-ジsec-ブチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | |
|  |  |  |  | 30 |
| 1、3-ビス (N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 1、3-ビス (N、N-ジシクロヘキシルアミノ) -1、3-ジシラシクロブタン | 40 |

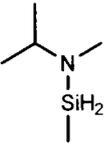
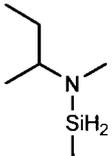
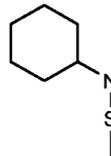
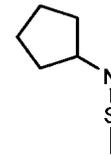
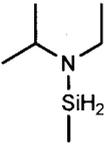
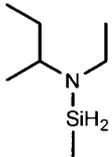
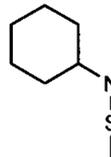
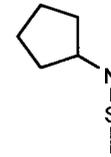
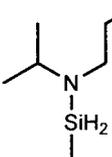
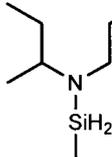
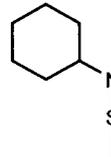
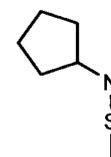
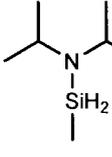
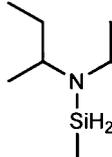
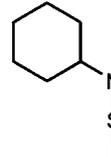
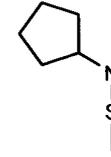
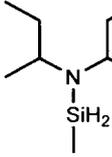
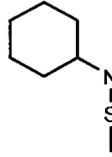
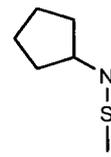
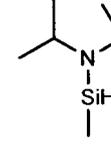
【表 15 - 3】

| | | | | |
|---|---|--|--|----|
| | | | | 10 |
| <p>1、3-ビス（N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N-フェニル-N-イソプロピルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N-sec-ブチル-N-フェニルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>1、3-ビス（N-シクロペンチル-N-フェニルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N-エチル-N-フェニルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N、N-ジメチルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | <p>1、3-ビス（N、N-ジエチルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>1、3-ビス（N、N-ジn-プロピルアミノ）-1、3-ジシラシクロブタン</p> | | | | |

40

表 16 . 例示的な有機アミノカルボシラン（さらに具体的に言うと有機アミノメチルシラン）化合物

【表 16 - 1】

| | | | | |
|---|---|---|---|----|
|  |  |  |  | 10 |
| <p>N-メチル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-メチルアミノメチルシラン</p> | <p>N-シクロヘキシル-N-メチルアミノメチルシラン</p> | <p>N-メチル-N-シクロペンチルアミノメチルシラン</p> | |
|  |  |  |  | 20 |
| <p>N-エチル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-エチルアミノメチルシラン</p> | <p>N-エチル-N-シクロヘキシルアミノメチルシラン</p> | <p>N-エチル-N-シクロペンチルアミノメチルシラン</p> | |
|  |  |  |  | 30 |
| <p>N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノメチルシラン</p> | |
|  |  |  |  | 40 |
| <p>N、N-ジイソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | <p>N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | |
|  |  |  |  | |
| <p>N、N-ジsec-ブチルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノメチルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノメチルシラン</p> | <p>N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノメチルシラン</p> | |

