



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 23 07 80

(21) [PV 5183-80]

(40) Zveřejněno 30 04 81

(45) Vydáno 15 03 86

222703

(11)

(M)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 04 B 41/28  
C 07 F 7/12

(75)

Autor vynálezu

RATHOUSKÝ JIŘÍ dr. ing. DrSc., KRUCHŇA OLDŘICH ing., ECKERT VÍT  
ing., PRAHA

(54) Způsob výroby prostředků pro zpevňování, konzervaci a hydrofobizaci  
stavebních materiálů nebo konstrukcí

1

2

Předmětem vynálezu je způsob výroby prostředků pro zpevňování, konzervaci a hydrofobizaci stavebních materiálů nebo konstrukcí z nich, tvořených např. pískovcem, maltovinami nebo keramikou, hydrolyzou vodou, případně za přídavku alifatického alkoholu s 1 až 5 atomy uhlíku. K hydrolýze se použije 20 až 50 % hmot. toluenový roztok destilačních zbytků z rektifikace fenylchlorsilanů, připravených syntézou z křemíku a chlorbenzenu, hydrolyzát se zahřátím na teplotu 112 až 120 °C zbaví chlórovodíku vzniklého při hydrolýze, zbytková kyselost se zneutralizuje, například ethanolátem sodným a neutrální hydrolyzát se před aplikací na stavební materiál zředí organickým rozpouštědlem, například toluenem na koncentraci 5 až 50 % hmot.

Výsledné produkty jsou vhodné pro konzervaci střešní krytiny a rezného zdiva, dále ke zpevňování, konzervaci a hydrofobizaci stavebních materiálů, tvořených například pískovcem, maltovinami nebo keramikou. Konzervovaný povrch těchto materiálů má výborné fyzikálněmechanické vlastnosti, včetně odolnosti proti vysokým teplotám.

Vynález se týká způsobu zpracování destilačních zbytků z výroby fenylochorsilanů na produkty použitelné zvláště ve stavebnictví a v některých případech i v elektrotechnice a strojírenství.

Při zpracování se využívá dřívějších poznatků, tj. parciální esterifikace chlorových atomů alkoholem, která zabrání neregulovatelnému průběhu hydrolýzy a tvorbě gelu (viz Bažant a kol. Silikony 1954 a čs. pat. číslo 94 564).

Při výrobě monomerů pro silikonové finální produkty odpadá při rektifikaci fenylochorsilanů asi 8 až 10 % destilačních zbytků. Polotuhá hmota na vzduchu se hydrolyzuje za vzniku chlorovodíku obsahuje trifenylochorsilan a fenylované polysiloxany a polysilfenyleny, kromě křemíku a mědi unesené s reakčními produkty z reaktoru pro výrobu fenylochorsilanů přímou syntézou z křemíku a chlorbenzenu za katalýzy mědi. V současné době se destilační zbytky vzhledem ke své konsistenci a obsahu chloru poměrně obtížně likvidují spalováním a vznikající chlorovodík se zneškodňuje v suspenzi vápence nebo vápna. Přitom však destilační zbytky obsahují cenné látky, které by bylo možno využít pro přípravu užitečných silikonových finálních produktů při vypracování technologicky schůdného postupu jejich přípravy a ověření aplikace v praxi.

Hlavními fyzikálněchemickými vlastnostmi polyfenylsiloxanových a polyfenylenových sloučenin je vysoká odolnost proti povětrnostním vlivům, vysokým teplotám, avšak nižší hydrofobita, termoplasticita a dlouhé vytvrzování siloxanového filmu zvláště při normální teplotě.

Předmětem tohoto vynálezu je technologický postup zpracování destilačních zbytků z rektifikace fenylochorsilanů pro přípravu siloxanových pryskyřic aplikovatelných ve stavebnictví.

