



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

241 605

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 10 83
(21) PV 7716-83

(51) Int. Cl.

C 07 F 7/14

(40) Zveřejněno 22 08 85
(45) Vydáno 01 01 88

(75)
Autor vynálezu:

ČAPKA MARTIN ing. CSc.;
CZAKOVÁ MARIE ing., PRAHA

(54)

Způsob výroby trichlor(oktyl)silanu a dichlor-
(methyl)(oktyl)silanu

Vynález se týká způsobu výroby trichlor(oktyl)silanu a dichlor(methyl)(oktyl)silanu adicí trichlorsilanu, respektive methyldichlorsilanu k oktenu za katalysy katalyzátorem vytvořeným z difenylsilanu a kyseliny chloroplatičité, přičemž jako katalyzátor je také možné použít destilační zbytek, získaný z předchozí vsádky oddestilováním výchozích látek a produktů reakce. Vzniklé oktyl-substituované chlorsilany jsou vhodná modifikační činidla pro úpravu anorganických látek pro řadu technických aplikací, zejména jsou vhodná pro úpravu náplní pro kapalinovou chromatografii.

241 805

Vynález se týká výroby trichlor(oktyl)silanu a dichlor(methyl)(oktyl)silanu adicí trichlorsilanu nebo dichlormethylsilanu k oktenu.

Je známo, že trichlor(oktyl)silan a dichlor(methyl)(oktyl)silan lze připravit adicí trichlorsilanu nebo dichlormethylsilanu k oktenu. Reakce je uskutečňována buď zahříváním obou komponent na teplotu převyšující 200°C - nebo častěji přídavkem katalyzátorů na bázi přechodných kovů - obvykle přídavkem kyseliny chloroplatické. Tento způsob má však nevýhodu v nedefinované indukční periodě, což při exothermitě hydrosilylační reakce mnohdy vede k prudkému zvýšení teploty, a tím obtížnému zvládnutí průběhu reakce, rovněž tento katalyzátor se někdy deaktivuje ještě před dosažením vysokého stupně konverze. Vysokých výtěžků lze dosáhnout použitím γ -záření (J. Amer. Chem. Soc. 80, 1737 (1958), které je však pro výrobní účely nevhodné, stejně jako katalysa citlivými a obtížně přístupnými fosfinovými komplexy nulmocného paladia (NSR zveř. spis 1 942 798). Většina postupů rovněž používá vysoký, často až trojnásobný přebytek trichlorsilanu (J. Amer. Chem. Soc. 79, 6536 (1977)), což rovněž komplikuje výrobní proces.

Způsob výroby podle vynálezu, který odstraňuje uvedené nevýhody používá katalyzátoru vytvořeného z kyseliny chloroplatické a difenylsilanu. Reakce vyžaduje pouze malý přebytek trichlorsilanu, nebo methyldichlorsilanu, probíhá bez indukční periody v beztlakové nádobě a během několika hodin je ukončena. Katalyzátor je tak stabilní, že jej lze po oddestilování níževroucích látek použít v další vsádce. Odstranění výchozích látek a produktů reakce však nemusí být kvantitativní.

Podle vynálezu lze výrobu trichlor(oktyl)silanu a dichlor(methyl)(oktyl)silanu provést s oběma reaktanty ve stechiometric-

kém množství, výhodný je mírný (10 až 30 %ní) přebytek silanu, který je po reakci znovu získán zpět a může být použit v následující vsádce v přítomnosti směsného katalyzátoru, který je tvořen kyselinou chloroplaticitou (výhodně rozpuštěnou v isopropanolu, nebo tetrahydrofuranu) a difenylsilanem (výhodně přidávaného in subst.). Vzájemný poměr kyseliny chloroplaticité, 1-oktenu a difenylsilanu závisí na čistotě reakčních komponent, reakční teplotě, požadované době reakce, způsobu přidávání a intenzitě míchání a chlazení, obvykle je používán poměr platiny a oktenu $1:1 \cdot 10^3$ až $1:10^5$ a vzájemný poměr platiny a difenylsilanu = $1:0,4$ až $1:100$, reakci lze však provést i při poměrech mimo tato rozmezí. Obvykle se obě komponenty katalyzátoru přidávají do reakční směsi současně, tento způsob přidávání však není podmínkou.

Trichlor(oktyl)silan a dichlor(methyl)(oktyl)silan připravené podle vynálezu se používají jako modifikační činidla pro úpravu anorganických materiálů pro řadu technických aplikací, zejména jsou vhodné pro přípravu náplní pro kapalinovou chromatografii.

Dále uvedené příklady charakterizují látky podle vynálezu, aniž by vymezovaly nebo omezovaly. Navážky jsou uvedeny v objemových dílech.

Příklad 1

Do reakční nádoby bylo předloženo 987 dílů 1-oktenu a 1,4 dílů 0,1 M roztoku kyseliny chloroplaticité v tetrahydrofuranu a 1 díl difenylsilanu, směs byla zahřáta na 130°C a bylo k ní postupně přidáno 792 dílů trichlorsilanů. Po skončeném přidávání byla směs ještě udržována ve varu po 4 h. Dle chromatografické analýsy obsah nezreagovaného oktenu v reakční směsi nepřesáhl 5 % a vakuovou destilací byl získán trichlor(oktyl)silan ve výtěžku 93 %. Destilační zbytek obsahující katalyzátor byl bez úprav použit v příkladu 2.

Příklad 2

K destilačnímu zbytku po oddestilování trichlor(oktyl)silanu podle postupu popsáném v příkladu 1 bylo přidáno 500 dílů 1-oktenu, směs byla zahřáta na 70°C a bylo k ní postupně přidáno 384 dílů trichlorsilanu. Po skončeném přidávání byla směs udržována po 4 h. v mírném varu. Vakuovou destilací byl poté získán trichlor(oktyl)silan ve výtěžku 92 %.

Příklad 3

241 605

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo trichlorsilanu byl použit methyldichlorsilan. Vakuovou destilací byl získán dichlor(methyl)(oktyl)silan ve výtěžku 89 %.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

241 805

1. Způsob výroby trichlor(oktyl)silanu a dichlor(methyl)(oktyl)silanu adicí trichlorsilanu resp. methyldichlorsilanu k oktenu katalysovanou sloučeninami platiny, vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti katalyzátoru vytvořeného z difenylsilanu a kyseliny chloroplatické.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že jako katalyzátor se použije destilační zbytek získaný z předchozí vsádky oddestilováním výchozích látek a produktů reakce.