【表 16 - 2】

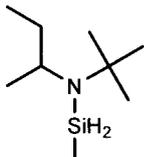
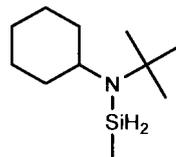
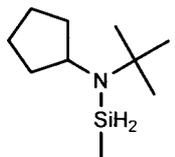
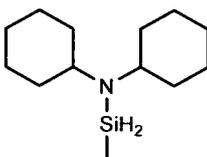
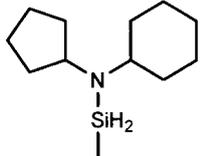
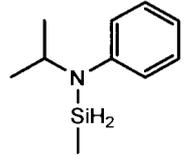
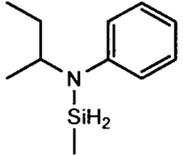
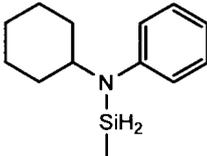
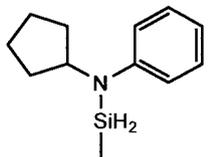
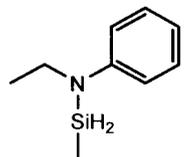
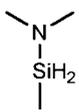
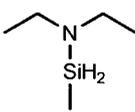
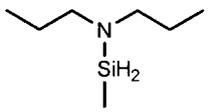
| | | | | |
|---|---|---|--|----|
|  <p>N-sec-ブチル -N-tert-ブ チルアミノメチルシ ラン</p> |  <p>N-tert-ブチ ル-N-シクロヘキ シルアミノメチルシ ラン</p> |  <p>N-tert-ブチ ル-N-シクロペン チルアミノメチルシ ラン</p> |  <p>N、N-ジシクロヘ キシルアミノメチル シラン</p> | 10 |
|  <p>N-シクロヘキシル -N-シクロペンチ ルアミノメチルシラ ン</p> |  <p>N-フェニル-N-イ ソプロピルアミノ メチルシラン</p> |  <p>N-sec-ブチル -N-フェニルアミ ノメチルシラン</p> |  <p>N-シクロヘキシル -N-フェニルアミ ノメチルシラン</p> | 20 |
|  <p>N-シクロペンチル -N-フェニルアミ ノメチルシラン</p> |  <p>N-エチル-N-フ ェニルアミノメチル シラン</p> |  <p>N、N-ジメチルア ミノメチルシラン</p> |  <p>N、N-ジエチルア ミノメチルシラン</p> | 30 |
|  <p>N、N-ジn-プロ ピルアミノメチルシ ラン</p> | | | | |

表 17 . 例示的な有機アミノカルボシラン (さらに具体的に言うと有機アミノフェニルシラン) 化合物

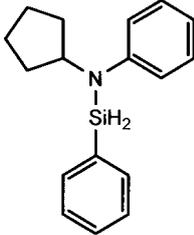
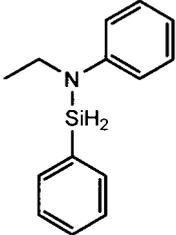
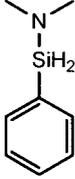
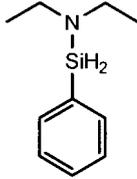
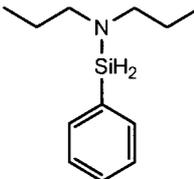
【表 17 - 1】

| | | | | |
|-----------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|----|
| | | | | 10 |
| N-メチル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | N-sec-ブチル-N-メチルアミノフェニルシラン | N-シクロヘキシル-N-メチルアミノフェニルシラン | N-メチル-N-シクロペンチルアミノフェニルシラン | |
| | | | | 20 |
| N-エチル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | N-sec-ブチル-N-エチルアミノフェニルシラン | N-エチル-N-シクロヘキシルアミノフェニルシラン | N-エチル-N-シクロペンチルアミノフェニルシラン | |
| | | | | 30 |
| N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | N-sec-ブチル-N-n-プロピルアミノフェニルシラン | N-シクロヘキシル-N-n-プロピルアミノフェニルシラン | N-シクロペンチル-N-n-プロピルアミノフェニルシラン | |
| | | | | 40 |
| N、N-ジイソプロピルアミノフェニルシラン | N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | N-シクロヘキシル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | N-シクロペンチル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン | |

【表 17 - 2】

| | | | | |
|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|----|
| | | | | 10 |
| <p>N、N-ジsec-ブチルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-シクロヘキシルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-シクロペンチルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-tert-ブチル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン</p> | |
| | | | | 20 |
| <p>N-sec-ブチル-N-tert-ブチルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-tert-ブチル-N-シクロヘキシルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-tert-ブチル-N-シクロペンチルアミノフェニルシラン</p> | <p>N、N-ジシクロヘキシルアミノフェニルシラン</p> | |
| | | | | 30 |
| <p>N-シクロヘキシル-N-シクロペンチルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-フェニル-N-イソプロピルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-sec-ブチル-N-フェニルアミノフェニルシラン</p> | <p>N-シクロヘキシル-N-フェニルアミノフェニルシラン</p> | |

