

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

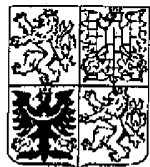
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

3018-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **24. 09. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **25.09.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/19639359**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 06. 98**
(Věstník č. 6/98)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 F 5/02

(71) Přihlášovatel:

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,
Leverkusen, DE;

(72) Původce:

Holzner Christoph Dr., Köln, DE;

Bertram Horst Dr., Köln, DE;

Block Hans Dieter Dr., Leverkusen, DE;

Mitschke Karl Heinz Dr., Odenthal, DE;

Menzel Stefan, Ratingen, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2,
12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby dimethylaminoboranu

(57) Anotace:

Reakcí bornátu sodného s dimethylamoniou solí v monoethylenglykoldimethyletheru jako rozpouštědla, po reakci se z reakční směsi úplně oddestiluje monoethylenglykoldimethylester a bez dalšího zpracování se znovu použije, zbytek po destilaci se vyjme do vody a do organického extrakčního činidla, nerozpustného ve vodě, nebo do směsi takových extrakčních činidel a promíchá se. Organická fáze se potom oddělí od vodné fáze a odpaří, přičemž se jako zbytek získá velmi čistý dimethylaminoboran a jako destilát znovu použitelné extrační činidlo, nebo směs extračních činidel.

CZ 3018-97 A3

Způsob výroby dimethylaminoboranu

Oblast techniky

Tento vynález se týká způsobu výroby dimethylaminboranu reakcí boranátu sodného s dimethylamoniovou solí v monoethylenglykoldimethyletheru jako rozpouštědla.

Dosavadní stav techniky

Dimethylaminboran $[(CH_3)_2NHBH_3]$, dále označovaný jako DMAB, se v technice používá hlavně jako redukující prostředek při výrobě desek plošných spojů. Při tom se používá ve formě vodného roztoku, který pro vysoké požadavky na kvalitu elektronických součástek nesmí obsahovat žádné nerozpustné pevné látky.

DMAB se může vyrobit z boranátu sodného, který je k dispozici v technických množstvích, a dimethylamoniové soli. Rozpouštědlo při tom použité má při chemické reakci rozhodující úlohu. Musí rozpouštět dostatečné množství obou surovin, aby se vůbec reakce umožnila, a musí se snadno po reakci oddělit od vzniklého DMAB a nesmí vyvolávat žádné nežádoucí vedlejší reakce.

Y. Kikugawa píše v Chem. Pharm. Bull., vol. 35, no. 12 (1987) na stránkách 4988 až 4989 o svých snahách nalézt vhodné rozpouštědlo. Ze zkoušených rozpouštědel tetrahydrofuranu, dioxanu, dimethylformamidu a monoethylenglykoldimethyletheru identifikoval monoethylenglykoldimethylether

jako nejvhodnější, protože tento ether suroviny nejlépe rozpouští a pak se může snadno odstranit destilací. Popsal reakci 25 mmol boranátu sodného s 27,5 mmol dimethylamoniumchloridu ve 40 ml monoethylenglykoldimethyletheru, dále označovaném jako monoglym. Po chemické reakci se reakční směs filtrovala. Takto vzniklý filtrát se odpařil a v destilační nádobě zbyl DMAB. Tento DMAB však není zvláště čistý a neodpovídá vysokým nárokům na kvalitu. Proto byl tento Kikugawův "nečistý" DMAB v dodatečném čistícím kroku (překrystalizování z dichlormethanu a hexanu) zbavován nečistot. V důsledku těchto dodatečných kroků není výtěžek nijak dobrý. Dále je nevýhodné, že překrystalizování bude při technické realizaci velmi nákladné. Další nevýhodou je velký objem rozpouštědla při chemické reakci. Tím je časový a prostorový výtěžek způsobu omezen na příliš nízké hodnoty. Další nevýhodou způsobu je nákladné zpětné získávání rozpouštědel. Prostou destilací filtrátu se nazpět získá jen 80 % použitého monoglymu.

Při dalším způsobu výroby DMAB (DE-A 4 411 752) se pro reakci dimethylamoniové soli s boranátem jako reakční prostředí používá dimethylamin ve směsi s druhým rozpouštědlem. Dimethylamin a druhé rozpouštědlo se do reakční směsi přidávají odděleně. Před jejich opětovným použitím při syntéze DMAB se obě rozpouštědla musejí od sebe oddělit. Takové dělení rozpouštědel je nákladné a tvoří výraznou nevýhodu způsobu.

