

(19) **DANMARK**



PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT**

(11) **154024 B**



(21) Patentansøgning nr.: 5239/76

(22) Indleveringsdag: 19 nov 1976

(41) Alm. tilgængelig: 22 maj 1977

(44) Fremlagt: 03 okt 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 21 nov 1975 GB 48009/75

(51) Int.Cl.⁴

C 10 M 105/76

C 10 N 40:08

C 07 F 7/18

(71) Ansøger: *CASTROL LIMITED; Burmah House; Pipers Way; Swindon; Wiltshire; SN3 1RE, GB

(72) Opfinder: Herbert Frank *Askew; GB, Colin John *Harrington; GB, Gerald John Joseph *Jayne; GB

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) **Alkoxyalkylsilaner og hydraulisk væske indeholdende sådanne**

(56) Fremdragne publikationer

DK ans. nr. 5005/74 (= freml. nr. 144248)

DK 154024 B

Opfindelsen angår visse nye silanderivater, der er anvendelige som komponenter af hydrauliske væsker, og hydrauliske væsker, der indeholder sådanne forbindelser.

Hydrauliske væsker, der er baseret på glycolethere, har været anvendt f.eks. i bremse- og koblingssystemer til køretøjer i mange år, og de er stadig den mest almindeligt anvendte type af hydraulisk væske. Imidlertid bliver specifikationerne for de krævede kvalitetsstandarder, som fastlægges af fabrikanter af hydrauliske systemer og ikke-kommercielle organisationer, såsom Society of Automotive Engineers og US Department of Transportation, efterhånden strengere og strengere. Der er især opstået et behov for væsker, der har højere

kogepunkter og - hvad der er vigtigere - højere damplåstemperaturer, både for den væske, der sammensættes af fabrikanten, og også for væsken i nærværelse af vand. Glycoletherbaserede væsker vides at udvise ulemper i denne henseende på grund af hygroskopiciteten af væsken, hvilket resulterer i absorption af vand fra atmosfæren. Dette reducerer på sin side kogepunktet og damplåstemperaturen af væsken, og under udstrakt brug kan væskens vandindhold opbygges til et niveau, ved hvilket kogepunktet og damplåstemperaturerne bliver reduceret i en farlig udstrækning. Når væsken udsættes for varme, f.eks. frembragt ved kraftig bremsning, kan den koge eller fordampe i et omfang, der er tilstrækkeligt til at frembringe en alvorligt svigtende funktion af bremsen.

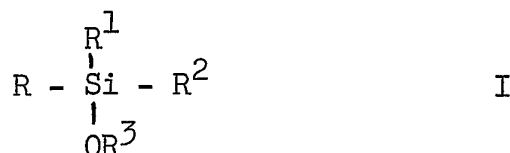
Man har udviklet hydrauliske væsker med lav hygroskopicitet, baseret på glycolestere, for at overvinde dette problem. Sådanne væsker er relativt ufølsomme overfor virkningen fra atmosfærisk fugtighed, men de er dyrere end væsker baseret på glycolether, og de har visse tekniske ulemper, idet f.eks. deres viskositetsegenskaber er underlegne i sammenligning med viskositetsegenskaberne af væsker på basis af glycolether. Som følge deraf har anvendelsen af disse væsker med lav hygroskopicitet hovedsagelig været begrænset til de tilfælde, hvor det måtte antages, at de ønskværdige egenskaber, såsom højt kogepunkt og damplåstemperatur, opvejede ulemperne. Andre typer af vandufølsomme fluida har også været udviklet. Ikke desto mindre søger fabrikanter nye fluida, der kombinerer så mange som muligt af de ønskværdige egenskaber af både glycoletherbaserede fluida og fluida med lav hygroskopicitet, og som om muligt har endog højere kogepunkter og/eller damplåstemperaturer end de fluida, der har lav hygroskopicitet.

