

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

49957

Patent dodatkowy  
do patentu

Zgłoszono: 12.II.1964 (P 103 695)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 31.VIII.1965

Kl. 39 c, 30

MKP C 08 g

C08g 31/09

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Paweł Rościszewski, inż. Jeremi Maciejewski

Właściciel patentu: Instytut Tworzyw Sztucznych, Warszawa (Polska)

## Sposób wytwarzania żywicy metylosilikonowej do hydrofobizacji różnych materiałów oraz wyrobu emalii ochronnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żywicy metylosilikonowej o niskiej zawartości grup metylowych rozpuszczalnej w rozpuszczalnikach organicznych, przeznaczonej do łatwej hydrofobizacji różnych materiałów oraz wyrobu emalii ochronnych.

Żywice metylosilikonowe otrzymuje się najczęściej na drodze hydrolizy i polikondensacji mieszanin metylotrójchlorosilanu ( $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ ) z dwumetylodwuchlorosilanem ( $\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ ).

Znane są liczne sposoby wytwarzania takich żywic polegające na hydrolizie mieszaniny monomerów w odpowiednich warunkach, a następnie polikondensacji termicznej lub alkalicznej otrzymanych oligomerów.

W ten sposób otrzymuje się różne żywice metylosilikonowe o elastyczności wzrastającej wraz ze wzrostem zawartości grup metylowych. Jednocześnie jednak zmniejsza się łatwość utwardzania żywic i konieczne staje się wygrzewanie w temperaturze zwykle od 150 do 200°C. Wiadomo, że z metylotrójchlorosilanu jako monomeru trójfunkcyjnego otrzymuje się na drodze hydrolizy żywice w postaci proszku nierozpuszczalnego w żadnym rozpuszczalniku organicznym.

Żywice takie można przeprowadzić w rozpuszczalne w wodzie metylosilikoniany na drodze reakcji ze stężonymi roztworami wodorotlenków metali alkalicznych. Roztwory metylosilikonianów stosowane są do hydrofobizacji materiałów bu-

2

dowlanych. Ich stosowanie do innych materiałów jest ograniczone ze względu na odczyn silnie alkaliczny.

Stwierdzono, że żywice metylosilikonowe rozpuszczalne w rozpuszczalnikach organicznych i nie wymagające wygrzewania dla uzyskania własności hydrofobowych można otrzymać z samego tylko metylotrójchlorosilanu jako monomeru, jeśli rozcieńczyć go rozpuszczalnikiem organicznym najlepiej z grupy węglowodorów i poddać hydrolizie wodą z domieszką cykloheksanolu lub innego wyższego pierwszorzędowego alkoholu o ograniczonej mieszalności z wodą.

Stwierdzono dalej, że użycie do hydrolizy roztworu metylotrójchlorosilanu o stężeniu nie przekraczającym 50% pozwala uniknąć wytrącania się żywicy oraz że ilość cykloheksanolu lub innego alkoholu dodana do wody powinna być nie mniejsza niż 0,5 mola/mol metylotrójchlorosilanu, a najlepiej około 1 mola/mol —  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ . Zaobserwowano, że proces hydrolizy prowadzić można w temperaturze pokojowej.

Pożądane jest użycie przy hydrolizie sprawnego mieszadła. Otrzymany sposobem według wynalazku roztwór żywicy metylosilikonowej, po wypłukaniu chlorowodoru, można używać do hydrofobizacji po ewentualnym rozcieńczeniu benzyną lub innym rozpuszczalnikiem bez dodatkowej polikondensacji. Roztwór ten można także zateżać przez destylację do około 50%, a następnie emulgować wodą co

umożliwia stosowanie wody jako rozcieńczalnika do kąpieli impregnacyjnych.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymanie żywicy z metylotrójchlorosilanu z domieszką do 10% dwumetylodwuchlorosilanu, żywice te jednak mają dłuższy czas schnięcia. Wytworzone sposobem według wynalazku żywice metylosilikonowe nadają się do hydrofobizacji różnych materiałów, porowatych a zwłaszcza ceramicznych, budowlanych, jak gips, betony, a także materiałów włóknistych, jak azbest, papier, skóra i inne.