Proto bylo úkolem dát k dispozici technicky snadno proveditelný způsob výroby DMAB, který dává DMAB o vysoké čistotě a v dobrých výtěžcích a zároveň upouští od nákladných oddělovacích úkonů, jako je překrystalizování nebo rektifikace rozpouštědel.

24.09.97

Podstata vynálezu

Tento úkol byl vyřešen způsobem podle předloženého vynálezu.

Předmětem vynálezu je způsob výroby dimethylaminoboranu (DMAB) reakcí boranátu sodného s dimethylamoniovou solí v monoethylenglykoldimethyletheru (monoglymu) jako rozpouštědla, jehož podstata spočívá v tom, že se monoglym po reakci z reakční směsi úplně oddestiluje a bez dalšího zpracování se opět použije, že se zbytek po destilaci rozpustí ve vodě a ve vodě nerozpustném organickém extrakčním prostředku, nebo směsi extrakčních prostředků, že se pak organická fáze oddělí a odpaří, přičemž jako zbytek se získá velmi čistý DMAB a destilátem je opětně použitelný extrakční prostředek nebo směs extrakčních prostředků.

Zvláště výhodnými dimethylamoniovými solemi jsou dimethylamonimacetát a dimethylamoniumchlorid, přičemž obzvláště výhodný je dimethylamoniumchlorid.

Dimethylamoniová sůl se může do reakční směsi přidávat v pevné formě. Před přidáním se však může rovněž připravit smícháním stechiometrických množství dimethylaminu a bezvodé kyseliny v monoglymu jako rozpouštědla.

Reakce boranátu sodného s dimethylammoniovou solí v monoglymu jako rozpouštědla se výhodně provádí při teplotě od 20 °C do 60 °C.

Doba přidávání boranátu sodného se může měnit v širokém rozmezí od několika minut do více hodin.

24.09.97

Množství použitého monoglymu činí výhodně 300 až 1000 ml na jeden mol boranátu sodného.

Malá množství vody reakci dodatečně urychlují a vedou k vyšším výtěžkům DMAB. Reakční směs může obsahovat až jeden mol vody na jeden mol boranátu. Vztaženo na množství monoglymu 300 až 1.000 ml na jeden mol boranátu, odpovídá maximální množství vody obsahu vody ve výši 2 až 7 % hmotnostních v použitém monoglymu. Voda při tom může být obsažena v monoglymu již před reakcí. Může se však též přidávat teprve po přidání obou reakčních složek boranátu sodného a soli domethylammonia k dokončení reakce. Výhodně se přidává 0,001 až 1 mol, obzvláště výhodně 0,01 až 0,6 mol vody na mol boranátu sodného.

Po ukončení reakce (poznatelné tím, že ustane vývoj vodíku) se monoglym výhodně oddestiluje ve vakuu. Při tom se téměř úplně získá zpět a bez dalšího čistícího kroku se může opět použít v další reakční dávce. Nahromadění vody v monoglymu nad koncentraci 2 % hmotnostních nebylo pozorováno ani po více reakčních cyklech.

Ke zbytku po destilaci se přidá extrakční prostředek, nebo směs extrakčních prostředků, a voda. Na jeden mol boranátu se výhodně přidá 150 až 300 ml vody a asi 2,5 násobný objem extrakčního prostředku, nebo směsi extrakčních prostředků.

Extrakční prostředek výhodně pochází ze skupiny aromatických nebo halogenovaných uhlovodíků, etherů nebo esterů karboxylových kyselin. Jako příklady těchto tříd látek je možno uvést toluen, methylenchlorid, diisopropylether

24.09.97

a butylacetát.

Místo čistého extrakčního prostředku se ale může použít též směs extrakčních prostředků, kde prvou složkou v této směsi je některá z již uvedených látek třídy aromatických nebo halogenovaných uhlovodíků, etherů nebo esterů karboxylových kyselin a druhou složkou je další organická kapalina, výhodně monoglym. Obsah monoglymu ve směsi extrakčních prostředků činí výhodně až 20 % hmotnostních.

Extrakční prostředek, nebo směs extrakčních prostředků, pojme převážné množství DMAB, vzniklé při reakci, zatímco anorganické soli zůstanou rozpuštěny ve vodné fázi. Po oddělení fází se vodná fáze může znovu podrobit extrakci, aby se z ní získaly poslední zbytky DMAB. Extrakce se výhodně provádí v protiproudu.