Fornyligt er der i forbindelse med konstruktion af transportmidler opstået en voksende tendens til at anvende et enkelt hydraulisk system til at drive udstyr, såsom energistyring, stødabsorptionsorganer og bremses, der hidtil var forsynet med separate hydrauliske systemer. Dette har frembragt alvorlige problemer ved formuleringen af passende fluida. De mineraloliebaserede fluida, der hidtil har været anvendt i energistyringssystemer og stødabsorbierende organer,

er tilfredsstillende i forhold til det nitril- og chloroprengummi, der anvendes til forseglinger og pakninger i sådanne systemer, men de er i høj grad skadelige overfor de naturlige gummier og de styren/butadien-gummier, som anvendes ved konstruktionen af hydrauliske bremser og koblingssystemer. Dette resulterer i overdreven kvældning af de sidst angivne forseglinger, som kan føre til en alvorlig fejlfunktion af bremse- og koblingssystemerne. Omvendt har de fluida, der hidtil har været anvendt i bremse- og koblingssystemer, og som normalt er baseret på glycoler, glycolether og/eller glycolether-estere, og som har udvist tilfredsstillende egenskaber i sådanne systemer, en skadelig virkning på nitril- og chloroprengummipakninger, der er anvendt i energistyrede systemer og stødabsorptionsorganer, hvilket også kan føre til fejlfunktion. Ved drift af et transportmiddel forøges vigtigheden af pålideligheden af driftsegenskaberne, hvilken i almindelighed er ønskværdig i alle mekaniske apparater, til et absolut essentielt krav på grund af sikkerhedsbestemmelser. Der er derfor opstået et behov for et fluidum, der kan anvendes tilfredsstillende i et centralt system, der kontrollerer operationen af et antal forskellige dele af et udstyr.

Det har nu vist sig, at visse nye siliciumforbindelser er anvendelige som komponenter i hydrauliske fluida, til hydrauliske bremse- og koblingssystemer og også til centrale hydrauliske systemer. Disse forbindelser udviser forbedrede gummikvældningsegenskaber i forhold til mange forskellige naturlige og syntetiske gummiarter, der anvendes ved konstruktion af hydrauliske systemer, og de er også relativt ufølsomme overfor vand.

I overensstemmelse dermed tilvejebringes der ifølge opfindelsen som nye forbindelser silan-derivater med den almene formel:

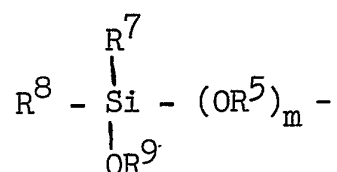


hvor

(a) R er en gruppe med formelen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m - \text{OR}^6 -$;

(b) hvert af radikalerne R^1 og R^2 uafhængigt af hinanden er alkyl, som fortrinsvis indeholder fra 1 til 18 carbonatomer, især methyl; alkenyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer; aryl, fortrinsvis phenyl; alkaryl, fortrinsvis alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder 1 til 12 carbonatomer; eller aralkyl, fortrinsvis benzyl; en gruppe med formlen $-OR^3$; eller en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-OR^6-$;

(c) R^3 er en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-$ eller en gruppe med formlen



hvorved hvert R^3 kan være identisk med eller afvigende fra enhver anden gruppe R^3 ;

(d) R^4 er alkyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer; alkenyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer; aryl, fortrinsvis phenyl; alkaryl, fortrinsvis alkyl-substitueret phenyl hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer; eller aralkyl, fortrinsvis benzyl; hvorved hvert R^4 kan være identisk med eller afvigende fra enhver anden gruppe R^4 ;

(e) R^5 er en alkylengruppe, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 15, især fra 1 til 4, carbonatomer, i særdeleshed ethylen eller propylen; hvorved hvert R^5 kan være identisk med eller afvigende fra enhver anden gruppe R^5 ;

(f) R^6 er en alkylengruppe, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 15, især 1 til 6 carbonatomer; hvorved hvert R^6 kan være identisk med eller afvigende fra enhver anden gruppe R^6 ;

(g) m er lig 0 eller et helt tal, fortrinsvis 0 eller et helt tal fra 1 til 4; hvorved hvert m kan være identisk med eller afvigende fra ethvert andet m;

(h) hvert af radikalerne R^7 og R^8 uafhængigt af hinanden er alkyl; der fortrinsvis indeholder fra 1 til 8 carbonatomer, i særdeleshed methyl; alkenyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer; aryl, fortrinsvis phenyl; alkaryl, fortrinsvis alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer; eller aralkyl, fortrinsvis benzyl; en gruppe med formelen $-OR^9$; eller en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-OR^6-$; og

(i) R^9 er en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-$ hvorved hvert R^9 kan være identisk med eller afvigende fra enhver anden gruppe R^9 , med det forbehold, at R ikke må være en gruppe med formlen $C_4H_9-O-C_2H_4-O-C_3H_6-$, hvis R^1 er en methylgruppe, og R^2 er en ethoxygruppe og R^3 er en ethylgruppe, og at R ikke må være en gruppe med formlen $C_4H_9-O-C_2H_4-O-C_3H_6-$ eller $C_2H_5-O-C_2H_4-$, hvis R^1 og R^2 begge repræsenterer en ethoxygruppe og R^3 er en ethylgruppe.

