



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 206 394

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28. 11. 79
(21) PV 8193-79

(11)(B 1)

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/02

(40) Zveřejněno 29. 08. 80
(45) Vydáno 15. 10. 83

(75)

Autor vynálezu ČAPKA MARTIN ing. CSc. a HETFLEJŠ JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54)

Způsob výroby trichlor(oktadecyl)silanu a dichlor(methyl)(oktadecyl)silanu

1

Vynález se týká způsobu výroby trichlor(oktadecyl)silanu a dichlor(methyl)(oktadecyl)silanu adicí trichlorsilanu, příp. dichlor(methyl)silanu k oktadecenu.

Je známo, že trichlor(oktadecyl)silan a dichlor(methyl)oktadecylsilan lze připravit reakcí oktadecylmagnesiumbromidu s tetrachlorsilánem a trichlor(methyl)silanem. Tato reakce je nevýhodná v tom, že vyžaduje práci s velkým množstvím diethyletheru a zdlouhavou extrakci vzniklých anorganických solí. Vzhledem k obtížné přípravě a nízké reaktivitě oktadecylmagnesiumbromidu výtěžky jen málokdy přesahují 50 % a v reakčních produktech jsou přítomny oktadekan a oktadecylbromid, které vzhledem k jejich vysoké teplotě varu lze velmi obtížně oddělit od žádaných produktů.

Výhodnější je příprava oktadecylsubstituovaných silanů hydrosilylací oktadecenu v přítomnosti komplexů přechodných kovů, obvykle kyseliny chloroplatičité, ale i v tomto případě - zvláště při požadavku vysoké konverze - je reakce zdlouhavá.

Tak adice chlor(methyl)silanů k oktadecenu v přítomnosti kyseliny chloroplatičité trvá až dva týdny (US pat. č. 3 567 754) a v nepřítomnosti katalyzátoru vyžaduje zahřívání na 300°C za tlaku 2,5 MPa (J. Amer. Chem. Soc. 69, 2916 (1947)).

Způsob výroby podle vynálezu odstraňuje uvedené nevýhody v tom, že reakce probíhá za teplot do 130°C, není zapotřebí pracovat v tlakových nádobách, reakční doba nepřesahuje dvě směny a je dosaženo téměř 100 % ní konverze oktadecenu. Vysoká konverze je velkou výhodou pro dosažení vysoké čistoty produktu, neboť nezreagovaný vysokovroucí oktadecen (teplota va-

ru 314°C) se destilací jen velmi obtížně odstraňuje od produktu o ještě vyšší teplotu varu.

Podle vynálezu lze výrobu trichlor(oktadecyl)silanu a dichlor(methyl)oktadecylsilanu reakcí oktadecenu s trichlorsilanem resp. dichlor(methyl)silanem provést s oběma reaktanty ve stechiometrických poměrech (výhodný je mírný, 10-50 %ní přebytek silanu, který nezreagovaný je po reakci získán zpět) v přítomnosti katalyzátoru sestávajícího z kyseliny chloroplatické (výhodně rozpuštěné v isopropanolu na 0,1 N roztok) a difenylsilanu (výhodně přidávaného in subst.). Vzájemný poměr kyseliny chloroplatické, oktadecenu a difenylsilanu závisí na reakční teplotě, způsobu přidávání, množství reakčních komponent, čistotě reaktantů a intenzitě míchání a chlazení. Obvykle je používán molární poměr $\text{Pt} : \text{C}_{18}\text{H}_{36} = 1 : 10^3$ až $1 : 10^5$ a $\text{Pt} : \text{SiC}_{12}\text{H}_{12} = 1 : 0,5$ až $1 : 100$, reakci lze však provést i při poměrech mimo toto rozmezí. Je rovněž možné postupovat tak, že v počátečním stadiu reakce je přidávána pouze kyselina chloroplatická a teprve při poklesu rychlosti reakce se použije přídatku kokatalyzátoru.

Trichlor(oktadecyl)silan a dichlor(methyl)(oktadecyl)silan připravené podle vynálezu se používají jako modifikační činidla pro úpravu nosičů v kapalinové chromatografii i pro modifikaci vlastností anorganických materiálů pro jiné technické aplikace.

Příklad 1

Do reakční nádoby bylo předloženo 1035 ml oktadecenu a 2,5 ml 0,1 M roztoku kyseliny chloroplatické v isopropanolu. K této směsi bylo při 100°C přikapáváno 395 ml dichlor(methyl)silanu. Reakce sice zpočátku probíhala prudce, její rychlost však rychle klesala a proto byla po 250 a 330 ml dichlor(methyl)silanu do roztoku přidána směs 1,2 ml 0,1 M roztoku kyseliny chloroplatické a 0,3 ml difenylsilanu, po jejímž přidání se reakce znovu rozběhla. Po skončení přidávání byla směs zahřívána ještě 14 h na teplotu 100°C. Dle chromatografické analýsy množství nezreagovaného oktadecenu nepřesáhlo 4 %. Vakuovou destilací bylo získáno 990 g (83 %) čistého dichlor(methyl)oktadecylsilanu.

Příklad 2

Do 2,5 l sulfonační baňky bylo předloženo 1010 ml 1-oktadecenu a 2,5 ml 0,1 M roztoku kyseliny chloroplatické v isopropanolu. Směs byla zahřívána na 100°C a bylo přikapáváno 380 ml trichlorsilanu, po přidání 250 ml trichlorsilanu byla ještě přidána směs 0,9 ml 0,1 M H_2PtCl_6 v isopropanolu a 0,25 ml difenylsilanu. Poté byla směs zahřívána na 110°C po 12 hodin. Vakuovou destilací bylo získáno 1030 g (84 %) čistého trichlor(oktadecyl)silanu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby trichlor(oktadecyl)silanu a dichlor(methyl)(oktadecyl)silanu adicí trichlorsilanu příp. dichlor(methyl)silanu k oktadecenu katalyzovanou sloučeninami platiny vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti katalyzátoru vytvořeného z difenylsilanu a kyseliny chloroplatické.