



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

228475

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 F 7/04

(22) Přihlášeno 05 07 82
(21) (PV 5130-82)

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 07 86

(75)

Autor vynálezu

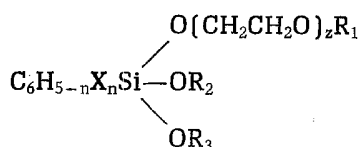
SASÍN MIROSLAV ing., PYKAL OLDŘICH, PARDUBICE

(54) Organokřemičité estery a způsob jejich přípravy

1

2

Organokřemičité estery obecného vzorce I



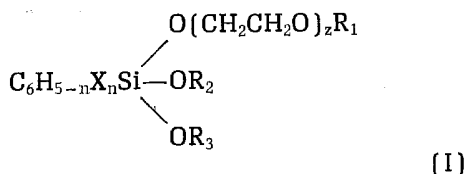
kde X = Cl, Br, n = 1 až 5, R₁ alkyl obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, R₂, R₃ jsou stejné nebo různé a značí alkyl s 8 až 20 atomy uhlíku, z = 1 až 3, a způsob jejich přípravy tak, že se halogenfenyltrichlorsilan reaguje s polyethylenglykolalkyletherem a jednomocnými alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po skončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a oddestilují se těkavé podíly. Nové estery jsou vysoce kvalitními mazacími složkami pro použití v širokém teplotním rozsahu, dobře mísitelné se siloxanovými, diesterovými a jinými oleji.

Vynález se týká organokřemičitých esterů a způsobu jejich přípravy z halogenfenyltrichlorsilanů, polyethylenglykolalkyl-etherů a jednomocných alkoholů, vhodných pro mazací techniku.

Obvykle se organokřemičité estery připravují s použitím rozpouštědel a akceptorů chlorovodíku. Jako chlorakceptory bývají většinou používány aminy jako pyridin, anilin, triethylamin apod. Při použití těchto akceptorů vzniká velké množství hydrochloridu použité báze, jenž je balastní látkou. Postup je z toho důvodu pro průmyslovou praxi nepřijatelný, protože amin, přebytečný alkohol i rozpouštědlo použité k rozpuštění hydrochloridu by se musely regenerovat a vracet do výroby. Pro nové typy esterů však byl vypracován současně i nový postup eliminující uvedené nevýhodné podmínky při syntéze.

Nové estery jsou použitelné ve velmi širokém teplotním rozsahu a dobře mísitelné se siloxanovými, diesterovými, polyesterovými a minerálními oleji. Výborně rozpouštějí aditiva a lze je proto použít pro přípravu syntetických olejů, hydraulických kapalin, plastických maziv apod.

Organokřemičité estery obecného vzorce I



kde

X = Cl, Br,

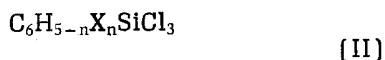
n = 1 až 5,

R₁ alkyl obsahující 1 až 4 atomy uhlíku,

R₂, R₃ jsou stejné nebo různé a značí alkyl s 8 až 20 atomy uhlíku,

z = 1 až 3,

vzniklé reakcí halogenfenyltrichlorsilanů vzorce II



kde X a n mají výše uvedený význam, s alkylpolyglykolethery a jednomocnými alkoholy se připravují podle vynálezu tak, že halogenfenyltrichlorsilan se nechá rea-

govat s uvedeným polyethylenglykolalkyl-etherem a alkoholy při teplotě 15 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.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

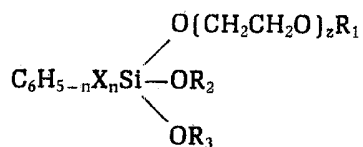
Příklad provedení

Do 6l Kellerovy čtyřhrdlé baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nálevkou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem bylo předloženo 243 g butyldiethylenglykoletheru, 240 g směsi obsahující 85 % dekanolu a 15 % dodekanolu a za míchání a současněho vyhřívání baňky bylo během jedné hodiny připuštěno 369 g chlorfenyltrichlorsilanu a 260 g 2-ethylhexanolu. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku a teplota zvyšována tak, aby ke konci připouštění dosáhla v baňce 100 až 120 °C. Po připuštění 2-ethylhexanolu byl ke dnu baňky trubičkou zaveden proud dusíku a za míchání a zahřívání baňky na 100 až 120 °C byl proudem dusíku během 60 minut snížen obsah kyselosti v baňce až do čísla kyselosti 0,12 mg KOH/g. Pak bylo přidáno do baňky za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v 2-ethylhexanolu. Obsah baňky byl pak přepuštěn do vakuové destilační aparatury a přebytečný alkohol oddestilován při tlaku 2000 Pa do teploty varu 133 °C. Po zchlazení byl destilační zbytek přefiltrován přes papír, bylo získáno 740 g čiré, nažloutlé kapaliny s číslem kyselosti 0,07 n_D²⁵ = 1,4717, teplotou vzplanutí 212 °C, teplotou hoření 231 °C, teplotou tuhnutí -68 °C, viskozitou při 100 °C 3,55 mm² · s⁻¹, při 50 °C 10,00 mm² · s⁻¹, při -20 °C 285 mm² · s⁻¹, při -40 °C 1984 mm² · s⁻¹, viskozitní indexem 153. Působení kapaliny na elastomer butadienstyrenovou pryží při 120 °C z hlediska bobtnatelnosti objemové, hmotnostní a změny tvrdosti je o málo vyšší, než působení minerálního motorového oleje.

Kapalina při 80% relativní vlhkosti měla hmotnostní přírůstek za 90 hod. 0,49 % a po přidavku antioxidačního aditivu pouze 0,11 procenta.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Organokřemičité estery obecného vzor-
ce I



(I)

kde

X = Cl, Br,

n = 1 až 5,

R₁ alkyl obsahující 1 až 4 atomy uhlíku,

R₂, R₃ jsou stejné nebo různé a značí alkyl
s 8 až 20 atomy uhlíku,

z = 1 až 3.

2. Způsob přípravy organokřemičitých es-
terů podle bodu 1 reakcí alkylpolyglykol-
etheru s jednomocnými alkoholy, vyznačený
tím, že se halogenfenyltrichlorsilan reaguje
s uvedeným polyethylenglykolalkyletherem
a alkoholy při teplotě 15 až 160 °C, po skon-
čené reakci se sníží obsah chlorovodíku vy-
těsněním proudem dusíku, pak se přidá roz-
tok hydroxidu sodného v použitém alkoholu
a oddestilují se těkavé podíly.