



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 101

(21) PV 4997-87.C  
(22) Přihlášeno 02 07 87

(11)

(13) R1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 F 7/04

(40) Zveřejněno 14 03 89  
(45) Vydáno 27.7.1990

(75)  
Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE,  
KARTOUS JIŘÍ, OPATOVICE NAD LABEM

Způsob přípravy organokřemičitých esterů

(54)

(57) Organokřemičité estery *L, w*-dialko-  
xypolydimetylsiloxanů se připravují reak-  
cí neutrálního produktu hydrolýzy dimetyl-  
dichlorsilenu a 2-etylhexanolu s hydro-  
xidem draselným. Reakční směs se vyhřeje  
na 140 až 160 °C načež se při udržování  
teploty v tomto rozmezí a současném azeo-  
tropickém odstraňování vody snižuje ply-  
nulý tlak v reakčním prostoru v závislos-  
ti na klesající rychlosti zpětného toku do  
odstranění reakční vody. Látky připravené  
tímto postupem jsou složky brzdových,  
hydraulických a mazacích kapalin.

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů  $\text{L}_1\text{W}$  - dialkoxypolydimetylsiloxanů.

Organokřemičité estery  $\text{L}_1\text{W}$  -dialkoxypolydimetylsiloxanů jsou popisovány v čs. A.O.. 239 977. Přípravují se reakcí neutrálního produktu hydrolýzy dimetyldichlorsilanu a jednomocných alkoholů s hydroxidem draselným při teplotě 120 až 260 °C. Při reakci je třeba odstraňovat reakcí vzniklou vodu. K tomu lze použít pomocné rozpouštědlo, se kterým tvoří voda azeotropickou směs. Je známo použití toluenu nebo xylenu. Stejnou funkci může mít i 2-ethylhexanol, což lze výhodně použít zejména v případě, kdy je tato látka reakční komponentou, tedy při přípravě organokřemičitých esterů  $\text{L}_1\text{W}$  - dialkoxypolysiloxanů, kde alkoxyl je odvozen od 2-ethylhexanolu. Po proběhlé reakci se reakční směs neutralizuje oxidem uhličitým nebo kyselinou a posléze alkalickým uhličitánem. Po oddělení soli se zbylá vlhkost odstraňuje filtrací přes uhličitán sodný. Takto upravený surový produkt se dále podrobí destilaci. Přední destilační podíly lze vrátet do následující operace.

Nyní bylo zjištěno, že postup přípravy těchto látek lze výhodně modifikovat způsobem, který je předmětem tohoto vynálezu. Spočívá v tom, že se reakční směs, obsahující neutrální produkt hydrolýzy dimetyldichlorsitanu, 2-ethylhexanol, hydroxid draselný a případně pomocné rozpouštědlo, jako je toluen nebo xylen, vyhřeje na teplotu 140 až 160 °C. Potom se při udržování teploty v tomto rozmezí a při současném azeotropickém odstraňování reakční vody snižuje plynule tlak v reakčním prostoru v závislosti na klesající rychlosti zpětného toku do oddestilování reakcí vzniklé vody a dosažení vakua v hodnotě minimálně 8 kPa.

Provádění reakce za sníženého tlaku umožňuje použít nižších reakčních teplot a zrychlit proces. Tímto postupem je možné snadno na běžných zařízeních s použitím např. vodokružné vývěvy podstatně zvýšit kapacitu reaktoru a odstatnit cirkulaci velkých množství pomocných rozpouštědel.

#### Příklad 1

Do reaktoru opatřeného mícháním, topnou lázní, teploměrem, azeotropickým nastavcem, vodní vývěvou a redukčním ventilem bylo předloženo 814 g produktu hydrolyzy dimetyldichlorsilanu, 260 g 2-etylhexanolu a 2 g hydroxidu draselného. Reakční směs byla za míchání rychle vyhřáta na 150 °C a na této teplotě udržována. Během 10 minut byl tlak snížen na 44 kPa, během dalších 15 minut na 24 kPa, snižování tlaku bylo prováděno podle množství zpětného toku, až během 1,5 h tlak snížen na 8 kPa a bylo odebráno 20 ml vody. Po odpojení vývěvy a schlazení na cca 50 °C byl hydroxid draselný neutralizován přidáním 20 ml vodního roztoku kyseliny chlorovodíkové s obsahem 0,04 molu HCl za míchání 20 minut a přebytek kyseliny byl neutralizován přidávkou 20 ml 20% vodního roztoku uhličitanu sodného za míchání 20 minut. Po oddělení roztoku solí byl produkt zbaven vlhkosti filtrací přes vrstvičku uhličitanu sodného a přední podíly byly oddestilovány při tlaku 1,6 kPa do teploty varu 200 °C. Bylo získáno 807 g vodojasného produktu s č. kyselosti 0,01 mg KOH/g, viskozitou při 100 °C 4,26 mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, při 40 °C 101 mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, teplotou tuhnutí -70 °C, teplotou tvorby plynové bubliny 330 °C.

#### Příklad 2

Do reaktoru podle příkladu 1 bylo předloženo stejné množství surovin podle příkladu 1 a přidáno 205 g destilačních podílů z příkladu 1. Dále bylo pokračováno stejně jako v příkladu 1, tj. směs byla vyhřáta na 150 °C, během 1,5 h snížen tlak na 6,6 kPa a odebráno 20 ml vody. Neutralizace a oddestilování bylo provedeno stejně jako v příkladu 1. Bylo získáno 850 g vodojasného

produktu s číslem kyselosti 0,01 mg/KOH/g, s viskozitou při 100 °C 4,35 mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, při 40 °C 101 mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, teplotou tuhnutí -70 °C, teplotou tvorby bubliny 350 °C.

### Příklad 3

Do reaktoru podle příkladu 1 bylo předloženo stejné množství suroviny podle příkladu 1 a přidáno 10 ml xylenu. Dále bylo pokračováno stejně jako v příkladu 1, směs byla vyhřáta na 140 °C, během 2 h snížen tlak na 5,3 kPa a odebráno 20 ml vody. Neutralizace a oddestilování bylo provedeno stejně jako v příkladu 1. Bylo získáno 800 g vodojasného produktu s číslem kyselosti 0,01 mg KOH/g, viskozitou při 100 °C 4,30 mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>, teplotou tuhnutí -70 °C, teplotou tvorby plynové bubliny 325 °C.

## P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy organokřemičitých esterů  $\omega$ -dialkoxy-polydimetylsiloxanů reakcí neutrálního produktu hydrolýzy dimetyldichlorsilanu a 2-etylhexanolu s hydroxidem draselným za odstraňování reakční vody při zvýšené teplotě, vyznačený tím, že se reakční směs vyhřeje na 140 až 160 °C, načež se při udržování teploty v tomto rozmezí a současném azeotropickém odstraňování vody snižuje plynule tlak v reakčním prostoru v závislosti na klesající rychlosti zpětného toku do odstranění reakční vody a dosažení vakua v hodnotě min. 8 kPa.