



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240 948

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 05 10 84
(21) PV 7542-84

(51) Int. Cl.7

G 07 F 7/10

(40) Zveřejněno 16 07 85
(45) Vydáno 01 10 87

(75)
Autor vynálezu

ČAPKA MARTIN ing.CSc.;
CZAKOVÁ MARIE ing.;
HETFLÉŠ JIŘÍ ing.DrSc., PRAHA

(54)

Způsob výroby 3-(2-aminoethylamino)propyl(alkoxy)silanů

Způsob výroby 3-(2-aminoethylamino)propyl(alkoxy)silanů obecného vzorce

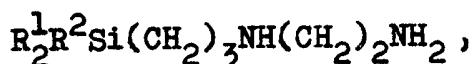
$R^1R^2Si(CH_2)_2NH_2$ kde R^1 představuje methoxy a ethoxy skupinu a R^2 představuje methoxy, ethoxy a methyl skupinu reakcí 1,2-diaminoethanu s halogenoalkyl(alkoxy)silany obecného vzorce $R^1R^2Si(CH_2)_3Cl$, kde R^1 a R^2 mají výše uvedený význam, spočívající v tom, že se reakce provádí v přítomnosti železa, niklu, chromu, mědi a slitin těchto kovů jako katalyzátoru.

3-(2-Aminoethylamino)propyl(alkoxy)silany jsou vhodnými činidly pro úpravu anorganických materiálů, které touto úpravou získávají vlastnosti slabých anexů a vykazují zvýšenou afinitu k některým organickým polymerům, například, fenolformaldehydovým praskyřicím apod.

Vynález se týká způsobu výroby 3-(2-aminoethylamino)propyl-(alkoxy)silanů.

Je známo, že v technické praxi se používají aminoalkylsubstituované organokřemičité sloučeniny převážně k úpravě anorganických plniv. Mezi nimi nacházejí uplatnění i N-(alkoxysilyl)-alkyl_deriváty ethylendiaminu (např. NSR zveř. spis 1 954 233, USA patent 3 472 729). Tyto látky jsou dosud vyráběny reakcí halogenalkyl(alkoxy)silanů s amoniakem nebo s alkylaminy v nepřítomnosti katalyzátorů (J. Org. Chem. 36, 3120 (1971)). Reakce je relativně zdlouhavá a poskytuje žádané produkty ve středních výtěžcích. Způsob provedení podle vynálezu zlepšuje výrobu těchto látek, neboť zkracuje reakční dobu a zvyšuje výtěžky produktů provedením reakce v přítomnosti levného katalyzátoru.

Podstatou vynálezu je výroba 3-(2-aminoethylamino)propyl-(alkoxy)silanů obecného vzorce

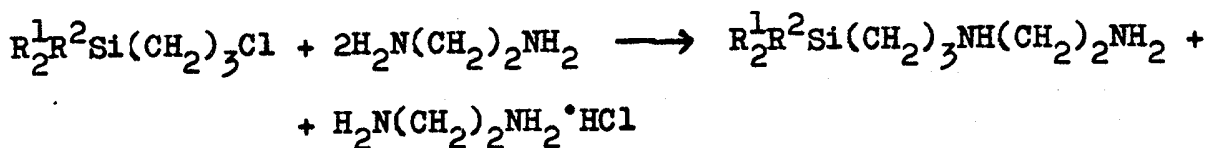


kde R^1 představuje methoxy- a ethoxy-skupinu,

R^2 představuje methoxy-, ethoxy- a methyl-skupinu,

reakcí 1,2-diaminoethanu s halogenalkyl(alkoxy)silany obecného vzorce $R_2^1R^2Si(CH_2)_3Cl$, kde R^1 a R^2 mají výše naznačený význam, v přítomnosti železa, niklu, chromu, mědi a slitin těchto kovů jako katalyzátoru.