Po oddělení fází se organická fáze výhodně destiluje ve vakuu.

Jako destilát se získá extrakční prostředek, nebo směs extrakčních prostředků, které se mohou bez dalšího čištění opět použít v další vsázce. Dělení směsi extrakčních prostředků na její složky není potřebné.

Zbytek po destilaci je tvořen DMAB o vysoké čistotě.

Způsob výroby DMAB se samozřejmě může použít též pro výrobu jiných aminoboranů, přičemž jako aminy se mohou v aminoboranech vyskytovat primární, sekundární nebo terciární aminy. Tyto aminy mohou mít acyklické, cyklické, bicyklické a polycyklické substituenty, přičemž tři posledně jmenované skupiny zahrnují jak isocyklické, tak také hete-

24.09.97

rocyklické substituenty. Atom dusíku v aminu může sám být atomem kruhu cyklické, bicyklické nebo polycyklické sloučeniny, kde dalšími atomy kruhu vedle uhlíku mohou být též jiné prvky, jako například kyslík nebo síra. Pro výrobu těchto aminoboranů se do reakce vnese místo dimethylammoniové soli odpovídající sůl aminu s boranátem sodným v monoglymu a dále se pracuje jak bylo výše popsáno.

Vynález bude podrobněji osvětlen pomocí dále uvedených příkladů.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1:

V kulaté baňce o objemu 2 litry, opatřené míchadlem, intensivním zpětným chladičem (teplota chladiwa -15°C) a násypkou s dopravním šnekem, se suspenduje 81,5 g (1 mol) dimethylamoniumchloridu v 700 ml monoglymu. Násypkou se v časovém období 175 minut stejnoměrně přidává 38 g (1 mol) boranátu sodného. Během přidávání boranátu byla střední hodnota teploty v první hodině $24,4^{\circ}\text{C}$, v druhé hodině $25,5^{\circ}\text{C}$ a ve třetí hodině 26°C . Horní a dolní hranice teploty byly 21°C a 27°C . Během přidávání boranátu se muselo jen dvakrát krátce chladit.

Po 175 minutách se zbytky boranátu v násypce spláchly 10 ml monoglymu do reakční baňky. Pak se ještě 5 minut míchalo při 26°C .

Monoglym se přímo z reakční baňky po nasazení Liebigova chladiče oddestiloval při maximální teplotě 50°C v nádobě

24.09.97

a až při konečném tlaku 2 kPa. Konečné hodnoty teploty a tlaku se udržovaly po 15 minut. Oddestilovaný monoglym se shromáždil v předloze, chlazené suchým ledem. Získalo se 700 ml monoglymu, což odpovídá stupni zpětného získání 98,6 % teorie.

Do ochlazeného zbytku po destilaci se přidalo za míchání 400 ml toluenu. Pak se nejprve pomalu a po kapkách, později rychle, přidalo 200 ml vody. Míchalo se 5 minut. Fáze se spontánně oddělily.

Vodná fáze se po oddělení organické fáze ještě jednou extrahovala po dobu 5 minut 100 ml čerstvého toluenu. Fáze se oddělily spontánně. Organická fáze z druhého extrakčního kroku se spojila s první organickou fází.

Spojené organické fáze se přefiltrovaly přes skládaný filtr. Filtrát po stání zůstal čistý.

Ze spojených organických fází se toluen oddestiloval v rotační odparce. Při tom se teplota kapaliny v ohřívací lázni jímky nastavila na 70° C. Tlak v průběhu destilace pomalu klesl na 500 Pa. Po 45 minutách byl dosažen tlak 500 Pa při teplotě ohřívací lázně 70° C a udržoval se ještě po dobu 5 minut. Pak se jímka ochladila na teplotu místnosti.

Jako destilát se získalo 475 ml toluenu, což odpovídá stupni zpětného získání 95 % teorie; jako zbytek se získalo 47,6 g čiré taveniny s jodometricky stanoveným obsahem DMAB 98,0 %. Z obsahu DMAB a z hmotnosti zbytku se vypočítal výtěžek DMAB ve výši 79,2 % teorie.

24.09.97

Během několika hodin vykrytalizoval DMAB v krystalizační misce ve formě velkých jehlicovitě vyrostlých krystalů. Krystalový koláč se rozdrtil na hrubě v hmoždíři a pro odstranění zbytků rozpouštědla se ponechal stát na vzduchu po 4 dny.

