

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

115 678

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl². B01J 31/28

Zgłoszono: 11.09.78 (P.209528)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 19.11.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1983

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej
Ludowej

Twórcy wynalazku: Zygmunt Władysław Kornetka, Jan Bartz,
Jerzy Langer, Bogdan Marciniec

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet im. Adama Mickiewicza, Poznań (Polska)

Homogeny katalizator platynowy do reakcji hydrosililowania chlorku allilu tróchlorosilanem oraz sposób wytwarzania homogennego katalizatora platynowego do reakcji hydrosililowania chlorku allilu tróchlorosilanem

Przedmiotem wynalazku jest homogeny katalizator platynowy do reakcji hydrosililowania chlorku allilu tróchlorosilanem oraz sposób jego wytwarzania.

Do reakcji addycji tróchlorosilanu do chlorku allilu stosowano dotychczas kwas sześciochloroplatynowy w izopropanolu (J.L.Speier, J.A.Webster, J.Am.Chem.Soc.79, 974 (1957)), kwas sześciochloroplatynowy w cykloheksanonie (opis patentowy RFN nr 2131741), kwas sześciochloroplatynowy w czterowodorofuranie (V.S.Puchnarevic, M.G.Voronkov, V.Chvalevsky, Coll.Czech.Chem.Comm., 39 2616 (1974)), kwas sześciochloroplatynowy (opis patentowy St. Zjedn. Am. nr 3780127), dwuchlorodwu/ acetyloacetonian/ platyny/IV/ (opis japoński nr 7524947) oraz kompleksy heterogenizowane takie jak cztero/trójfenylofosfino/ platyna /O/ osadzona na manitolu (opis patentowy NRD nr 117021), kwas sześciochloroplatynowy osadzony na kopolimerze styrenowo-dwuwinylowym z grupami dwufenylofosfinometylenowymi (czeskosłowacki opis patentowy nr 157917), kwas sześciochloroplatynowy osadzony w obecności wodorosiarczyny sodowej na dwufenylofosfino-etylosilosekwioksanie (zgłoszenie patentowe RFN nr 2330308). W mniejszym stopniu stosowano do tego celu kompleksy rodu, takie jak dwuchlorodwukarbonylodwurod oraz kompleksy rodu osadzone na polimerach (opis patentowy NRD nr 103902).

Według wynalazku okazało się, że skutecznym katalizatorem do reakcji addycji tróchlorosilanu do chlorku allilu jest kompleks platyny z alkoholem allilowym w postaci roztworu w alkoholu allilowym albo kompleks platyny z alkoholem allilowym i octanem allilu w roztworze octanu allilu.

Przedmiotem wynalazku jest także sposób wytwarzania homogennego katalizatora platyny przeznaczonego do reakcji addycji tróchlorosilanu do chlorku allilu. W sposobie tym kwas sześciochloroplatynowy w postaci roztworu wodnego poddaje się działaniu nadmiaru alkoholu allilowego, przy czym z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wodę.

Korzystnie jest, gdy w sposobie według wynalazku do mieszaniny reakcyjnej dodaje się benzen, który następnie oddestylowuje się wraz z wodą i częścią alkoholu allilowego.

Skuteczny katalizator otrzymuje się według wynalazku również, jeżeli kwas sześciochloroplatynowy w postaci roztworu w mieszaninie wody i alkoholu allilowego poddaje się reakcji kompleksowania octanem allilowym, przy czym z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wodę. Również w tym przypadku dla ułatwienia usunięcia wody wprowadzać można do mieszaniny reakcyjnej benzen.

Sposób według wynalazku wyjaśniono poniższymi przykładami:

Przykład I. Przygotowano mieszaninę kwasu sześciochloroplatynowego zawierającą 0,100 g Pt w 1,167 ml roztworu wodnego, 15 ml alkoholu allilowego i 5 ml benzenu, którą ogrzewano przez okres czterech godzin w temperaturze 59°C na łaźni olejowej pod ciśnieniem 3865,7 Pa. Na szczycie kolumny utrzymywano temperaturę par 26°C. Po tym czasie podwyższono temperaturę łaźni olejowej do 64–67°C utrzymując temperaturę par przy 44°C. Ogrzewanie kontynuowano w czasie 3,5 godziny. Pozostałą w kolbie ciecz uzupełniono do objętości 10,0 ml bezwodnym alkoholem allilowym. Tym sposobem otrzymano katalizator platynowy w postaci kompleksu powstałego z kwasu sześciochloroplatynowego i alkoholu allilowego, rozpuszczony w alkoholu allilowym, zawierający 10 mg Pt w 1 ml roztworu.

