



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 986

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 23 06 82
(21) FV 4646-82

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/18

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 01 86

(75)
Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy organokřemičitých esterů

1

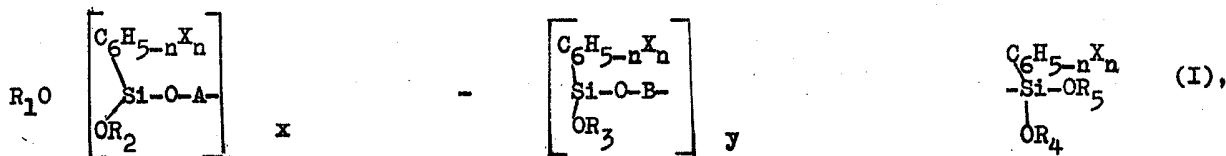
Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů z halogenfenyltrichlorsilanů, glykolů, polyglykolů a jednomocných alkoholů. Nové estery jsou vhodné pro použití v mazací technice a dále by mohly nalézt uplatnění v plastikářském průmyslu jako změkčovačů.

Obvykle se organokřemičité estery připravují s použitím rozpouštědel a akceptorů chlórovodíku. Pro nové typy esterů však byl vypracován současně i nový postup eliminující uvedené nevýhodné podmínky při syntéze.

Získané estery jsou velmi stabilní z termooxidačního i hydrolytického hlediska a mají vynikající mazivost. Jsou použitelné ve velmi širokém teplotním rozsahu a dobře mísitelné se siloxanovými, diesterovými, polyolesterovými a minerálními oleji. Výborně rozpouštějí aditiva a lze je proto použít pro přípravu olejů, hydraulických kapalin, plastických maziv apod.

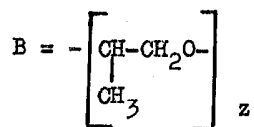
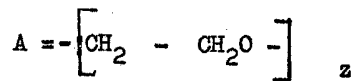
Jejich působení na butadienstyrenovou pryž při 120 °C, 70 h z hlediska botnatelnosti objemové i hmotnostní a tvrdosti je srovnatelné s běžnými minerálními motorovými oleji.

Způsob přípravy organokřemičitých esterů teoretického vzorce I



kde R_1 až R_5 značí alkylskupinu s 8 až 16 atomy uhlíku a x a y mají hodnotu 0,1 až 10

$X = \text{Cl}, \text{Br}$



Příčemž z má hodnotu 1 až 4, reakcí halogenfenyltrichlorsilanů vzorce II



kde $X = \text{Cl}, \text{Br}$

n má výše uvedený význam,

s etylenglykolem, polyethylenglykolethery, propylenglykolem nebo polypropylenglykolethery popřípadě jejich směsí a dále s jednomocnými alkoholy s počtem atomů 8 až 16 spočívá podle vynálezu v tom, že z halogenfenyltrichlorsilany reagují s uvedenými alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po ukončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v jednomocném alkoholu a oddestilují se těkavé podíly.

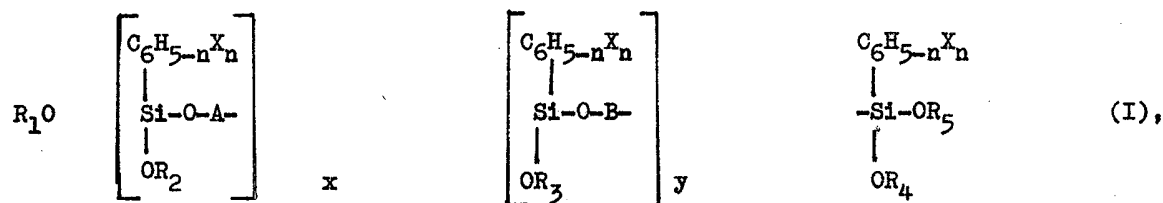
Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Do 6 l Kellerovy čtyřhrdlé baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nálevkou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem bylo předloženo: 150 g triethylenglykoletheru, 200 g tripropylenglykoletheru, 640 g směsi alkoholů obsahující 85 % dekanolu a 25 % dodekanolu, 260 g 2-ethylhexanolu a za míchání a současně zahřívání baňky bylo během 1 h. připuštěno 984 g chlorfenyltrichlorosilanu a pak ještě 325 g 2-ethylhexanolu. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku a teplota zvyšována tak, aby ke konci připouštění vystoupila v baňce na 100 až 120 °C. Pak byl ke dnu baňky zaveden trubičkou dusík a za míchání a zahřívání baňky na 110 až 120 °C byl proudem dusíku během 30 až 60 minut snížen obsah kyselosti v baňce až do čísla kyselosti 0,08 mg KOH/g. Pak bylo přidáno do baňky za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v 2-ethylhexanolu. Obsah baňky byl poté přepuštěn do vakuové destilační aparatury a těkavé podíly oddestilovány při tlaku 1500 Pa do teploty varu 160 °C. Po schladnutí byl destilační zbytek profiltrován přes papír, bylo získáno 1748 g čirého, žlutého esteru s číslom kyselosti 0,03 mg KOH/g, $n_D^{25} = 1,4837$, teplotou vsplanutí 247 °C, teplotou hoření nad 260 °C, teplotou tuhnutí -51 °C, viskozitou při 100 °C 10,49 mm².s⁻¹, při 50 °C 41,56 mm².s⁻¹, při -20 °C 3950 mm².s⁻¹, při -40 °C 55658 mm².s⁻¹, viskozitním indexem 163.

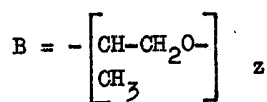
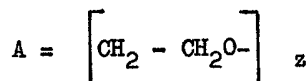
Předmět vynálezu

Způsob přípravy organokřemičitých esterů teoretického vzorce I

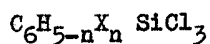


kde R_1 až R_5 značí alkylskupinu s 8 až 16 uhlíky a x a y mají hodnotu 0,1 až 10

$X = Cl, Br$



přičemž z má hodnotu 1 až 4, reakcí halogenfenyltrichlorsilanů vzorce II



kde $X = Cl, Br$

n má výše uvedený význam,

s etylenglykolem, polyethylenglykolethery, polypropylenglykolem nebo polypropylenglykolethery popřípadě jejich směsí a dále s jednomocnými alkoholy s počtem atomů uhlíku 8 až 16, vyznačený tím, že se halogenfenyltrichlorsilany reagují s uvedenými alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po ukončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v jednomocném alkoholu a oddestilují se těkavé podíly.