

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

100383

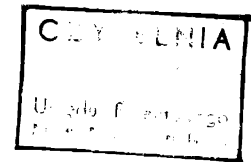
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 19.11.75 (P. 185306)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 18.12.76

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1980



Int. Cl².

C08L 83/04
C08J 3/10

Twórcy wynalazku: Bolesław Strawski, Władysław Piłat, Jan Jach,
Ryszard Magdoń, Antoni Kozłowski, Marianna Strawska
Tadeusz Głód

Uprawniony z patentu : Zakłady Chemiczne „Sarżyna”,
Nowa Sarżyna (Polska)

Sposób wytwarzania stabilnych wodnych emulsji żywic silikonowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stabilnych wodnych emulsji żywic silikonowych stosowanych głównie do impregnacji wodoodpornej różnych materiałów zwłaszcza w budownictwie, ceramice i włókiennictwie.

Znane są z literatury patentowej sposoby otrzymywania wodnych emulsji żywic silikonowych przeznaczonych do impregnacji różnych materiałów, między innymi z opisu patentowego RFN nr 894771, gdzie emulsje otrzymuje się z polisiloksanów krzemooorganicznych rozpuszczając je w mieszaninie jednowodorotlenowych alkoholi z alkiloaminami a następnie emulgując w wodzie.

Udoskonaleniem powyższej metody powodującym niewielki wzrost trwałości emulsji jest sposób otrzymywania wodnych emulsji silikonowych przedstawiony w opisie patentowym NRF n 900018, gdzie do mieszaniny alkoholi i alkiloamin wprowadzono ketony z dodatkiem niewielkich ilości kwasu oleinowego.

Przedmiotem wynalazku według patentu NRF nr 1161419 jest metoda wytwarzania emulsji alkilowodoropolisiloksanowych przy zastosowaniu czwarterzędowych soli alkiloamonowych lub pierwszorzędowych amin o długich łańcuchach jako emulgatorów, oraz kwasów karboksylowych wykazujących w emulgowanej mieszaninie pierwszorzędowe grupy aminowe.

Sposób otrzymywania wodnych, wolnych od emulgatora emulsji silikonowych znany jest z opisu patentowego NRF nr 1570576, gdzie emulsję otrzymuje się z polisiloksanu zawierającego co najmniej 2 grupy krzemu i co najmniej 1 reaktywny atom wodoru, z dwuizocyjanianu oraz z połączenia co najmniej 1 grupy izocyjanianowej z reaktywnym atomem wodoru.

Przedmiotem wynalazku według patentu nr 73620 jest środek antyadhezyjny do powlekania konfekcji zwłaszcza wyrobów gumowych wulkanizowanych w autoklawach lub w prasach pod ciśnieniem. Środek ten uzyskano poprzez dodanie do roztworu wodno-silikonowego alkiloarylosulfonianów i wysokocząsteczkowych alkilosiarczanów lub ich mieszanin powodujących przeprowadzenie wodnego roztworu silikonowego z formy ciekłej w pianę.

Wszystkie wodne emulsje żywic silikonowych uzyskane według wyżej wymienionych sposobów posiadają szereg wad i niedogodności ograniczających ich stosowanie. Wadą tych emulsji jest mała stabilność przejawiająca

się rozdzieleniem jej na fazę wodną i organiczną w przeciągu około trzech miesięcy. Ponadto wymienione emulsje charakteryzują się bardzo małą odpornością na niskie temperatury dochodzącą zaledwie do -5°C . Poprzez zastosowanie emulgatorów aminowych są toksyczne i mają bardzo nieprzyjemny zapach.

Emulsja silikonowa opisana w opisie patentowym nr 73620 do przetwórstwa się nie nadaje, gdyż wskutek dużej ilości emulgatorów tworzy się piana trudna do zlikwidowania.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania emulsji żywic silikonowych nie posiadających wyżej wymienionych wad poprzez taki dobór składników oraz parametrów technicznych, który pozwala na uzyskanie emulsji żywic silikonowych o wyjątkowo wysokiej stabilności, dużej odporności na niskie temperatury, nie toksycznej i łatwej w przetwórstwie.

Zgodnie z wynalazkiem sposób wytwarzania stabilnych wodnych emulsji żywic silikonowych z roztworów żywic metylo- lub metylofenylosilikonowych w rozpuszczalnikach organicznych, wody i emulgatora charakteryzuje się tym, że jako emulgator stosuje się synergetyczną mieszaninę złożoną z a) oksyetylowanego alkilofenolu będącego produktem addycji tlenu etylenu do alkilofenolu o stopniu zoksyetylowania od 7 do 14 i b) produktu addycji tlenu etylenu do estru d-sorbitu i kwasu tłuszczowego w stosunku wagowym a:b = 100:1 do 1:50.

Sposób zgodnie z wynalazkiem charakteryzuje się również tym, że jako emulgator stosuje się synergetyczną mieszaninę złożoną z a) oksyetylowanego alkilofenolu będącego produktem addycji tlenu etylenu do alkilofenolu o stopniu zoksyetylowania od 7 do 14 i b) alkilobenzenosulfonianu sodu posiadającego rodnik alkilowy o 10 do 14 atomach węgla w stosunku wagowym a:b = 100:1 do 1:50.

W sposobie według wynalazku emulgator stosuje się w ilości od 0,01% do 25% licząc na ciężar emulsji.