Przykład II. Mieszaninę kwasu sześciochloroplatynowego o zawartości 0,100 g Pt w 1,167 ml roztworu wodnego, 15 ml octanu allilu, 6 ml alkoholu allilowego i 5 ml benzenu, ogrzewano w ciągu czterech godzin na łaźni olejowej w temperaturze 64°C pod ciśnieniem 3724–3999 Pa utrzymując u szczytu kolumny temperaturę par 36°C. Następnie podniesiono temperaturę łaźni do 70°C (temperatura par 44°C) przy tym samym ciśnieniu i utrzymywano ją przez okres 3,5 godziny. Wydzielającą się wodę usuwano azeotropowo. Pozostały roztwór uzupełniono do objętości 10,0 ml bezwodnym octanem allilu, otrzymując katalizator o stężeniu 0,100 g Pt ($5 \cdot 10^{-4}$ m) w 10,0 ml octanu allilu.

Przykład III. Mieszaninę 200 ml (0,2 m) trójchlorosilanu, 16,4 ml (0,2 m) chlorku allilu i $2 \cdot 10^{-5}$ m Pt w postaci kwasu sześciochloroplatynowego w alkoholu allilowym otrzymanej według przykładu I nie mieszając ogrzewano przez okres dwóch godzin do temperatury 53°C. W tej temperaturze reakcja rozpoczęła się w sposób zauważalny. Ogrzewanie zewnętrzne przerwano i po czasie 44 minut temperatura mieszaniny wzrosła do 75°C. Po osiągnięciu tej temperatury, ponownie podjęto ogrzewanie zewnętrzne utrzymując układ w 75°C przez okres trzech godzin. Wydajność adduktu 55,5%.

Przykład IV. Mieszaninę 0,2 m trójchlorosilanu (20,0 ml), 0,2 m chlorku allilu (16,4 ml), $2 \cdot 10^{-5}$ m Pt w postaci H_2PtCl_6 w octanie allilu otrzymanym według przykładu II, ogrzewano nie mieszając przez okres 80 minut do temperatury 51°C. W tej temperaturze reakcja rozpoczęła w sposób zauważalny swój bieg i usunięto zewnętrzne ogrzewanie. Po 30 minutach temperatura układu wzrosła do 78°C. Po osiągnięciu tej temperatury podjęto ogrzewanie zewnętrzne utrzymując je przez okres trzech godzin. Wydajność uzyskanego adduktu 53,1%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Homogeny katalizator platynowy do reakcji hydrosililowania chlorku allilu trójchlorosilanem, z n a m i e n n y t y m, że stanowi go kompleks platyny z alkoholem allilowym w postaci roztworu w alkoholu allilowym.

2. Homogeny katalizator platynowy do reakcji hydrosililowania chlorku allilu trójchlorosilanem, z n a m i e n n y t y m, że stanowi go kompleks platyny z alkoholem allilowym i octanem allilu, rozpuszczony w octanie allilu.

3. Sposób wytwarzania homogenego katalizatora platynowego do reakcji hydrosililowania chlorku allilu trójchlorosilanem, z n a m i e n n y t y m, że kwas sześciochloroplatynowy w postaci roztworu wodnego poddaje się działaniu nadmiaru alkoholu allilowego, po czym z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wodę.

4. Sposób według zastrz. 3; z n a m i e n n y t y m, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się benzen, który następnie oddestylowuje się w postaci azeotropu z wodą i alkoholem allilowym.

5. Sposób wytwarzania homogenego katalizatora platynowego do reakcji hydrosililowania chlorku allilu trójchlorosilanem, z n a m i e n n y t y m, że kwas sześciochloroplatynowy w postaci roztworu w mieszaninie wody i alkoholu allilowego poddaje się reakcji kompleksowania z octanem allilowym, przy czym z mieszaniny reakcyjnej usuwa się wodę.

6. Sposób według zastrz. 5, z n a m i e n n y t y m, że do mieszaniny reakcyjnej dodaje się benzen, który następnie oddestylowuje się w postaci azeotropu wraz z wodą i alkoholem allilowym.