



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

223 523

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 03 82
(21) PV 1812-82

(51) Int. Cl.³ C 08 G 77/40

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

(75)

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

(54) Způsob stabilizace silikonových olejů

Účelem vynálezu je stabilizace silikonových olejů. Stabilizace silikonových olejů podle vynálezu je založena na substituci -OH skupin silikonových olejů nereaktivními $R_1R_2R_3SiO$ -skupinami. Substituce se provádí pomocí silylaminů obecného vzorce $R_1R_2R_3SiNR_1'R_2'$, kde R_1 , R_2 , R_3 , R_1' a R_2' značí alkyly či alkenyly s 1 až 8 atomy uhlíku v molekule nebo fenylly. Stabilizace silikonových olejů se může provádět u vyrobených silikonových olejů nebo může být součástí jejich výroby. Silikonové oleje stabilizované podle vynálezu vykazují zvýšenou tepelnou stabilitu.

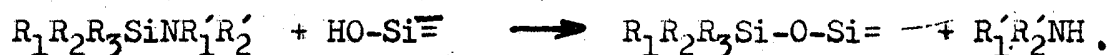
223 523

Vynález se týká způsobu stabilizace silikonových olejů.

Silikonové oleje, to je polydiorganosiloxany, se připravují iontovou polymerací cyklických nebo lineárních organosiloxanů za přítomnosti přenašečů, které zakončují makromolekuly silikonových olejů triorganosilylovými skupinami. Vlivem vlhkosti v monomerech a ostatních surovinách nebo v technologickém zařízení dochází při polymeraci k přenosu vodou a vzniklé silikonové oleje jsou částečně ukončeny i -OH skupinami. Při používání takto připravených silikonových olejů, zvláště za zvýšené teploty, dochází ke kondenzaci -OH skupin, jejich makromolekul a tím ke změně jejich viskozity, případně k zesíťování oleje.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob stabilizace silikonových olejů podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se na silikonový olej působí silylaminem obecného vzorce $R_1R_2R_3SiNR'_1R'_2$, kde R_1, R_2, R_3, R'_1 a R'_2 znamenají alkyly s 1 až 8 atomy uhlíku v molekule nebo alkenyly s 1 až 8 atomy uhlíku nebo fenily.

Silylamin reaguje s -OH skupinami silikonových olejů podle rovnice



Reakce probíhá při teplotách 10 až 200°C. Silylamin se přidává k silikonovým olejům v množství 0,1 až 4,0 hmotn. dílů, vztaženo na 100 hmotn. dílů oleje. Základní účinek způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že takto upravený silikonový olej

vykazuje zvýšenou stabilitu za vyšších teplot, to znamená, že se nemění jeho viskozita a nedochází k jeho zesíťování. Stabilizace silikonových olejů podle vynálezu se může provádět jak během výroby silikonových olejů, tak i u hotových produktů.

Způsob podle vynálezu blíže objasňují následující příklady konkrétního provedení.

Příklad 1

K silikonovému oleji /polydimetylsiloxanu/ A o viskozitě 516 mPas bylo přidáno 0,5 hmot. % trimetyl-N,N-dietylaminosilanu. Silikonový olej se silylaminem byl zahříván 30 min. při 150°C a pak byl oddestilován nezreagovaný silylamin a reakcí vzniklý dietylamin při 180°C/1,33 kPa. Takto stabilizovaný silikonový olej o viskozitě 512 mPas byl označen jako B.

Silikonové oleje A i B byly zahřívány při 200°C po dobu 200 h. U silikonového oleje A se zvýšila viskozita na 1 300 mPas, u silikonového oleje B na 540 mPas.

Příklad 2

Směs cyklických dimetylsiloxanů a α, ω -dihydroxypolydimetylsiloxanů, vzniklých hydrolýzou dimetyldichlorsilanu, byl polymerován 0,5 hmot. % aktivní hlínky při 85°C po dobu 3 h za přítomnosti 1,5 hmot. % přenašeče hexametyldisiloxanu. Vzniklý silikonový olej byl zfiltrován s 1 hmot. % filtrační křemelinou. Filtrát byl rozdělen na dvě poloviny. Z jedné poloviny byl ve vakuově oddestilován nezreagovaný monomer při 180°C/1,33 kPa, čímž byl získán metylsilikonový olej o viskozitě 196 mPas označený C. K druhé polovině filtrátu bylo přidáno 0,5 hmot. % difenylmetyl-N,N-dietylaminosilanu. Po zamíchání silylaminu do filtrátu byl z něj po 30 min/85°C oddestilován nezreagovaný monomer, přebytek silylaminu, vzniklý dietylamin při 180°C/1,33 kPa, čímž byl získán metylsilikonový olej D o viskozitě 202 mPas.

Methylsilikonové oleje C i D byly zahřívány při 200°C po dobu 240 h. U metylsilikonového oleje C se zvýšila viskozita na 620 mPas, u metylsilikonového oleje D na 209 mPas.

Příklad 3

K silikonovému oleji /polymetylfenylsiloxanu obsahujícím 20 mol. % $\text{C}_6\text{H}_5/2\text{SiO}/$ E o viskozitě 137 mPas bylo přidáno 0,5 hmot. % dimetylvinyl-N,N-dietylaminosilanu. Silikonový olej se silylaminem byl zahříván 30 min. při 150°C a pak byl oddestilován. Stabilizovaný silylamin a reakcí vzniklý dietylamin při $180^\circ\text{C}/1,33 \text{ kPa}$. Takto stabilizovaný silikonový olej o viskozitě 140 mPas byl označen jako F.

Silikonové oleje E i F byly zahřívány při 200°C po dobu 400 hodin. U silikonového oleje E se zvýšila viskozita na 364 mPas, u silikonového oleje F zůstala viskozita nezměněna.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stabilizace silikonových olejů, vyznačený tím, že se na silikonový olej působí silylaminem obecného vzorce $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3\text{SiNR}'_1\text{R}'_2$ kde $\text{R}_1, \text{R}_2, \text{R}_3, \text{R}'_1$ a R'_2 znamenají alkyly nebo alkenyly s 1 až 8 uhlíky v molekule nebo fenily v množství 0,1 až 4,0 hmot. dílů silylaminu na 100 hmot. dílů silikonového oleje.