



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년03월21일
(11) 등록번호 10-1023260
(24) 등록일자 2011년03월10일

(51) Int. Cl.

C07F 7/04 (2006.01) B09B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-0105482

(22) 출원일자 2010년10월27일

심사청구일자 2010년10월27일

(56) 선행기술조사문헌

KR100808258 B1

JP2001302676 A

EP1078930 A2

(73) 특허권자

한국지질자원연구원

대전 유성구 가정동 30번지

(72) 발명자

김병규

대전광역시 유성구 관평동 대덕테크노밸리 한화꿈
에그린아파트 1011-1601

장희동

대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 507동
1302호

(74) 대리인

특허법인남춘

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 김수미

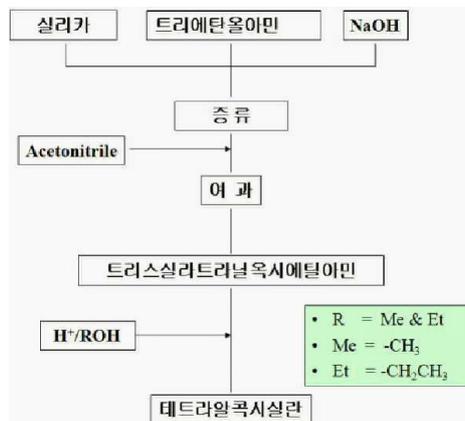
(54) 테트라알콕시실란의 제조방법 및 그 제조방법에 의하여 제조된 테트라알콕시실란

(57) 요약

본 발명은, 실리카 및 트리에탄올아민을 촉매하에 교반하여 반응시켜 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계; 및 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트라닐을 결정화하는 단계를 거치지 않고, 트리스실라트라닐옥시에틸아민과 저비점 알코올을 혼합하여 무수염화수소가스를 불어넣어 곧바로 테트라알콕시실란을 합성하는 단계를 포함하는 테트라알콕시실란의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 의하면, 실리콘의 원료로 비정질의 실리카를 시료로 사용하여 테트라알콕시실란을 제조하는 경제적인 방법으로서, 기존의 테트라알콕시실란의 제조방법의 단계를 축소하여 단순화함과 동시에, 원료인 실리카로부터 알콕시실란으로의 전환율을 높여 궁극적으로 테트라알콕시실란에 대한 수율을 높일 수 있는 제조방법을 제공할 수 있다.

대표도 - 도3



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2006-003

부처명 지식경제부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 일반사업

연구과제명 광물자원으로부터 나노소재의 원료물질 제조기술 개발

기여율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2006.01.01 ~ 2010.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

실리카 및 트리에탄올아민을 촉매하에 교반하여 반응시켜 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계; 및 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트란을 결정화하는 단계를 거치지 않고, 트리스실라트라닐옥시에틸아민과 저비점 알코올을 혼합하여 무수염화수소가스를 불어넣어 곧바로 테트라알콕시실란을 합성하는 단계를 포함하는 테트라알콕시실란의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 실리카는 실리카 광물, 화산재, 석탄회, 광산폐기물 및 산업 부산물로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나로부터 얻어지는 것을 특징으로 하는 테트라알콕시실란의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 저비점 알코올이 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올, 2차 부탄올 및 3차 부탄올로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 테트라알콕시실란의 제조방법.

청구항 4

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명의 테트라알콕시실란의 제조방법 및 그 제조방법에 의하여 제조된 테트라알콕시실란에 관한 것으로, 보다 상세하게는 실리카 광물과 트리에탄올아민을 수산화나트륨 촉매하에서 반응 처리한 다음, 산성 분위기에서 저급알코올과 반응하여 테트라알콕시실란을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 테트라에톡시실란(tetraethyl orthosilicate; TEOS)이나 테트라메톡시실란(tetramethyl orthosilicate; TEOS)과 같은 알콕시 실란은 졸겔법에 의한 광섬유, 세라믹의 합성을 위한 출발물질, 그리고 반도체 절연막 형성재료 등으로 많이 사용되고 있다.

