



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

195648

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 28 06 78
/21/ /PV 4247-78/

(10) Zverejnené 31 05 79

(45) Vydané 15 04 82

(51) Int. Cl.³
C 07 F 7/10
C 07 D 233/56

(75)

Autor vynálezu

FORRÓ JURAJ a FLOROVIČ STANISLAV ing., TRNAVA

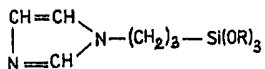
(54) N-trialkoxysilylpropylimidazoly

1

Vynález sa týka nových N-trialkoxysilylpropylimidazolov a ich hydrochloridov.

Organokremičité zlúčeniny našli široké použitie v priemysle silikátov, kde sa používajú k silylácii rôznych druhov skiel za účelom zlepšenia ich antistatických, hydrofóbných a iných vlastností. Známe sú rôzne substituované trialkoxysilany a trialkylsilany obsahujúce heterocyklické funkčné skupiny. Japonský dokument publikovaný bez prieskumu č. 51-18949 popisuje prípravu 1,2-bis(trimetylsilyl)imidazolu. Čs. aut. osv. č. 152 687 popisuje spôsob prípravy nových kvartérnych solí, napr. trietoxysilylmetyl-etylpyrrolidiniumbromidu. DE patent č. 2 308 591 popisuje 2,4-dienoxy-6-/alkoxysilylalkylamino/-S-triazíny. DD patent č. 127 175 popisuje použitie nových organokremičitých glyoxilidínov ako väzbových prostriedkov.

Vynález popisuje nové N-trialkoxysilylpropylimidazoly obecného vzorca



v ktorom znamená R metyl alebo etyl a ich hydrochloridy.

Prípravu týchto nových zlúčenín možno prevádzať kondenzáciou imidazolu s príslušnými gama-chlórpropyltrialkoxysilanmi, prípadne za prítomnosti akceptora chlorovodíka. Pri štúdiu aplikačných vlastností týchto zlúčenín na úpravu sklenených vlákien sa zistilo, že vykazujú antistatické vlastnosti

2

a zlepšujú odolnosť vlákien voči abrázii. Z technologických vlastností je zaujímavý ich vplyv na zvýšenie tuhosti vlákien, čím sa uľahčí ich spracovanie sekaním. Pretože sú výborne rozpustné vo vode za súčasnej ich hydrolýzy, možno ich aplikovať pri úprave plniv bežným spôsobom z vodných systémov. Vynález je ďalej objasnený formou príkladov.

P r í k l a d 1

Príprava N-trimetoxysilylpropylimidazolu

Násada:

34,04 g	/0,5 mólu/	imidazol
99,36 g	/0,5 mólu/	gama-chlórpropyltrimetoxysilan
50,6 g	/0,5 mólu/	trietylamin
300 g		dioxán

Do sklenenej banky s miešadlom, spätným chladičom so sušiacou rúrkou, kontaktným teplomerom a oddeľovacím lievikom sa vložil dioxán, imidazol a trietylamin. K reakčnej zmesi sa za miešania pri teplote refluxu pridal silan. Reakcia sa nechala prebiehať pri teplote refluxu 3 hodiny. Po ochladení sa vzniknutý hydrochlorid trietylaminu odfiltroval a z filtrátu bol oddestilovaný za atmosférického tlaku dioxán a prchavé podiely do 160 °C. Destilačný zvyšok poskytol 100 g čírejš, mierne nažltlej kvapaliny, ktorá podľa analýzy odpovedá uvedenému silanu.

$n_D^{20} = 1,4903$

$d_4^{20} = 1,1538$

Elementárna analýza pre $C_9H_{18}N_2O_3Si$ /mol.
hmotnosť - 230,34/

Vypočítané: 12,19 % Si; 12,16 % N
Stanovené : 13,01 % Si; 11,30 % N

Pr í k l a d 2

Príprava hydrochloridu N-trimetoxysilylpropylimidazolu

Násada:

34,04 g /0,5 mólu/ imidazol
99,36 g /0,5 mólu/ gama-chlórpropyltrimetoxysilan

Do aparatury popísanej v príklade 1 sa vložil silan a imidazol. Obsah banky sa za miešania pomaly zahrieval. Pri teplote 130 až 140 °C naskočila exotermická reakcia, v dôsledku ktorej vystúpila teplota samovoľne až na 180 °C. Potom sa reakčná zmes nechala doreagovať pri 150 °C 1 hodinu. Vzniknutý hydrochlorid je viskózný žltohnedej farby s $n_D^{20} = 1,4930$.

Analýza chloridov: vypočítané - 13,28 %
stanovené - 13,85 %

Pr í k l a d 3

Príprava N-trietoxysilylpropylimidazolu

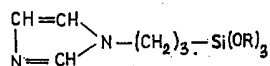
Násada:

34,04 g /0,5 mólu/ imidazol
106,3 g /0,5 mólu/ gama-chlórpropyltrietoxysilan
50,6 g /0,5 mólu/ trietylamin
300 g dioxán

Do aparatury popísanej v príklade 1 sa vložil dioxán, imidazol, trietylamin a za miešania sa pomaly pri refluxe pridal silan. Po 3 hodinách zahrievania pri refluxe sa po ochladení odfiltroval hydrochlorid trietylaminu a z filtrátu sa do teploty 160 °C oddestiloval dioxán a prchavé podiely. Týmto spôsobom sa pripravilo 115 g N-trietoxysilylpropylimidazolu /mol. hmotnosť - 272,42/ s 9,8 % Si a 9,5 % N.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

N-trialkoxysilylpropylimidazoly obecného vzorca



v ktorom znamená R metyl alebo etyl a ich hydrochloridy.