



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254484

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 F 7/12

(22) Přihlášeno 05 12 85

(21) PV 8913-85

(40) Zveřejněno 14 05 87

(45) Vydáno 15 09 88

(75)

Autor vynálezu

ŠABATA STANISLAV ing., SVOBODA PETR RNDr. CSc.,
HETFLÉJŠ JIŘÍ ing. DrSc., PRAHA, BOROVEC IVO, ZELENKA PAVEL ing.,
ŠÍP MARTIN ing., VOLŠÍK PAVEL, LIBEREC

(54) Způsob výroby (cyklohexenylethyl)trichlorsilanu

Způsob výroby (cyklohexenylethyl)tri-
chlorsilanu hydrosilylací vinylcyklohexenu
katalyzovanou kyselinou chloroplaticitou
a katalytickými systémy tvořenými kyselinou
chloroplaticitou a terc. fosfiny, fosfity
nebo fosfinoxidy, spočívá v tom, že se hydro-
silylace provádí 85- až 99,8% trichlorsila-
nem, obsahujícím 0,2 až 15 % směsi dichlor-
silanu s tetrachlorsilanem.

Vynález se týká způsobu výroby (cyklohexenyletyl)trichlorsilanu hydrosilylací vinylcyklohexenu v přítomnosti kyseliny chloroplatické a katalytických systémů obsahujících kyselinu chloroplatickou a terc.fosfiny nebo fosfinoxidy trichlorsilanem ve směsi s tetrachlorsilanem a dichlorsilanem.

Je známo, že výše uvedená látka vzniká reakcí vinylcyklohexenu s trichlorsilanem v přítomnosti řady katalytických systémů jako tříložkového systému tvořeného cheláty niklu, molybdenu nebo vanadu, trifenyfosfinem a trietylalanem (Ž. obšč. chim. 47, 355 (1977)), kyseliny chloroplatické (NSR DOS č. 2 601 913), kyseliny chloroplatické a C_1 až C_{20} karboxylových kyselin (čs. A.O. č. 195 549) nebo terc.fosfinů, fosfitů nebo fosfinoxidů (čs. A.O. č. 240 704).

Všechny tyto postupy vycházejí z použití trichlorsilanu zbaveného ostatních chlor-substituovaných křemičitých sloučenin vznikajících při jeho výrobě.

Tento nedostatek, zvyšující výrobní náklady, lze odstranit postupem podle vynálezu, v němž se jako výchozí křemík obsahující komponenty použije směs obsahující trichlorsilan, tetrachlorsilan a dichlorsilan. Tato směs vzniká např. jako odpadní frakce při přípravě vysoce čistého trichlorsilanu pro výrobu polovodičového křemíku. Bylo nalezeno, že uvedené chlorsilany dopravázející trichlorsilan nevykazují negativní vliv na průběh hydrosilylační reakce. Ačkoliv lze reakci uskutečnit z kterýmkoliv z výše uvedených katalytických systémů, s výhodou lze využít jako katalyzátoru kyseliny chloroplatické a zejména systémů obsahujících kyselinu chloroplatickou a terc.fosfiny, fosfity nebo fosfinoxidy, které vykazují zvýšenou odolnost vůči působení katalytických jedů. Tyto systémy katalyzují uvedenou reakci již v množstvích 1 mol kyseliny chloroplatické na 10^5 mol vinylcyklohexenu. Optimální poměr je dán stupněm čistoty vinylcyklohexenu a složením směsi chlorsilanů. K dosažení výhod ve smyslu vynálezu lze k hydrosilylaci použít 85 až 99,8% trichlorsilanu, obsahujícího 0,2 až 15 % směsi dichlorsilanu a tetrachlorsilanu, výhodně 90 až 95% trichlorsilanu.

Hydrosilylace vinylcyklohexenu trichlorsilanem výše uvedené čistoty se s výhodou provádí bez rozpouštědla a v přítomnosti vzdušného kyslíku tak, že se reakční směs obsahující vinylcyklohexen a katalyzátor zahřívá za současného přidávání směsi chlorsilanů takovou rychlostí, aby byla reakční směs udržována ve varu. Po skončení reakce lze (cyklohexenyletyl)trichlorsilan získat destilací za sníženého tlaku. Tato látka je výchozí sloučeninou pro přípravu derivátů vhodných jako spojovací prostředky mezi anorganickými materiály a organickými polymery. Tak například (cyklohexenyletyl)trialkosilany zlepšují mechanické vlastnosti pryží plněných světelnými plnivy, jak je známo z čs. autorského osvědčení č. 191 093. K výrobě těchto sloučenin lze přímo využít i reakční směsi po hydrosilylaci, bez separace produktu např. uvedenou destilací.

Dále uvedené příklady dokreslují způsob provádění podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly. Pokud není uvedeno jinak, díly jsou míněny objemově.

P ř í k l a d 1

Do reakční nádoby opatřené zpětným chladičem, míchadlem, teploměrem a dělicí nálevkou bylo vneseno 32,5 díl 95 % vinylcyklohexenu a 0,05 dílů 0,1 M kyseliny chloroplatické v isopropanolu. Směs byla za míchání zahřívána a po dosažení teploty 90 °C bylo započato s postupným přidáváním směsi obsahující 91,8 % trichlorsilanu, 2,6 % dichlorsilanu a 5,6 % tetrachlorsilanu tak, aby teplota reakční směsi se za současného varu trichlorsilanu udržovala v rozmezí 105 až 115 °C. Po celkovém přidání 29 dílů směsi chlorsilanů byla reakční směs zahřívána tak dlouho, až teplota reakční směsi dostoupila 130 °C. Uvedeným postupem byl při reakční době 30 minut destilací reakční směsi za sníženého tlaku získán (cyklohexenyletyl)trichlorsilan v 97% výtěžku (vztaženo na předložený vinylcyklohexen).

P ř í k l a d 2

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že jako katalyzátor bylo použito 0,04 dílů 0,1 M roztoku kyseliny chloroplatičité v isopropanolu a 0,04 dílů 0,1 M roztoku trifenylfosfinu v benzenu. Reakce byla ukončena za 20 minut. Destilací za sníženého tlaku byl získán (cyklohexenyletyl)trichlorsilan v 95 % výtěžku.

P ř í k l a d 3

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že směs chlorsilanů obsahovala 85,3 % trichlorsilanu, 9,5 % tetrachlorsilanu a 5,2 % dichlorsilanu. Reakce byla ukončena za 55 minut. Destilací za sníženého tlaku byl získán (cyklohexenyletyl)trichlorsilan v 90% výtěžku.

P ř í k l a d 4

Příklad 1 bylo zopakován s tím rozdílem, že směs chlorsilanů obsahovala 96,2 % trichlorsilanu, 0,7 % dichlorsilanu a 3,9 % tetrachlorsilanu. Reakce byla ukončena za 25 minut. Destilací za sníženého tlaku byl získán (cyklohexenyletyl)trichlorsilan v 96% výtěžku.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby (cyklohexenyletyl)trichlorsilanu hydrosilací vinylcyklohexenu katalyzovanou kyselinou chloroplatičitou a katalytickými systémy tvořenými kyselinou chloroplatičitou a terc.fosfiny, fosfity nebo fosfinoxidy, vyznačený tím, že se hydrosilylace provádí 85 až 99,8% trichlorsilanem, obsahujícím 0,2 až 15 % směsi dichlorsilanu s tetrachlorsilanem.