Způsob výroby prostředků pro zpevňování, konzervaci a hydrofobizaci stavebních materiálů nebo konstrukcí z nich, tvořených např. pískovcem, maltovinami nebo keramikou, hydrolýzou vodou, případně za přídavku alifatického alkoholu s 1 až 5 atomy uhlíku se podle vynálezu provádí tak, že se k hydrolýze použije 20 až 50 hmot. procentní toluenový roztok destilačních zbytků z rektifikace fenylochorsilanů, připravených syntézou z křemíku a chlorbenzenu, hydrolyzát se zahřátím na teplotu 112 až 120 °C zbaví chlorovodíku vzniklého při hydrolýze, zbytková kyselost se zneutralizuje, například ethanolátem sodným a neutrální hydrolyzát se před aplikací na stavební materiál zředí organickým rozpouštědlem, například toluenem, na koncentraci 5 až 50 hmot. %.

Účelně se do zředěného toluenového roztoku destilačních zbytků přidá 5 až 50 hmot. procent trifunkčních organokřemičitých monomerů, například methyltrichlorsilanu,

Rovněž je účelné, když se do zředěného toluenového roztoku destilačních zbytků přidá 5 až 50 hmot. % směsi difunkčních a/nebo trifunkčních a/nebo tetrafunkčních monomerů, například dimethyldichlorsilanu a/nebo methyltrichlorsilanu a/nebo tetrachlorsilanu.

Produkt vyrobený podle vynálezu se dá tedy použít ke zpevnění, konzervaci a hydrofobizaci stavebních materiálů tvořených například pískovcem, maltovinami, keramikou. Výhodné je i použití pro konzervaci střešní krytiny a rezného zdiva, v elektrotechnice a strojírenství jako elektroizolační a ochranné laky zvláště pro vysoké teploty (až do teplot 300 °C). Vysoký poměr R/Si destilačních zbytků se může upravit přídavkem trifunkčních silikonových monomerů, například methyltrichlorsilanu, čímž se sníží jednak termoplasticita vzniklé pryskyřice, jednak vytvrzovací teplota, takže je možno získat nelepivý film dobrých mechanických vlastností i při normální teplotě, zvláště za přídavku malého množství vhodného katalyzátoru, například tetramethylamoniumhydroxidu. Současně se zvýší hydrofobita vytvořeného filmu. Ostatní původní příznivé vlastnosti pryskyřice zůstanou zachovány.

V dalším uvádíme příklady zpracování destilačních zbytků podle vynálezu.

#### Příklad 1

80 kg destilačních zbytků z rektifikace fenylochorsilanů z přímé syntézy z křemíku a chlorbenzenu za přídavku mědi jako katalyzátoru, obsahující 22 % hmot. trifenylochorsilanu, 70 % hmot. fenylovaných polysiloxanů a polysilfenylenů a 8 % hmot. nerozpustných podílů bylo rozpuštěno v toluenu na koncentraci 40 % hmot. Takto připravený roztok byl zfiltrován přes filtr ze skleněné tkaniny a tak odstraněny pevné podíly. Do zfiltrovaného roztoku bylo přidáno 20 kg methyltrichlorsilanu a potom byl vpraven do smaltovaného kotle opatřeného míchadlem, přívodem reakčních komponent a odvodem plyných reakčních zplodin a dolní výpustí. K roztoku destilačních zbytků bylo postupně přidáno za míchání 20 kg ethanolu. V této operaci uniklo podstatné množství chlorovodíku. Potom byla reakce dokončena přidáním 100 litrů vody, přičemž se reakční směs zakalila. Hydrolyzát byl přepuštěn do skleněných zásobníků opatřených dolní výpustí a promyt 3X vodou, přičemž po rozdělení fází byla spodní fáze obsahující chlorovodík oduštěna do neutralizační jímky. Zbytkový chlorovodík v toluenovém roztoku byl neutralizován přídavkem přebytečného množství kysličníku vápenatého. Potom byl toluenový roztok oddělen od pevných podílů a vodného roztoku chloridu vápenatého vzniklého při neutralizaci. Odpařením rozpouštědla ve vzorku byla

