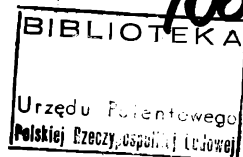


Opublikowano dnia 31 sierpnia 1960 r.



D06m 13/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 43380

Kl. 12 i, 38

Institut für Silikon- und Fluorkarbon-Chemie

Radebeul, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania środka hydrofobowego z wyższych krzemo-chlorowco-węglowodorów oraz nadawania hydrofobowości wyrobom takim, jak tekstylia, papier, szkło, mury itp.

Patent trwa od dnia 11 września 1957 r.

Pierwszeństwo: 5 lutego 1957 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Pozostałość po destylacji produktów otrzymanych przez przepuszczanie chlorowcoalkilów nad żelazokrzemem, wrzącą powyżej 70°C, można zużytkować w różny sposób.

Jeden ze sposobów polega na obróbce tej pozostałości w temperaturze 200 — 300°C w obecności lub nieobecności HCl, przy czym otrzymuje się halogenoalkilosilany obok czterochloru krzemowego (patent Stanów Zjednoczonych Ameryki, nr 2681355 z 20.II.53). Inny sposób polega na alkoksylowaniu przez działanie alkoholu, a następnie hydrolizowaniu w temperaturze 75 — 85°C i destylacji składników lotnych. W ten sposób otrzymuje się polimery nadające się jako środki hydrofobowe (patenty Stanów Zjednoczonych Ameryki, nr-y 2706723 i 2706724 z 21.VI.51).

Według wynalazku z wymienionej pozostałości

otrzymuje się również środek hydrofobowy jednak w sposób znacznie prostszy.

Wymienioną pozostałość hydrolizuje się w temperaturze pokojowej w 15-krotnej ilości wody. Tworzą się wówczas produkty kondensacji polisiloksanów, tak zwane kwasy silikonowe. Są one nierozpuszczalne w wodzie i wydzielają się w czasie hydrolizy jako produkty stałe, ziarniste. Łatwo oddzielają się one od hydrolizatu przez przesączenie. W celu usunięcia z nich kwasu solnego powstałego w czasie hydrolizy przemycza się je wodą.

Wydzielone produkty kondensacji przerabia się dalej w stanie wilgotnym, bez uprzedniego suszenia. Wyodrębnione produkty rozpuszcza się przez działanie rozcieńczonymi wodnymi roztworami alkaliów, przy czym lekkie podgrzewanie ułatwia ten proces. Stężenie alkaliów jest

tak dobrane, że zobojętnia do 2/3 zawartości chloru w otrzymanych produktach. Otrzymane wodne alkaliczne roztwory można rozcieńczać wodą do pożądanego stężenia. Korzystniej jest rozpuszczać wydzielone produkty kondensacji w alkoholowych roztworach ługu. W tym przypadku traci się jednak możliwość rozcieńczenia roztworu wodą.

Wodne alkaliczne roztwory można stosować jako środki hydrofobowe do obróbki wyrobów, np. tekstyliów, papieru, szkła, murów itp. Wodny roztwór można nanosić przez natryskiwanie, za pomocą pędzla lub też obrabiania, wyroby mogą być zanurzane lub opryskiwane. Ażeby osiągnąć pożądaną efekt hydrofobizacji, wyroby te suszy się powietrzem. Ogrzewanie, ani wypalanie nie jest konieczne. W przypadku obróbki materiałów porowatych, jak murów itp., nie następuje zatykanie, ani zaklejanie por. Nie uwidoczniła warstwa silikonowa wytworzona w czasie suszenia powietrzem jest porowata i w związku z tym mur posiada zdolność przepuszczania pary wodnej, natomiast utrudnia dostęp ciekłej wody. Dalszą korzyścią obok prostoty stosowania jest bezbarwność filmu, jak też to, że nie tworzą się produkty uboczne. Przez działanie dwutlenku węgla z powietrza rozpuszczalne w wodzie silikoniany metali alkalicznych przechodzą w nierozpuszczalną żywicę silikonową, która tworzy niezmywalną warstwę dobrze przylegającą do obrabianego podłoża.

Wydzielający się na skutek reakcji rozczepiania węglan alkaliczny nie działa szkodliwie na tworzący się hydrofobowy film. Dzięki hydrofobowym właściwościom powłok silikonowych obrabiane podłoże nie brudzi się.

Rodzaj i sposób stosowania oraz rozcieńczania alkalicznych cieczy hydrofobowych, otrzymanych sposobem według wynalazku z pozostałości destylacyjnych, zależy każdorazowo od okoliczności i od produktów poddawanych obróbce.

Istnieje także możliwość mieszania w każdym stosunku cieczy hydrofobowych z metylosilikonianem sodowym, który jest otrzymywany z metylotrójchlorosilanu i służy specjalnie jako środek nadający murom właściwości hydrofobowe. Obok mieszania gotowych cieczy hydrofobowych istnieje możliwość wspólnej kohydrolizy pozostałości destylacyjnej i metylotrójchlorosilanu w każdym stosunku, która według opisanego sposobu daje cieczy hydrofobowe o właściwościach i działaniu koniecznym przy zastosowaniu do odpowiedniego celu.

P r z y k ł a d I. 600 g pozostałości po des-

tylacji produktów otrzymanych przez przepuszczanie chlorowcoalkilów nad żelazokrzemem zadaje się 8 litrami wody i miesza. Wydzielające się stałe produkty hydrolizy odsąca się i przemywa wodą od resztek kwasu solnego. Wyodrębniony produkt zadaje się 300 g NaOH w 1.1 litrze wody i ogrzewa. Otrzymuje się 1820 g roztworu silikonianu sodowego, który po odpowiednim rozcieńczeniu wodą można stosować jako środek hydrofobowy.

P r z y k ł a d II. 600 g pozostałości po destylacji produktów otrzymanych przez przepuszczanie chlorowcoalkilów nad żelazokrzemem hydrolizuje się jak w przykładzie I. Wyodrębniony produkt rozpuszcza się w 580 g 96-procentowego etanolu z dodatkiem 170 g NaOH. Otrzymuje się 1260 g alkoholowego roztworu silikonianu sodowego.

P r z y k ł a d III. Mieszaninę 3.1 kg metylotrójchlorosilanu i 3.1 kg pozostałości po destylacji poddaje się hydrolizie i przerabia według przykładu I. Otrzymaną wilgotną pozostałość na nuczyci rozpuszcza się w 13 kg 25-procentowego ługu sodowego. Otrzymuje się 17.5 kg roztworu silikonianu sodowego, który w zależności od celu, do którego ma służyć, odpowiednio się rozcieńcza.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania środka hydrofobowego z wyższych krzemochlorowco-węglowodorów, znamienny tym, że pozostałe przy destylacji produkty powstałe przez przepuszczanie chlorowcoalkilów ponad żelazokrzemem po oddzieleniu związków o wzorze R_3SiHal , gdzie R = alkil, przemienia się na ciecz o własnościach hydrofobowych za pomocą hydrolizy i rozpuszczenia produktów hydrolizy roztworami wodnymi i/lub alkoholowymi alkaliów.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że hydrolizie poddaje się pozostałości destylacyjne wraz z alkilo-trójchlorosilanem.
3. Sposób nadawania hydrofobowości za pomocą środków otrzymanych sposobem według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że wyroby jak tekstylia, papier, szkło, mury itp. traktuje się przez naniesienie na nie odpowiednio rozcieńczonych roztworów, przy czym efekt hydrofobowy uzyskuje się przez suszenie powietrzem.

Institut für Silikon-
und Fluorkarbon-Chemie
Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy