



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) (PV 740-78)
(22) Prihlášené 06 02 78

(40) Zverejnené 31 07 79

(45) Vydáno 30 11 81

196941
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 F 7/10,
C 07 C 127/00

(75)

Autor vynálezu:

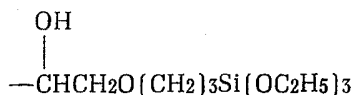
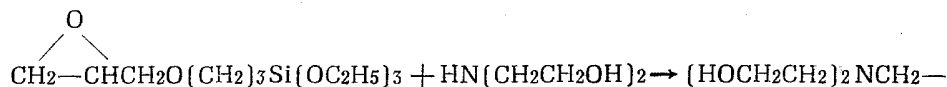
MIŠKOLCI ANTON prom. chem., FLOROVICH STANISLAV ing., FORRÓ JURAJ, TRNAVA,
MARTINOVIČ BOHUMÍR, KÁTLOVCE a MARTIŠOVIČ JOZEF, ZAVAR

(54) N'-bis(beta-hydroxyetyl)gama ureidopropyltrialkoxysilany

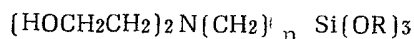
Vynález sa týka nových N'-bis(beta-hydroxyetyl)gama ureidopropyltrialkoxysilanov.

Organokremičité deriváty 2, 2'-iminodietanolu sa uplatnili v priemysle silikátov ako povrchová úprava zlepšujúca antistatické vlastnosti a znižujúca koeficient trenia impregnovanej plochy. V prípade úpravy silikátových vlákien musí povrchová úprava zabezpečovať aj množstvo dôležitých spracovateľských vlastností s prihliadnutím na ich aplikačné použitie. Tieto úlohy sa riešia zmesou zloženou z filmotvor-

ných látok, mazadiel, zmáčadiel, antistatík a väzbových prostriedkov. Z hľadiska zjednotenia týchto systémov sú snahy používať látky na prípravu lubrikácií, ktoré plnia viaceré funkcie súčasne. US patent 2 946 701 popisuje prípravu a použitie silanov, pripravených adíciou amínov na epoxysilany ako povrchovú úpravu sklenených vlákien. Týmto spôsobom je možné pripraviť rôzne adukty na báze 2,2'-iminodietanolu napr.:

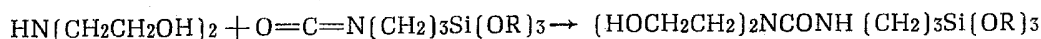
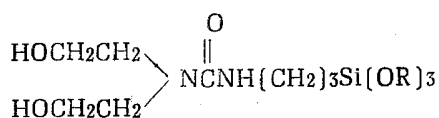


Pri použití tohto aduktu na povrchovú úpravu sklenených vlákien sa síce dosahujú dobré antistatické a klzne vlastnosti vlákien, na zlepšenie adhezie, zvlášť k epoxidovým živiciam je nepostačujúce. Podobne je to aj pri použití trialkoxysilanov, ktoré môžeme znázorniť obecným vzorcom:



v ktorom znamená R — alkyl a n celé číslo 1 — 6. Niektoré typy týchto zlúčenín je možné pripraviť podľa CS aut. osv. 152 557 reakciou 2, 2'-iminodietanolu s halogénmetyltrialkoxysilanmi v alkalickom prostredí, výhodne v roztoku alkoholátu sodného pri teplote 50 až 150 °C.

Vynález popisuje nové N'-bis(beta-hydroxyetyl)gama ureidopropyltrialkoxysilany obecného vzorca



Výber vhodných rozpúšťadiel je značne obmedzený prítomnosť široko reaktívnej izokyanátovej funkčnej skupiny a polárnymi vlastnosťami 2, 2'-iminodietanolu. Ako dobré rozpúšťadla je možné pri syntézach podľa vynálezu použiť dioxan. Zistili sme, že adíciou je výhodné prevádzať bez prítomnosti rozpúšťadla. Vzniknuté silany je možné používať pri rôznych aplikáciách vo forme roztokov vo vode a vo väčšine polárnych organických rozpúšťadiel. Vynález je ďalej objasnený formou príkladov.

Príklad 1

Príprava silanu vzorca



Reakcia sa prevádzala v trojhrdlej banke s Anschützovým nástavcom opatrená miešadlom, spätným chladičom so sušiacou rúrkou, kontaktným teplomerom a oddeľovacím lievikom.