Silanderivatet ifølge opfindelsen til anvendelse som hydraulisk væske eller komponent deri er således ejendommeligt ved det i den kendetegnende del af krav 1 angivne.

Man kender ganske vist fra dansk patentansøgning nr. 5005/74 (fremlæggelsesskrift nr. 144.248) visse alkylsilanderivater til anvendelse i hydrauliske væsker. For det første udviser de kendte alkylsilanderivater en principielt anden kemisk struktur end silanderivaterne ifølge opfindelsen. Der foreligger ganske vist Si-C bindinger i både silanderivaterne ifølge opfindelsen og i de kendte silanderivater, men silanderivaterne ifølge opfindelsen indeholder i henhold til hovedkravet et radikal R, hvor bindingen til Si-atomet foreligger i form af en Si-C binding, og netop dette typiske radikal R findes ikke i de kendte silanderivater. For det andet udviser de kendte silanderivater i modsætning til silanderivaterne ifølge opfindelsen ikke nogen tilfredsstillende hydraulisk stabilitet, idet de er følsomme over for hydrolyse, og gummikvældeegenskaberne af de kendte silanderivater er heller ikke tilfredsstillende.

Det foretrækkes, at silanderivatet ifølge opfindelsen ikke indeholder over 2 siliciumatomer.

Opfindelsen omfatter endvidere et hydraulisk fluidum, der indeholder et eller flere silanderivater, som defineret i det foregående.

I tilfælde af silanderivater til anvendelse i hydrauliske bremse- og koblingssystemer foretrækkes det, at enhver af de tilstedeværende terminale alkylgrupper skal være relativt kortkædet, f.eks. indeholdende fra 1 til 4, i særdeleshed 1 eller 2 carbonatomer, for at minimere den gummikvældende virkning på de forseglinger og pakninger, der anvendes i sådanne systemer. Når anvendelsen sker i et centralt system, kan det imidlertid være mere ønskeligt at gøre brug af et kompromis mellem de ofte uforenelige krav for hvert af de forskellige forseglings- og pakningsmaterialer. I dette tilfælde kan nogle eller alle af de terminale alkylgrupper være langkædede alkylgrupper, f.eks. op til 6 eller endog 8 carbonatomer. I tilfælde af fluida, der er baseret på mineralolie, kan yderligere endog terminale alkylgrupper med længere kæde, f.eks. indeholdende op til 16 eller endog 18 carbonatomer, være nødvendige for at frembringe olieopløselighed. De terminale alkylgrupper kan være ligekædede eller forgrenede, men med henblik på olieopløselighed, især i mineralolie, foretrækker man forgrenede alkylgrupper.

Silanderivaterne ifølge opfindelsen kan let fremstilles ud fra passende halogenalkylsilaner, idet man gør brug af kendt teknologi.

Silanderivaterne ifølge opfindelsen kan anvendes i de hydrauliske fluida som et additiv, som basismateriale eller som en komponent af en blanding af basismaterialer. De anvendte forhold kan derfor variere over et meget bredt interval, f.eks. fra 0,5 til 99 vægt-%, baseret på den totale vægt af den hydrauliske væske. Når silanderivaterne anvendes som basismateriale, vil de udgøre størstedelen af den hydrauliske væske, f.eks. fra 75 eller 80 til 99 vægt-%, baseret på den totale vægt af det hydrauliske fluidum. Den resterende del af det hydrauliske fluidum kan bestå af konventionelle additiver til hydrauliske fluida og/eller små mængder af andre, som hydrauliske væsker tjenende basismaterialer.

Når anvendelsen sker som en bestanddel af en blanding af basismate-

rialer, vil den totale blanding af basismaterialer på lignende måde udgøre størstedelen af det hydrauliske fluidum. I dette tilfælde kan basismaterialerne overvejende være et eller flere silanderivater, der er blandet med en mindre mængde af en eller flere andre basismaterialer, således at man modificerer egenskaberne af silanderivaterne. Det hydrauliske fluidum kan således f.eks. indeholde 55 til 75 vægt-% af et eller flere silanderivater baseret på den totale vægt af det hydrauliske fluidum. Som et alternativ kan en eller flere andre basismaterialer modificeres ved blanding med en mindre mængde silanderivater, således at det hydrauliske fluidum f.eks. indeholder mellem 20 og 40 vægt-% silanderivat. Hertil kommer, at man kan frembringe et kompromis mellem egenskaberne af silanderivaterne og de andre fluida ved at blande i approximativt lige store mængder med henblik på at tilvejebringe fluida, der indeholder mellem 40 og 55 % silanderivater.