[0003] 1846년 Ebelmen은 사염화실리콘과 에탄올로부터 테트라에톡시실란을 합성하여 최초의 알콕시 실란 합성반응에 대해 보고하였고, 1920년 이후 알콕시 실란을 비롯한 각종 금속 알콕사이드의 합성반응 메커니즘과 물성에 관한 많은 연구가 진행되어 왔다. 알콕시 실란의 합성방법은 실리콘 염화물과 알코올의 반응, 금속 실리콘과 알코올의 반응, 실리콘 수산화물 혹은 산화물과 알코올의 반응, 알코올의 교환반응 등의 여러 가지 방법이 널리 알려져 있다.

[0004] 현재, 알콕시실란의 제조에 가장 널리 사용되는 방법은 사염화실란과 알코올을 반응시켜 제조하는 방법이다. 그러나, 상기 방법은 염화수소가 부생되어 제조장치의 부식이 발생하게 되므로, 이를 방지하기 위한 특수한 재질의 장치가 필요하며, 염화수소의 제거 및 폐기에 많은 경비가 소요되는 단점이 있다.

- [0005] 위와 같은 단점을 극복하기 위하여, 금속실리콘 분말과 저급 알콜을 구리촉매를 이용하여 반응시킴으로써 테트라알콕시실란을 제조하는 방법이 제안되었으나, 실제로 이 반응에서는 목적 화합물인 테트라알콕시실란 뿐만 아니라, 트리알콕시실란 및 기타 실리콘 유도체들이 함께 생성되며, 분자량이 크고, 비등점이 높은 디실란류 화합물도 생성되는 단점이 있다. 그리고 실리콘 금속 혹은 산화물과 알콜의 반응은 고온, 고압, 금속의 넓은 표면적, 그리고 실질적인 빠른 반응속도를 얻기 위한 이들 인자를 최적화할 필요가 있다. 또한, 전해 방법으로 실리콘 알콕사이드를 제조할 수도 있으나, 이 방법은 많은 투자비와 운전 경비가 필요하고, 생성물의 분리도 어렵다는 문제가 있다.
- [0006] 이러한 테트라알콕시실란의 생산효율을 향상시키기 위해 촉매로서 금속 구리나 이의 화합물을 사용하는 방법이 이미 공개되어 있다. 예를 들면 미국특허 제 4,289,889호와 제 4,762,939호에서는 구리 촉매와 특수한 형태의 용매를 혼합사용하여 액상에서 반응시키거나, 미국특허 제 4,447,632호에서는 알칼리 금속 카보네이트를 고압반응 촉매로 사용하는 방법이 있으며, 또는 미국특허 제 4,211,717호, 제 4,752,647호에서는 알칼리 금속 또는 알칼리 금속 알콕사이드를 촉매로 하고 특수한 형태의 용매를 사용하여 액상에서 반응시키는 방법 등이 공개되어 있다.
- [0007] 상기의 직접합성법에 의한 테트라알콕시실란의 제조방법은 고압하에서 진행되어 고압반응 용기가 필요하거나, 또한 트리알콕시실란 등의 다양한 알콕시실란이 동시에 생성되고, 연속공정이 불가능하다는 등의 문제점이 있으며, 사용하는 실리콘 금속은 고순도 금속 실리콘을 사용하고 있다. 이와 같은 다양한 알콕시실란이 동시에 생성하는 문제의 개선에 관한 공지기술로서는 한국특허출원 제10-2006-0005031호가 있으며, 이 기술은 고비점 알카리 알콕사이드 촉매의 존재 하에서 폐기물로부터 분리, 회수한 금속 실리콘(Silicon)과 메탄올, 에탄올 등의 저가알콜을 180 ~ 210℃에서 반응시켜 테트라알콕시실란을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0008] 전술한 바와 같이 알콕시실란의 합성방법은 1) 실리콘 염화물과 알콜의 반응, 2) 금속 실리콘과 알콜의 반응, 3) 실리콘 수산화물 혹은 산화물과 알콜의 반응, 4) 알콜의 교환반응 등의 여러 가지 방법이 알려져 있으나, 상기에서 언급한 것과 같은 단점들이 있다.
