



(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **92-01373**

(22) Data de depozit: **03.11.92**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
30.05.94 BOPI nr. 5/94

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.12.94 BOPI nr. 12/94

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 68696, 63421

(71) Solicitant: **Institutul de Chimie Macromoleculară "Petru Poni", Iași, RO**

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: **Luchian Nicolae, Lăzărescu Silvea Elena, Marcu Mihai, Sacarescu Liviu, RO**

(54) Procedeu de obținere a uleiurilor siliconice demulante ($50 \div 1000$ cSt)

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un nou mod de obținere a uleiurilor siliconice demulante de $50 \div 1000$ cSt, folosind hidrolizatul din dimetildiclorosilan (DDS), la care se adaugă hexametil-disiloxan (HMDS), agent de blocare a lanțului,

printr-un procedeu cu cataliza heterogenă (cationit stiren-divinilbenzensulfonat, Vionit CS 34C) la temperaturi de $90 \dots 100^\circ\text{C}$ și timp de 2 h.

Revendicări: 1

RO 109203 B1



Invenția se referă la un nou procedeu de obținere a uleiurilor siliconice, demulante de 50÷1000 cSt.

Este cunoscut faptul că, la adăugarea dimetildiclorosilanului (DDS) în apă, rezultă un amestec de polimeri ciclici și liniari, numit hidrolizat.

Până în prezent, se cunosc trei moduri de obținere a uleiurilor siliconice, demulante, și anume:

- clorhidroliza dimetildiclorosilanului și trimetildiclorosilanului în soluție de acid sulfuric 50...80%;

- polimerizarea amestecului de cicluri siloxanice inferioare și hexametildisiloxan (HMDS) cu acid sulfuric concentrat;

- polimerizarea amestecului de cicluri siloxanice inferioare și hexametildisiloxan (HMDS) cu schimbători de ioni puternic acizi.

În conformitate cu procedeul invenției, hidrolizatul de dimetildiclorosilan (DDS) la care se adaugă hexametildisiloxan (HMDS), se supune unui proces de cataliză heterogenă, în prezență de cationit stiren-divinilbenzensulfonat (Vionit CS 34C), la o temperatură de 90...100°C, timp de maximum 2 h.

Avantajele prezentei invenții constau în:

- reducerea timpului necesar, pentru obținerea uleiului;
- micșorarea consumului de materiale și energie/kg ulei;
- îndepărtarea etapei de distilare-depolimerizare, pentru obținerea ciclurilor siloxanice.

În continuare, se dau exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Ulei siliconic demulant 50±10 cSt Instalația de obținere a uleiurilor siliconice, demulante este alcătuită dintr-un balon de un litru, cu trei găuri, prevăzut cu sistem de agitare, termometru de control și refrigerent de reflux.

Balonul este introdus într-o baie de încălzire, pentru un domeniu de temperatură de 90...100°C.

În balon, se introduc 200,55 g (210 ml) hidrolizat din DDS neutru, uscat, 12,1 g (16 ml) HMDS și 5,5 Vionit CS 34C proaspăt uscat. Balonul se introduce în baia de încălzire, se pornește agitarea și se crește,

treptat, temperatura până la 90°C, când are loc începerea reacției și refluxarea unei părți din hidrolizat. La această temperatură, amestecul de reacție se menține timp de 2 h.

În final, amestecul polimer liniar - cationit se filtrează pentru separarea catalizatorului de polimer, cu scopul îndepărtării centrilor activi de polimerizare.

Polimerul (uleiul) rezultat este supus unei distilări sub presiune redusă (5 mmHg și 250°C), în vederea eliberării acestuia de fracțiile volatile, existente.

Se obțin 192 g (199 ml) ulei siliconic, ceea ce corespunde unui randament de transformare de 90,2%.

Caracteristicile uleiului obținut sunt:

- viscozitate, 25°C: 45 cSt;
- indice de refracție, 25°C: 1,4013;
- densitate, 25°C: 0,965 g/cm³;
- punct inflamabilitate + 245°C;
- punct congelare: -62°C.

Exemplul 2. Ulei siliconic demulant 350±50 cSt Pentru obținerea acestui tip de ulei, s-a folosit aceeași instalație și următoarele cantități de substanțe: 200,55 g (210 ml) hidrolizat din DDS, 3,477 g (4,6 ml) HMDS și 5,4 g Vionit CS 34C. Au rezultat 186 g (191 ml) ulei, cu un randament de transformare a hidrolizatului de 91%.

Caracteristicile uleiului obținut sunt următoarele:

- viscozitate, 25°C: 365 cSt;
- indice de refracție, 25°C: 1,4035;
- densitate, 25°C: 0,9745 g/cm³;
- punct inflamabilitate + 300°C;
- punct congelare: -50°C.

Exemplul 3. Ulei siliconic demulant 1000±100 cSt Instalația de sinteză și modul de lucru sunt identice cu cele din exemplul 1. Cantitățile folosite sunt: 200,55 g (210 ml) hidrolizat din DDS, 1,17 g (1,55 ml) HMDS și 5,3 g Vionit CS 34C. Rezultă 182 g (185,7 ml) ulei, randament de transformare a hidrolizatului de 90%.

Caracteristicile fizico-chimice ale uleiului:

- viscozitate, 25°C: 45 cSt;
- indice de refracție, 25°C: 1,4013;
- densitate, 25°C: 0,965 g/cm³;
- punct inflamabilitate + 245°C;
- punct congelare: -62°C.

Revendicare

Procedeu de obținere a uleiurilor
siliconice, demulante (50÷1000 cSt)
caracterizat prin aceea că hidrolizatul de

5

dimetidiclorosilan (DDS), la care se adaugă
hexametildisiloxan (HMDS), se supune unui
proces de cataliză heterogenă, în prezență de
cationit stiren-divinilbenzensulfonat (Vionit CS
34C), la o temperatură de 90...100°C, timp
de maximum 2 h.

Președintele comisiei de examinare: **ing. Barbu Mara**

Examinator: **ing. Pușcaș Corina**

