



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231234

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 25 11 82
(21) (PV 8438-82)

(51) Int. Cl.³

C 07 F 7/04
C 07 F 7/08

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 06 86

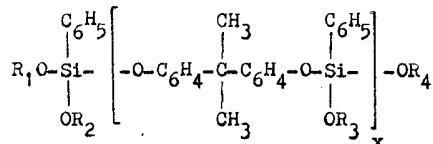
(75)

Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy organokřemičitých esterů

Způsob přípravy organokřemičitých esterů
obecného vzorce



kde R₁ až R₄ značí alkyl skupinu s 8 až 14 atomy uhlíku a x je 1 až 3, takže se nechá reagovat fenylentrichlorosilan, dian a jednomocné alkoholy, po skončené reakci se sníží obsah chlorovodíku, pak se přidá hydroxid sodný a oddestilují se těžké podíly.

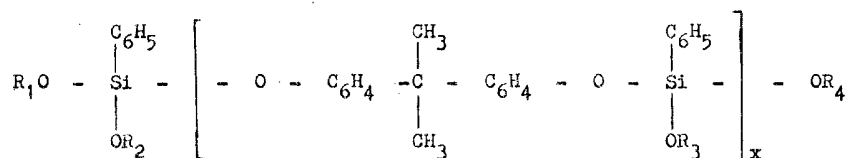
Získané estery lze použít pro přípravu olejů, hydraulických kapalin, plastických maziv, popřípadě jako změkčovadel.

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů z fenyiltrichlorsilanu, bis p,p'-hydroxyfenyl-2,2-propanu (dianu) a jednomocných alkoholů.

Problematika přípravy organokřemičitých sloučenin spadá obecně pod způsoby esterifikace halogensilanů. Podmínky reakcí alkoholů s chlorsilany jsou předmětem řady publikací (Organosilicon compounds, díl I, Academia, Praha 1965, Ladenburg Ber. 6, 376 /1983/. Přehled různých metod esterifikace halogensilanů je uveden v Chem. Revs. 42, 97 (1974). Pro účely mazací techniky bylo vyzkoušeno mnoho typů olejů, od minerálních, přes estery organických alkoholů s mono- nebo dikarboxylovými kyselinami až po organokřemičité sloučeniny. Organokřemičité estery se připravují obvykle s použitím rozpouštědel a akceptorů chlorovodíku.

Jako akceptory bývají většinou používány aminy jako pyridin, anilin, triethylamin apod. Při jejich použití vzniká velké množství voluminózní soli, v důsledku čehož je třeba použít velké množství rozpouštědel, aby se umožnila míchatelnost směsi. Postup je z tohoto důvodu pro průmyslovou praxi nevyhovující. Proto byly hledány nové typy látek a výhodnější postupy jejich přípravy, například uvedené v čs. autorských osvědčeních č. 231 224, 228 443, 231 232 a jinde. Nyní bylo nalezeno, že pro účely mazací techniky nevyhovují nové organokřemičité estery podle vynálezu, které nebyly dosud v literatuře popsány.

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce



kde R_1 až R_4 značí alkylskupinu s 8 až 14 atomy uhlíku a x je 1 až 3,

spočívá podle vynálezu v tom, že se nechá reagovat fenyiltrichlorsilan, dian a jednomocné alkoholy při teplotě 100 až 160 °C, přičemž po skončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a oddestilují se těkavé podíly. Získané estery mají dostatečně vysoké viskozity a přitom nízkou teplotu tuhnutí. Lze je použít pro přípravu olejů, hydraulických kapalin, plastických maziv, popřípadě jako změkčovaadlo.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad provedení

Do 2,5 l Kellerovy baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nádobou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem bylo předloženo 260 g 2-etylhexanolu a 228 g dianu, zahřáto na 110 °C a za míchání a udržování teploty na 110 až 120 °C bylo během 1 hodiny připuštěno 422 g fenyiltrichlorsilanu a pak ještě 260 g 2-etylhexanolu. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku. Pak byl ke dnu baňky zaveden trubičkou dusík a za míchání a zahřívání baňky na 120 °C byl proudem dusíku během 30 až 60 minut snížen obsah kyselosti v baňce až do čísla kyselosti 0,45.

Pak bylo přidáno do baňky za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v 2-etylhexanolu. Obsah baňky byl pak připuštěn do destilační vakuové aparatury a těkavé podíly oddestilovány při tlaku 2 600 Pa do teploty varu 255 °C. Po zchlazení byl destilační zbytek přefiltrován přes papír. Bylo získáno 764 g čirého nažloutlého esteru s číslem kyselosti 0,02 mg KOH/g, n_D^{25} 1,4909, teplotou vzplanutí 201 °C, teplotou hoření 235 °C, teplotou tuhnutí -52 °C.

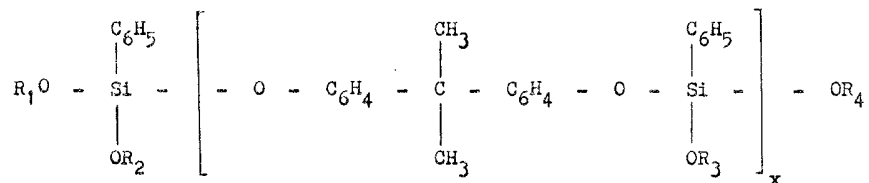
Viskozita při	200 °C	byla	1,51 mm ² .s ⁻¹
	150 °C		2,58 mm ² .s ⁻¹
	100 °C		5,93 mm ² .s ⁻¹
	50 °C		25,42 mm ² .s ⁻¹
	-20 °C		3 653 mm ² .s ⁻¹

Navlhavost esteru při 80% relativní vlhkosti při 20 °C za 90 h je velmi nízká a to 0,11 % hmot.

Tímto způsobem připravený ester odpovídá dříve uvedenému obecnému vzorci, kde R₁ až R₄ jsou stejné a značí alkyl s 8 atomy uhlíku a x = 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy organokřemičitých esterů obecného vzorce



kde R₁ až R₄ značí alkyl skupinu s 8 až 14 atomy uhlíku a x je 1 až 3.

vyznačený tím, že se nechá reagovat fenyltrichlorsilan, dian a jednomocné alkoholy při teplotě 100 až 160 °C, po skončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a oddestilují se těkavé podíly.