- [0009] 이러한 단점들을 극복하기 위한 한가지 방법으로 실리콘 화합물 제조 원료에 있어서 실리카 광물을 알콕시실란의 제조의 원료로 직접 사용하여, 실리콘 금속을 사용하는 것보다 많은 에너지를 절약할 수가 있는 경제적인 시도로, 출원인의 명의로 된 등록특허가 있다(한국특허 제10-0808258호). 이 기술은 실리카 광물과 트리에탄올아민을 수산화나트륨 촉매하에서 반응한 처리한 다음, 산성 분위기에서 저급알콜과 반응하여 테트라알콕시실란을 제조하는 것으로, 도 1은 상기 등록특허에 따른 실리카로부터 테트라알콕시실란을 합성하는 반응식을 나타낸다. 이 기술은 다음과 같은 3단계 공정반응을 경유하는 공정기술로, 1단계는 실리카와 트리에탄올아민이 수산화나트륨 촉매 존재하에서 반응하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine)을 얻는 단계와, 2단계는 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 메탄올과 에탄올과 같은 알콜과 산촉매하에서 반응하여 메톡시실라트란 (Methoxysilatrane)과 같은 알콕시실라트란을 얻는 단계, 그리고 3단계는 메톡시실라트란과 메탄올의 혼합액을 산성조건에서 반응하여 테트라메톡시실란 (Tetramethoxysilane)과 같은 테트라알콕시실란 (Tetraalkoxysilane)을 합성하는 단계로 이루어져 있다. 이러한 3단계 반응을 경유하는 제조방법에 의해 수득된 알콕시실란의 생성율은 출발물질 기준으로 35% 정도의 수준이었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명은 상기와 같은 문제점들을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 실리콘의 원료로 비정질의 실리카를 시료로 사용하여 테트라알콕시실란을 제조하는 경제적인 방법을 제공하는 데 그 목적이 있다.
- [0011] 본 발명의 다른 목적은 기존의 테트라알콕시실란의 제조방법의 단계를 축소하여 단순화함과 동시에, 원료인 실리카로부터 알콕시실란으로의 전환율을 높여 궁극적으로 테트라알콕시실란에 대한 수율을 높일 수 있는 제조방법을 제공하는 것이다.
- [0012] 본 발명의 또 다른 목적은 상기의 제조방법에 의하여 제조된 테트라알콕시실란을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명은 상기의 목적을 달성하기 위한 것으로, 실리카 및 트리에탄올아민을 촉매하에 교반하여 반응시켜 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계; 및 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트란을 결정화하는 단계를 거치지 않고, 트리스실라트라닐옥시에틸아민과 저비점 알콜을 혼합하여 무수염화수소가스를 불어넣어 곧바로 테트라알콕시실란을 합성하는 단계를 포함하는 테트라알콕시실란의 제조방법을 제공한다.
- [0014] 또한, 상기 실리카는 실리카 광물, 화산재, 석탄회, 광산폐기물 및 산업 부산물로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또한, 상기 저비점 알콜이 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올, 2차 부탄올 및 3차 부탄올로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또한, 본 발명은 상기의 제조방법에 의하여 제조된 테트라알콕시실란을 제공한다.