stanovena sušina a roztok upraven na koncentraci 20 % hmot. vhodnou pro aplikaci. Do roztoku silikonové pryskyřice bylo přidáno 0,1 % hmot. tetramethylamonium hydroxidu. Roztok silikonové pryskyřice poskytl při aplikaci po odpaření rozpouštědla a vytvrzení za normální teploty pružný nelepivý film hydrofobních a elektroizolačních vlastností, odolný proti kyselinám, zředěným zásadám a roztokům solí a teplotě do 250 °C a vlivům povětrnosti. Po napuštění málo pevných stavebních materiálů jako omítky, pískovce apod., se zvýšila i jejich mechanická pevnost. Pokud se roztok silikonové pryskyřice o koncentraci 20 % hmot. naplní 30 % hmot. práškovitého hliníku, dá se použít jako ochranný lak na výfukové potrubí motorového vozidla, kde trvale odolává korozi.

#### Příklad 2

100 kg destilačních zbytků z rektifikace fenylochlorsilanů o složení jako v příkladu 1 bylo rozpuštěno v toluenu na koncentraci 30 % hmot. Vzniklý tmavý roztok obsahoval ještě nerozpuštěné podíly, které byly odfiltrovány přes hustou skleněnou tkaninu. Zfiltrovaný roztok byl pak umístěn do smaltovaného kotle s míchadlem, s přívodem reakčních komponent a odvodem plynů

reakčních produktů. Roztok v kotli byl postupně za míchání a chlazení zhydrolyzován 200 litry vody a produkt byl po ukončení hydrolyzy přepuštěn do skleněných zásobníků opatřených spodní výpustí a promyt 3× vodou, přičemž po rozdělení fází byla spodní vrstva obsahující chlorovodík odpuštěna do neutralizační jímky. Mírně zakalený produkt byl neutralizován bezvodým kyslíkem vápenatým, přičemž došlo i k vyjasnění toluenového roztoku odvodněním. Po stanovení sušiny byl vzorek upraven na koncentraci vhodnou pro aplikaci a přidáno 0,2 % hmot. (počítáno na sušinu) dibutylcindilaurátu v 50% roztoku v polyethoxysiloxanu o pěti siloxanových jednotkách. Film siloxanové pryskyřice, který vznikl po odpaření rozpouštědla měl podobné vlastnosti jako v příkladu 1, jeho tepelná odolnost byla vyšší (až 300 °C), ale při vyšších teplotách byl plastický.

Způsob zpracování destilačních zbytků podle vynálezu je použitelný zejména ve výrobě silikonových monomerů a silikonových finálních produktů. Popsaným způsobem se výhodně zpracují obtížně likvidovatelné odpady a přitom se plnohodnotně využijí jejich cenné složky, které lze zpracovat např. jako hydrofobizační a zpevňovací prostředky ve stavebnictví.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby prostředků pro zpevňování, konzervaci a hydrofobizaci stavebních materiálů nebo konstrukcí z nich, tvořených např. pískovcem, maltovinami nebo keramikou, hydrolyzou vodou, případně za přidavku alifatického alkoholu s 1 až 5 atomy uhlíku, vyznačený tím, že k hydrolyze se použije 20 až 50% hmot. toluenový roztok destilačních zbytků z rektifikace fenylochlorsilanů, připravených syntézou z křemíku a chlorbenzenu, hydrolyzát se zahřátím na teplotu 112 až 120 °C zbaví chlorovodíku vzniklého při hydrolyze, zbytková kyselost se zneutralizuje, např. ethanolátem sodným a neutrální hydrolyzát se před aplikací na

stavební materiál zředí organickým rozpouštědlem, například toluenem, na koncentraci 5 až 50 % hmot.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že do zředěného toluenového roztoku destilačních zbytků se přidá 5 až 50 % hmot. trifunkčních organokřemičitých monomerů, například methyltrichlorsilanu.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že do zředěného toluenového roztoku destilačních zbytků se přidá 5 až 50 % hmot. směsi difunkčních a/nebo trifunkčních a/nebo tetrafunkčních monomerů, například dimehydychlorsilanu a/nebo methyltrichlorsilanu a/nebo tetrachlorsilanu.