Wodna emulsja żywicy silikonowej wytworzona w wyżej wymieniony sposób charakteryzuje się bardzo dużą stabilnością dochodzącą do sześciu miesięcy, dużą odpornością na niskie temperatury co pozwala na przewożenie i przechowywanie jej w temperaturach do -15°C . Emulsja według wynalazku poprzez dużą zawartość głównego składnika – związku krzemooorganicznego dochodzącą do 50% ma swoje uzasadnienie w ekonomicie transportu. Z uwagi na to, że użytkownik stosuje emulsję w postaci 2–5% roztworu wodnego transport koncentratu w porównaniu z jego roztworem wodnym jest ekonomiczniejszy.

Uzyskana emulsja poprzez wprowadzenie małej ilości emulgatorów stosowanych powszechnie w produkcji środków kosmetycznych jest nie toksyczna, ma przyjemny zapach oraz nie tworząc piany nadaje się do przetwórstwa.

Sposobem według wynalazku do ksilenowego roztworu żywicy silikonowej o gęstości $1,0\text{ g/cm}^3$ dodawano jedną z wyżej opisanych synergetycznych mieszanin emulgatorów w ilości około 5 części wagowych na 100 części wagowych roztworu żywicy oraz wodę w takiej ilości aby otrzymać 30–50% emulsję żywicy silikonowej. Otrzymaną mieszaninę emulgowano przy użyciu homogenizatora stosując 7000 obrotów na minutę przez okres 5 minut lub przy użyciu młynka Koruma stosując 2800 obrotów na minutę przez okres 10 minut.

Przykład I. Do 80 części wagowych 55% ksilenowego roztworu żywicy metylosilikonowej charakteryzującej się stosunkiem rodników organicznych do krzemu $\text{R/Si} = 1,1$ dodano 26 części wagowych ksylenu uzyskując roztwór o gęstości $1,0\text{ g/cm}^3$. Do 100 części wagowych tego roztworu dodano 90 części wagowych wody i 10 części wagowych mieszaniny synergetycznej złożonej z oksyetylowanego nonylofenolu będącego produktem addycji tlenu etylenu do nonylofenolu o stopniu zoksyetylowania 8 dostępnego w handlu pod nazwą Rokafenol N8 i produktu addycji tlenu etylenu do estru d-sorbitu i kwasu stearynowego znanego w handlu pod nazwą Rokwinol 60 w stosunku 8:2. Wymieszaną wstępnie mieszaninę emulgowano przy pomocy młynka Koruma przy 2800 obrotów na minutę przez okres 10 min. Otrzymana emulsja nie ulegała rozwarstwieniu podczas 30 minut wirowania na wirówce laboratoryjnej przy 3000 obrotach na minutę.

Przykład II. Do 100 części wagowych ksilenowego roztworu żywicy metylosilikonowej o gęstości $1,0\text{ g/cm}^3$ opisanej w przykładzie I, dodano 90 części wagowych wody i 8 części wagowych mieszaniny synergetycznej składającej się z 6 części wagowych zoksyetylowanego nonylofenolu o stopniu zoksyetylowania 10 i 2 części wagowych dodecylobenzenosulfonianu sodu posiadającego rodnik alkilowy zawierający 12 atomów węgla. Otrzymaną mieszaninę po wstępnym wymieszaniu emulgowano przy pomocy homogenizatora stosując 7000 obrotów na minutę przez okres 5 minut uzyskując stabilną emulsję nie rozwarstwiającą się podczas 40 minutowego wirowania na wirówce laboratoryjnej przy 3000 obrotach na minutę.

Przykład III. 80 części wagowych toluenowego roztworu żywicy metylofenylosilikonowej charakteryzującej się stosunkiem rodników organicznych do krzemu $\text{R/Si} = 1,4$ zmieszano wstępnie z 60 częściami wagowymi wody i 5 częściami wagowymi emulgatora będącego mieszaniną synergetyczną opisaną w przykładzie I. Następnie mieszaninę emulgowano przy pomocy homogenizatora przy 5000 obrotach na minutę przez okres 8 minut. Otrzymana emulsja nie uległa rozwarstwieniu po 30 minutowym wirowaniu na wirówce laboratoryjnej przy 3000 obrotach na minutę.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania stabilnych wodnych emulsji żywic silikonowych z roztworów żywic metylo- lub metylofenylosilikonowych w rozpuszczalnikach organicznych, wody i emulgatora, z n a m i e n n y t y m, że jako emulgator stosuje się synergetyczną mieszaninę złożoną z a) oksyetylowanego alkilofenolu będącego produktem addycji tlenu etylenu do alkilofenolu o stopniu zoksyetylowania od 7 do 14 i b) produktu addycji tlenu etylenu do estru d-sorbitu i kwasu tłuszczowego w stosunku wagowym a:b = 100:1 do 1:50.

2. Sposób wytwarzania stabilnych wodnych emulsji żywic silikonowych z roztworów żywic metylo- lub metylofenylosilikonowych w rozpuszczalnikach organicznych, wody i emulgatora, z n a m i e n n y t y m, że jako emulgator stosuje się synergetyczną mieszaninę złożoną z a) oksyetylowanego alkilofenolu będącego produktem addycji tlenu etylenu do alkilofenolu o stopniu zoksyetylowania od 7 do 14 i b) alkilobenzenosulfonianu sodu posiadającego rodnik alkilowy o 10 do 14 atomach węgla w stosunku wagowym a:b = 100:1 do 1:50.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że emulgator stosuje się w ilości od 0,01% do 25% licząc na ciężar emulsji.

4. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m, że emulgator stosuje się w ilości od 0,01% do 25% licząc na ciężar emulsji.