

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 94390

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.11.73 (P. 167780)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1978

MKP C07f 7/02

Int. Cl.² C07F 7/02

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zdzisław Siek, Ryszard Witlib,

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej
Zakład Doświadczalny Silikonów,
Nowa Sarzyna (Polska)

Sposób otrzymywania organosilikonianów sodu i potasu w procesie ciągłym

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania w procesie ciągłym organosilikonianów sodu i potasu stosowanych do impregnacji wodoodpornej materiałów budowlanych takich jak: cement, cegła, gips, drewno itp.

Znany sposób otrzymywania organosilikonianów sodu i potasu polega na przeprowadzeniu 2 operacji technologicznych, a mianowicie: 1 etap to hydroliza ciekłych organochlorosilanów w wodzie lub kwaśnym roztworze wodnym, w trakcie której powstają przejściowo silanole kondensujące dalej na żywice będące usieciowanymi polisiloksanami. Są to substancje stałe w postaci zbrylonych ziaren żelu nierozpuszczalnego w wodzie. Żywice te zanieczyszczone są niehydrolizowanymi atomami chloru związanego z krzemem oraz chlorowodorem, który usuwa się przez wymywanie wodą. Drugi etap to rozpuszczanie oczyszczonego produktu hydrolizy w gorących ługach — NaOH lub KOH. Sposób ten jest nieekonomiczny, ponieważ jest pracochłonny i wymaga odpornej na korozję, kosztownej aparatury jak: korozjoodporne reaktory i autoklawy, wirówki itp. W opisanym procesie powstaje również znaczna ilość kwaśnych ścieków, są straty surowców oraz duże zużycie energii.

Sposób według wynalazku jest daleko ekonomiczniejszy i prostszy, gdyż prowadzi się go w sposób ciągły jednoetapowo tylko w jednej operacji technologicznej, wykorzystując przy tym ciepło reakcji do przeprowadzania organochlorosilanów w stan gazowy, uzyskując przy tym nieoczekiwanie produkt bardzo czysty o znacznie wyższej niż dotychczas jednorodności.

Proces według wynalazku jest w odróżnieniu od znanego jednoetapowy i ciągły i polega na bezpośredniej hydrolizie organochlorosilanów w stanie gazowym w środowisku silnie alkalicznym przy użyciu stężonych roztworów NaOH lub KOH przy równoczesnym wykorzystaniu ciepła reakcji do przeprowadzenia organochlorosilanów w stan gazowy. Hydroliza ta przebiega początkowo podobnie jak w środowisku kwaśnym lub obojętnym poprzez stadium silanoli, z tą jednak potem różnicą, że w sposobie według wynalazku nie kondensują one tak jak w środowisku kwaśnym w polimer — żel nierozpuszczalny w wodzie ale wodór z grup wodorotlenowych silanoli łatwo i bezpośrednio wymieniony zostaje na metal alkaliczny, co prowadzi do powstania niskocząsteczkowych silikonianów alkalicznych rozpuszczalnych w wodzie.

Taki przebieg procesu możliwy jest tylko dzięki zastosowaniu organochlorosilanów w stanie gazowym oraz gorących stężonych roztworów NaOH lub KOH. Poza tym stwierdzono zupełnie nieoczekiwanie, że w trakcie wymienionej hydrolizy w wyniku zachodzącej reakcji oraz doboru wymienionych parametrów procesu następuje zupełnie samorzutne wytrącanie się substancji ubocznej w postaci stałych kryształów NaCl. W dotychczas stosowanym sposobie tworzył się roztwór NaCl z niewymytego chlorowodoru z żywicy, który silnie zanieczyszczał otrzymany ciekły produkt pogarszając jego jakość.

W sposobie według wynalazku wytrącające się samorzutnie kryształki NaCl można łatwo oddzielić od ciekiego produktu, dzięki czemu produkt jest znacznie czystszy i bardziej jednorodny. Uzyskany metodą według wynalazku wysoki stopień czystości produktu pozwala poza tym rozszerzyć zakres jego zastosowania poza hydrofobizację materiałów budowlanych także do impregnacji wodoodpornej tekstyliów.

Okazało się, że najlepszym, najpełniej wykorzystującym możliwości wynalazku, technologicznym rozwiązaniem prowadzenia ciągłego procesu jest zasysanie pompą organochlorosilanów w stanie gazowym do cyrkulującego w zamkniętym obiegu gorącego roztworu wodorotlenku sodu lub potasu. Pompa, w której przebiega główna reakcja hydrolizy gazowego organochlorosilanu powoduje ponadto cyrkulację reagentów i intensywne ich mieszanie.

Przykład I. Do kolby czteroszyjnej V2000 ml wyposażonej w mieszadło odśrodkowe i termometr dozuje się 1200 ml wody, a następnie przy włączonym mieszadle, 1000 g NaOH. Po rozpuszczeniu ługu dozuje się do odparownika umieszczonego wewnątrz kolby i zanurzonego w gorącym ługu 700 ml winylotrójchlorosilanu z szybkością pozwalającą na ciągłe jego wrzenie. Gazowy winylotrójchlorosilan poprzez jeden z kroćców zasysany jest mieszadłem do masy reakcyjnej w kolbie. Po wdozowaniu całej ilości winylotrójchlorosilanu, masę poreakcyjną chłodzi się i na sączku oddziela wytrącony chlorek sodu otrzymując 1500 ml ok. 30% roztworu wodnego winylosilikonianu sodu z wydajnością ok. 99%.

Przykład II. Przykład ten obrazuje sposób przesyłania substratów i produktów.

Metylotrójchlorosilan z dozownika 4 poprzez podgrzewacz 3 spływa grawitacyjnie do odparownika 6, gdzie kosztem ciepła rozpuszczania KOH, a następnie reakcji hydrolizy i zubożenia, przechodzi w stan gazowy. W tym stanie zasysany jest przez pompę 5 do cyrkulującego w kolumnach 2 i 7 gorącego roztworu ługu przygotowanego w dozowniku 1. Po zakończeniu reakcji produkty przesyła się pompą 5 do odstoju 8, z którego odbiera się gotowy produkt. Cały proces przebiega w aparaturze szklanej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania organosilikonianów sodu i potasu w procesie ciągłym na drodze alkalicznej hydrolizy, z n a m i e n n y t y m, że w jednoetapowym procesie ciągłym wprowadza się organochlorosilany w stanie gazowym bezpośrednio do gorących stężonych roztworów wodnych NaOH lub KOH, a gotowy produkt oddziela się od wytrącających się samorzutnie w trakcie reakcji kryształków NaCl, przy czym ciepło reakcji wykorzystuje się do przeprowadzenia ciekłych organochlorosilanów w stan gazowy.