발명의 효과

- [0017] 본 발명에 의하면, 실리콘의 원료로 비정질의 실리카를 시료로 사용하여 테트라알콕시실란을 제조하는 경제적인 방법으로서, 기존의 테트라알콕시실란의 제조방법의 단계를 축소하여 단순화함과 동시에, 원료인 실리카로부터 알콕시실란으로의 전환율을 높여 궁극적으로 테트라알콕시실란에 대한 수율을 높일 수 있는 제조방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1은 실리카로부터 테트라알콕시실란을 제조하는 기존의 3단계의 반응을 나타낸 반응식.
- 도 2는 실리카로부터 테트라알콕시실란을 제조하는 기존의 3단계의 반응을 나타낸 플로우차트.
- 도3은 실리카로부터 테트라알콕시실란을 제조하는 본 발명에 따른 2단계의 반응을 나타낸 플로우차트.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 본 발명은, 실리카 및 트리에탄올아민을 촉매하에 교반하여 반응시켜 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계; 및 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트란을 결정화하는 단계를 거치지 않고, 트리스실라트라닐옥시에틸아민과 저비점 알콜을 혼합하여 무수염화수소가스를 불어넣어 곧바로 테트라알콕시실란을 합성하는 단계를 포함하는 테트라알콕시실란의 제조방법에 관한 것이다.
- [0020] 이하, 본 발명을 첨부한 도면을 참조하여 상세히 설명한다.
- [0021] 본 발명의 발명자들은 실리카로부터 테트라알콕시실란을 제조하는데 있어, 그 효율을 향상시키기 위해 연구, 노력한 결과, 기존의 3단계로 이루어진 제조방법을 2단계로 줄여 반응에 필요한 장치와 설비 비용을 절감하면서도, 그 결과로 제조된 테트라알콕시실란의 수득율을 향상시키고, 에너지를 절약할 수 있는 새로운 알콕시실란 제조방법을 개발할 수 있음을 알게 되었다.
- [0022] 기존의 실리카로부터 테트라알콕시실란을 제조하는 3단계의 반응은 도 1과 도 2에 나타내었다. 실리카와 트리에탄올아민(triethanolamine)을 촉매인 수산화나트륨의 존재하에서 반응시키면 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine)(도 1의 (1), (2), (3))을 얻을 수 있다. 그리고 이 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 산촉매하에서 알콜과 반응시키면 알콕시실라트란(도 1의 (4))이 생성된다. 이 알콕시실라트란을 재결정한 다음, 산촉매하에서 알콜과 반응시키면 테트라알콕시실란(도 1의 (5))가 생성된다.
- [0023] 본 발명에 따른 테트라알콕시실란의 제조방법은 바람직하게는 국내에서 산출되는 실리카와 트리에탄올아민이 반응하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 합성하는 1단계와, 이 반응물과 에탄올 혹은 메탄올과의 알콜과의 혼합용액에 무수염화수소 가스를 투입하는 반응에 의해 테트라알콕시실란을 합성하는 2단계로 이루어져 있어, 기존

의 3단계 제조방법에서 수율을 높이고자 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트란을 결정화하는 단계를 거치던 것을 생략할 수 있도록 하였다. 이와 같은 결과에 의하여 공정이 더욱 단순해 졌음에도 불구하고, 수율은 더 높은 제조방법을 얻을 수 있게 되었다.

- [0024] 이하 본 발명에 따른 제조방법을 구체적으로 설명하도록 한다.
- [0025] 도 3은 본 발명에 따른 테트라알콕시실란의 제조방법을 나타낸 플로우차트이다.
- [0026] (a) 실리카 및 트리에탄올아민을 촉매하에 교반하여 반응시켜 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계
- [0027] 촉매의 존재하에 실리카와 트리에탄올아민이 반응하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민을 생성하는 단계로, 상기 실리카는 실리카 광물, 화산재, 석탄회, 광산폐기물 및 산업 부산물로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것이 바람직하다.
- [0028] 또한 상기 촉매는 수산화나트륨을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0029] (b) 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민과 저비점 알코올을 혼합하여 무수염화수소가스를 붙여넣어 테트라알콕시실란을 합성하는 단계
- [0030] 상기 (a)단계에서 얻은 트리스실라트라닐옥시에틸아민으로부터 알콕시실라트란을 결정화하는 단계를 거치지 않고, 곧바로 테트라알콕시실란을 합성하는 단계이다.
- [0031] 본 반응은 산성 조건에서 행해지는 것이 바람직하므로, 상기 촉매는 무수 염화수소와 같은 무수산으로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것이 바람직하다.
- [0032] 또한, 상기 저비점 알코올은 메탄올, 에탄올, 프로판올, 이소프로판올, 부탄올, 이소부탄올, 2차 부탄올 및 3차 부탄올로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나인 것이 바람직하다.
- [0033] 이상에서 설명한 바와 같이 본 발명에 따른 테트라알콕시실란의 제조방법에 의하면, 실리카 광물은 실리콘은 비정질의 실리카를 시료로 사용하고, 이 실리콘과 트리에탄올아민이 효율적으로 반응할 수 있는 반응장치를 최적화하여 원료인 실리카의 알콕시실란으로의 전환율을 높여 궁극적으로 테트라알콕시실란에 대한 수율을 높일 수 있다. 즉, 3단계로 이루어진 공정을 2단계로 줄여 공정비용을 절감하고, 에너지 절약할 수 있는 기술을 개발하였다. 실리카 광물로서 정제한 실리카로부터 알콕시실란을 제조할 때 테트라알콕시실란의 수율을 크게 증가시킬 수 있는 유용한 효과를 얻을 수 있다.
- [0034] 본 발명의 다른 관점은 상기의 제조방법에 의하여 제조된 고수율의 테트라알콕시실란에 관한 것이다.
- [0035] 이하 실시예를 통하여 본 발명을 좀 더 구체적으로 살펴보지만, 하기 예에 본 발명의 범주가 한정되는 것은 아니다.
- [0036] < 실시예 >
- [0037] < 비교예 1 >
- [0038] 트리스실라트라닐옥시에틸아민 제조
- [0039] 실리카(36.0g, 평균입경 20 μm), 트리에탄올아민(triethanolamine, 109.2g, 0.8mol), 및 수산화나트륨 (NaOH, 0.8g, 0.02mol)을 500ml 3구플라스크에 넣고, 질소분위기에서 혼합물은 210℃로 교반 반응한다. 4시간 반응한 후에 혼합물 중 과잉 트리에탄올아민은 진공증류하여 제거한다. 이 반응물을 건조한 아세토니트릴 (acetonitrile) 200ml에 용해하여 미반응한 실리카를 여과하여 제거한다. 다시 이것을 증류하여 아세토니트릴을 제거하고, 150℃ 진공 건조하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine) 101.2g을 얻는