Násada:

31,5 g (0,3 mól) 2, 2'-iminodietanol (bez vody)
74,2 g (0,3 mól) gama izokyanátpropyltrimetoxysilan 100 g dioxan (bez vody).

V dioxane sa rozpustil 2, 2'-iminodietanol a vložil sa do banky. Z oddeľovacieho lievika sa pomaly počas 1 h pridal silan a reakcia sa nechala prebiehať pri 80 °C 3 h. Za vákuu sa od silanu oddestilovalo rozpúšťadlo a destilačný zvyšok sa analyzoval papierovou chromatografiou. Zistili sme, že konverzia tejto reakcie je prakticky 96 až 100 %. Elementárna analýza pre $\text{C}_{11}\text{H}_{26}\text{O}_6\text{N}_2\text{Si}$ (mol. hmotnosť — 310,43)

Vypočítané: 9,02 % N; 9,05 % Si;

Stanovené: 9,18 % N; 9,23 % Si;

Vzniknutý silan je číra, svetložltá kvapalina a podobne ako samotný 2, 2'-iminodietanol je tiež viskózný.

Je rozpustný vo väčšine polárnych organických rozpúšťadiel. Vo vode vytvára mierne zakalený roztok, ktorý sa po prebehnutí hydrolýzy silanu vyčirí. Výhodné je jeho hydrolýzu ka-

v ktorom znamená R — metyl alebo etyl.

Príprava týchto zlúčenín sa dá previesť adíciou 2, 2'-iminodietanolu na izokyanátový silan podľa reakčnej schémy:

talyzovať upravením vodného roztoku na pH v rozmedzí 3,5 až 5.

Príklad 2

Príprava silanu vzorca



Násada:

10,5 g (0,1 mól) 2, 2'-iminodietanol

26,1 g (0,1 mól) gama izokyanátpropyltriethoxysilan

K 2, 2'-iminodietanolu sa za miešania pomaly pridáva silan tak, aby teplota reakčného prostredia neprestúpila 50 °C. Reakcia sa ukončila po 1,5 h miešania. Výťažok 33 g t.j. 97 % teórie. Elementárna analýza pre $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_6\text{N}_2\text{Si}$ (mol. hmotnosť — 324,46)

Vypočítané: 8,63 % N; 8,66 % Si;

Stanovené: 8,80 % N; 8,72 % Si;

Príklad 3

Silany sa použili vo forme 0,5 % vodného roztoku na úpravu sklenených vlákien. Hydrolýza silanov sa katalyzovala prídavkom kyseliny octovej na pH = 4. Takto pripravené apretúry boli nanášané na sklenené vlákno priamo pri jeho výrobe z platinovej pece. Týmto spôsobom upravené vlákna z E-skla o hrúbke 13 μm sa nechali voľne cca 24 h predsušiť a po tejto dobe sa dosušili pri 125 °C 4 h. Sklenené pramene sa použili ako výztuž epoxidovej živice na báze dianu a epichlórhydrinu, ktorá mala obsah epoxidových skupín 0,52 ekviv./100 g a viskozitu pri 25 °C 12 330 mPa.s. Živica sa zosieťovala za použitia dietylentriamínu s aminovým číslom 1638 mg KOH/g a obsahovala 65 % hmotnostných sklenených vlákien. Vyhodnocovanie laminátov sa prevádzalo skúškou pevnosti na ohyb podľa ČSN 64 0607 a umelé stárnutie dvojhodinovým varom vo vode. Dosiahnuté výsledky sú uvedené v tabuľke.

Promátor adhézie R—(CH ₂) ₃ —Si(OC ₂ H ₅) ₃	Medza pevnosti v ohybe (MPa) za sucha po vare	
(HOCH ₂ CH ₂) ₂ NCONH—	1030	980
(HOCH ₂ CH ₂) ₂ N—	970	951
(HOCH ₂ CH ₂) ₂ NCH ₂ CH(OH)CH ₂ O—	982	960

Zhydrolýzovaním a skondenzovaním silanov na príslušné polysiloxany na povrchu skla dostaneme číre filmy s vysokou adhéziou, na

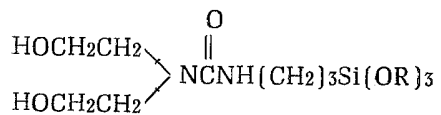
omak masťné s výbornými klznými vlastnosťami.

196941

3

Predmet vynálezu:

N'-bis(beta-hydroxyetyl)gama ureidopropyltri-
alkoxysilany obecného vzorca



v ktorom zanmená R — metyl alebo etyl.