



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 790

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 01 82
(21) (PV 438-82)

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/14

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 09 84

(75)
Autor vynálezu

ČAPKA MARTIN ing. CSc.,
ROSENBERG IVAN ing.,
HOLÝ ANTONÍN ing. CSc.,
HETFLEJŠ JIŘÍ ing. DrSc.,

PRAHA

(54)

Způsob výroby 3-(fenoxypropyl) trichlorsilanu

Vynález se týká způsobu výroby 3-(fenoxypropyl)trichlorsilanu.

3-(Fenoxypopyl)trichlorsilan je jedním ze silanisačních činidel pro přípravu modifikovaných chromatografických fází a lze ho využít i jako spojovacího prostředku pro přípravu plněných polymerů.

Dosud jediným známým postupem jeho přípravy, adicí trichlorsilanu k allylphenyletheru v přítomnosti 0,01 mol.% kyseliny chloroplatičité (Ž. Obšč. Chim. 46, 1034 (1976)), lze uvedenou látku získat ve výtěžcích nepřesahujících 60 %.

Způsob podle vynálezu podstatně snižuje spotřebu kyseliny chloroplatičité jako katalyzátoru a zvyšuje i výtěžky 3-(fenoxypopyl)trichlorsilanu na 80 %.

Bylo nalezeno, že výrobu 3-(fenoxypopyl)trichlorsilanu výše uvedenou reakcí trichlorsilanu s allylphenyletherem lze provést s oběma reaktanty ve stechiometrických množstvích, výhodně s použitím mírného přebytku trichlorsilanu 10 až 40 %, který je po reakci nezreagovaný získán zpět, v přítomnosti dvousložkového katalyzátoru sestávajícího z kyseliny chloroplatičité, výhodně ve formě roztoku v tetrahydrofuranu a difenylsilanu. Pro rozpuštění kyseliny chloroplatičité lze rovněž použít jiného rozpouštědla obvyklého při jejím použití jako katalyzátoru hydrosilylačních reakcí. Vzájemný poměr kyseliny chloroplatičité, allylphenyletheru a difenylsilanu závisí na podmínkách reakce, jako na teplotě, způsobu přidávání, množství reakčních komponent, čistotě reaktantů, intenzitě míchání, nebo zahřívání, resp. chlazení. Postup podle vynálezu lze s výhodou uskutečnit za použití reakčních komponent v molárních poměrech Pt:allylphenylether = $1:10^4$ až $1:10^5$ a Pt:difenylsilan = 1:0,5 až 1:100.

Příklad ilustruje provedení podle vynálezu, aniž by jej vymezoval nebo omezoval. Navážky jsou uváděny v molárních dílech.

Příklad

Do reakční nádoby bylo předloženo 1 100 dílů allylfenyloetheru, 0,036 dílů kyseliny chloroplatické rozpuštěné v tetrahydrofuranu a 0,2 dílu difenylsilanu a k této směsi byl přidáván trichlorsilan tak, aby teplota v reakční nádobě nepřestoupila 140°C (celkem přidáno 1220 dílů). Po skončeném přidávání byla směs udržována ve varu 2 h. Destilací byl získán 3-(fenoxypropyl)trichlorsilan v 80 %ním výtěžku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

224 790

Způsob výroby 3-(fenoxypropyl)trichlorsilanu adicí trichlorsilanu k allyl fenyletheru vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti katalyzátoru vytvořeného z difenylsilanu a kyseliny chloroplaticité v molárním poměru 0,5 až 100:1.