



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219978

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 18 05 81
(21) (PV 3652-81)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 10 85

(51) Int. Cl.³
C 07 C 69/34
(C 07 C 69/34,
69/44, 69/48, 69/50)

(75)

Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE

(54) Způsob úpravy 2-ethylhexylesterů alifatických dikarboxylových kyselin

1

2

Způsob úpravy 2-ethylhexylesterů alifatických dikarboxylových kyselin C₆ až C₁₀, připravených reakcí odpovídajících kyselin s 2-ethylhexylalkoholem pro zlepšení teploty zakalování. Z reakce izolovaný diester se zahřívá z 20 na 100 °C během 30 až 50 min. za současného probublávání suchým inertním plynem za sníženého tlaku 7000 až 1500 Pa a po ukončení zahřívání se nechá diester za současného probublávání plynem zchladit na teplotu místnosti.

Upravené diestery se používají v letecké technice.

Vynález se týká způsobu úpravy 2-ethylhexylesterů alifatických dikarboxylových kyselin s obsahem 6 až 10 atomů uhlíku, pro použití v letecké technice.

Kapaliny používané v letecké technice musí splňovat řadu podmínek, mezi jinými se nesmí kalit při nízkých teplotách. Sovětská norma GOST 20734—75 předepisuje například, že pracovní kapaliny se nesmí zakalovat do -50°C . Americká norma MIL-L-7808 F předepisuje měření a sledování viskozity při -54°C . Z kapalin se nesmí téměř nic vylučovat a usazovat. Proto kapalně suroviny, jež tvoří součást těchto kapalin, se nesmí zakalovat ještě při nižších teplotách.

Pro uvedené účely je známo například použití diesterů kyseliny sebakové, azelaové nebo adipové. Diestery mají však nevyhovující teploty zakalování. Nyní bylo zjištěno, že zakalování diesterů způsobuje velmi malé množství nízkomolekulárních těkavých podílů, které lze odstranit destilací při velmi nízkém tlaku 60 až 200 Pa, což je velmi náročné, neboť diestery musí být zahřáty na vysoké teploty a tento postup zhoršuje jejich číslo kyselosti. Jestliže se však diestery s nevyhovující teplotou zakalování upraví způsobem podle vynálezu, snižuje se teplota jejich zakalování na -58 až -59°C . Z diesterů se jako velmi výhodné osvědčily 2-ethylhexylderiváty.

Způsob úpravy 2-ethylhexylesterů alifatických dikarboxylových kyselin s počtem atomů uhlíku 6 až 10, připravených reakcí odpovídajících kyselin s 2-ethylhexylalkoholem za přítomnosti katalyzátoru spočívá podle vynálezu v tom, že se vytvořené diestery zahřívají z 20 na 100°C během 30 až 50 minut za současného probublávání suchým inertním plynem, nejlépe dusíkem, za sníženého tlaku 7000 až 1500 Pa a po ukončení vyhřívání se nechají za současného probublávání uvedeným plynem zchladit na teplotu místnosti.

Výhoda nového způsobu úpravy spočívá v tom, že se nejen získají diestery potřebných parametrů, ale je možno zařadit opatření podle vynálezu jako poslední fázi výroby právě tak, jako provést úpravu s diestery izolovanými.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Do 3litrové destilační baňky, opatřené teploměrem, elektricky vytápěnou lázní, sestupným chladičem, jímadlem, vodní vývěvou a kapilárou na připouštění suchého dusíku, bylo předloženo 1500 g bis(2-ethylhexyl)sebakátu s teplotou zakalování -41°C Celsia, teplotou vzplanutí 218°C , číslem kyselosti 0,029. Ke dnu baňky byl připouštěn kapilárou dusík, tlak v baňce byl udržován na 7000 až 1500 Pa za současného vyhřívání baňky. Po dosažení teploty v baňce 100°C

Celsia bylo vyhřívání baňky na této teplotě udržováno po dobu 30 min. a pak bylo topení baňky vypnuto. Po vychladnutí baňky na teplotu místnosti byl přívod dusíku zastaven a aparatura zavzdušněna. V jímadle nebyl zachycen žádný kondenzát. Bis(2-ethylhexyl)sebakát měl teplotu zakalování -58°C , teplotu vzplanutí 219°C , číslo kyselosti 0,028. Spotřeba suchého dusíku byla cca 3 litry.

Příklad 2

Stejným postupem jako v příkladu 1 bylo upraveno 2000 g bis(2-ethylhexyl)sebakátu s teplotou zakalování -45°C . Doba vyhřívání byla 50 min. Bylo pracováno při tlaku 1500 Pa. Po úpravě měl bis(2-ethylhexyl)sebakát teplotu zakalování -59°C , teplotu vzplanutí 219°C , číslo kyselosti 0,027.

Příklad 3

Do 3litrové destilační baňky, opatřené teploměrem, elektricky vytápěnou lázní, sestupným chladičem, jímadlem, vodní vývěvou a kapilárou na připouštění suchého dusíku, bylo předloženo 1600 g bis(2-ethylhexyl)azelaátu s teplotou zakalování -53°C . Ke dnu baňky byl připouštěn kapilárou dusík, tlak v baňce byl udržován na 4000 Pa za současného vyhřívání baňky. Při dosažení teploty v baňce 100°C bylo vyhřívání baňky na této teplotě udržováno po dobu 30 min. a pak bylo topení baňky opět vypnuto. Po vychladnutí baňky byl přívod dusíku zastaven a aparatura zavzdušněna. V jímadle nebyl zachycen kondenzát. Bis(2-ethylhexyl)azelát měl teplotu zakalování -59°C .

Příklad 4

Stejným postupem jako v příkladu 3 bylo upraveno 1800 g bis(2-ethylhexyl)azelátu s teplotou zakalování -46°C . Pracovní tlak byl 1800 Pa. Po úpravě měl bis(2-ethylhexyl)azelát teplotu zakalování -60°C Celsia.

Příklad 5

Do 3litrové destilační baňky, opatřené teploměrem, elektricky vytápěnou lázní, sestupným chladičem, jímadlem, vodní vývěvou a kapilárou na připouštění suchého dusíku, bylo předloženo 1600 g bis(2-ethylhexyl)adipátu s teplotou zakalování -46°C . Ke dnu baňky byl kapilárou připouštěn dusík, tlak v baňce byl udržován na 4500 Pa za současného vyhřívání baňky. Po dosažení teploty v baňce 100°C bylo vyhřívání baňky na této teplotě udržováno po dobu 30 min. a pak bylo topení baňky vypnuto. Po vychladnutí baňky byl přívod dusíku zastaven a aparatura zavzdušněna. V jímadle nebyl zachycen žádný kondenzát. Bis(2-ethylhexyl)adipát měl teplotu zakalování -58°C .

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob úpravy 2-ethylhexylesterů alifatických dikarboxylových kyselin s počtem atomů uhlíku 6 až 10, připravených reakcí odpovídajících kyselin s 2-ethylhexylalkoholem za přítomnosti katalyzátoru, vyznačený tím, že se vytvořené diestery zahřívají z 20 na 100 °C během 30 až 50 min. za

současného probublávání suchým inertním plynem, nejlépe dusíkem, za sníženého tlaku 7000 až 1500 Pa a po ukončení vyhřívání se nechají za současného probublávání uvedeným plynem zchladit na teplotu místnosti.