



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz
anerkannt nach dem Abkommen über die
gegenseitige Anerkennung von Urheber-
scheinen und anderen Schutzdokumenten
für Erfindungen vom 18.12.1976

(19) **DD** (11) **257 549 A3**

3(51) C 08 G 65/32

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP C 08 G / 262 774 1	(22)	08.05.84	(45)	22.06.88
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) VNIISS, 600006 Vladimir, ul. Frunze, d. 77, SU

(72) Ryzov, Evgenij M.; Saveleva, Rimma I.; Gladkovskij, Gleb A.; Lebedev, Vladimir S.; Romanova, Ljudmila V.; Vlasov, Garold M.; Reusov, Anatolij V., SU

(89) 1320215, SU

(54) Verfahren zur Gewinnung von oligomeren Borsäureestern

(57) Verfahren zur Gewinnung von oligomeren Borsäureestern durch Behandlung einer hydroxylhaltigen Verbindung mit Borsäure. Als hydroxylhaltige Verbindung wird das alkalische Polymerisat von Alkylenoxiden verwendet, und der Prozeß wird in Gegenwart von 0,02...0,5 Ma.-% Alkalimetallalkoholat, umgerechnet auf alkalisches Polymerisat, durchgeführt.

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Заявлено: 03.10.80

Заявка № 2990871/23-05

МКИ³ C08 G 65/32

Авторы: Е.М.Рыжов, Р.И.Савельева, Г.А.Гладковский,
В.С.Лебедев, Л.В.Романова, Г.М.Власов,
А.В.Реусов

Заявитель: Всесоюзный научно-исследовательский
институт синтетических смол

Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОЛИГОМЕРНЫХ
ЭФИРОВ БОРНОЙ КИСЛОТЫ

Изобретение относится к области химии полимеров, а именно к способу получения олигомерных эфиров борной кислоты, применяемых для изготовления гидротормозных жидкостей (ГТЖ). Основными требованиями, предъявляемыми к современным ГТЖ, являются высокая температура кипения в неводном и увлажненном состоянии, а также высокие антикоррозионные свойства.

Известен способ получения олигомерных эфиров борной кислоты путем взаимодействия гидроксилсодержащих соединений с борной кислотой (1). В качестве гидроксилсодержащих соединений используют моноалкиловые эфиры гликолей.

Способ имеет сложную технологию, требующую выделения моноалкиловых эфиров гликолей. Получаемые эфиры имеют рН 5-6 и при использовании их в ГТЖ в них дополнительно вводят присадки, повышающие рН до 7-11.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемым результатам является способ получения олигомерных эфиров борной кислоты путем обработки гидроксилсодержащего соединения борной кислотой (2). В качест-

ве гидроксилсодержащего соединения используют моноэфир полиоксиалкиленгликоля, который после обработки борной кислотой дополнительно обрабатывают многоатомным спиртом.

Способ характеризуется сложной технологией, требующей выделения индивидуального моноэфира, а также невысокими антикоррозионными свойствами получаемых олигомерных эфиров.

Целью изобретения является упрощение технологии процесса и придание олигомерным эфирам борной кислоты антикоррозионных свойств.

Поставленная цель достигается тем, что в способе получения олигомерных эфиров борной кислоты путем обработки гидроксилсодержащего соединения борной кислотой, в качестве гидроксилсодержащего соединения используют щелочной полимеризат окисей алкиленов, и обработку борной кислотой проводят в присутствии 0,02-0,5 мас.% алкоголята щелочного металла в расчете на щелочной полимеризат.

В результате использования щелочных полимеризатов получают взаиморастворимые олигомерные эфиры борной кислоты, образующие гомогенную смесь. При этом значение pH стабилизируется на требуемом уровне и использование получаемых эфиров в ГТЖ не требует введения антикоррозионных присадок. Обработку проводят при температуре 80-100°C, а затем из образующейся смеси при температуре 110-130°C под вакуумом отгоняют летучие продукты.

Пример I.

В реакторе емкостью 100 л растворяют 0,156 кг гидроксида натрия в 15,6 кг метилового спирта. К полученной системе при температуре 95°C и давлении 3 ати присоединяют 62,4 кг окиси этилена. 25 кг полученного щелочного полимеризата, содержащего 0,2 мас.% олиго-

- 3 -

мерного алкоголята натрия (в пересчете на гидроксид натрия) и менее 0,1 мас.% непрореагировавшей окиси этилена, обрабатывают при температуре 95°C 1,3 кг борной кислоты в течение 1 часа. Затем из смеси при температуре 120-130°C отгоняют летучие продукты, остаток фильтруют и анализируют. Получают 20 кг олигомерного эфира со следующими показателями:

pH - 8,52

Температура кипения неводной смеси - 267°C.

Температура кипения увлажненной смеси (3,5%Н₂O)-175°C.

Вязкость, спз, при 50°C - 7,61.

Вязкость, спз, при -40°C - 1265.

Пример 2.

В реакторе емкостью 25 л растворяют 0,05 кг едкого натра в 3,68 кг н-бутилового спирта и затем по примеру I присоединяют 6,35 кг окиси этилена. 522 г полученного щелочного полимеризата обрабатывают при 80°C 18 г борной кислоты. Щелочной полимеризат содержит 0,5 мас.% олигомерного алкоголята натрия (в пересчете на гидроксид натрия). После отгонки летучих продуктов по примеру I получают олигомерный эфир с показателями:

pH 8,4.

Температура кипения неводной смеси - 273°C.

Температура кипения увлажненной смеси (3,5Н₂O)-148°C.

Вязкость, спз, при 25°C 18,1.

Вязкость, спз, при 50°C 8,3.

Пример 3.

В реакторе емкостью 100 л растворяют 0,0375 кг едкого натра в 12 кг метанола и к полученной спиртовой системе присоединяют смесь окисей, состоящую из 40,25 кг окиси этилена и 22,75 кг окиси пропилена. Полученный полимеризат содержит 0,05% алкоголята натрия в пересчете на гидроокись натрия.

Берут 585 г полученного таким образом полимеризата,

добавляют 65 г дистиллированной воды и полученную щелочную смесь обрабатывают в колбе с мешалкой, при температуре $95 \pm 5^\circ\text{C}$, 28 г борной кислоты.

После отгонки летучих и фильтрации получают 470 г олигобората с показателями:

1. Величина pH - 8,45.
2. Температура кипения, $^\circ\text{C}$:
неводной смеси - 265;
увлажненной смеси (3,5% H_2O) - 164.
3. Вязкость, спз, при:
температуре 50°C - 7,16,
температуре минус 40°C - 1500.

Таким образом, изобретение позволяет упростить технологию получения олигомерных эфиров борной кислоты и придать им антикоррозионные свойства за счет стабилизации значения pH в щелочной области.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения олигомерных эфиров борной кислоты путем обработки гидроксилсодержащего соединения борной кислотой, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологии процесса и придания олигомерным эфирам борной кислоты антикоррозионных свойств, в качестве гидроксилсодержащего соединения используют щелочной полимеризат окисей алкиленов и обработку борной кислотой проводят в присутствии 0,02-0,5 мас.% алкоголята щелочного металла в расчете на щелочной полимеризат.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент США № 3625899, кл. 252-75, опублик. 1971.
2. Патент США № 3729497, кл. 252-75, опублик. 1973-прототип.