



Patent dodatkowy
do patentu 55 955

Zgłoszono: 21.IV.1966 (P 114 162)

Pierwszeństwo: 01.III.1966 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 30.X.1968

Kl. 12 o, 26/03

MKP C 07 f 71/12

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr Richard Müller, dr Christian Dathe,
mgr Manfred Dressler

Właściciel patentu: Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie, Ra-
debeul (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania soli kwasów organofluorokrzemowych

1

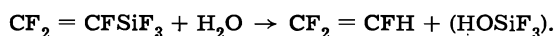
Przedmiotem patentu nr 55955 jest sposób wytwarzania soli kwasów organofluorokrzemowych.

Sposób polega na tym, że organotrójfluorosilany przeprowadza się w odpowiednie związki kompleksowe przez poddawanie ich reakcji z solami kwasu fluorowodorowego, zwłaszcza z solami metali alkalicznych lub z solami amonowymi. Następuje przy tym wytrącanie się związków stałych, częściowo dobrze krystalizujących, albo związki te wytrąca się za pomocą dodawania alkoholu i od-
dziela.

Sposób powyższy jest ograniczony do wytwarzania organopięćfluorokrzemianów, a to z uwagi na bardzo małą wydajność uzyskiwania tym sposobem soli kwasów organofluorokrzemowych o więcej niż czterech lub pięciu atomach fluoru na jeden atom krzemu.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nadfluorowinylofluorokrzemianów zawierających pięć i więcej atomów fluoru na jeden atom krzemu.

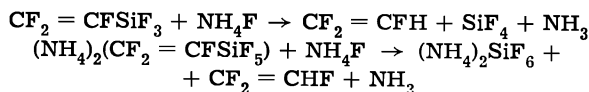
Jak wiadomo, w roztworze wodnym, w obecności fluorków amonu i fluorków metali alkalicznych występuje w nadhalogeno-alkilo-trójfluorosilanach samorzutne odszczepienie grupy alkilowej. Nadfluorowinylo-trójfluorosilan reaguje na przykład na-
stępująco:



Również CCl_3 i $(\text{F}_3\text{Si})_2\text{CCl}_2$ odszczepiają się w ten sposób. (R. Müller i S. Reichel, Chem. Ber. 98, 3874

2

(1965). W związku z tym, w środowisku wodnym nie można wytworzyć na przykład nadfluorowinylopięćfluorokrzemianu amonu $\text{Na}(\text{CF}_2 = \text{CFSiF}_3)$. Natomiast w niepolarnych rozpuszczalnikach organicznych, nie zawierających wody, jak acetonitryl, można wytworzyć nadfluorowinylo-pięćfluorokrzemian amonu $(\text{NH}_4)_2(\text{CF}_2 = \text{CFSiF}_3)$ z nadfluorowinylo-trójfluorosilanu i bezwodnego fluorku amonu, jednakże z małą wydajnością, ponieważ zgod-
nie z następującym schematem



występują w znacznym stopniu reakcje uboczne.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że można otrzymać nadfluorowinylo-fluorokrzemianu z wydajnością ponad 90%, jeżeli poddaje się reakcji $\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_3$ zamiast z fluorkiem amonu z uprzednio wysuszonymi fluorkami metali alkalicznych, na przykład z NaF albo KF, w bezwodnym acetonitrylu.

Jeżeli do suchego fluorku sodu wkrapla się przy stałym mieszanu roztwór fluorosilanu w acetonitrylu oziębiony do temperatury od -20° do -25°C , to po zakończeniu reakcji uzyskuje się sól kompleksową z bardzo wysoką wydajnością.

Organofluorokrzemiany wytwarza się również przez wprowadzenie fluorosilanu do poddawanej mieszaniny zawiesiny fluorku w acetonitrylu w

temperaturze pokojowej. W zależności od warunków, korzystne jest odprowadzanie ciepła wydzielającego się w trakcie reakcji przez zastosowanie oziębienia.

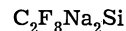
Wysuszone sole kompleksowe znajdują zastosowanie takie jak inne organofluorokrzemiany. W wodzie nie są one zbyt trwałe.

Organofluorokrzemiany są korzystnymi produktami wyjściowymi do tworzenia związków organicznych z solami metali ciężkich lub do redukcji soli metali ciężkich i mogą być stosowane do oczyszczania trójpodstawionych organosilanów, ewentualnie do ich oddzielania od jedno- lub dwupodstawionych organosilanów.

Przykład I. 7,5 g NH_4F miesza się w ciągu kilku godzin z ochłodzonym do temperatury -20° do -25°C roztworem 17 g $\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_3$ (temperatura wrzenia -20°C) w 100 ml acetonitrylu w temperaturze około -25°C . Po zakończeniu reakcji odsąca się osadzające się sole i osusza je na talerzu glinianym. Wydajność procesu wynosi około 14 g. Analiza wykazuje następujący skład: 20% $(\text{NH}_4)_2(\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_5)$, 10% NH_4F i 70% $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$.

Przykład II. 8 g NaF miesza się przez dłuższy czas w temperaturze -25°C z roztworem 21 g $\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_3$ w acetonitrylu. Wytrąconą sól kompleksową w postaci galaretowatej masy odsąca się

i osusza na talerzu glinianym. Wydajność surowego produktu wynosi 24 g. Analiza wyników:



obliczono: C 9,6%, Na 18,4%, Si 11,2%,
znaleziono: C 8,88%, Na 18,6%, Si 10,6%.

Zgodnie z tym sól ma następujący skład:

92% $\text{Na}_2(\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_5)$, 5,3% NaF i 2,7% Na_2SiF_6 .

Przykład III. 6 g KF wysuszonych w temperaturze 400°C poddaje się reakcji sposobem opisanym w przykładzie II z 11 g $\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_3$ w 100 ml acetonitrylu. Po odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się 10 g soli. Analiza wykazuje następujący skład: 84% $\text{K}_2(\text{C}_2\text{F}_3\text{SiF}_5)$, 13,5% KF i 2,5% K_2SiF_6 .

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania soli kwasów organofluorokrzemowych przez reakcję organofluorokrzmianów z solami kwasu fluorowodorowego według patentu nr 55955, **znamienny tym**, że na nadfluorowinylotrójfluorosilan działa się solami kwasu fluorowodorowego w środowisku bezwodnego acetonitrylu.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako sole kwasu fluorowodorowego stosuje się fluorki metali alkalicznych.