【表 17 - 3】

| | | | |
|---|---|---|---|
|  |  |  |  |
| N-シクロペンチル -N-フェニルアミ ノフェニルシラン | N-エチル-N-フ ェニルアミノフェニ ルシラン | N、N-ジメチルア ミノフェニルシラン | N、N-ジエチルア ミノフェニルシラン |
|  | | | |
| N、N-ジn-プロ ピルアミノフェニル シラン | | | |

10

20

【0053】

本明細書中に記載された方法の別の態様では、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシランから選択される化合物は、プロトン源と反応して、有機アミンを提供する。この態様において、この化合物とプロトン源とを反応させるステップは、化合物の精製前または後に行うことができるであろう。試薬は、混合されたニート、また代わりに（例えば、プロトン源またはこの化合物の少なくとも1つが溶媒中で溶解された）溶媒の存在下であることができるであろう。反応を完了させるために、過剰のプロトン源を精製プロセスにおける助剤、または両方として使用できる。代わりに、有機アミン生成物から未反応のプロトン源を分離する必要を除くために、わずかに不足したプロトン源を使用できる。ある特定の態様において、プロトン源は、蒸気として、有機アミノシランを含む反応溶液に送達されることができる。プロトン化ステップ（例えば、プロトン源と化合物との反応）を、試薬の添加のためおよび/または反応の程度のために、-50 ~ 150 の間の温度範囲において使用することができるであろう。いくつかの態様において、熱を除去し、そして副反応を防ぐことを助けるために、プロトン化ステップを（0 より下の）より低い温度において行うことができる。他の態様において、（30 超の）より高い温度は、意図したプロトン化反応を完了させるのに好ましいことができる。反応時間は、5分~30分、~1時間、~6時間、~12時間、~24時間またはそれ以上の範囲であることができるであろう。プロトン化反応混合物は、ろ過、デカンテーション、分離器漏斗、蒸留、吸着、遠心分離、または他の手段によって分離されることができる。最終の有機アミン生成物の精製は、蒸留、カラムクロマトグラフィー、ガスクロマトグラフィー、昇華、結晶化、または他の精製プロセスによって達成されることができる。

30

40

【0054】

以下の例は、制限なく、有機アミノシラン、有機アミノジシラン、有機アミノカルボシラン等の化合物を調製するための本明細書中に記載された方法を具体的に示し、そしてなんらそれを制限することを意図しない。

【実施例】

50

【0055】

以下の例のために、ガスクロマトグラフィー（GC-TCD）、質量分析（GC-MS）、および¹H NMR分光法を、必要に応じて溶液組成物を同定しかつ定量化するために使用した。HP-5890シリーズII GCおよび0.53mm直径×30m Suplecoカラムを含む3μm厚のSPB-5媒体を備えたTCDを使用して生成物の流出物についてガスクロマトグラフを行った。85において水と試料とを加水分解し、そして伝導度検出器を備えたMetrohmイオンクロマトグラフィーインストゥルメント中に液相を注入することによって、クロライド分析を行った。

【0056】

例1：N、N-ジイソプロピルアミノシランの合成（表2参照）

触媒Ru₃(CO)₁₂（0.10g、0.16mmol）を、イミンN-イソプロピリデンイソプロピルアミン（7.0g、71mmol）中に溶解し、そして生じた溶液を、40で6時間82psiaのシリカ源SiH₄ガスに曝した。生じた反応溶液を、N、N-ジイソプロピルアミノシランを含むGC-MSにより決定した。GC-MSは、以下のピーク：131（M⁺）、126（M-15）、116、110、98、88、74を示した。

10

【0057】

例2：N、N-ジイソプロピルアミノジシランの合成（表3参照）

触媒Ru₃(CO)₁₂（0.10g、0.16mmol）を、イミンN-イソプロピリデン-sec-ブチルアミン（7.0g、71mmol）中に溶解し、そして溶液を、40で6時間102psiaのジシランSi₂H₆ガスに曝した。反応溶液を、N、N-ジイソプロピルアミノシランを含むGC-MSにより決定した。GC-MSは、以下のピーク：161（M⁺）、146（M-15）、128、114、104、88、72を示した。

