



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 798

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 05 82
(21) PV 3803-82

(51) Int. Cl.³ C 07 F 7/04

// C 10 M 3/46

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 07 85

(75)

Autor vynálezu SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE, KARTOUS JIŘÍ, OPATOVICE NAD LABEM

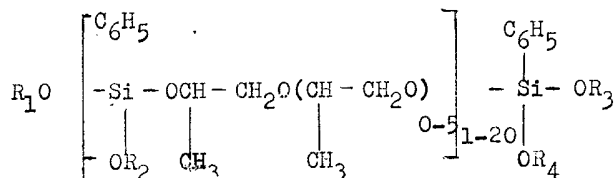
(54) Způsob přípravy organokřemičitých esterů

1

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů z fenyltrichlorsilanu, propylenglykolu nebo polypropylenglykolů a jednomocných alkoholů vhodných pro mazací techniku.

Pro použití v mazací technice jsou organokřemičité estery známy. Nyní bylo zjištěno, že velmi vhodnou surovinou pro přípravu olejů s vyššími viskozitami jsou organokřemičité estery podle vynálezu.

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce



kde R_1 až R_4 je alkyl s 8 až 12 atomy uhlíku, reakcí fenyltrichlorsilanů s propylenglykolem nebo polypropylenglykolem nebo polypropylenglykoletery a 2-etylhexanolem, popřípadě jinými jednomocnými alkoholy, spočívá podle vynálezu v tom, že se uvedené látky zahřívají na teplotu 15 až 160 °C, po skončení reakce se nechá reakční směs probublávat dusík při teplotě 100 až 120 °C, po skončení probublávání se estery neutralizují rozto-

kem hydroxidu sodného v použitém alkoholu a těkavé podíly se oddestilují.

Příprava esterů podle vynálezu je založena na dostupných surovinách, na technologickém postupu bez použití rozpouštědel a akceptorů chlorovodíků. Technologický postup je prakticky bezodpadový, neboť uvolňující se suchý chlorovodík lze vracet do výroby silikonů a oddestilované přední podíly do výroby esterů. Získané estery spojují vynikající vlastnosti polyglykolů a organokřemičitých jednoduchých esterů. Moderní kapaliny pro mazací techniku jsou ponejvíce směsi látek, aby se dosáhlo optimálních vlastností. Získané estery jsou použitelné v širokém teplotním rozsahu, mají vynikající závislost na teplotě, jsou dobře mísitelné s minerálními, diesterovými, polyolesterovými, siloxanovými oleji a dobře rozpouštějí aditiva. Při zkoušce korozivně oxidační stálosti při 175 °C za přítomnosti kovů (měď, ocel, Al-slitina, Mg-slitina) a probublávání vzduchu po dobu 72 h se vyznačují tím, že prakticky netvoří úsady a nekorodují. Působení na pryž při 120 °C z hlediska bobtnatelnosti objemové, hmotnostní a tvrdosti je u esterů připravených s propylenglykolem srovnatelné s působením ropných motorových olejů a u esterů připravených s tripropylenglykoetherem je působení na pryž o málo slabší.

Navlhavost těchto esterů při 80 % rel. vlhkosti za 90 h nepřesáhla 0,20 % hm. u esterů připravených s propylenglykolem a u esterů připravených s di- a tripropylenglykoetherem byla nižší.

Mazivost těchto esterů zkoušená na čtyřkuličkovém stroji při 1 420 ot/min při 20 a 200 °C, po dobu 1 min byla z hlediska kritického zatížení v N, tj následující zatížení, při kterém se otěrová ploška kuliček prudce zvětšila lepší, ve srovnání s polyolesterovým olejem o stejné viskozitě při 100 °C.

Tyto estery pro své vynikající vlastnosti lze použít jako mazací oleje, nebo hydraulické kapaliny, nebo jako jejich komponenty a dále pro přípravu plastických maziv.

