



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

200 379

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 05 78
(21) PV 2871-78

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/18

B 01 J 23/42

B 01 J 27/00

(40) Zveřejněno 31 12 79

(45) Vydáno 15 01 83

(75)

SVOBODA PETR RNDr. CSc., PRAHA

Autor vynálezu

VYBÍRAL VLASTIMIL, PRAHA

HETFLEJŠ JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby γ -aminopropyltriethoxysilanu

1

Vynález se týká způsobu výroby γ -aminopropyltriethoxysilanu z allylaminu a triethoxysilanu za použití katalyzátoru na bázi kyseliny chloroplatičité modifikované promotory.

Je známo, že hydrosilylací allylaminu triethoxysilanem lze připravit γ -aminopropyltriethoxysilan za použití kyseliny chloroplatičité (FR patent 1 589 935, Ž. obšč. chim. 42, 858 (1972)), bis(2,4-pentadionáto)dihalogenoplatičitých komplexů obecného vzorce $PtX_2(RCOCR'COR'')_2$ (US pat. 3 470 225), allylammoniumtrichloroplatnatanu(1-) $(h^3-C_3H_5NH_3)^+PtCl_3^-$ (čs. A. O. 165 746), (ethylen)pyridinodichloroplatnatého komplexu, $PtCl_2(C_2H_4)C_5H_5N$ a platiny na uhlí (Ž. obšč. chim. 42, 858 (1972)) nebo kyseliny chloroplatičité s přidávkou karboxylových kyselin, jejich esterů a ketonů (SU pat. 415 268).

Uvedené katalyzátory mají nevýhodu v tom, že vykazují poměrně nízkou aktivitu. Tak např. při reakci katalyzované kyselinou chloroplatičitou bylo k dosažení 58 % výtěžku γ -aminopropyltriethoxysilanu nezbytné zahřívat reakční směs obsahující reaktanty v ekvimolárním množství za normálního tlaku 12,5 hodin při koncentraci katalyzátoru $1,6 \cdot 10^{-3}$ N.

Bylo zjištěno, že výrazného zvýšení rychlosti výše uvedené reakce lze docílit za použití katalytického systému sestávajícího z kyseliny chloroplatičité a terciárního fosfinu, s výhodou trifenylfosfinu. Reakční směs obsahující allylamin, triethoxysilan v molárních poměrech 2:1 až 1:5, s výhodou 1:1, kyselinu chloroplatičitou a terciární fosfin ve vzájemném molárním poměru 5:1 až 1:5, s výhodou 1:2 se zahřívá za normálního tlaku, přičemž dochází k postupnému zvyšování teploty reakční směsi. Bylo zjištěno, že reakci je výhodné přerušit

při dosažení teploty 135 až 150 °C. Konečné teploty je dosaženo za dobu, která závisí na koncentraci katalyzátoru. Nalezený katalytický systém umožňuje provést reakci již při jeho použití v množství 1 mol platiny na 10^5 molů allylaminu. Maximální množství katalyzátoru vzhledem k aminu je dáno ekonomií procesu.

Postupem podle vynálezu lze výrobu γ -aminopropyltriethoxysilanu provést i v uzavřeném systému za zvýšeného tlaku, který je docílen uvolňováním plynných vedlejších produktů během reakce (1,5 MPa) nebo za konstantního zvýšeného tlaku za použití reakční nádoby s vhodným tlakovým regulačním uzávěrem. S výhodou lze využít již přetlaku 0,1 MPa.

Za použití nalezeného katalytického systému dochází ke zkrácení reakční doby oproti použití kyseliny chloroplatičité o 30 až 40 %.

γ -Aminopropyltriethoxysilan připravený podle vynálezu je známým spojovacím prostředkem mezi anorganickými a organickými materiály sloužící ke zlepšení mechanických vlastností těchto materiálů.

Dále uvedené příklady, v kterých jsou navážky reakčních komponent udávány v molárních dílech, dokreslují způsob podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly.

Příklad 1

Do reakční nádoby bylo předloženo $1,6 \cdot 10^{-3}$ dílů kyseliny chloroplatičité, $3,2 \cdot 10^{-3}$ dílů trifenylofosfinu, 1 díl allylaminu a 1 díl triethoxysilanu. Reakční směs byla zahřívána 6,9 hodin k varu, až dostoupila teplota v reakční nádobě 127 °C. Destilací byl získán γ -aminopropyltriethoxysilan v 63,9 % výtěžku.

Příklad 2

Do reakční nádoby bylo naváženo $1,6 \cdot 10^{-3}$ dílů kyseliny chloroplatičité, $1,6 \cdot 10^{-3}$ dílů trifenylofosfinu, 1 díl allylaminu a 1 díl triethoxysilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu 7,3 hodiny. Po této době dostoupila teplota v reakční nádobě 125 °C. Destilací byl získán γ -aminopropyltriethoxysilan v 57,8 % výtěžku.

Příklad 3

Do reakční nádoby bylo vneseno $1,6 \cdot 10^{-3}$ dílů kyseliny chloroplatičité, $7,2 \cdot 10^{-3}$ dílů trifenylofosfinu, 1 díl allylaminu a 1 díl triethoxysilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu 6,5 hodin. Destilací byl získán γ -aminopropyltriethoxysilan v 53,8 % výtěžku.

Příklad 4

Do reakční nádoby bylo předloženo $1,6 \cdot 10^{-3}$ dílů kyseliny chloroplatičité, $3,2 \cdot 10^{-3}$ dílů tricyklohexylfosfinu, 1 díl allylaminu a 1 díl triethoxysilanu. Reakční směs byla zahřívána k varu 9,8 hodin. Destilací byl z této směsi získán γ -aminopropyltriethoxysilan v 56 % výtěžku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby γ -aminopropyltriethoxysilanu z allylaminu a triethoxysilanu za katalýzy sloučeninami platiny, vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti dvousložkového katalyzátoru sestávajícího z kyseliny chloroplatické a trifenylofosfinu v poměru 5:1 až 1:5, při teplotě 70 až 150 °C a tlaku do 1,5 MPa.