20

【0058】

例3：1-(N、N-ジイソプロピルアミノ)-1,4-ジシラプタンの合成（表5参照）

窒素を充填したグローブボックス内で、シリカ源1,4-ジシラプタン（0.48g、5.3mmol）とイミンN-イソプロピリデンイソプロピルアミン（0.25g、2.5mmol）との混合物を、テトラヒドロフラン（THF）（1mL）中無水NiCl₂（0.02g、0.15mmol）の触媒の攪拌した懸濁液に加えた。室温で2日攪拌後に、生じた茶色混合物を濾過して触媒の沈殿を除き、そしてGCおよびGC-MSによって、最終生成物1-(N、N-ジイソプロピルアミノ)-1,4-ジシラプタンを含むことを決定した。GC-MSは、以下のピーク：189（M⁺）、188（M-1）、174（M-15）、159、144、130、102を示した。

30

【0059】

例4：1-(N、N-ジsec-ブチルアミノ)-1,4-ジシラプタンの合成（表5参照）

シリカ源1,4-ジシラプタン（0.50g、5.54mmol）とイミンN-sec-ブチリデン-sec-ブチルアミン（0.35g、2.75mmol）との混合物を、THF（0.5mL）中触媒（Ph₃P）₃RhCl（0.02g、0.02mmol）の攪拌した溶液に加えた。1日攪拌後に、イミンは完全に消費され、そして生じた橙色溶液を、GCおよびGC-MSによって、最終生成物1-(N、N-ジsec-ブチルアミノ)-1,4-ジシラプタンを含むことを決定した。GC-MSは、以下のピーク：217（M⁺）、202（M-15）、189、172、158、144、132、114、102を示した。

40

【0060】

例5：1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラプタンの合成（表5参照）

シリカ源1,4-ジシラプタン（0.50g、5.54mmol）とイミンN-sec

50

- ブチリデンイソプロピルアミン (0.32 g、2.83 mmol) との混合物を、THF (0.5 mL) 中触媒 (Ph₃P)₃RhCl (0.02 g、0.02 mmol) の攪拌した溶液に加えた。1日攪拌後に、イミンは完全に消費され、そして生じた橙色溶液を、GCおよびGC-MSによって、最終生成物1-(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラプタンを含むことを決定した。GC-MSは、以下のピーク: 203 (M⁺)、188 (M-15)、174、158、144、130、119、102を有した。

【0061】

例6: 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1-メチルシラシクロペンタンの合成 (表12参照)

固体触媒Ca[N(SiMe₃)₂]₂ (0.01 g、0.03 mmol) を、シリカ源1-メチル-1-シラシクロペンタン (0.15 g、1.5 mmol) と、イミンN-イソプロピリデンイソプロピルアミン (0.15 g、1.5 mmol) との混合物に加えた。2週間後に、黄白色の反応溶液を、GCおよびGC-MSによって、主生成物として1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1-メチル-1-シラシクロペンタンを含むことを決定した。GC-MSは、以下のピーク: 199 (M⁺)、179、164、148、134、122、107、91、81、77を示した。

【0062】

例7: N,N-ジイソプロピルアミノフェニルシランの合成 (表17参照)

THF (1 mL) 中触媒 (Ph₃P)₃RhCl (0.01 g、0.01 mmol) の溶液を、シリカ源フェニルシラン (0.30 g、2.77 mmol) とイミンN-イソプロピリデンイソプロピルアミン (0.12 g、1.21 mmol) との攪拌溶液に加えた。1日攪拌後に、イミンはほとんど完全に消費され、そして生じた橙色溶液を、GCおよびGC-MSによって、主生成物としてN,N-ジイソプロピルアミノフェニルシランを含むことを決定した。GC-MSは、以下の対応するピーク: 207 (M⁺)、192 (M-15)、177、164、150、134、121、107、86、72を有した。観察されたより少ない生成物は、N,N-ジイソプロピルアミノシラン、ビス(N,N-ジイソプロピルアミノ)シラン、およびジフェニルシランを含む。

【0063】

比較例8: クロロシランを使用したN,N-ジn-プロピルアミノジエチルシランの合成

有機アミノカルボシラン製造の従来方法: クロロジエチルシラン (18.5 g、151 mmol) を、-15 でヘキサン (250 mL) 中ジn-プロピルアミン (32.1 g、317 mmol) の攪拌溶液中に滴下して加えた。生じた白色スラリーを、攪拌しながら、室温まで暖めた。白色の固体をろ過によって除去し、そして無色ろ液を、真空の蒸留によって精製して22.2 gのN,N-ジn-プロピルアミノジエチルシランを得た。GC-MSは、以下のピーク: 187 (M⁺)、172 (M-15)、158、144、130、116、100、87、72を示した。この生成物が、加水分解後に537 ppmのクロライドを含むことを決定した。

【0064】

例8: N,N-ジn-プロピルアミノジエチルシランの合成

有機アミノカルボシランを製造するための請求する方法: THF中触媒 (Ph₃P)₃RhCl (0.40 mL、0.029 M、0.012 mmol) の溶液を、シリカ源ジエチルシラン (14.6 g、165 mmol) とイミンN-n-プロピリデン-n-プロピルアミン (14.4 g、145 mmol) との攪拌溶液に加えた。3日攪拌後、反応溶液を真空蒸留によって精製して21.4 gのN,N-ジn-プロピルアミノジエチルシランを得た。この生成物を、加水分解後に22 ppmのクロライドを含むことを決定し、ヒドロシリル化経路は、出発材料としてクロロシランを用いる経路より遙かに少ないクロライド汚染を提供することを示した。さらに、ハロゲン化物のない触媒がヒドロシリル化において用いられる場合クロライド (または他のハロゲン化物) 含有量は、非検出可能にまで

10

20

30

40

50

減少できた。

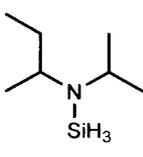
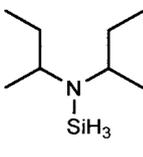
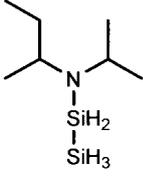
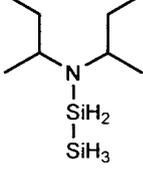
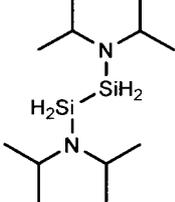
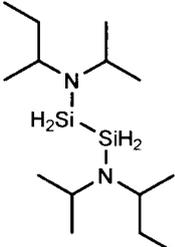
【 0 0 6 5 】

例 9 ~ 2 1 : さらなる有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン化合物の合成。

さらなる有機アミノシラン、有機アミノジシラン、および有機アミノカルボシランを、例として 1 ~ 8 と類似の様式で製造し、そして GC - MS により特徴付けた。それぞれの化合物の分子量 (MW)、構造、および対応する主 MS 断片化ピークを、それらの同定を確認するために、表 1 8 中に提供した。

表 1 8 . イミンのヒドロシリル化を介して合成された有機アミノシラン、有機アミノジシラン、または有機アミノカルボシラン化合物。

【表 18 - 1】

| 例 | 前駆体名 | MW | 構造 | MSピーク |
|----|---|--------|---|--|
| 9 | N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノシラン (表2参照) | 145.32 |  | 145、130、 116、100、 88、74 |
| 10 | N、N-ジsec-ブチルアミノシラン (表2参照) | 159.35 |  | 159、144、 130、114、 100、88、7 4 |
| 11 | N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノジシラン (表3参照) | 175.42 |  | 175、160、 146、128、 114、104、 86、72 |
| 12 | N、N-ジsec-ブチルアミノジシラン (表3参照) | 189.45 |  | 189、174、 160、142、 128、118、 104、86、7 2 |
| 13 | 1、2-ビス(N、N-ジイソプロピルアミノ)ジシラン (表4参照) | 260.57 |  | 260、245、 229、215、 187、173、 158、144、 128、116、 100、86 |
| 14 | 1、2-ビス(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)ジシラン (表4参照) | 288.63 |  | 288、273、 259、172、 158、144、 130、116、 100、86、7 2 |