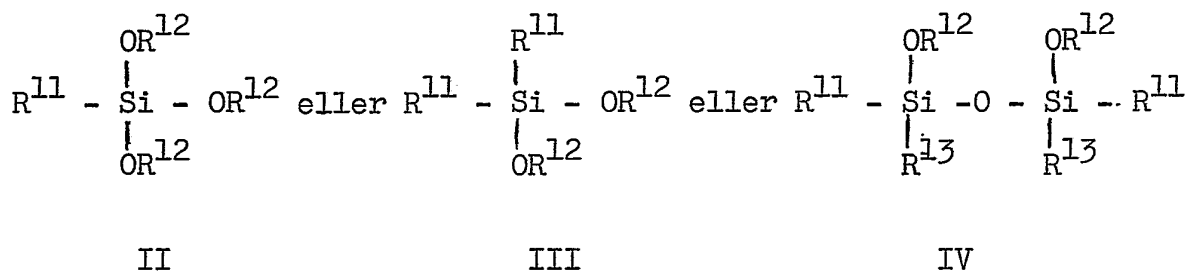
Når silanderivaterne anvendes til at undertrykke følsomheden af hydrauliske fluida, og især kogepunktet og damplåstemperaturerne af disse fluida, overfor vand, anvender man fortrinsvis silanderivaterne i mængder i intervallet mellem 20 og 55 %, i særdeleshed mellem 20 og 40 %. Som et mindre foretrukket alternativ kan man også opnå en forbedring under anvendelse af lavere mængder af silanderivaterne, f.eks. fra 0,5 til 15 eller 20 vægt-%, baseret på den totale vægt af de hydrauliske fluida. Størstedelen af sådanne fluida vil udgøres af en eller flere basismaterialer som beskrevet i det følgende.

Når silanderivaterne anvendes som bestanddel af en blanding af basismaterialer, kan de resulterende hydrauliske fluida indeholde konventionelle additiver til hydrauliske fluida på lignende måde som når basismaterialet i det væsentlige består af silanderivaterne. Når silanderivaterne anvendes som additiv, kan de på lignende måde om ønsket anvendes sammen med konventionelle additiver til hydrauliske fluida.

Konventionelle additiver anvendes normalt i små mængder, såsom 0.05 til 10 vægt-%, f.eks. 0,1 til 2 vægt-%.

De basismaterialer, med hvilke silanderivaterne kan blandes, eller med hvilke de kan anvendes som additiver, omfatter mineralolie, polyoxyalkylenglycoler og ethere deraf, alkyl- og polyoxyalkylen-glycoletherestere af mono-, di- eller polycarboxylsyrer eller bor-syre, formaler, acetalder, phosphatestere, siliconer, monocarboxyl-syreestere af di- eller polyalkoholer og lignende fluida, der er kendt på området.

Ved en særlig udførelsesform for opfindelsen tilvejebringes der et hydraulisk fluidum, der i det væsentlige består af en kombination af fra 5 til 30 vægt-% af mindst et silanderivat med formel I som defineret i det foregående og fra 5 til 30 vægt-% af mindst en forbindelse med den almene formel:



hvor R^{11} er alkyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, eller aryl, fortrinsvis phenyl; R^{12} er alkyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, aryl, fortrinsvis phenyl, alkaryl, fortrinsvis alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer, eller aralkyl, fortrinsvis benzyl, eller en gruppe med formlen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m -$; R^{13} er alkyl, fortrinsvis indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, aryl, fortrinsvis phenyl, alkaryl, fortrinsvis alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer, eller aralkyl, fortrinsvis benzyl, eller en gruppe med formlen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m - \text{O} -$; og hvor R^4 , R^5 og m er som før defineret, i et basismateriale af glycolether.

Ved en yderligere særlig udførelsesform for opfindelsen tilvejebringes der en hydraulisk væske, der i det væsentlige består af mellem 10 og 90 vægt-% af i det mindste et silanderivat med formel I, som før angivet, og fra 90 til 10 vægt-% af mindst en forbindelse med formel II, III eller IV, som før defineret.

Uanset den nøjagtige sammensætning er det i høj grad ønskeligt, at de hydrauliske væsker ifølge opfindelsen har en kinematisk viskositet ved -40°C på ikke over 5.000 cSt, især ikke over 2.000 cSt. Det er også ønskeligt, at de hydrauliske væsker har et kogepunkt på mindst 260°C .

