



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

1969 17
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 F 7/12

(21) (PV 8996—77)
(22) Přihlášeno 29 12 77

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 30 10 81

(75)

Autor vynálezu: SVOBODA PETR RNDr. CSc. a HETFLEJŠ JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby (3-chlorpropyl)trichlorsilanu a (3-chlorpropyl)-methyldichlorsilanu

Vynález se týká způsobu 3-chlorpropylsubstituovaných silanů adicí trichlorsilanu nebo methyldichlorsilanu k allylchloridu, katalyzovanou dvousložkovým katalytickým systémem obsahujícím kyselinu chloroplaticitou a kyselinu karboxylovou.

Při reakci trichlorsilanu s allylchloridem za katalýzy kyselinou chloroplaticitou dochází ke tvorbě vedlejších produktů, chloridu křemičitého a propylenu. Tím se snižuje výtěžek žádaného (3-chlorpropyl)trichlorsilanu, který se pohybuje kolem 50 % (Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Chim. 1960, 2140 uvádí výtěžek 39 %, Collect. Czech. Chem. Commun. 1972, 37, 3885 uvádí výtěžek 44 %). Je známo, že přídavky některých kokatalyzátorů zvyšují selektivitu uvedených reakcí. Tak bylo nalezeno (Čs. A.O. č. 176 909, 176 910 a 187 167), že výtěžky (3-chlorpropyl)trichlorsilanu a (3-chlorpropyl)methyldichlorsilanu lze zvýšit za použití kyseliny chloroplaticité a ligandu obsahujícího dusík, fosfor, arsen nebo antimon.

Postupem podle vynálezu lze dosáhnout zvýšení selektivity adice křemičitého hydridu k allylchloridu provedením reakce v přítomnosti dvousložkového katalytického systému, skládajícího se z kyseliny chloroplaticité a alifatické nebo aromatické monokarboxylové nebo dikarboxylové kyseliny o počtu uhlíků 1 až 18. Systém je katalyticky účinný při molárních poměrech obou složek 1:1 až 1:100.

Hydrosilylace allylchloridu výše uvedenými organokřemičitými hydridy se s výhodou provádí bez rozpouštědla a v přítomnosti vzdušného kyslíku tak, že se reakční směs obsahující allylchlorid a křemičitý hydrid, výhodně v molárním poměru 1:1, po přídavku kyseliny chloroplaticité v molárním poměru ke křemičitému hydridu 1:10⁴ až 1:10⁶, a kyseliny karboxylové zahřívá v rozmezí 50—110 °C až do konstantní teploty. Té se dosáhne za dobu, která závisí na molárním poměru kyseliny chloroplaticité k výchozím látkám. Optimální poměr reaktantů vůči katalyzátoru je dán ekonomikou procesu. Karboxylové kyseliny ve smyslu vynálezu jsou alifatické karboxylové kyseliny s počtem uhlíků 1 až 18, substituované karboxylové kyseliny, např. kyselina trifluoroctová nebo askorbová, dikarboxylové kyseliny, jako kyselina vinná, a aromatické karboxylové kyseliny, jako kyselina salicylová. Po oddělení reakčních produktů a nezreagovaných výchozích látek lze katalytický systém znovu použít.

Výhodami postupu podle vynálezu je snadno dostupný katalytický systém, který zvyšuje selektivitu reakce, umožňuje pracovat za normálního tlaku, bez rozpouštědla a v přítomnosti vzdušného kyslíku a lze ho několikanásobně použít.

Vzniklé 3-chlorpropylsubstituované organokřemičité silany slouží jako meziprodukty pro přípravu spojovacích prostředků mezi organo-

kými a anorganickými látkami a jako meziprodukty pro přípravu některých karbofunkčních polysiloxanů.

Dále uvedené příklady dokreslují způsob provádění podle vynálezu, aniž jej vymezují nebo omezují. Návažky reakčních komponent jsou uvedeny v molárních dílech.

Příklad 1

Do reakční nádoby bylo předloženo 0,01 dílu kyseliny chloroplatické (ve formě 0,05 M roztoku v izopropylalkoholu), 0,05 dílu kyseliny salicylové, 300 dílů allylchloridu a 300 dílů trichlorsilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu po dobu 7 hodin až do dosažení konstantní teploty. Destilací byl získán (3-chlorpropyl)trichlorsilan v 66% výtěžku.

Příklad 2

Do reakční nádoby bylo naváženo 0,01 dílu kyseliny chloroplatické (ve formě 0,05 M roztoku v izopropylalkoholu), 0,2 dílu kyseliny askorbové, 300 dílů allylchloridu a 300 dílů

methyldichlorsilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu po dobu 8 hodin až k ustálenému bodu varu. Destilací byl získán (3-chlorpropyl)methyldichlorsilan v 63% výtěžku.

Příklad 3

Do reakční nádoby bylo předloženo 0,01 dílu kyseliny chloroplatické (ve formě 0,05 M roztoku v izopropylalkoholu), 1 díl kyseliny fluoroctové, 300 dílů allylchloridu a 300 dílů trichlorsilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu po dobu 6 hodin. Destilací byl získán (3-chlorpropyl)trichlorsilan v 65% výtěžku.

Příklad 4

Do reakční nádoby bylo naváženo 0,01 dílu kyseliny chloroplatické (ve formě 0,05 M roztoku v izopropylalkoholu), 0,1 dílu kyseliny vinné, 300 dílů allylchloridu a 300 dílů trichlorsilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu po dobu 6 hodin. Destilací byl získán (3-chlorpropyl)trichlorsilan v 65% výtěžku.

P ř e d m ě t v y n á l e z u

Způsob výroby (3-chlorpropyl)trichlorsilanu a (3-chlorpropyl)methyldichlorsilanu adicí trichlorsilanu, resp. methyldichlorsilanu k allylchloridu katalyzovanou sloučeninami platiny, vyznačený tím, že se reakce provádí v přítom-

nosti katalytického systému skládajícího se z kyseliny chloroplatické a alifatické nebo aromatické monokarboxylové nebo dikarboxylové kyseliny o počtu uhlíků 1 až 18 v poměru 1:1 až 1:100.