



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223 524

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 03 82
(21) PV 1813-82

(51) Int. Cl.³ G 08 G 77/40

(40) Zveřejněno 28 01 83
(45) Vydáno 01 05 84

(75)

Autor vynálezu SCHÄTZ MIROSLAV doc.ing.CSc., PRAHA
HRON PETR ing.CSc., PRAHA
AIŠMAN MILOSLAV ing., PRAHA

(54) Způsob přípravy telechelických polydiorganosiloxanů

Účelem vynálezu je příprava telechelických polydiorganosiloxanů. Vynález je založen na substituci vodíku -OH skupin, kterými jsou končeny řetězce polydiorganosiloxanů skupinou $R_1R_2R_3Si-$. Substituce se provádí při teplotách 10 až 180°C, případně v prostředí bezvodých nepolárních rozpouštědel, pomocí silylaminu obecného vzorce $R_1R_2R_3SiNR_1'R_2'$, kde R_1, R_2, R_1', R_2' značí alkyly či alkenyly s 1 až 8 atomy uhlíku v molekule, přičemž nejméně jeden substituent R_1, R_2 nebo R_3 musí být alkenyl, s výhodou vinyl. Výhodou tohoto způsobu přípravy telechelických polydiorganosiloxanů je kvantitativní účinnost substituce.

223 524

Vynález se týká způsobu přípravy telechelických polydiorganosiloxanů.

Dosavadní způsob přípravy telechelických polydiorganosiloxanů spočívá v iontové polymeraci cyklických diorganosiloxanů za přítomnosti přenašečů, obsahujících nenasycené skupiny nebo je možné použít chlorsilanů, acetoxysilanů nebo alkoxysilanů s nenasycenými skupinami jako desaktivačních činidel. Uvedené způsoby přípravy telechelických polydiorganosiloxanů lze vzájemně kombinovat.

Způsob přípravy telechelických diorganosiloxanů podle vynálezu je založen na substituci vodíku -OH skupin, kterými jsou ukončeny řetězce polydiorganosiloxanů po skončení polymerace skupinou $R_1R_2R_3Si-$. Substituce se provádí pomocí silylaminu obecného vzorce $R_1R_2R_3SiNR_1'R_2'$, kde $R_1, R_2, R_3, R_1', R_2'$ značí alkyly či alkenyly s 1 až 8 atomy uhlíku v molekule, přičemž nejméně jeden substituent R_1, R_2 nebo R_3 musí být alkenyl, s výhodou vinyllová skupina. Silylamin reaguje s -OH skupinami polydiorganosiloxanů podle rovnice



Reakce probíhá při teplotách 10 až 180°C a je ji možno provádět i v prostředí bezvodých nepolárních rozpouštědel. Silylamin se přidává k polydiorganosiloxanům v koncentraci 0,1 až 3 hmot. %. Výhodou tohoto způsobu přípravy telechelických polydiorganosiloxanů je kvantitativní účinnost substituce a jednoduchost provedení. Vulkanizáty z takto připravených telechelických polydiorganosiloxanů nebo z jejich směsí s plnivem mají nižší trvalou deformaci než vulkanizáty s polydiorganosiloxanů, které nejsou končeny nenasycenými skupinami.

Vynález blíže objasní následující příklady konkrétního provedení.

Příklad 1

Oktametylcyklotetrasiloxan se polymeruje 0,005 hmot%. % KOH za přítomnosti 0,18 hmot%. % tetrametyltetravinylcyklotetrasiloxanu a 0,04 hmot%. % dekametyltetrasiloxanu v inertní atmosféře dusíku při teplotě 150°C po dobu 2 hodin. Polymer je po skončení polymerace deaktivován 0,8 hmot%. % trimetyl-N,N-diethylaminosilanu při teplotě 150°C po dobu 30 minut. Potom se oddestiluje nezreagovaný monomer, přebytek silylaminu a substitucí vzniklý diethylamin při teplotě 150 až 180°C a tlaku 1,33 kPa po dobu 3 hodin. Takto získaný polymer, označený jako A, obsahuje 0,18 hmot%. % $\text{CH}_3\text{CH}_2=\text{CHSiO}$ jednotek nahodile rozmístěných v řetězci polymeru o průměrné relativní molekulové hmotnosti 500 000. Silikonová kaučuková směs A se připraví ze 100 hmot. dílů polymeru A a 30 hmot. dílů pyrogenního kysličníku křemičitého.

Příklad 2

Stejným postupem jako v příkladu 1 se připraví polymer B, přičemž se polymeruje oktametylcyklotetrasiloxan 0,005 hmot%. % KOH za přítomnosti 0,13 hmot%. % tetrametyltetravinylcyklotetrasiloxanu a 0,04 hmot%. % dekametyltetrasiloxanu. Po skončení polymerace je polymer deaktivován 0,8 hmot%. % dimethylvinyl-N,N-diethylaminosilanu. Polymer B po demonomerizaci obsahuje 0,13 hmot%. % $\text{CH}_3\text{CH}_2=\text{CHSiO}$ jednotek nahodile rozmístěných v polymerním řetězci a 0,06 hmot%. % $\text{CH}_3/\text{CH}_2=\text{CHSiO}$ jednotek jako koncových skupin jednotlivých makromolekul o průměrné relativní molekulové hmotnosti 500 000. Silikonová kaučuková směs B se připraví ze 100 hmot. dílů polymeru B a 30 hmot. dílů pyrogenního kysličníku křemičitého.

Příklad 3

Silikonové kaučukové směsi A i B byly zvulkanizovány 0,8 hmot%. % dikumylperoxidu. Trvalá deformace vulkanizátů podle ČSN 62 1456 byla u směsi A 10 % a u směsi B 5 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy telechelických polydiorganosiloxanů, vyznačený tím, že se na polydiorganosiloxan obsahující -OH koncové skupiny působí silylaminem obecného vzorce $R_1R_2R_3SiNR'_1R'_2$, kde R_1 , R_2 , R_3 , R'_1 , R'_2 znamenají alkyly či alkenyly s 1 až 8 uhlíky v molekule, přičemž nejméně 1 substituent R_1 , R_2 nebo R_3 musí být alkenyl, s výhodou vinylová skupina.