



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231232

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 11 11 82
(21) (PV 8021-82)

(51) Int. Cl.³

C 07 F 7/04

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 06 86

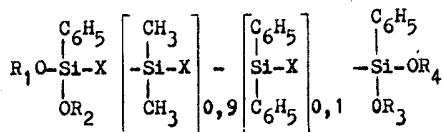
(75)

Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE

(54) Organokřemičité estery a způsob jejich přípravy

Organokřemičité estery teoretického složení



a způsob jejich přípravy vzniká tak, že se nechá reagovat tripropylenglykolet se směsí dimetyldichlorsilanu a difenyldichlorsilanu, potom se nechá vzniklá směs reagovat s fenyltrichlorsilanem a směsí dekanolu a dodekanolu a esterifikace se dokončí 2-etylhexanolem po skončené reakci se přidá roztok hydroxidu sodného v 2-etylhexanolu a oddestilují se těkavé podíly.

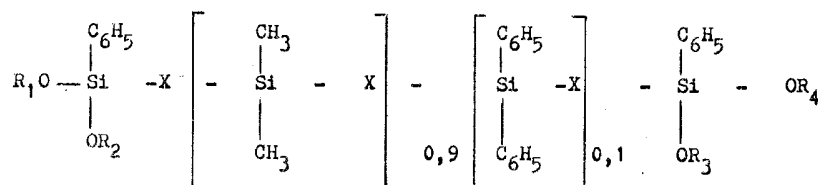
Stabilní estery mají použití v širokém teplotním intervalu v kombinaci se siloxanovými, diesterovými, polyolesterovými a minerálními oleji pro účely mazací techniky.

Vynález se týká organokřemičitých sloučenin a způsobu jejich přípravy z dimetyldichlorsilanu, difenyldichlorsilanu, polyetylglykoléterů, polypropylglykoléterů, fenyiltrichlorsilanu a jednomocných alkoholů.

Problematika přípravy organokřemičitých esterů spadá obecně pod způsoby esterifikace halogensilanů. Podmínky reakcí alkoholů s chlorsilany jsou předmětem řady publikací (Organosilicon compounds, díl I Academia, Praha 1965, Ladenburg. Ber. 6, 379/1983). Přehled různých metod esterifikace halogensilanů je uveden v Chem. Revs. 42, 97 (1947). Pro účely mazací techniky bylo vyzkoušeno mnoho typů olejů od minerálních, přes estery organických alkoholů s mono- nebo dikarboxylovými kyselinami až po organokřemičité sloučeniny. Organokřemičité estery se připravují obvykle s použitím rozpouštědel a akceptorů chlorovodíku. Jako akceptory bývají většinou používány aminy jako pyridin, anilin, triethylamin apod.

Při jejich použití vzniká velké množství voluminózní soli, v důsledku čehož je třeba použít značně rozpouštědel, aby se umožnila míchatelnost směsi. Postup je z toho důvodu pro průmyslovou praxi nevyhovující. Proto byly hledány nové typy látek a výhodnější postupy jejich přípravy, například uvedené v čs. autorském osvědčení 231 224 a čs. autorském osvědčení 228 443 a jinde. Nyní bylo dále nalezeno, že pro účely mazací techniky vyhovují organokřemičité estery podle vynálezu, které jsou nové a nebyly dosud v literatuře popsány.

Jde o organokřemičité sloučeniny teoretického složení



kde

X značí zbytek odvozený od tripropylglykoléteru

R₂ a R₃ značí alkyl s 8 atomy uhlíku,

R₁ a R₄ značí směs alkylů s obsahem 85 % alkylů s 10 atomy uhlíku a 15 % alkylů s 12 atomy uhlíku,

které se připravují podle vynálezu tak, že se nechá reagovat tripropylglykoléter se směsí 0,9 molárních dílů dimetyldichlorsilanu a 0,1 molárních dílů difenyldichlorsilanu a směsí dekanolu a dodekanolu v poměru 85:15 a esterifikace se dokončí 2-ethylhexanolem při teplotě 15 až 160 °C, po skončené reakci se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém 2-ethylhexanolu a oddestilují se těkavé podíly.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad provedení

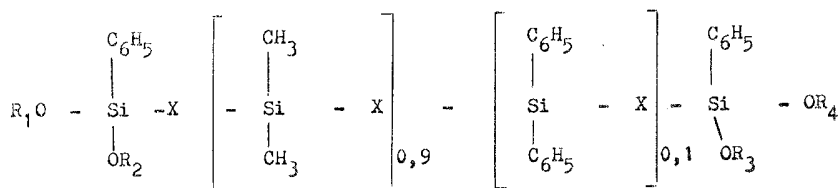
Do 6 l Kellerovy baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, přípouštěcí nálevkou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem bylo předloženo 129 g tripropylglykoléteru, za míchání a současného vyhřívání baňky byla během 1 h přípouštěna směs 25 g difenyldichlorsilanu a 116 g dimetyldichlorsilanu, pak 320 g směsi obsahující 85 % dekanolu a 15 % dodekanolu, 423 g fenyiltrichlorsilanu a 286 g 2-ethylhexanolu. Přípouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku a teplota zvyšována tak, aby ke konci přípouštění v baňce dosáhla 100 až 120 °C. Po přípouštění veškerého 2-ethylhexanolu byl ke dnu baňky trubičkou zaveden proud dusíku a za míchání a zahřívání baňky na 110 až 120 °C byl proudem dusíku během 30 až 60 minut snížen obsah kyselosti v baňce až do čísla kyselosti 0,05 mg KOH/g.

selosti 0,05 mg KOH/g. Pak bylo přidáno do baňky za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v 2-etylhexanolu. Obsah baňky byl pak přepuštěn do destilační aparatury a přebytečný alkohol oddestilován při tlaku 2 000 Pa do teploty varu 210 °C. Po schladnutí byl destilační zbytek přefiltrován přes papír, bylo získáno 944 g čiré, světležluté kapaliny s číslem kyselosti 0,03 mg KOH/g, n_D^{25} 1,4760, s teplotou vzplanutí 225 °C, teplotou hoření 261 °C, teplotou tuhnutí -55 °C, viskozitou při 200 °C 4,54 mm².s⁻¹; viskozitou při 150 °C 7,47 mm².s⁻¹, viskozitou při 100 °C 16,39 mm².s⁻¹, viskozitou při -20 °C 4 565 mm².s⁻¹, s viskozitním indexem 206 a navlhavostí při 80% relativní vlhkosti za cca 90 h 0,22 % hmotnostních.

Uvedeným způsobem byl připraven ester uvedeného chemického složení, kde obecné symboly mají výše uvedený význam.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Organokřemičité estery teoretického složení



kde

X značí zbytek odvozený od tripropylenglykoléteri

R₂ a R₃ značí alkyl s 8 atomy uhlíku

R₁ a R₄ značí směs alkylů s obsahem 85 % alkylů s 10 atomy uhlíku a 15 % alkylů s 12 atomy uhlíku.

2. Způsob přípravy organokřemičitých esterů podle bodu 1, vyznačený tím, že se nechá reagovat tripropylenglykoléter se směsí 0,9 molárních dílů dimetyldichlorsilanu a 0,1 molárního dílu difenyldichlorsilanu, potom se nechá reagovat s 2 molárními díly fenyiltrichlorsilanu a směsí dekanolu a dodekanolu v poměru 85:15 a esterifikace se dokončí 2-etylhexanolem při teplotě 15 až 160 °C, po skončené reakci se přidá roztok hydroxidu sodného v 2-etylhexanolu a oddestilují se těžké podíly.