Reakce probíhá podle rovnice



a lze ji provést jak s výchozími komponentami ve stechiometrickém poměru, tak výhodně s přebytkem 1,2-diaminoethanu, který po-

tlačuje tvorbu nežádoucích bis(alkoxysilylpropyl)substituovaných derivátů ethylendiaminu. Pro dosažení vhodné rychlosti tvorby produktu je účelné provést reakci při zvýšených teplotách, výhodně při 100 až 120°C. Reakce se výhodně provádí bez rozpouštědla, lze však použít i aprotického rozpouštědla nereagujícího s výchozími látkami. Z hlediska pořadí reakčních komponent je výhodné provést reakci tak, že chlorpropyl(alkoxy)silan se postupně přidává k ethylendiaminu zahřátému na reakční teplotu, přičemž reakce probíhá za tlaku nasycených par reakčních komponent, případně za zvýšeného tlaku dosaženého přidávkem inertního plynu, např. dusíku.

K dosažení příznivých účinků ve smyslu vynálezu se reakce provádí v přítomnosti kovu jako katalyzátoru, přičemž se daný kov použije v množství 0,01 až 10 % vztaženo na chlorpropyl(alkoxy)silan, výhodně ve formě jemných částic, případně třísek. Bylo nalezeno, že příznivý vliv na průběh reakce vykazují i ocelové stěny reakční nádoby.

3-(2-Aminoethylamino)propyl(alkoxy)silany připravené podle vynálezu jsou vhodnými činidly pro úpravu anorganických materiálů, které touto úpravou získávají vlastnosti slabých anexů a vykazují zvýšenou afinitu k některým organickým polymerům, např. fenolformaldehydovým pryskyřicím apod.

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

Příklad 1

Do reakční skleněné nádoby opatřené míchadlem, zpětným chladičem a kapací nálevkou, bylo vneseno 5,6 mol 1,2-diaminoethanu a 10 g práškového železa, směs byla zahřata k varu a za míchání k ní byl postupně přikapán 1 mol 3-(chlorpropyl)triethoxysilanu. Po skončení přidávání byla reakční směs udržována při teplotě 120°C po 4 h. Po oddělení vrstvy obsahující nezreagovaný 1,2-diaminoethan a jeho hydrochlorid byl destilací získán 3-(2-aminoethylamino)propyl(triethoxy)silan ve výtěžku 75 %; t_v 156°C / 15 mmHg, d_4^{25} 0,9629, n_D^{25} 1,4367.

Příklad 2

5 mol 1,2-diaminoethanu, 1 mol 3-(chlorpropyl)trimethoxysilanu a 0,1 g práškového niklu bylo zpracováno postupem uvedeným

v příkladu 1. Porovnáním s autentickým vzorkem byl chromatografickou analýzou v reakční směsi nalezen 3-(2-aminoethylamino)-propyltrimethoxysilan ve výtěžku 87 %.

Příklad 3

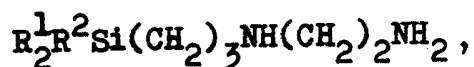
Postupem podle příkladu 1 byla provedena reakce 3 mol 1,2-diaminoethanu s 0,5 mol 3-(chlorpropyl)(methyl)diethoxysilanu v přítomnosti 1 g práškové mědi. Porovnáním s autentickým vzorkem byl chromatografickou analýzou v reakční směsi nalezen 3-(2-aminoethylamino)propyl(methyl)diethoxysilan ve výtěžku 77 %.

Příklad 4

Podle postupu popsaného v příkladu 1 bylo zpracováno 4 mol 1,2-diaminoethanu, 0,4 mol 3-(chlorpropyl)(methyl)dimethoxysilanu a 10 g třísek z chromniklové oceli. Porovnáním s autentickým vzorkem byl chromatografickou analýzou v reakční směsi nalezen 3-(2-aminoethylamino)propyl(methyl)dimethoxysilan ve výtěžku 87 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby 3-(2-aminoethylamino)propyl(alkoxy)silanů obecného vzorce



kde R^1 představuje methoxy- a ethoxy-skupinu a

R^2 představuje methoxy, ethoxy- a methyl-skupinu,

reakcí 1,2-diaminoethanu s halogenoalkyl(alkoxy)silany obecného vzorce $R_2^1 R^2 Si(CH_2)_3 Cl$, kde R^1 a R^2 mají výše uvedený význam, vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti železa, niklu, chromu, mědi a slitin těchto kovů jako katalyzátoru.