

Академик А. В. ТОПЧИЕВ, Н. С. НАМЕТКИН и В. И. ЗЕТКИН

## ПОЛУЧЕНИЕ ГЕКСАЛКОКСИПРОИЗВОДНЫХ ДИСИЛАНЭТАНА

В предыдущих сообщениях (1, 2) нами описаны гексалкоксипроизводные дисиланметана общей формулы  $(\text{RO})_3\text{SiCH}_2\text{Si}(\text{OR})_3$ , полученные при взаимодействии гексахлордисиланметана со спиртами. В настоящей работе описываются некоторые гексалкоксипроизводные дисиланэтана общей формулы  $(\text{RO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OR})_3$ , полученные при взаимодействии первичных нормальных гексилового, гептилового, октилового и нонилового спиртов с гексахлордисиланэтаном.

Гексахлордисиланэтан был получен при взаимодействии дихлорэтана с кремнием в условиях, описанных нами в ряде предыдущих сообщений (3-5). Пары дихлорэтана пропускались через трубку со смесью 80% кремния и 20% восстановленной меди, помещенную в каталитическую печь при температуре 300°. Выделенный при фракционировании жидких продуктов реакции гексахлордисиланэтан имел следующие характеристики: т. кип. 196° при 760 мм рт. ст., т. пл. 25°.

Анализ гексахлордисиланэтана

Найдено %: Cl 71,48, 71,80  
Вычислено %: Cl 71,67

Гексалкоксипроизводные дисиланэтана получались нами по следующей методике. Гексахлордисиланэтан медленно из капельной воронки добавлялся к двухкратному избытку спирта при непрерывном пропускании азота. По добавлении всего гексахлордисиланэтана реакционная смесь нагревалась в токе азота при 60—70° 8—10 час., после чего подвергалась разгонке.

Получение гексагексоксидисиланэтана



В трехгорлую колбу загружалось 180 г гексилового спирта, к которому прибавлялось 50 г гексахлордисиланэтана в течение 25 мин. После отгонки избытка спирта остаток разгонялся в вакууме. Полученная от вакуумной разгонки фракция с т. кип. 267—268° при 1,2 мм представляла собой гексагексоксидисиланэтан.

Анализ гексагексоксидисиланэтана

Найдено %: C 65,93, 65,92; H 11,97, 11,98; Si 8,22  
Вычислено %: C 66,09; H 11,88; Si 8,01

Получение гексагептоксидисиланэтана



В трехгорлую колбу загружалось 200 г гептилового спирта, к которому прибавлялось 40 г гексахлордисиланэтана в течение 20 мин. После отгонки избытка спирта остаток разгонялся в вакууме. Полученная от вакуумной разгонки фракция с т. кип. 271—272° при 0,4 мм представляла собой гексагептоксидисиланэтан.

Таблица 1

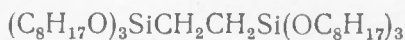
Физико-химические свойства гексалкокспроизводных дисиланэтана

Полученная	Формула	Т. кип. ° С/мм рт. ст.	d <sub>4</sub> <sup>20</sup>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	MR	
					набл.	выч.
Гексагексоксидисиланэтан	(C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> O) <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Si(OC <sub>6</sub> H <sub>13</sub> ) <sub>3</sub>	267—268/1,2	0,9007	1,4406	202,09	201,89
Гексагептоксидисиланэтан	(C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> O) <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Si(OC <sub>7</sub> H <sub>15</sub> ) <sub>3</sub>	271—272/0,4	0,8982	1,4444	229,40	229,07
Гексаоктоксидисиланэтан	(C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> O) <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Si(OC <sub>8</sub> H <sub>17</sub> ) <sub>3</sub>	307—309/1	0,8893	1,4480	258,54	257,65
Гексаноноксидисиланэтан	(C <sub>9</sub> H <sub>19</sub> O) <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Si(OC <sub>9</sub> H <sub>19</sub> ) <sub>3</sub>	307—309°/0,4	0,8858	1,4500	285,61	285,28

Анализ гексагептоксидисиланэтана

Найдено %: С 68,31, 68,39; Н 12,21, 12,25; Si 7,52  
(C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>O)<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Si(OC<sub>7</sub>H<sub>15</sub>)<sub>3</sub>. Вычислено %: С 68,22,  
Н 12,15; Si 7,24

Получение гексаоктоксидисиланэтана

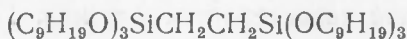


В трехгорлую колбу загружалось 240 г октислового спирта, к которому прибавлялось 50 г гексахлордисиланэтана в течение 25 мин. После отгонки избытка спирта остаток разгонялся в вакууме. Полученная от вакуумной разгонки фракция с т. кип. 307—309° при 1 мм представляла собой гексаоктоксидисиланэтан.

Анализ гексаоктоксидисиланэтана

Найдено %: С 70,14, 70,07; Н 12,41, 12,27; Si 6,56  
(C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>O)<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Si(OC<sub>8</sub>H<sub>17</sub>)<sub>3</sub>. Вычислено %: С 69,93;  
Н 12,36; Si 6,53

Получение гексаноноксидисиланэтана



В трехгорлую колбу загружалось 144 г нонилового спирта, к которому прибавлялось 24 г гексахлордисиланэтана в течение 16 мин. После отгонки избытка спирта остаток разгонялся в вакууме. Полученная от вакуумной разгонки фракция с т. кип. 307—309° при 0,4 мм представляла собой гексаноноксидисиланэтан.

Анализ гексаноноксидисиланэтана

Найдено %: С 71,25, 71,35; Н 12,53, 12,45; Si 5,82  
(C<sub>9</sub>H<sub>19</sub>O)<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>H<sub>4</sub>Si(OC<sub>9</sub>H<sub>19</sub>)<sub>3</sub>. Вычислено %: С 71,34;  
Н 12,53; Si 5,95

В табл. 1 приводятся некоторые физико-химические свойства полученных соединений.

При фракционировании продуктов реакции каждого опыта после отгонки соответствующего гексалкокспроизводного дисиланэтана перегоняются маслянистые жидкости, представляющие собой, вероятно, продукты конденсации гексалкокспроизводных дисиланэтана.

Поступило  
12 IV 1952

## ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> А. В. Топчиев, Н. С. Наметкин и В. И. Зеткин, ДАН, **83**, № 3 (1952). <sup>2</sup> Н. С. Наметкин, А. В. Топчиев и В. И. Зеткин, ДАН, **84**, № 3 (1952). <sup>3</sup> А. В. Топчиев и Н. С. Наметкин, ДАН, **78**, № 2 (1951). <sup>4</sup> А. В. Топчиев, Н. С. Наметкин и Н. М. Жмыхова, ДАН, **78**, № 3 (1951). <sup>5</sup> А. В. Топчиев, Н. С. Наметкин и В. И. Зеткин, ДАН, **82**, № 6 (1952).