다.

[0040] 메톡시실라트란(methoxysilatrane) 제조

[0041] 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민(20.0g, 0.0765mol)을 건조된 메탄올 20ml에 용해하고, 무수 염화수소가스(1030ml, 0.0046mmol)를 2시간 동안 반응액에 붙여 넣는다. 2시간 정도 교반한 후 용매를 증류하여 제거한다. 이것을 건조한 디에틸에테르로부터 재결정하여 메톡시실라트란(methoxysilatrane)의 무색 결정 12g을 얻는다.

[0042] 테트라메톡시실란 제조

[0043] 상기 메톡시실라트란(12.0g)을 건조한 메탄올 100ml에 용해하였다. 실온에서 무수 염화수소가스를 2시간 동안 붙여넣어 주었으며, 더 이상의 염화수소가스를 붙여 넣어도 흡수되지 않았다. 이 반응물에 건조한 디에틸 에테르 100ml를 첨가하여 잘 섞어준 다음, 고체물질을 여과하여 제거하고 남은 액상 물질은 증류하여 테트라메톡시실란 8.9g(초기 Si 함량을 기준으로 35.1%의 수득율)을 얻었다.

[0044] < 비교예 2 >

[0045] 트리스실라트라닐옥시에틸아민 제조

[0046] 실리카(36.0g, 평균입경 20 μm), 트리메탄올아민(triethanolamine, 109.2g, 0.8mol), 및 수산화나트륨 (NaOH, 0.8g, 0.02mol)을 500ml 3구플라스크에 넣고, 질소분위기에서 혼합물은 210℃로 교반 반응한다. 4시간 반응한 후에 혼합물 중 과잉 트리에탄올아민은 진공증류하여 제거한다. 이 반응물을 건조한 아세토니트릴(acetonitrile) 200ml에 용해하여 미반응한 실리카를 여과하여 제거한다. 다시 이것을 증류하여 아세토니트릴을 제거하고, 150℃ 진공 건조하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine) 101.2g을 얻는다.

[0047] 테트라메톡시실란 제조

[0048] 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민(33.5g)을 건조된 에탄올 100ml에 용해하였다. 여기에 발연황산(7.55g, 0.077mol)을 한 방울씩 떨어뜨려 첨가하였다. 약 한시간 가량 교반하여 반응한 후에 이 용매는 증류하여 제거하였다. 증류하고 남은 물질은 에탄올/디에틸 에테르에서 재결정하였으며, 여과하여 무색의 바늘형태 결정인 에톡시실라트란(Ethoxysilatrane)은 24.0g을 얻었다.

