



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43069

Kl. 39 ^{65 31/09} ~~39~~

Institut für Silikon- und Fluorkarbon – Chemie

Radebeul, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania olejów dwumetylosilikonowych posiadających zablokowane końcowe grupy trójmetrylosililowe

Patent trwa od dnia 8 marca 1956 r.

Znane jest otrzymywanie olejów dwumetylosilikonowych bardzo odpornych na działanie środków chemicznych i temperatur przez katalityczne równoważenie mieszaniny, składającej się np. z ośmiometylocyklotetrasiloksanu lub z innego produktu wyjściowego do otrzymywania dwumetylosiloksanów, jak np. składający się z cyklicznych i liniowych polimerów produkt hydrolizy i kondensacji dwuchlorodwumetylosilanu z sześciometylodwusiloksanem w obecności małej ilości stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę tę po obrobieniu produktów reakcji na końcach łańcuchów stabilizuje się odszczepionymi grupami trójmetrylosililowymi. Przeciętą lepkość powstałych olejów zależy od stosunku molowego dwu- i jednofunkcyjnych części składowych. (Patnode i Wilcock, J. Amer. Chem. Soc. 68, 361 (1946), D. F. Wilcock, J. Amer. Chem. Soc. 69, 477 (1947).

Stwierdzono, że hydrolizę dwuchlorodwumetylosilanu, dostarczającą dwufunkcyjnych składników, którą w powyżej opisanym sposobie trzeba było przeprowadzać w pierw w osob-

nym postępowaniu, można obecnie prowadzić równocześnie według jednostopniowego sposobu wspólnie z katalitycznym równoważeniem jeżeli dwuchlorodwumetylosilan dodaje się do rozpuszczonego w 80%-wym (wagowo) kwasie siarkowym sześciometylodwusiloksanu, stanowiącego bis-(trójmetrylosililo)-siarczan, przy czym 20% wody z kwasu siarkowego przejmując hydroliza dwuchlorodwumetylosilanu i bis-(trójmetrylosililo)-siarczanu, zaś kwas siarkowy przyjmuje rolę czynnika równoważącego.

Przykład. Do roztworu składającego się z 1 mola [212 ml (20°)] sześciometylodwusiloksanu w 848 ml kwasu siarkowego (80% H_2SO_4), znajdującego się w kolbie zaopatrzonej w mieszadełko, chłodnicę zwrotną, wkraplacz i chłodzoną zimną wodę, dodaje się w ciągu około 1 godziny 10 moli [1230 ml (20°)] dwuchlorodwumetylosilanu i mieszaninę reakcyjną miesza jeszcze w ciągu 5 godzin. Mieszaninę odstawia się, przy czym następuje wyraźne oddzielenie dwóch warstw cieczy. Następnie

przy ponownym mieszaniu dodaje się powoli 1,5 litra wody, przy czym stężony kwas siarkowy, który na skutek hydrolizy dwuchlorodwumetylosilanu zawiera również kwas solny, rozcieńcza się tak dalece, że przestaje działać jako katalizator równoważący. Na skutek tego powiększa się trochę pływająca z wierzchu ciekła warstwa krzemoorganiczna. Wolny od kwasu, przemyty i wysuszony siloksan w postaci cieczy stanowi olej dwumetylosilikonowy o stabilizowanym łańcuchu i o kinematycznej lepkości v_{20} — 27 ost, który odpowiada pod każdym względem olejowi otrzymanemu według starego dwustopniowego sposobu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania olejów dwumetylosilikonowych posiadających zablokowane końcowe grupy trójmetrylosililowe, znamienny tym, że hydrolizę dwufunkcyjnych składników oraz równoważenie ze składnikiem stabilizującym łańcuchy przeprowadza się w obecności nadmiaru kwasu siarkowego jednocześnie w jednym wspólnym zabiegu.

Institut für Silikon — und
Fluorkarbon — Chemie

Zastępca: dr Andrzej Au,
rzecznik patentowy