Opfindelsen skal nu illustreres under henvisning til de følgende eksempler.

EKSEMPEL 1

Tris(methoxy)-3-chloropropyl-silan (794 g; 4 mol) og methyltriglycol (2296 g; 14 mol) blev opvarmet under et nitrogentæppe i en glasbeholder forsynet med en 30,5 cm pakket søjle, indtil 188,1 g MeOH var blevet fjernet fra blandingen. Søjlen blev fjernet og opvarmningen blev fortsat ved en bundtemperatur på 200°C , indtil der var fremkommet 317,4 g (beregnet 384).

Natrium (101,2 g; 4,4 gramatom) blev opløst i methyltriglycol (1000 g; 6,1 mol), og den resulterende opslemning blev tilsat til reaktionsblandingen, hvis temperatur blev holdt på 100°C i 3 timer. Produktet blev filtreret, strippet under 0,1 mm Hg ved en bundtemperatur på 180°C , og genfiltreret.

Der fremkom 2660 g (92 %) af en mørk væske, som indeholdt 4,20 % Si, (beregnet 3,88 % Si for tris(methyltriglycol)-3-methyltriglycolpropyl-silan). Produktet havde et kogepunkt på 320°C og en viskositet ved -40°C på 2306 cS. Der fremkom gode resultater med gummikvældeprøver på SBR G 9 (4,2 %) og naturgummi R32 (-1,0 %).

EKSEMPEL 2

Tris-(methyldiglycol)-3-methyldiglycolpropyl-silan fremstilledes på lignende måde på basis af tris(methoxy)-3-chloropropyl-silan (198,5 g; 1 mol), methyldiglycol (396 g; 3,3 mol) og natrium (25 g; 1,1 gramatom) i methyldiglycol (400 g; 3,4 mol).

77 g (beregnet 96 g) MeOH blev opsamlet i første trin. Der fremkom 409 g (75 %) produkt, som indeholdt 6,092 % Si (beregnet 5,12) og

0,2 % chlor. Produktet udviste en viskositet ved -40°C på 1051 cS og et kogepunkt på 310°C og gav gode resultater i gummikvældeprøver: SBR G9 8,9 % og naturgummi R32 2,0%.

EKSEMPEL 3

Tris-(tridecanoxy)-3-tridecanoxypropyl-silan blev fremstillet på lignende måde ud fra 3-chloropropyl-trimethoxy-silan (397 g; 2 mol) og tridecanol (1400 g; 7 mol) og p-toluen-sulfonsyre (0,2 g) og natrium (50,6 g; 2,2 gramatom) i tridecanol (800 ml; 4 mol). Der fremkom 168 g (beregnet 192) methanol. Der fremkom 711 g (82 %) produkt, som indeholdt 3,46 % Si (beregnet 3,23).

En blanding af dette produkt (50 %) i en DTD 585 mineralolie (50 %) havde en -40°C viskositet på 2312 cS. Damplåstemperaturen efter opvarmning med 0,5 % H_2O ved 100°C i 72 timer var 225°C .

EKSEMPEL 4 til 26

Hydrauliske fluida ifølge opfindelsen blev underkastet en eller flere af følgende prøver:

(a) Kinematiske viskositeter ved $\pm 40^{\circ}\text{C}$ i centistoke (cS) blev målt på den måde, der er angivet i SAE specifikation nr. 1703.

(b) Gummikvældeegenskaber blev evalueret for styren/butadien-gummi (SBR), nitrilgummi og ethylen/propylengummi. I tilfælde af SBR blev prøven gennemført under anvendelse af standardiserede SAE SBR kopper på den måde, der er angivet i specifikation FMVSS 116 DOT 3/4. Gummikvældeegenskaber hvad angår nitrilgummi blev bestemt ved at måle volumenforøgelsen af et prøvestykke af nitrilgummi med dimensionerne 2,54 cm kvadrat og 2 mm tykkelse i 50 ml forsøgsvæske ved 120°C i 70 timer. Forsøget med ethylen/propylengummi blev gennemført på samme måde som for nitrilgummi, men under anvendelse af ringforseglinger af ethylen/propylen-gummi (som anvendt i flyvemaskineindustrien).