Roztwory żywicy o stężeniach około 50% można także przerabiać na emalie ochronne zwłaszcza z bronzem aluminiowym, bielą tytanową.

Przykład I. Roztwór 120 części wagowych metylotrójchlorosilanu w 400 częściach toluenu dodaje się w ciągu około 1 godziny przy intensywnym mieszaniu do 400 części wody z dodatkiem 80 części cykloheksanolu. W czasie hydrolizy utrzymuje się temperaturę około 20°C. Po zakończeniu hydrolizy oddziela się górną warstwę roztworu toluenowego od powstałego kwasu solnego i płucze kilkakrotnie wodą do zubożenia. Otrzymuje się w ten sposób około 450 części roztworu o zawartości części nielotnych około 13%.

Tektura azbestowa zanurzona na kilka minut w takim roztworze staje się hydrofobowa po około 5 godzinach w temperaturze pokojowej. Roztwór ten zatęża się pod zmniejszonym ciśnieniem 20—30 mm Hg zbierając 334 części toluenu. Po sprawdzeniu zawartości części nielotnych (suszenie do stałej wagi w 105°C) i rozcieńczeniu do 50%, otrzymuje się 116 części roztworu, który emulguje się 116 częściami wody z 5 częściami emulgatora niejonowego Alfenol.

Otrzymuje się 230 części emulsji trwałej przy przechowywaniu i łatwo rozcieńczającej się wodą.

Przykład II. Dodaje się mieszaninę 50 części metylotrójchlorosilanu oraz 5 części dwumetylodwuchlorosilanu w 165 częściach benzenu do 240 części wody z dodatkiem 33 części cykloheksanolu mieszając energicznie i utrzymując temperaturę w granicach 15 do 25°C. Warstwę benzenową po zakończeniu hydrolizy oddziela się i płucze wodą do zubożenia.

Otrzymuje się 230 gramów roztworu o zawartości części nielotnych około 27%.

Papier impregnowany około 5%-owym roztworem otrzymanej żywicy uzyskuje własności hydrofobowe po około 24 godzinach w temperaturze pokojowej. Wygrzanie około 1 godziny w 100°C przyspiesza ten proces.

Przykład III. Z roztworu zatężonego do 50%, otrzymanego jak w przykładzie I, przygotowuje się emalię żaroodporną dodając 15 części bronzu aluminiowego na 100 części roztworu żywicy. Emalia ta wysycha na powietrzu. Wygrzanie w 150°C lub wyżej poprawia własności mechaniczne powłoki.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania żywicy metylosilikonowej do hydrofobizacji różnych materiałów oraz do wyrobu emalii ochronnych, rozpuszczalnej w rozpuszczalnikach organicznych i niewymagającej ogrzewania dla uzyskania dobrych własności hydrofobowych, **znamienny tym**, że roztwór metylotrójchlorosilanu lub metylotrójchlorosilanu z domieszką do 10% dwumetylodwuchlorosilanu, w rozpuszczalniku organicznym z grupy węglowodorów najkorzystniej w benzenie lub toluenie, miesza się w temperaturze od 15° do 25°C z wodą z dodatkiem wyższego pierwszorzędowego alkoholu alifatycznego o ograniczonej mieszalności z wodą, zwłaszcza cykloheksanolu a następnie warstwę organiczną oddziela się od warstwy wodnej i płucze wodą do zubożenia.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się metylochloresilany w rozpuszczalniku organicznym o stężeniu nie przekraczającym 50%, korzystnie 20 do 30% metylochloresilanu.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się co najmniej 0,5 mola, najkorzystniej 1 mol cykloheksanolu lub wyższego pierwszorzędowego alkoholu alifatycznego o ograniczonej mieszalności z wodą, na 1 mol metylotrójchlorosilanu.