

ČESkoslovenská  
Socialistická  
R e p u b l i k a  
(18)



# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240593

(11) (B1)

ÚRAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

[22] Přihlášeno 21 03 84  
(21) (PV 2030-84)

[40] Zveřejněno 16 07 85

[45] Vydáno 15 08 87

[51] Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 F 7/06  
C 07 F 7/16

{75)  
Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing.; ČERMÁK JIŘÍ ing. CSc., PARDUBICE

### (54) Organokřemičité estery a způsob jejich přípravy

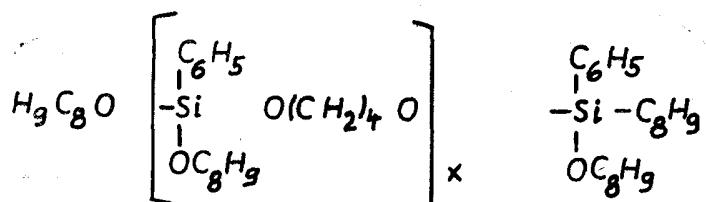
1

Vynález se týká organokřemičitých esterů a způsobu jejich přípravy z fenylnichlorosilanu, 1,4-butandiolu a jednomocných alko-

2

holů. Jedná se o nový typ esterů pro použití jako komponent syntetických olejů a hydraulických kapalin.

Nové organokřemičité estery vzorce



kde  $x = 1, 3, 10$ ,  
se připravují podle vynálezu postupnou este-  
rifikací fenylnichlorosilanu 1,4-butandiolem a  
2-etylhexanolem při 70 až 120 °C, odstraně-  
ním chlorovodíku proudem dusíku a doneu-  
tralizováním roztokem hydroxidu sodného v  
2-etylhexanolu s následným oddestilováním  
těkavých podílů.

1,4-Butandiol je perspektivní surovina, kterou lze připravit z etylénu elektrolýzou bezodpadovou technologií. Získané nové estery mají vynikající viskozitní závislosti a velmi nízké teploty tuhnutí a proto jsou

vhodné jako komponenty do uvedených olejů a hydraulických kapalin.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení způsobu přípravy podle vynálezu.

#### Příklad 1

Do 2,5 l Kellerovy baňky opatřené mí-  
chadlem, teploměrem, zpětným chladičem,  
připouštěcí nádobkou, topnou lázní a odvod-  
ním potrubím s manometrem bylo předlo-  
ženo 780 g fenylnichlorosilanu (3,67 mol),  
zahřáto za míchání na 70 °C, započato s pří-

kapáváním 300 g 1,4-butandiolu (3,33 molu) a pokračováno v zahřívání baňky. 1,4-Butanol byl přikapáván během 30 minut a teplota v baňce vystoupila na 120 °C, na které byla dále udržována. Potom bylo započato s připouštěním 565 g 2-etylhexanolu (4,3 mol), jehož připuštění bylo ukončeno za 30 minut. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku. Potom byl ke dnu baňky zaveden trubičkou dusík a za míchání byl proudem dusíku během 1 hodiny snížen obsah chlorovodíku v baňce do čísla kyselosti 1,9 mg KH/g.

Potom bylo do baňky přidáno za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v 2-etylhexanolu. Obsah baňky byl přepuštěn do destilační vakuové aparatury a těkavé podíly oddestilovány do teploty varu 226 °C při tlaku 2,6 kPa. Po zchladnutí byl destilační zbytek 904 g přefiltrován pře filtrační papír. Byl získán čirý bezbarvý ester s fyzikálními konstantami uvedenými v tabulce II, a charakterizované v tabulce I pod x = 10.

Tabulka I										přední podíly oddest. do teploty varu za tlaku		dest. zbytek g
Příklad	hodnota x	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> SiCl <sub>3</sub>	mol	1,4-butandiol	mol	2-ethylhexanol	mol	°C	kPa	°C	g	
1	10	780	3,67	300	3,33	565	4,33	226	2,6	904	425	
2	3	423	2,0	135	1,5	470	3,6	236	3,6	425	628	
3	1	423	2,0	90	1,0	620	4,8	212	2,6	904	425	

Příklad 2  
Příklad 2

Stejným postupem jako v příkladu 1 byl za použití stejných výchozích sloučenin v poměrech uvedených v tabulce I připraven ester s fyzičkami konstantami v tabulce II a charakterizován v tabulce I pro x=3.

Tabulka II								viskozita v mm <sup>2</sup> . s <sup>-1</sup> při °C		visk. index	
Fyzikální hodnoty připravených esterů odpovídajících dříve uvedenému vzorci	Fyzikální hodnoty připravených esterů odpovídajících dříve uvedenému vzorci	hod- nota x	n <sub>D<sup>25</sup></sub>	t. vzpla- nosti	t. tuh- nutí	100	200	50	—40	—40	
pří- klad	č. kyse- losti	mg KOH/g									
1	10	0,04	1,4874	198	—58	2,20	7,72	26,0	21 260	189	
2	3	0,02	1,4833	212	—59	1,75	5,60	17,98	10 910	177	
3	1	0,05	1,4750	213	—66	1,25	3,80	11,25	3 365	145	

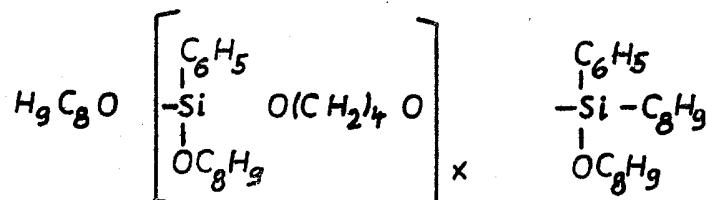
## Příklad 3

Stejným postupem jako v příkladu 1 byl za použití stejných výchozích sloučenin v

poměrech uvedených v tabulce I připraven ester s fyzikálními konstantami uvedenými v tabulce II, charakterizovaný v tabulce 1 hodnotou  $x = 1$ .

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

## 1. Organokřemičité estery vzorce



kde

$x = 1, 3, 10$ .

2. Způsob přípravy organokřemičitých esterů podle bodu 1, vyznačený tím, že se fenyltrichlorsilan reaguje s 1,4-butandolem a

2-etylhexanolem při teplotě 70 až 120 °C, potom se vytěsní chlorovodík proudem dusíku, provede neutralizace hydroxidem sodným v 2-etylhexanolu a oddestilují se těkavé produkty.