



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225043

(II) (B1)

(22) Přihlášeno 20 05 82
(21) (PV 3713-82)

(51) Int. Cl.³
C 07 F 7/18

(40) Zveřejněno 27 05 83

(45) Vydáno 15 02 86

(75)
Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE

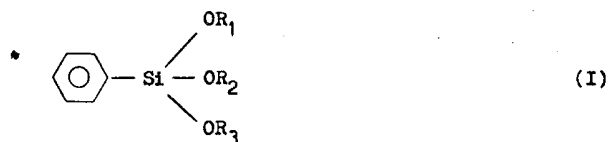
(54) Způsob přípravy organokřemičitých esterů

1

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů z fenyiltrichlorsilanu a jednomocných alkoholů. Jedná se o sloučeniny, které jsou vhodné pro použití v mazací technice. Dosud používané obdobné estery se vyrábí při nižších teplotách za použití rozpouštědel, například toluenu a akceptorů HCl, například pyridinu.

Příprava nových esterů je založena na technologickém postupu bez použití rozpouštědel a akceptorů chlorovodíku. Získané estery jsou velmi stabilní z termického i hydrolytického hlediska. Jsou použitelné ve velmi širokém teplotním rozsahu. Jsou dobře mísitelné se siloxanovými, diesterovými, polyolesterovými a minerálními oleji, výborně rozpouštějí aditiva a lze je použít jako komponenty do hydraulických a mazacích olejů a pro přípravu plastických maziv, jako přenašeče tepla a nosiče protikorozivních látek.

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce I



kde R_1 , R_2 a R_3 jsou stejné nebo různé a značí alkyl s 8 až 20 atomy uhlíku, reakcí fenyiltrichlorsilanů vzorce II



s jednomocnými alkoholy s 8 až 20 atomy uhlíků spočívá podle vynálezu v tom, že fenyltrichlorsilany reagují s uvedenými alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po skončené reakci se nechá reakční směs probublávat dusík, po ukončení probublávání se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a provede se oddestilování těkavých podílů.

Výše uvedená reakce probíhá do uvedené horní teplotní hranice, z technologických důvodů je však výhodné pracovat do 120 °C. Technologie přípravy organokřemičitých esterů podle vynálezu je bezodpadová, neboť suchý HCl lze použít při výrobě silikonů a destilační přední podíly, tj. převážně alkoholy, vracet do výroby esterů. Moderní mazací technika obsahuje směsi kapalin za účelem získání optimálních vlastností. Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

P ř í k l a d 1

Do 6 l Kellerovy baňky (čtyřhrdlé) opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nálevkou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem, bylo předloženo 2 604 g 2-ethylhexanolu a za míchání a současně vyhřívání baňky bylo během 1 hodiny připuštěno 1 270 g fenyltrichlorsilanu. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího HCl a teplota byla zvyšována tak, aby ke konci připouštění dosáhla v baňce 100 až 120 °C. Po připuštění veškerého fenyltrichlorsilanu byl ke dnu baňky zaveden proud dusíku pomocí trubičky a za míchání a zahřívání baňky na 110 až 120 °C byl pomocí dusíku během 30 až 60 min snížen obsah kyselosti v baňce až do č. kyselosti 0,1 mg KOH/g. Po stanovení obsahu bylo do baňky za míchání přidáno vypočtené množství nasyceného roztoku 2-ethylhexanolu a hydroxidu sodného. Pak byl obsah baňky přepuštěn do vakuové destilační aparatury a přebytečný alkohol oddestilován při tlaku 1 600 Pa do teploty varu 240 °C. Po zchlazení byl destilační zbytek přefiltrován a získáno 2 593 g čiré, bezbarvé kapaliny, s č. kyselosti 0,01 mg KOH/g, teplotou vzplanutí 198 °C, n_D^{25} 1,4624, hustotou při 20 °C 0,909, teplotou tuhnutí pod -70 °C, viskozitou při 100 °C 2,52 mm² · s⁻¹, při 50 °C 6,51 mm² · s⁻¹, při -40 °C 879 mm² · s⁻¹.

Kapalina je termestabilní nad 350 °C, má vynikající korozivně oxidační stálost při 175 °C, za přítomnosti kovu, jako měď, ocel, Al slitina, Mg slitina a probublávání vzduchu po dobu 72 h.

