



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

213 696

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06 11 80
(21) FV 7526-80

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/10

(40) Zveřejněno 31 07 81
(45) Vydáno 01 04 84

(75)
Autor vynálezu

ČAPKA MARTIN ing.CSc.,
RMOUTIL MIROSLAV ing.,
HETFLEJŠ JIŘÍ ing.CSc., PRAHA

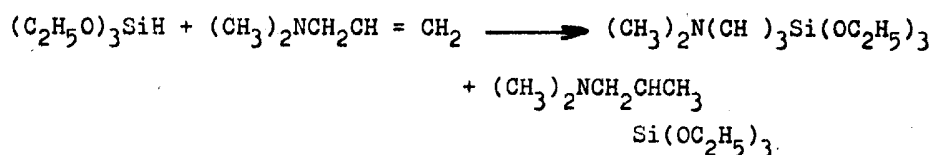
(54) Způsob výroby organofunkčních alkoxysilanů

Vynález se týká hydrosilylace allyl-
dimethylaminu trietoxysilanem nebo dieto-
xymetylsilanem.

Uvedená hydrosilylace allyldimetyla-
minu se provádí podle vynálezu trietoxy-
silanem nebo dietoxymetylsilanem v pří-
tomnosti tris(trifenylfostan)chlorerhod-
ného komplexu, případně v přítomnosti
di-u, u'-chloro-bis(dikarbonylrhodného)
komplexu. Tuto reakci lze provádět bez
rozpouštědla, příp. v apretickém roz-
pouštědle, výhodně za zvýšené teploty a
v přítomnosti uvedených katalyzátorů. Po-
měr reaktantů se řídí stechiometrií reak-
ce, lze ji však provést i s přebytkem
některého z reaktantů. Podstata vynálezu
je vysvětlena čtyřmi příklady.

Vynález se týká způsobu výroby organofunkčních alkoxyasilanů.

Je známo, že dimethylaminoalkylsubstituované alkoxyasilany jsou vhodnými činidly pro funkcionalisaci anorganických materiálů pro potřeby heterogenisace komplexů přechodných kovů, kapalinové a afinitní chromatografie atd. Jedním z takových činidel jsou i dimethylaminopropylethoxysilany. Dosud se připravují obtížnou reakcí bezvodého dimethylaminu a 3-chlorpropylethoxysilany za tlaku, nebo beztlakovou hydrosilylací allyldimethylaminu alkoxyasilany. Výlučně používaný katalyzátor kyselina chloreplatičitná, má však tu nevýhodu, že takto katalysovaná reakce neposkytuje pouze očekávaný 3-isomer, ale i produkt s rozvětveným řetězcem, který prakticky nelze z reakční směsi oddělit (příklad 3).



Uvedená nevýhoda při výrobě organofunkčních alkoxyasilanů hydrosilylací allyldimethylaminu triethoxysilanem nebo diethoxymethylsilanem je odstraněna způsobem podle vynálezu, dle něž se reakce provádí v přítomnosti tris(trifenylofosfan)chloretrhodného komplexu případně v přítomnosti di- μ , μ' -chloro-bis(dikarbonylrhodného) komplexu. V přítomnosti tris(trifenylofosfan)chloretrhodného komplexu probíhá hydrosilylace ve vysokých výtežcích za tvorby 3-isomeru, zatímco vznik 2-isomeru je prakticky potlačen. Naopak použití di- μ , μ' -chloro-bis(dikarbonylrhodného) komplexu jako katalysátoru zvyšuje podíl 2-isomeru do té míry, že umožňuje jeho izolaci a aplikaci pro speciální účely.

Reakci lze provádět bez rozpouštědla, případně v aprotickém rozpouštědle, výhodně za zvýšené teploty a v přítomnosti uvedených katalyzátorů. Poměr reaktantů se řídí stechiometrií reakce; lze ji však provést i s přebytkem některého z reaktantů.

Dále uvedené příklady charakterizují provedení podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly. Navážky jsou v hmotnostních dílech.

Příklad 1

Do reakční nádoby bylo vloženo 550 dílů allyldimethylaminu, 6 dílů tris(trifenylofosfan)chloretrhodného komplexu a za zahřívání bylo přidáno 1150 dílů triethoxysilanu. Po odeznění exothermické reakce byla směs ještě zahřívána po 2 hodiny na 140 °C. Pomocí chromatografické analýzy bylo v reakční směsi nalezeno 80 hmot. % 3-(dimethylamino)-propyltriethoxysilanu a 1 hmot. % 1-methyl-2-(dimethylamino)ethyltriethoxysilanu.

Příklad 2

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo tris-(trifenylofosfan)chloretrhodného komplexu byly použity 3 díly di- μ , μ' -chloro-bis(dikarbonylrhodného) komplexu. V reakční směsi bylo nalezeno 36 hmot. % 3-(dimethylamino)propyltriethoxysilanu a 42 hmot. % 1-methyl-2-(dimethylamino)-ethyltriethoxysilanu.

213 896

Příklad 3

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo tris-(trifenylfosfan)chlororhodného komplexu byly použity 2 díly kyseliny chloroplatické ve 200 dílech tetrahydrofuranu. V reakční směsi bylo nalezeno 70 hmot. % 3-(dimethylamino)-propyltriethoxysilanu a 5 hmot. % 1-ethyl-2-(dimethylamino)ethyltriethoxysilanu.

Příklad 4

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo triethoxysilanu bylo použito 940 díků diethoxymethylsilanu. V reakční směsi bylo nalezeno 65 hmot. % 3-(dimethylamino)-propyldiethoxy(methyl)silanu a 2 hmot. % 1-methyl-2-(dimethylamino)ethyldiethoxy(methyl)silanu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby organofunkčních alkoxysilanů hydrosilylací allyldimethylaminu triethoxysilanem nebo diethoxymethylsilanem, vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti tris(trifenylfosfan)chlororhodného komplexu případně v přítomnosti di - μ , μ' - chloro-bis(dikarbenylrhodného) komplexu.