[0049] 테트라에톡시실란 제조

[0050] 상기 에톡시실라트란(20g)을 건조한 에탄올 100ml에 용해하였다. 실온에서 무수 염화수소가스를 2시간 동안 붙여넣어 주었으며, 더 이상의 염화수소가스를 붙여 넣어도 흡수되지 않았다. 이 반응물은 건조한 디에틸 에테르 100ml 정도를 첨가하여 잘 섞어준 다음 고체물질을 여과하여 제거하고 남은 액상 물질은 증류하여 테트라에톡시실란 15.9g(초기 Si 함량을 기준으로 34.2%의 수득율)을 얻었다.

[0051] <실시예1>

[0052] 트리스실라트라닐옥시에틸아민 제조

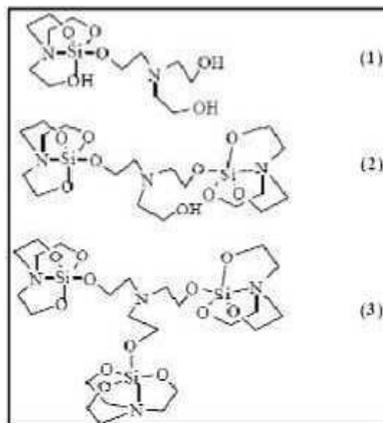
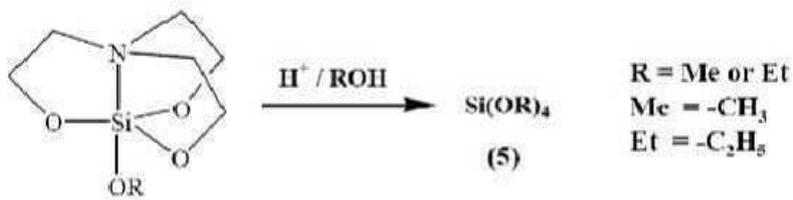
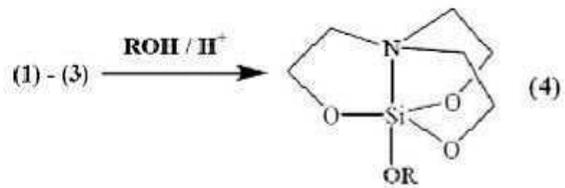
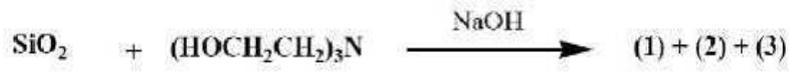
[0053] 실리카(36.0g, 평균입경 20 μm), 트리메탄올아민(triethanolamine, 109.2g, 0.8mol), 및 수산화나트륨 (NaOH, 0.8g, 0.02mol)을 500ml 3구플라스크에 넣고, 질소분위기에서 혼합물은 210℃로 교반 반응한다. 4시간 반응한 후에 혼합물 중 과잉 트리에탄올아민은 진공증류하여 제거한다. 이 반응물을 건조한 아세토니트릴(acetonitrile) 200ml에 용해하여 미반응한 실리카를 여과하여 제거한다. 다시 이것을 증류하여 아세토니트릴을 제거하고, 150℃ 진공 건조하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine) 101.2g을 얻는다.