Kapalina nekoroduje a netvoří úsady. Kapalina je nenavhlavá, při 80% relativní vlhkosti nabere max. 0,03 % vzdušné vlhkosti a tento obsah se s časem již nezvyšuje.

Při působení na pryž BSR, NBR je botnatelnost pozitivní. Při zkoušce mezivosti na čtyřkuličkovém stroji při 20 °C, 1 min bylo ČKS 1275/1176^{N/N}.

P ř í k l a d 2

Na aparatuře s postupem podle příkladu 1 bylo předloženo 3 320 g směsi alkoholu o složení 85 % dekanolu a 15 % dodekanolu a připuštěno 1 270 g fenyltrichlorsilanu. Bylo získáno 2 706 g čiré bezbarvé kapaliny, č. kyselosti 0,02 mg KOH/g, n_D^{25} 1,4715, teplotou vzplanutí 222 °C, teplotou hoření nad 250 °C, teplotou tuhnutí -40 °C. Viskozita při 100 °C 4,53 mm² · s⁻¹, při 50 °C 13 mm² · s⁻¹ a při -20 °C 336 mm² · s⁻¹, viskozitní index 185.

Působení na pryž BSR je stejné jako u motorového minerálního oleje. Při zkoušce mezivosti na čtyřkuličkovém stroji při 20 °C bylo ČKS 1275/1176^{N/N}.

P ř í k l a d 3

Jako v předchozích příkladech bylo předloženo 800 g směsi alkoholů podle příkladu 2 a dále 1 000 g 2-ethylhexanolu a připuštěno 1 085 g fenyltrichlorsilanu a nakonec 560 g 2-ethylhexanolu. Bylo získáno 2 788 g čiré bezbarvé kapaliny č. kyselosti 0,03 mg KOH/g, n_D^{25} 1,4663, teploty vzplanutí 223 °C, teploty hoření 243 °C, teploty tuhnutí -66 °C. Viskozita při 100 °C byla 3,02 mm² · s⁻¹, při 50 °C 8,08 mm² · s⁻¹, při -20 °C 187 mm² · s⁻¹, při -40 °C 1 164 mm² · s⁻¹, viskozitní index 149.

Příklad 4

Jako v předchozích příkladech bylo předloženo 1 600 g směsi alkoholů uvedených v př. 2, 400 g 2-ethylhexanolu a připuštěno 1 058 g fenyltrichlorsilanu. Nakonec bylo přidáno 210 g 2-ethylhexanolu. Bylo získáno 2 230 g čiré, slabě nažloutlé kapaliny s číslem kyselosti 0,03 mg KOH/g, n_D^{25} 1,4647, teplotou vzplanutí 241 °C, teplotou hoření 267 °C, teplotou tuhnutí -52 °C, viskozitou při 100 °C 3,73 mm² · s⁻¹, při 50 °C 10,73 mm² · s⁻¹, při -20 °C 281 mm² · s⁻¹, při -40 °C 1 615 mm² · s⁻¹.

Příklad 5

Bylo předloženo 2 600 g směsi alkoholů o složení 50 % hexadekanolu, 30 % oktadekanolu a 20 % eikosanolu. Dále bylo připuštěno 635 g fenyltrichlorsilanu. Získáno bylo 2 573 g bílého esteru s číslem kyselosti 0,07 mg KOH/g, teplotou tání 30 °C, teplotou vzplanutí 232 °C a viskozitou při 100 °C 7,93 mm² · s⁻¹ a při 50 °C 27,06 mm² · s⁻¹.

Příklad 6

Způsobem jako v předchozích příkladech bylo předloženo 780 g směsi jako v příkladu 5, 520 g 2-ethylhexanolu, připuštěno 635 g fenyltrichlorsilanu a nakonec 390 g 2-ethylhexanolu. Bylo získáno 170 g kapaliny s teplotou tuhnutí 9 °C, o viskozitě při 100 °C 4,47 mm² · s⁻¹, při 50 °C 13,15 mm² · s⁻¹.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce I



kde R₁, R₂ a R₃ jsou stejné nebo různé a značí alkyl s 8 až 20 atomy uhlíků reakcí fenyltrichlorsilanů vzorce II



s jednomocnými alkoholy s počtem atomů uhlíků 8 až 20, vyznačený tím, že fenyltrichlorsilan reaguje s uvedenými alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po skončené reakci se nechá reakční směs probublávat dusík a po ukončení probublávání se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a provede se oddestilování těžkých podílů.