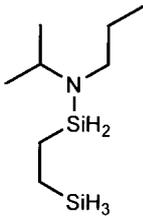
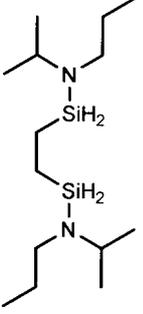
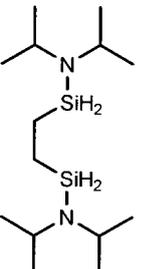
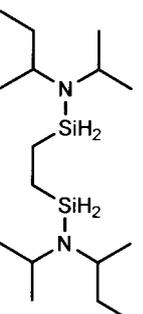
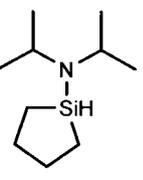
10

20

30

40

【表 18 - 2】

| | | | | |
|----|--|--------|---|---|
| 15 | 1-(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン (表5参照) | 189.45 |  | 189, 174, 160, 144, 130, 116, 102, 86 |
| 16 | 1,4-ビス(N-n-プロピル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン (表6参照) | 288.63 |  | 288, 274, 260, 244, 230, 216, 201, 188, 173, 160, 144, 128 |
| 17 | 1,4-ビス(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン (表6参照) | 288.63 |  | 288, 287, 243, 229, 207, 188, 144, 130 |
| 18 | 1,4-ビス(N-sec-ブチル-N-イソプロピルアミノ)-1,4-ジシラブタン (表6参照) | 316.68 |  | 316, 301, 281, 257, 243, 229, 215, 202, 186, 172, 158 |
| 19 | 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-シラシクロペンタン (表11参照) | 185.39 |  | 185, 170, 154, 142, 128, 112, 99, 85, 70 |

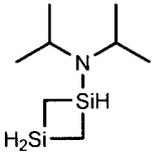
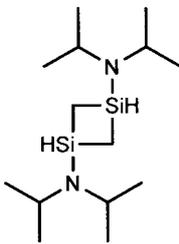
10

20

30

40

【表 18 - 3】

| | | | | |
|----|---|--------|---|--|
| 20 | 1-(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン (表14参照) | 187.43 |  | 187, 172, 159, 143, 130, 115, 101, 86, 73 |
| 21 | 1,3-ビス(N,N-ジイソプロピルアミノ)-1,3-ジシラシクロブタン (表15参照) | 286.61 |  | 286, 271, 243, 229, 213, 186, 172, 144, 128, 101, 87, 70 |

フロントページの続き

- (74)代理人 100077517
弁理士 石田 敬
- (74)代理人 100087413
弁理士 古賀 哲次
- (74)代理人 100102990
弁理士 小林 良博
- (74)代理人 100128495
弁理士 出野 知
- (74)代理人 100147212
弁理士 小林 直樹
- (72)発明者 マンチャオ シャオ
アメリカ合衆国, カリフォルニア 9 2 1 3 0, サンディエゴ, カバロス プレイス 5 5 3 4
- (72)発明者 マシュー アール・マクドナルド
アメリカ合衆国, カリフォルニア 9 2 6 7 7, ラグーナ ニゲル, フィレンゼ ストリート 2
7
- (72)発明者 リチャード ホ
アメリカ合衆国, カリフォルニア 9 2 8 0 7, アナハイム, イースト ラ パルマ アベニュー
5 8 1 5, ナンバー 3 1 3
- (72)発明者 シンジャン レイ
アメリカ合衆国, カリフォルニア 9 2 0 8 1, ビスタ, チェリーウッド 1 9 2 8
- F ターム(参考) 4H039 CA92 CF40
4H049 VN01 VP01 VP02 VQ39 VQ84 VR11 VR12 VR13 VR21 VR22
VR23 VR51 VS02 VS99 VT17 VT30 VW02 VW31

【外国語明細書】

2015164917000001.pdf