(c) Damplåstemperaturer blev bestemt efter forudgående udsættelse af de angivne fluida for en fugtighedsprøve, i det væsentlige som

beskrevet i specifikationen FMVSS 116, men uden noget reference-fluidum. I tilfælde af fluida omfattende et basismateriale af glyco-lether blev damplåstemperaturerne bestemt ved Markey damplås-prøven gennemført i det apparat og på den måde, der er beskrevet i specifikationen SAE J 1705 for bremsefluida på siliconebasis. Damplåstemperaturer for fluida, der ikke er baseret på glyco-lether, blev bestemt ved Gilpin damplåsprøven som angivet i SAE dokumentet 710 253 med benævnelsen "Operating performance of motor vehicle braking systems as affected by fluid water content", hvorved Gilpin damplåstemperaturen antages at være den temperatur, der svarer til tilsynekomsten af 3 ml bobler.

(d) Hydrolytiske stabiliteter blev bestemt ved at opvarme forsøgs-fluidummet + 10 % vand i en forsegleet ampul i 24 timer ved 100° C og ved derefter under afkøling at notere eventuel gelering eller separation (silaner med formel II-IV alene eller i blanding med basismaterialer med glyco-lether gelerer normalt under disse betingelser).

Detaljer i forbindelse med de undersøgte fluida og i forbindelse med de opnåede resultater er angivet i tabel 1-3.

Forkortelserne og de kommercielle produkter, der er refereret til i tabellerne 1-3, er som følger:

Butyl-monoglycol	Ethylenglycol-monobutylether
D P M	Dipropylenglycol-monomethylether
M T G	Triethylenglycol-monomethyl-ether
M D G	Diethylenglycol-monomethyl-ether
Mineralolie A	Naphthenisk mineralolie med en viskositet på 130 cS ved -40°C, 3,5 cS ved 38°C, og 1,31 cS ved 99°C, hældepunkt >-57°C, kogepunkt 248°C, flammepunkt 208°C, anilinpunkt 76°C.

Mineralolie D

Ditridecyl-dodecandioat

Køleolie B

Kommercielt tilgængelig køleolie fremstillet af British Petroleum under varemærket ZERICE S 53 og formentligt en blanding af alkylerede benzener.

Køleolie C

En blanding af naphtheniske mineralolier: relativ massefylde 0,920, viskositet ved 38°C 63,0 cS, viskositet ved 99°C 6,1 cS, åbent flammepunkt 183°C, hældepunkt -36°C

Silicone-fluidum

Kommercielt tilgængeligt silicone-bremsevæske leveret af Dow Corning under varemærket 02-1062.

E 555

Kommercielt tilgængelig ethylen/propylen-glycolether leveret af Dow Chemical Company med en molekylvægt på ca. 243 og hvor de terminale etheralkylgrupper antages fortrinsvis at være methyl, men hvor en vis andel er ethyl.

A 79 Nitril-gummi

Kommercielt tilgængeligt nitril-gummi - som det, der anvendes i Girling-bremsesystemer.

TABEL 1

Eksempel nummer	Undersøgt Silan-derivativ	% Silan- derivativ i MTG	Gummikvældning SAE SBR kop 120°C 70 timer (% forøgelse)	Viskositet -40° (cS)	Markey Dampplås- temperatur (°C)
4	Tris-(butylmonoglycol)-3-butyl- monoglycol-propyl-silan	15 *	20,3	371,2	140,5 (lidt tåget)
5	Tris (DPM) (3-DPM propyl) silan	40	13,2	502,7	141
6	Bis (MTG) (3-MTG propyl) methyl- silan	30	6,8	621	152,5
7	MTG-dimethyl-(MTG methyl) silan	20	10,9	252,7	147
8	Tris (MTG) (3-MTG propyl) silan	80	4,2	1360	187
9	Tris (MTG) (3-MTG propyl) silan	50	5,8	718	158
10	Tris (MTG) (3-MTG propyl) silan	5	12,4		150
11	Tris (MDG) (3-MDG propyl) silan	100	13,6	790	208,5
12	Tris (MDG) (3-MDG propyl) silan	60	8,2	462	179

* I ETG
(en forbindelse, som
ikke er opløselig i MTG)