[0054] 테트라메톡시실란 제조

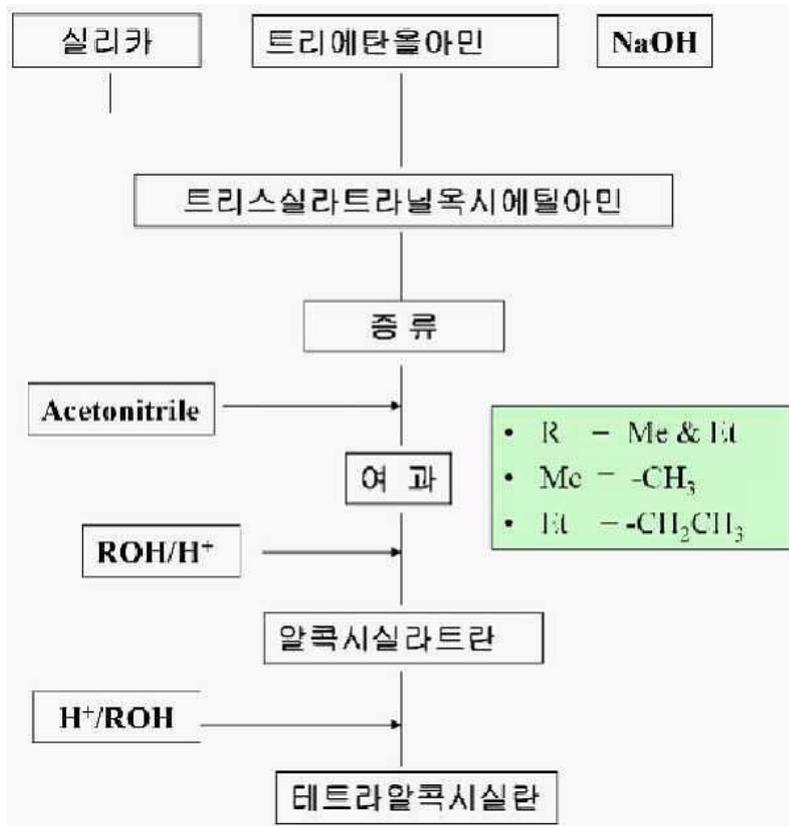
- [0055] 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민(20.0g, 0.0765mol)을 건조한 메탄올 50ml에 용해하였다. 실온에서 무수 염화수소가스 4000ml를 2시간 동안 붙여넣어 주었으며, 더 이상의 염화수소가스를 붙여 넣어도 흡수되지 않았다. 이 반응물에 건조한 디에틸 에테르 100ml 정도를 첨가하여 잘 섞어준 다음 고체물질을 여과하여 제거하고, 남은 액상 물질은 증류하여 테트라메톡시실란 11.8g(초기 Si 함량을 기준으로 45.3%의 수득율)을 얻었다.
- [0056] <실시예2>
- [0057] 트리스실라트라닐옥시에틸아민 제조
- [0058] 실리카(36.0g, 평균입경 20 μm), 트리메탄올아민(triethanolamine, 109.2g, 0.8mol), 및 수산화나트륨 (NaOH, 0.8g, 0.02mol)을 500ml 3구플라스크에 넣고, 질소분위기에서 혼합물은 210℃로 교반 반응한다. 4시간 반응한 후에 혼합물 중 과잉 트리에탄올아민은 진공증류하여 제거한다. 이 반응물을 건조한 아세토니트릴 (acetonitrile) 200ml에 용해하여 미반응한 실리카를 여과하여 제거한다. 다시 이것을 증류하여 아세토니트릴을 제거하고, 150℃ 진공 건조하여 트리스실라트라닐옥시에틸아민(Tris(silatranyloxyethyl)amine) 101.2g을 얻는다.
- [0059] 테트라에톡시실란 제조
- [0060] 상기 트리스실라트라닐옥시에틸아민(20.0g, 0.0765mol)을 건조된 에탄올 50ml에 용해하였다. 실온에서 무수 염화수소가스 4000ml를 2시간 동안 붙여넣어 주었으며, 더 이상의 염화수소가스를 붙여 넣어도 흡수되지 않았다. 이 반응물에 건조한 디에틸 에테르 100ml 정도를 첨가하여 잘 섞어준 다음 고체물질을 여과하여 제거하고, 남은 액상 물질은 증류하여 테트라에톡시실란 20.1g(초기 Si 함량을 기준으로 43.3%의 수득율)을 얻었다.
- [0061] 이상에서 설명한 것은 본 발명을 실시하기 위한 하나의 실시예에 불과한 것으로서, 본 발명은 상기한 실시예에 한정되지 않고, 이하의 특허청구범위에서 청구하는 바와 같이 본 발명의 요지를 벗어남이 없이 당해 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 누구든지 다양한 변경 실시가 가능한 범위까지 본 발명의 기술적 정신이 있다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

