



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

245 443

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 01 85
(21) /PV 510 - 85/

(51) Int. Cl.⁴

C 07 F 7/10

(40) Zveřejněno 16 01 86
(45) Vydáno 01 07 88

(75)
Autor vynálezu

ČAPKA MARTIN ing. CSc.;
CZAKOVÁ MARIE ing., PRAHA

(54)

N-/Alkoxysilylpropyl/cyklohexylaminy

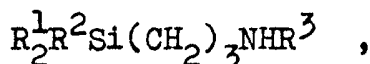
N-/Alkoxysilylpropyl/cyklohexylaminy
obecného vzorce $R_1^1R_2^2Si/CH_2/3NHR^3$,
kde představují R^1 methoxy- a ethoxy-
skupinu, R^2 methoxy- ethoxy a methyl-
skupinu, R^3 cyklohexylskupinu.,

Tyto nové látky jsou vhodnými činidly
pro zavádění sek. aminové skupiny
na povrch anorganického nosiče a zlepšu-
jí vlastnosti kompozitních materiálů.

Vynález se týká N-(alkoxysilylpropyl)cyklohexylaminů.

Je známo, že v řadě oblastí aplikované chemie, např. heterogenizování homogenních katalyzátorů, vázání enzymů, chromatografii, plněných polymerech, se uplatňují materiály substituované na svém povrchu vhodnými skupinami. Jednou z takových skupin je i sek. aminová skupina. Sloučeniny podle vynálezu jsou činidly umožňujícími velmi snadno na povrch anorganického nosiče zavést sek.aminové skupiny.

Podstatou vynálezu jsou alkokysilylpropylcyklohexylaminy obecného vzorce

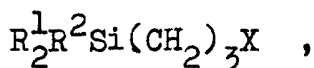


kde představují R^1 methoxy- a ethoxy skupinu

R^2 methoxy, ethoxy a methyl skupinu

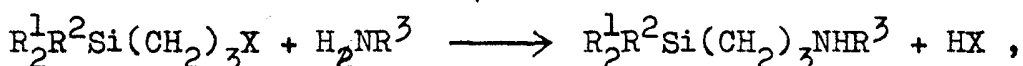
R^3 cyklohexyl skupinu.

Tyto nové látky lze připravit například reakcí cyklohexylaminu s alkokysilyl substituovaným propylchloridem nebo propylbromidem obecného vzorce



kde X představuje chlor a brom a ostatní symboly mají výše uvedenou platnost.

Reakci, probíhající podle rovnice



lze provádět v aprotických rozpouštědlech, například v dioxanu, dibutyletheru, toluenu nebo bez rozpouštědla a urychluje ji zvýšená teplota. Poměr reaktantů se řídí stechiometrií reakce. Lze však pracovat i s přebytkem některého z reaktantů, výhodně s přebytkem cyklohexylaminu, neboť je tak vázán nejen vznikají-

ci halogenovodík, ale i potlačována tvorba terc.aminu vznikajícího v dalším stupni reakce.

Dále uvedené příklady charakterizují látky podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly.

Příklad 1

K 0,9 mol cyklohexylaminu bylo přidáno 0,3 mol (3-chlorpropyl)triethoxysilanu a směs byla zahřívána po 2 h na 135°C. Reakční směs byla ponechána vychladnout a druhý den byly ztuhlé podíly odfiltrovány a promyty 2x150 ml toluenu. Filtrát a spojené promývací roztoky byly vakuově rektifikovány a byl získán N-(3-(triethoxysilyl)propyl)cyklohexylamin ve výtěžku 52 %, t.v. 130 až 140°C/0,7 kPa (vypočteno 59,4 % C; 11,0 % H, nalezeno 59,6 % C; 11,2 % H), v IČ spektru produktu byl nalezen malý ostrý pás u 3 300 cm⁻¹ odpovídající ν (NH) a v ¹³C NMR spektru ostrý signál odpovídající -CH₂-NH skupině (δ = 48,8).

Příklad 2

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo 3-(triethoxysilyl)propylchloridu byl použit 3-(trimethoxysilyl)propylbromid. Byl získán N-(3-(trimethoxysilyl)propyl)cyklohexylamin ve výtěžku 55 % (vypočteno 55,1 % C; 10,4 % H, nalezeno 55,4 % C; 10,6 % H), v jeho infračerveném spektru byl nalezen pás u 3300 cm⁻¹ příslušející ν (NH) a v ¹³C NMR spektru signál odpovídající CH-NH skupině (δ = 55,7).

Příklad 3

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo 3-(triethoxysilyl)propylchloridu byl použit 3-(diethoxymethylsilyl)propylchlorid. Byl získán N-(3-(diethoxymethylsilyl)propyl)cyklohexylamin ve výtěžku 49 % (vypočteno 61,5 % C; 11,4 % H, nalezeno 61,2 % C; 11,5 % H), v IČ spektru produktu pak byl nalezen multiplot se středem u 1100 cm⁻¹ odpovídající ν (Si-O-C) a v ¹³C NMR spektru signál příslušející CH-NH skupině (δ = 55,8).

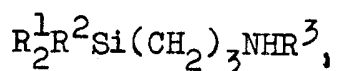
Příklad 4

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že místo 3-(triethoxysilyl)propylchloridu byl použit 3-(dimethoxymethylsilyl)propylchlorid. Byl získán N-(3-(dimethoxymethylsilyl)propyl)-

cyklohexylamin ve výtěžku 45 % (vypočteno 58,9 % C; 11,1 % H, nalezeno 59,2 % C; 10,9 % H), v IČ spektru produktu byl zjištěn pás u 3300 cm^{-1} odpovídající $\nu(\text{NH})$ a v ^{13}C NMR spektru signál odpovídající $-\text{CH}_2-\text{NH}$ skupině ($\delta = 48,9$) .

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

N-(Alkoxysilylpropyl)cyklohexylaminy obecného vzorce



kde představují

- R^1 - methoxy- a ethoxy skupinu,
- R^2 - methoxy, ethoxy- a methyl skupinu,
- R^3 - cyklohexylskupinu.