



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

195355

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07. C 109/087

/22/ Prihlášené 28 08 78
/21/ /PV 5574-78/

(10) Zverejnené 28 04 79

(45) Vydané 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

FLOROVICH STANISLAV ing. a FORRÓ JURAJ, TRNAVA

(54) Organokremičité deriváty sukcinhydrazidu

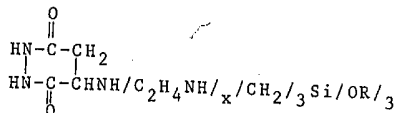
1

Vynález sa týka nových organokremičitých derivátov sukcinhydrazidu a spôsobu ich výroby.

Organokremičité zlúčeniny našli široké uplatnenie v priemysle výroby vystužených plastov a kaučukov pri úprave rôznych plnív, hlavne sklenených vlákien. Z celej palety organokremičitých zlúčenín sa priemyselne pre tieto účely najviac používajú substitúované trialkoxysilany. Aplikácie použitia týchto zlúčenín je neustále rozširované prípravou nových derivátov na ich báze.

US patent č. 3 900 689 používa na úpravu sklenených vlákien pre výstuž elastomerov amidy pripravované kondenzáciou karboxylových kyselín s aminoalkylalkoxysilanmi. US patent č. 3 922 436 popisuje prípravu a použitie silanov pripravovaných reakciou dikarboxylových kyselín s rôznymi glycidoxysilanmi, aminosilanmi a merkaptosilanmi.

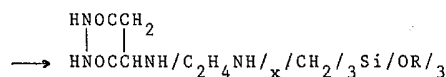
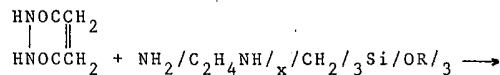
Vynález popisuje nové organokremičité deriváty sukcinhydrazidu obecného vzorca



v ktorom znamená x celé číslo 0 alebo 1 a R je metyl alebo etyl.

Prípravu týchto nových zlúčenín, ktoré doteraz neboli v literatúre popísané, možno previesť adíciou aminosilanov na maleinhydrazid podľa reakčnej schémy v prostredí organického riedidla pri teplote 70 až 170 °C.

2



Prípravu možno previesť za použitia nasledovných aminosilánov:

gama - aminopropyltrimetoxysilan
gama - aminopropyltriethoxysilan
gama - /beta-aminoetyl/aminopropyltrimetoxysilan

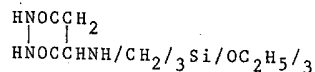
gama/beta-aminoetyl/aminopropyltriethoxysilan

Prípravované silany podľa vynálezu majú vysokú viskozitu a potrebné filmotvorné vlastnosti z pohľadu aplikácie na úpravu sklenených vlákien.

Vynález je ďalej objasnený formou príkladov. Uvedená % jsou % hmot.

Pr í k l a d 1

Príprava silanu vzorca



se prevádzala v banke so spätným chladičom so sušiacou rúrkou a kontaktným teplomerom.

Násada:

56 g /0,5 mól/ maleihydrazidu
133 g /0,6 mól/ gama-aminopropyltriethoxysilanu
100 g dioxanu

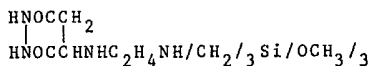
Do aparatury sa predložila násada a reakčná zmes sa zahrievala pri miernom refluxe 4 h. Za atmosférického tlaku sa od reakčného produktu oddestilovalo rozpúšťadlo a za vakuu nezreagovaný aminosilan. Destilačný zbytok sa z banky za tepla vylial, čím sa získalo 150 silanu o konzistencii 5,5 . 10⁶ mPa . s /Höplerov konzistometer/pri 20 °C: Elementárna analýza pre C₁₃H₂₇N₃O₅Si /mol. hmotnosť: 333,46/

Vypočítané: 8,42 % Si 12,60 % N
Stanovené: 8,61 % Si 12,28 % N

Silan je rozpustný v metanole a vode. V 50 % roztoku metanolu má podľa ČSN 673 011 metóda A farbu 11. Zhydrolyzovaný silan po nanesení na sklenenú dosku a vypálení pri 120 °C vytvára číry, lesklý film s výbornou adhéziou a tvrdosťou podľa ČSN 673 075,-12.

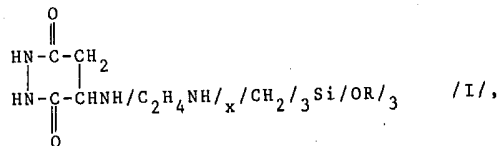
P r í k l a d 2

Príprava silanu vzorca



P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Organokremičité deriváty sukcinhydrazidu obecného vzorca I



v ktorom znamená x celé číslo 0 alebo 1 a R je metyl alebo etyl.

sa prevádzala v aparátúre popísanej v príklade 1.

Násada:

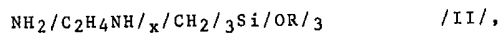
56 g /0,5 mól/ maleinhydrazidu
133 g /0,6 mól/ gama/beta-aminoetyl/aminopropyltrimetoxysilanu
100 g dioxanu

Do aparatury sa predložila násada a reakčná zmes sa pri teplote refluxu zahrievala 5 h. Po oddestilovaní dioxanu a aminosilanu za zníženého tlaku sa získalo 150 g destilačného zbytku po vyliatí z banky pri 80 °C. Silan má konzistenciu 9,8.10⁶ mPa.s /Höplerov konzistometer/ pri 20 °C. Elementárna analýza pre C₁₂H₂₆N₄O₅Si /mol. hmotnosť: 334,45/.

Vypočítané: 8,39 % Si 16,70 % N
Stanovené: 8,56 % Si 15,92 % N

Silan je rozpustný v metanole a vode. V 50 % roztoku metanolu má podľa ČSN 673 011 metóda A farbu 16. Zhydrolyzovaný silan na sklenenej doske po vypálení pri 120 °C vytvára číry, lesklý film s tvrdosťou podľa ČSN 673 075,-13.

2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa pôsobí maleinhydrazidom na aminosilany obecného vzorca II



v ktorom R a x má rovnaký význam ako v bode 1, v prostredí organického riedidla pri teplote 70 až 170 °C.