



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230323  
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 05 07 82  
(21) (PV 5132-82)

(40) Zveřejněno 30 12 83

(45) Vydáno 15 10 86

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 07 F 7/04  
C 07 F 7/12

(75)

Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing., PARDUBICE, KARTOUS JIŘÍ, OPATOVICE  
nad Labem

## (54) Organokřemičité estery a způsob jejich přípravy

1

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých esterů z halogenfenyltrichlorosilanů a polyethylenglykolalkyletherů vhodných pro mazací techniku.

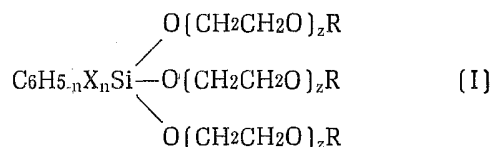
Stále vzrůstající požadavky na parametry zařízení, strojů a motorů, speciálně leteckých, vyvolávají zvýšené požadavky i na mazací oleje. Pro účely mazací techniky bylo vyzkoušeno mnoho typů olejů, od minerálních přes estery organických alkoholů s mono- nebo dikarboxylovými kyselinami až po organokřemičité sloučeniny. Nevýhodné vlastnosti samotných methyl- a fenylsiloxanů odstranily později nalezené alkokoxysilany s nižšími alkyly. Nyní bylo zjištěno, že lze syntetizovat estery, obsahující v molekule aryl, popřípadě halogenarylskupinu a alkokyskupinu s objemnějším substituentem. Tohoto poznatku bylo využito při přípravě nových organokřemičitých esterů podle vynálezu. Dříve zmíněné organokřemičité estery se připravují běžně s použitím rozpouštědel a akceptorů chlorovodíku. Jako akceptory bývají většinou používány aminy jako pyridin, anilin, triethylamin apod. Při použití těchto akceptorů vzniká velké množství hydrochloridu použité báze, jenž je balastní látkou. Postup je z toho důvodu pro průmyslovou praxi nepřijatelný. Pro nové typy esterů byl vypracován nový postup, eli-

2

minující uvedené nevýhodné podmínky při syntéze.

Nové estery dále uvedeného obecného vzorce I podle tohoto vynálezu jsou použitelné ve velmi širokém teplotním rozsahu a dobře mísitelné se siloxanovými, diesterovými, polyolesterovými a minerálními oleji. Výborně rozpouštějí aditiva a lze je proto použít pro přípravu syntetických olejů, hydraulických kapalin, plastických maziv apod.

Organokřemičité estery obecného vzorce I



kde X = Cl, Br

n = 1 až 5

R = alkyl obsahující 1 až 4 atomy uhlíku

z = 1 až 3

se podle vynálezu připravují tak, že se nechá reagovat halogenfenyltrichlorosilan obecného vzorce II



kde X = Cl, Br  
n = 1 až 5

s alkylpolyglykolethery při teplotě 15 až 160 stupňů Celsia, po skončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a oddestilují se těkavé podíly. Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

#### Příklad provedení

Do 6 l Kellerovy čtyřhrdlé baňky opatřené míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem, připouštěcí nálevkou, topnou lázní a odvodním potrubím s manometrem, bylo předloženo 881 g butyldiethylenglykoletheru a za míchání a současného vyhřívání baňky bylo během 1 hodiny připuštěno 369 g chlorfenyltrichlorsilanu. Připouštění bylo řízeno podle tlaku unikajícího chlorovodíku a teplota byla zvyšována tak, aby ke konci připouštění dosáhla v baňce 100 až 120 °C. Po připuštění veškerého chlorfenyltrichlorsilanu byl ke dnu baňky trubičkou zaveden proud dusíku a za míchání a zahřívání baňky na 110 až

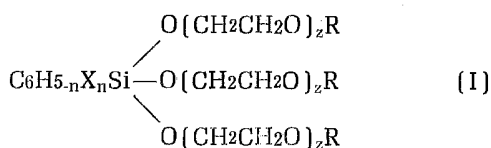
120 °C byl proudem dusíku během 30 až 60 minut snížen obsah kyselosti v baňce až do čísla kyselosti 0,04 mg KOH/g. Pak bylo přidáno do baňky za míchání vypočtené množství nasyceného roztoku hydroxidu sodného v butyldiethylenglykoletheru. Obsah baňky byl pak přepuštěn do vakuové destilační aparatury a přebytečný alkohol oddsetilován při tlaku 2000 Pa do teploty varu 150 °C. Po schladnutí byl destilační zbytek přefiltrován přes papír, bylo získáno 880 g čiré, nažloutlé kapaliny s číslem kyselosti 0,04,  $n_D^{25}$  1,4673, viskozitou při 100 °C  $3,08 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , při 50 °C  $7,94 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , při -20 °C  $178 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , při -40 °C  $1258 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , viskózním indexem 172, teplotou vzplanutí 165 °C, teplotou hoření 204 °C, teplotou tuhnutí -70 °C.

Působení kapaliny na butadienstyrenovou pryž při 120 °C z hlediska bobtnatelnosti objemové, hmotnostní a změny tvrdosti je slabší, než působení minerálního motorového oleje.

Kapalina při 80% relativní vlhkosti měla hmotnostní přírůstek za 90 hodin 1,55 % a po přidavku antioxidačního aditivu pouze 0,83 %.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

##### 1. Organokřemičité estery vzorce I



kde X = Cl, Br

n = 1 až 5

R = alkyl obsahující 1 až 4 atomy uhlíku

z = 1 až 3

##### 2. Způsob přípravy organokřemičitých es-

terů podle bodu 1, vyznačený tím, že halogenfenyltrichlorsilan vzorce II



kde X = Cl, Br

n = 1 až 5

se nechá reagovat s alkylpolyglykolethery při teplotě 15 až 160 °C, po ukončené reakci se sníží obsah chlorovodíku vytěsněním proudem dusíku, pak se přidá roztok hydroxidu sodného v použitém alkoholu a oddestilují se těkavé podíly.