Pak byly stanoveny tyto hodnoty:

Obsah, stanovený jodometricky	98,4 %
Spodní meze teploty tání	33,8 až 33,9 °C
Obsah toluenu (UV-analýza v methanolovém roztoku)	<0,083 %
Obsah dimethylamonia (^1H -NMR-analýza v roztoku D_2O)	0,1 % molových
Zákal, 10 % vodný roztok :	0,75 FNU
Zákal, tavenina :	1,5 FNU .

10% vodný roztok produktu byl čirý a vykazoval jen lehký film na hladině. Též tavenina byla čirá a vykazovala pouze malé množství usazeniny na dně. Dobrý vizuální dojem se potvrdil nízkými hodnotami zákalu (FNU 0,75, případně 1,5).

Srovnávací příklad 1

Postupem, popsaným v příkladu 1, se k 81,5 g (1 mol) dimethylamoniumchloridu v 700 ml monoglymu přidalo 38 g boranátu sodného (1 mol). Po tříhodinovém přidávání boranátu sodného se reakční směs přefiltrovala přes skleněnou fritu s jemnými póry. Na skleněné fritě zůstalo přes dobré vymačkání 108 g filtračního koláče. Protože i při stoprocentní přeměně mohlo vzniknout jen 58,4 g chloridu sodného,

240907

ukazovala navážená hmotnost filtračního koláče na vysoký obsah rozpouštědla.

Filtrát se zahustil na rotační odparce. Pro zahuštění se zvolil stejný postup jako pro destilaci toluenu v příkladě 1. Maximální teplota v nádobě 70° C a konečný tlak 500 Pa se po dosažení udržovaly po dobu 5 minut. Získaná kalná tavenina DMAB se ochladila na teplotu místnosti.

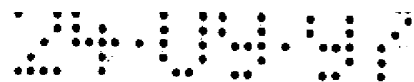
Jako destilát se získalo 560 ml monoglymu, což odpovídá stupni 80 % zpětného získání proti teorii, jako zbytek se získalo 45,7 g kalné taveniny s jodometricky stanoveným obsahem DMAB 93,2 %. Z obsahu DMAB a z hmotnosti zbytku se vypočítal výtěžek DMAB ve výši 72,3 % teorie.

DMAB vykrytalizoval během několika hodin v krystalizační misce ve formě paprskovitě narostlých krystalů. Krystalový koláč se nahrubo rozdrtil v hmoždíři a nechal se stát na vzduchu po 4 dny, aby se odstranily zbytky rozpouštědla.

Pak byly stanoveny tyto hodnoty:

Jodometricky stanovený obsah	95,5 %
Spodní meze teploty tání	33,2 až 33,4° C
Obsah dimethylamonia (analýza $^1\text{H-NMR}$ v roztoku D_2O)	0,72 % molových
Zákal, 10% vodný roztok	7,4 FNU
Zákal, tavenina	8,7 FNU

Vodný 10% roztok produktu byl kalný a na vodní hladině vykazoval film. Též tavenina byla kalná. Měla vysoký podíl pevných látek, který byl pozorovatelný jako gelovitá usaze-



nina na dně a jako ulpělý povlak na stěnách. Vizualní dojem byl potvrzen vysokými hodnotami zákalu (FNU 7,4, případně 8,7).

Fotometrické stanovení obsahu toluenu v produktu nebylo možné, protože neznámé nečistoty vyvolaly silnou absorpci v pásmu vlnových délek ≤ 100 nm, netypickou pro toluen.

Srovnávací příklad 2

V aparatuře, popsané v příkladu 1, se suspendovalo 81,5 g (1 mol) dimethylammoniumchloridu ve směsi rozpouštědel, tvořené 350 ml monoglymu a 325 ml kapalného dimethylaminu. Během 3 hodin se pokud možno stejnoměrně přidávalo 38 g (1 mol) boranátu sodného.

Po ukončení přidávání boranátu sodného se oddestilovala směs rozpouštědel při maximální teplotě v nádobě 60° C a při konečném tlaku 2 kPa. Konečné hodnoty teploty a tlaku se dosáhly po 45 minutách a udržovaly se ještě po 15 minut.

K ochlazenému zbytku se za míchání přidalo 400 ml toluenu. Pak se nejprve pomalu a po kapkách, později rychle přidalo celkem 200 ml vody. Míchalo se 5 minut a fáze se oddělily.

Vodná fáze se po oddělení organické fáze extrahovala ještě jednou po 5 minut 100 ml čerstvého toluenu. Organická fáze z tohoto druhého extrakčního kroku se spojila s první organickou fází.

Spojené organické fáze byly kalné a proto se



přefiltrovaly přes skládaný filtr. Ani po filtraci se nezískal čistý filtrát.

Ze spojených organických fází se toluen oddestiloval na rotační odparce. K tomu byl zvolen stejný postup jako pro destilaci toluenu v příkladu 1. Maximální teplota 70 °C v nádobě a konečný tlak 500 Pa se po dosažení udržovaly ještě 5 minut. Získaná kalná tavenina DMAB se nechala ochladit na teplotu místnosti.

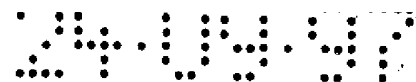
Získalo se 44,0 g DMAB jako kalná tavenina s jodometricky stanoveným obsahem DMAB 91,0 %. Z obsahu DMAB a z hmotnosti taveniny se vypočítal výtěžek DMAB na 67,9 % teorie.

DMAB během několika hodin v krystalizační misce vykrytalizoval ve formě velkých paprskovitě vyrostlých krystalů. Krystalový koláč se nahrubo rozdrtil v hmoždíři a ponechal se 4 dny stát na vzduchu, aby se odstranily zbytky rozpouštědla.

Pak se stanovily tyto hodnoty:

Jodometricky stanovený obsah	94,8 %
Spodní meze teploty tání	32,4 až 32,6 °C
Obsah dimethylammonia (analýza $^1\text{H-NMR}$ v roztoku D_2O)	0,36 % molových
Zákal, 10% vodný roztok	5,9 FNU
Zákal, tavenina	10,5 FNU

Vodný 10% roztok produktu byl kalný a vykazoval tlustý film na povrchu vody, jakož i jednotlivé kapky kapaliny. Též tavenina byla kalná. Měly vysoký podíl pevných látek, který



byl patrný jako usazenina na dně a jako gelovitý zbytek, ulpělý na stěnách. Vizualní dojem byl potvrzen vysokými hodnotami zákalu (FNU 5,9, případně 10,5).

Fotometrické stanovení obsahu toluenu nebylo provedeno, protože se látka nebyla v methanolu rozpustná na čirý roztok.

Tabulka

	Příklad 1 (dle vynálezu)	Srovnávací příklad 1	Srovnávací příklad 2
Obsah DMAB	98,4	95,5	94,8
Spodní meze teploty tání (°C)	33,8-33,9	33,2-33,4	32,4-32,6
Obsah dimethylammonia (mol-%)	0,10	0,72	0,36
Zákal*, 10 % vodný roztok (FNU)	0,75	7,4	5,9
Zákal*, tavenina (FNU)	1,5	8,7	10,5

* Zákal se měřil podle metody DIN EN 27027:1994

Jak z tabulky vyplývá, předčil DMAB, vyrobený podle vynálezu, oba preparáty, syntetizované podle současného stavu techniky, ve všech podstatných kvalitativních ukazatelích. Obzvláště hodnoty zákalu 10% vodného roztoku jsou tak nízké (7,5 FNU), že ani pro použití v oblasti elektroniky není potřebné další čištění. Nadto je způsob podle vynálezu snadno proveditelný a levný, bez nákladných kroků v procesu.

Příklad 2

Způsobem, popsaným v příkladu 1, reagovalo 81,5 g (1 mol) dimethylammoniumchloridu v 607 g monoglymu (700 ml) s 38 g (1 mol) boranátu sodného. Obsah vody v dimethylammonium chloridu činil 0,6 %, obsah vody v monoglymu činil 0,038 %. V celé násadě bylo před reakcí 0,72 g vody. Po zpracování podle příkladu 1 se získal DMAB v množství 74,8 % teorie. Obsah DMAB v tavenině činil 89,2 %. Po krystalizaci a sušení na vzduchu vykazoval 10% vodný roztok DMAB hodnotu zákalu 1,66 FNU.

