

**BREVET DE INVENTIE**

(12)

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată  
în termen de 6 luni de la data publicării**(21) Nr. cerere: 148890****(61)** Perfecționare la brevet:  
Nr. -**(22) Data de depozit: 04.12.91****(62)** Divizată din cererea:  
Nr. -**(30)** Prioritate: -**(86)** Cerere internațională PCT:  
Nr. -**(41)** Data publicării cererii:  
- BOPI nr. -**(87)** Publicare internațională:  
Nr. -**(42)** Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:  
**30.07.96** BOPI nr. **7/96****(56)** Documente din stadiul tehnicii:  
**J.Amer.Chem. Soc 77, 1406 (1955);**  
**J.Polymer Sci, 40, 35 (1959)****(45)** Data eliberării și publicării brevetului:  
BOPI nr. -**(71)** Solicitant: **Institutul de Chimie Macromoleculară "P.Poni", Iași, RO****(73)** Titular: **(72)****(72)** Inventatori: **Stanciu Aurelian, Marcu Mihai, Iași, RO**

Mandatar: -

**(54) Procedeu de sinteză a siloxanolatului de  
benziltrimetilamoniu****(57) Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de sinteză a siloxanolatului de benziltrimetil-amoniu, prin reacția dintre hidroxid de benziltrimetilamoniu și amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice. Reacția se conduce la o temperatură ce nu depășește 70°C, sub agitare și curent de azot uscat.

Se obține un lichid vâscos, care se utilizează drept catalizator pentru polimerizarea anionică a ciclurilor siloxanice, în vederea obținerii de elastomeri cu masă moleculară mare.

Revendicări: 1

**RO 111199 B1**

Invenția se referă la un procedeu de sinteză a siloxanolatului de benziltrimetilamoniu, utilizat drept catalizator în polimerizarea anionică, a ciclurilor siloxanice.

Se cunoaște obținerea siloxanolatului de potasiu, din hidroxid de potasiu și hexametilciclotrisiloxan în toluen, fiind necesare 24 h pentru îndepărtare apei, iar pentru îndepărtarea toluenului încă 24 h. [J.Amer.Chem.Soc. 77, 1406 (1955)].

Se cunoaște deasemenea obținerea siloxanolatului de tetrametilamoniu din octametilciclotetrasiloxan și hidroxid de tetrametilamoniu la temperatură și vacuum sub agitare, în tub de sticlă. De asemenea, a siloxanolatului de tetrametilamoniu din hidroxid de tetrametilamoniu și octametilciclotetrasiloxan la 70°C, sub curent de azot și agitare, timp de 2 h, precum și a siloxanolatului de tetrametilfosfoniu, din octametilciclotetrasiloxan și hidroxid de tetrametilfosfoniu la temperatura camerei, sub vid. S-au sintetizat și siloxanolatul de *tetra-n*-butilfosfoniu în octametilciclotetrasiloxan și hidroxid de *tetra-n*-butilfosfoniu în vacuum la temperatura camerei, precum și la 77°C, sub curent de azot și echilibrarea sării la 100 ... 115°C. [J.Polymer Sci, 40,35(1959)].

Procedeele amintite au dezavantajul că durata este mare, se utilizează solvenți și siloxanolații obținuți se comportă diferit în procesul de polimerizare anionică a ciclurilor siloxanice.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unui siloxanolat de benziltrimetilamoniu, care utilizat drept catalizator de polimerizare a amestecurilor de cicluri siloxanice, conduce la polimeri (elastomeri) siloxanici cu masă moleculară mare (aproximativ 500000). Acesta se comportă identic, atât proaspăt preparat, cât și după o perioadă de stocare de peste 6 luni.

Procedeu de sinteză a siloxanolatului de benziltrimetilamoniu, conform invenției, înlătură dezavantajele de mai sus prin aceea că soluția metanolică de hidroxid de benziltrimetilamoniu 40%, se introduce într-un reactor menținut la

temperatura camerei și vidat la 10 ... 20 mm Hg, timp de 10 ... 45 min, după care se încălzește la 40 ... 60°C, timp de 10 ... 30 min, se aduce la presiune normală și se adaugă amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice la 50 ... 70°C, sub agitare și curent de azot uscat, timp de 1 ... 3 h, obținându-se un lichid vâcos.

Procedeu, conform invenției, prezintă următoarele avantaje :

- se reduce durata tehnologică ;
- nu se utilizează solvenți ;
- permite stocarea îndelungată a siloxanolatului ;

- se obține un catalizator de polimerizare anionică după un procedeu nou ;

- se elimină unele faze tehnologice în procesul de polimerizare.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare, a invenției.

Într-un reactor de 150 ml prevăzut cu agitator, s-au introdus 5 ml soluție metanolică de hidroxid de benziltrimetilamoniu 40 %, care s-a vidat la 18 mm Hg, timp de 30 min. După aceasta s-a introdus reactorul într-o baie de încălzire (prevăzută cu agitator), la 55°C, timp de 20 min, sub un vid de 20 mm Hg. S-a adus vasul de reacție la presiune normală, s-a adăugat apoi 20 ml amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice și sub agitare, și curent de azot uscat s-a menținut amestecul de reacție la 60°C, timp de 2,5 h. S-a obținut o soluție vâscoasă care conține 69,9 mg hidroxid de benziltrimetilamoniu /g.soluție de siloxanolat.

Apoi s-au polimerizat 60 ml amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice (2,5 % hexametilciclotrisiloxan, 87,5 % octametilciclotetrasiloxan și 10% decametilciclopentansiloxan), cu 0,33 g siloxanolat de benziltrimetilamoniu proaspăt preparat. S-a obținut un polimer siloxanic cu o masă moleculară medie vâscozimetrică de 523000.

După șase luni de stocare a siloxanolatului de mai sus, s-au polimerizat 53 ml amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice (cu aceeași compoziție) cu 0,28 g siloxanolat de benziltrimetilamoniu

și s-a obținut un polimer siloxanic cu o masă moleculară medie vâscozimetrică de 517000.

### Revendicare

Procedeu de sinteză a siloxanolatului de benziltrimetilamoniu, utilizabili în polimerizarea anionică a ciclurilor dimetilsiloxanice, **caracterizat prin aceea că** soluția metanolică de hidroxid de benzil-

- 5 trimetilamoniu 40%, se introduce într-un reactor menținut la temperatura camerei și vidat la 10 ... 20 mm Hg, timp de 10 ... 45 min, după care se încălzește la 40 ... 60°C, timp de 10 ... 30 min, se aduce la presiune normală și se adaugă amestecuri de cicluri dimetilsiloxanice la 50 ... 70°C, sub agitare și curent de azot uscat, timp de 1 ... 3 h, obținându-se un lichid vâscos.
- 10

Președintele comisiei de examinare: **ing. Barbu Mara**  
Examinator: **ing. Pușcaș Corina**