DK 154024 B

TABEL 2

Eksempel nummer	Silan-derivat undersøgt	Basisolie	Silan-derivativ % i basisolie	Gummikvældning A79 nitrilgummi 120° C 70 timer (% forøgelse)	Viskositet -40° (cS)	Gilpin damp-lås temperatur (°)
13	Tris-(butylmonoglycol)-3-butyl-monoglycolpropylsilan	Mineralolie A	20	16,0	130	190
14	Tris-(butyl-monoglycol)-3-butyl-monoglycolpropylsilan	Køleolie B	1	-2,0		280
15	Tris-(DPM)-(3-DPM propyl)-silan	tributylphosphat	20	15,25 *	519,5	126
16	Tris-(tridecanoxy)-3-tridecanoxypropyl-silan	Mineralolie A	20	11,14	343	226
17	Tris-(tridecanoxy)-(3-tridecanoxypropyl)-silan	Mineralolie A	60	12,4	3930	213
18	Tris-(DPM)-(3DPM-2-methylpropyl)-silan	Køleolie C	1	8,8		280
19	Tris-(DPM)-(3-DPM-2-methylpropyl)-silan	Mineralolie D	15	3,7		
20	Tris-(DPM)-(3-DPM-2-methylpropyl)-silan	Mineralolie A	15	12,1		215
21	Tris-(2-ethylhexanoxy)-3-(2-ethylhexanoxy)-propylsilan	Siliconefluidum	20		324	232

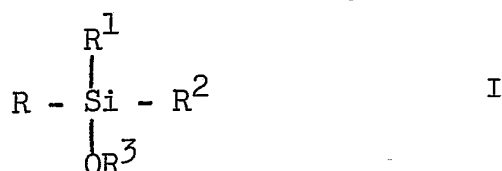
* Forsøg udført under anvendelse af gummiringsforseglinger af ethylen/propylen-gummi (som anvendt i flyve-maskineindustrien).

TABEL 3

Eksempel nummer	Forsøgsfluidum	Hydrolytisk stabilitet
22	Bis(E555)-dimethyl-silan - 10 % Tris(MDG)(3-MDG propyl)-silan - 90%	klar, mobil, intet sediment
23	Tris-(DPM)-methyl-silan - 40 % Tris-(DPM)(3-DPM propyl)-silan - 60 %	Mobil - ikke lysende klar, en vis udfældning, formentlig hidrørende fra urenheder i produkterne, ellers tilfredsstillende
24	Tris-(DPM)-methyl-silan - 10 % Tris-(2-ethylhexanoxy)-3-(2-ethylhexanoxy)-propylsilan - 90 %	ingen separation, let uklar, ingen gelering
25	Bis-(E555)-dimethyl-silan - 25 % Tris-(MDG)(3-MDG propyl)-silan - 15 % Triethylenglycolmonoethylether - 60 %	Tilfredsstillende
26	Bis-(E555)-dimethyl-silan - 20 % Tris-(MDG)(3-MDG-propyl)-silan - 20 % Triethylenglycolmonoethylether - 60 %	Tilfredsstillende

P a t e n t k r a v :

1. Silanderivat til anvendelse som hydraulisk væske eller komponent deri, hvilket silanderivat har den almene formel:

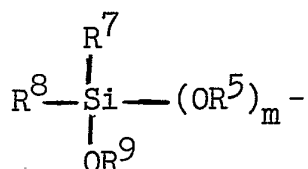


k e n d e t e g n e t ved, at

(a) R er en gruppe med formlen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m - \text{OR}^6 -$;

(b) hvert af radikalerne R^1 og R^2 uafhængigt af hinanden er alkyl, alkenyl, aryl, alkaryl eller aralkyl, en gruppe med formelen $-\text{OR}^3$ eller en gruppe med formlen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m - \text{OR}^6 -$;

(c) R^3 er en gruppe med formlen $\text{R}^4 - (\text{OR}^5)_m -$ eller en gruppe med formlen



og at hver gruppe R^3 kan være det samme som eller afvige fra enhver anden gruppe R^3 ;

(d) R^4 er alkyl, alkenyl, aryl, alkaryl eller aralkyl, og enhver gruppe R^4 kan være det samme som eller afvige fra enhver anden gruppe R^4 ;

(e) R^5 er en alkylengruppe, og enhver gruppe R^5 kan være det samme som eller afvige fra enhver anden gruppe R^5 ;

(f) R^6 er en alkylengruppe, og enhver gruppe R^6 kan være det samme som eller afvige fra enhver anden gruppe R^6 ;

(g) m er lig 0 eller et helt tal, og hvert m kan være det samme som eller afvige fra ethvert andet m ;

(h) hver af grupperne R^7 og R^8 uafhængigt af hinanden er alkyl, alkenyl, aryl, alkaryl eller aralkyl, en gruppe med formlen $-OR^9$ eller en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-OR^6-$; og

(i) R^9 er en gruppe med formlen $R^4-(OR^5)_m-$ og hver gruppe R^9 kan være det samme som eller afvige fra enhver anden gruppe R^9 , med det forbehold, at R ikke må være en gruppe med formlen $C_4H_9-O-C_2H_4-O-C_3H_6-$, hvis R^1 er en methylgruppe, og R^2 er en ethoxygruppe og R^3 er en ethylgruppe, og at R ikke må være en gruppe med formlen $C_4H_9-O-C_2H_4-O-C_3H_6-$ eller $C_2H_5-O-C_2H_4-$, hvis R^1 og R^2 begge repræsenterer en ethoxygruppe og R^3 er en ethylgruppe.

2. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at

(b) hver af grupperne R^1 og R^2 uafhængigt af hinanden er alkyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, alkenyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, phenyl, alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer, eller benzyl,

(d) R^4 er alkyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, alkenyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, phenyl, alkyl-substitueret phenyl, hvori alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer, eller benzyl,

(e) R^5 er en alkylen-gruppe indeholdende fra 1 til 15 carbonatomer,

(f) R^6 er en alkylen-gruppe indeholdende fra 1 til 15 carbonatomer,

(g) m er lig et helt tal fra 0 til 4, og

(h) hver af grupperne R^7 og R^8 uafhængigt af hinanden er alkyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, alkenyl indeholdende fra 1 til 18 carbonatomer, phenyl, alkyl-substitueret phenyl, hvori

alkyl-substituenten indeholder fra 1 til 12 carbonatomer, eller benzyl.

3. Forbindelse ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at hver af grupperne R^1 og R^2 er methyl.

4. Forbindelse ifølge ethvert af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at R^5 er alkylen, der indeholder fra 1 til 4 carbonatomer.

5. Forbindelse ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at R^5 er ethylen eller propylen.

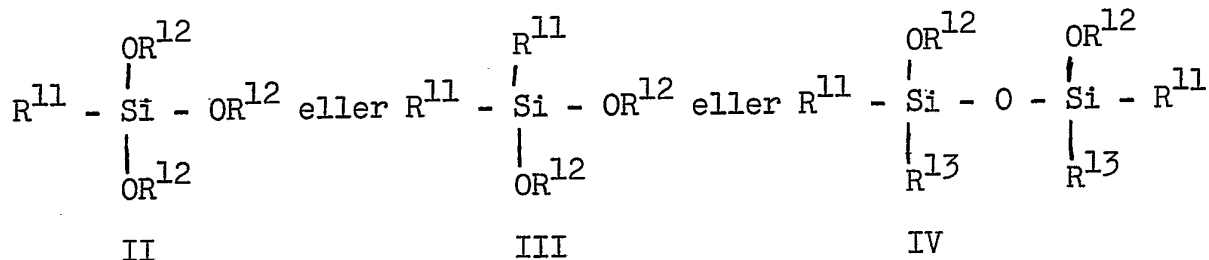
6. Forbindelse ifølge ethvert af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at R^6 er alkylen, der indeholder fra 1 til 6 carbonatomer.

7. Forbindelse ifølge ethvert af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at hver af grupperne R^7 og R^8 er methyl.

8. Forbindelse ifølge ethvert af de foregående krav, k e n d e t e g n e t ved, at den maximalt indeholder 2 siliciumatomer.

9. Forbindelse ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den er tris(triethylenglycolmonomethylether)-3-triethylen-glycolmonomethyletherpropyl-silan.

10. Hydraulisk væske indeholdende et silanderivat ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den i det væsentlige består af en kombination af fra 5 til 30 vægt-% af i det mindste en forbindelse med formel I og mellem 5 og 30 vægt-% af mindst en forbindelse med den almene formel



hvor R^{11} er en aryl-gruppe, R^{12} er en alkyl-, aryl-, alkaryl- eller aralkyl-gruppe eller en gruppe med formelen $R^4-(OR^5)_m-$, R^{13} er en alkyl-, aryl-, alkaryl- eller aralkyl-gruppe eller en gruppe med formelen $R^4-(OR^5)_m-O-$, og hvor R^4 , R^5 og m er som defineret i ethvert af kravene 1, 2, 4 og 5, i et basismateriale af glycolether.

11. Hydraulisk væske indeholdende et silanderivat ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den i det væsentlige består af mellem 10 og 90 vægt-% af i det mindste en forbindelse med formel I og mellem 90 og 10 vægt-% af i det mindste en forbindelse med formel II, III eller IV, som defineret i krav 10.