Příklad 3

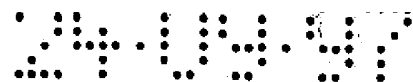
Příklad 2 se se stejnými surovinami opakoval s jediným rozdílem, že se použil monoglym se zvýšeným obsahem vody (0,15 % vody). Celkové množství vody v násadě bylo s 1,49 g vody, dvakrát tak vysoké, než v příkladu 2. Po zpracování podle příkladů 1 a 2 se získalo 78,2 % teorie DMAB. Obsah DMAB v tavenině činil 98 %. Vodný 10% roztok krystalů, usušených na vzduchu, vykazoval hodnotu zákalu 3,1 FNU.

Příklad 4

Způsobem, popsaným v příkladu 1, se zpracovaly tyto suroviny:

K syntéze:

81,5 g (1 mol) dimethylamoniumchloridu s obsahem vody
0,84 %.



38 g (1 mol) boranátu sodného

607 g (700 ml) monoglymu, získaného zpětně z předchozího pokusu, upraveného přidavkem vody na obsah vody 0,3 %

K extrakci:

500 ml toluenu, zpětně získaného z předchozího pokusu, upraveného přidavkem monoglymu na obsah monoglymu 11,2 %

200 ml vody

Získalo se:

595,7 g monoglymu s obsahem vody 0,11 %, což odpovídá stupni zpětného získání monoglymu 98,1

482 ml toluenu s obsahem monoglymu 11,7 % a obsahem vody 0,48 %, což odpovídá stupni zpětného získání toluenu 96,4 %

48,8 g DMAB jako čiré taveniny s jodometricky stanoveným obsahem 98,0 % DMAB.

Z obsahu DMAB a z hmotnosti taveniny se vypočítal výtěžek DMAB ve výši 81,1 % teorie. Vodný 10% roztok na vzduchu usušených krystalů DMAB vykazoval hodnotu zákalu 3,1 FNU.

Patentové nároky

1. Způsob výroby dimethylboranu reakcí boranátu sodného s dimethylamoniovou solí v monoethylenglykoldimethyletheru jako rozpouštědle,

v y z n a č u j í c í s e t í m , že se po reakci z reakční směsi úplně oddestiluje monoethylenglykoldimethylether a bez dalšího zpracování se znovu použije, zbytek po destilaci se vyjme do vody a do organického extrakčního činidla, nerozpustného ve vodě, nebo do směsi takových extrakčních činidel, a promíchá se, organická fáze se potom oddělí od vodné fáze a odpaří, přičemž se jako zbytek získá velmi čistý dimethylaminoboran a jako destilát znovu použitelné extrakční činidlo, nebo směs extrakčních činidel.

2. Způsob podle nároku 1,

v y z n a č u j í c í s e t í m , že se do reakční směsi, tvořené dimethylamoniovou solí, boranátem sodným a monoethylenglykoldimethyletherem dodatečně přidá 0,001 až 1 mol vody, výhodně 0,01 až 0,5 mol vody na mol boranátu sodného.

3. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 a 2,

v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako dimethylamoniová sůl použije dimethylamoniumacetát nebo dimethylamoniumchlorid.

4. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 3,

v y z n a č u j í c í s e t í m , že se do reakční směsi přidává dimethylamoniová sůl v čisté, nezředěné formě.

24.09.97

5. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se dimethylamoni-ová sůl připraví smísením stechiometrických množství dimethylaminu a bezvodé kyseliny v monoethylenglykoldimet-hyletheru jako rozpouštědla a bez dalšího zpracování se nechá reagovat s boranátem sodným na dimethylaminoboran.

6. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 5, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se na jeden mol boranátu sodného použije výhodně 300 až 1.000 ml monoethylenglykoldimethyletheru jako rozpouštědla.

7. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se reakce boranátu sodného s dimethylammoniovou solí provádí výhodně při teplotě v rozmezí 20 °C až do 60 °C.

8. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 7, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako extrakční činidlo použije organická kapalina, nemísitelná s vodou, ze skupiny aromatických nebo halogenovaných uhlovodíků, etherů nebo esterů karboxylových kyselin.

9. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako extrakční činidlo použije extrakční činidlo podle nároku 8 ve směsi s další organickou kapalinou, výhodně s monoethylenglykol-dimethyletherem.

10. Způsob podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m , že směs extrakčních činidel obsahuje až 20 % hmotnostních monoethylenglykol-

24.09.97

dimethyletheru.

11. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 10, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se k extrakci použije na jeden mol boranátu 150 až 300 ml vody spolu s 2,5 násobným množstvím extrakčního činidla nebo směsi extrakčních činidel.