Následující příklady ilustrují postup přípravy:

Příklad 1

Do 6 l čtyřhrdlé Kellerovy baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nálevkou, topnou lázní, odvodním potrubím s manometrem bylo předloženo 1 200 g 2-etylhexanolu a 237 g propylenglykolu a za míchání a současného zahřívání baňky bylo během 1 h připuštěno 1 270 g fenyltrichlorsilanu a nakonec 560 g 2-etylhexanolu. Připouštění bylo regulováno podle tlaku unikajícího chlorovodíku a topení bylo zvyšováno tak, aby ke konci připouštění teplota v baňce vystoupila na 100 až 120 °C. Po připuštění alkoholu byl ke dnu baňky zaveden proud dusíku pomocí trubičky a za míchání a zahřívání baňky na 110 až 120 °C byl pomocí dusíku během 1 h snížen obsah kyselosti v baňce až na číslo kyselosti 0,12 mg KOH/g. Po stanovení obsahu kyselosti bylo do baňky za míchání přidáno vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v alkoholu. Obsah baňky s číslem kyselosti 0,01 mg KOH/g byl propuštěn do vakuové destilační aparatury a těkavé podíly oddestilovány při tlaku 200 Pa do teploty varu 240 °C. Destilační zbytek (2 065)g po přefiltrování přes papír byl čistý, bezbarvý, měl číslo kyselosti 0,01, teplotu vzplanutí 197 °C, teplotu hoření 223 °C, teplotu tuhnutí -61 °C. Viskozity při 100 °C 4,72 mm²

s^{-1} , při 50 °C 15,62 $mm^2 s^{-1}$, při -40 °C 8 816 $mm^2 s^{-1}$.

Příklad 2

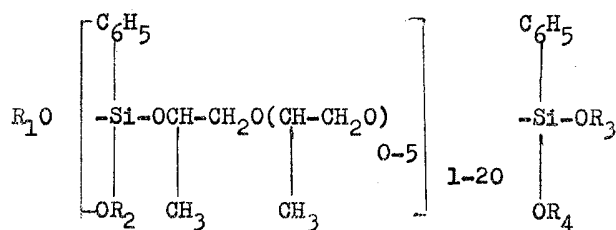
Na aparatuře a postupem podle příkladu 1 bylo předloženo 1 200 g 2-ethylhexanolu a 420 g směsi obsahující 37 % propylenglykolu a 63 % dipropylenglykoetheru, připuštěno 1 270 g fenyltrichlorsilanu a nakonec 560 g 2-ethylhexanolu. Po neutralizaci esteru byly přední podíly oddestilovány při tlaku 3 000 Pa do teploty varu 245 °C. Destilační zbytek po fi
po filtraci (2 093 g) byl čirý, bezbarvý, měl číslo kyselosti 0,02, $n_D^{25} = 1,4723$, teplo-
tu vzplanutí 180 °C, teplotu hoření 213 °C, teplotu tuhnutí -59 °C. Viskozity při 100 °C
4,04 $mm^2 s^{-1}$, při 50 °C 12,77 $mm^2 s^{-1}$, při 40 °C 8 214 $mm^2 s^{-1}$.

Příklad 3

Na aparatuře a postupem podle příkladu 1 bylo předloženo 1 200 g 2-ethylhexanolu a 603 g směsi obsahující 20 % dipropylenglykoetheru a 80 % tripropylenglykoetheru, při-
puštěno 1 270 g fenyltrichlorsilanu a nakonec 560 g 2-ethylhexanolu. Po neutralizaci esteru
byly přední podíly oddestilovány při tlaku 2 600 Pa do teploty varu 252 °C. Destilační
zbytek po filtraci (2 104 g) byl slabě žlutohnědý, měl číslo kyselosti 0,03, $n_D^{25} = 1,4762$,
teplotu vzplanutí 204 °C, teplotu hoření 227 °C, teplotu tuhnutí -57 °C. Viskozity
při 100 °C 6,99 $mm^2 s^{-1}$, při 50 °C 24,02 $mm^2 s^{-1}$, při 20 °C 1 850 $mm^2 s^{-1}$, při -40 °C
25 512 $mm^2 s^{-1}$, viskozitní index 174.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce



kde R_1 až R_4 je alkyl s 8 až 12 atomy uhlíku, reakcí fenyltrichlorsilanů s propylengly-
kolem nebo polypropylenglykoethery a 2-ethylhexanolem, popřípadě jinými jednomocnými
alkoholy, vyznačený tím, že se uvedené látky zahřívají na teplotu 15 až 160 °C, po skon-
čené reakci se nechá reakční směs probublávat dusík při teplotě 100 až 120 °C, po skon-
čeném probublávání se estery neutralizují roztokem hydroxidu sodného v použitém alkoholu
a těkavé podíly se oddestilují.