



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240 826

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 21 03 84
(21) PV 2031-84

(51) Int. Cl.^M

C 08 G 77/04

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 01 01 88

(75)
Autor vynálezu

SASÍN MIROSLAV ing.;
ČERMÁK JIŘÍ ing., PARDUBICE;
ŠLOSAR PETR ing., CHRUDIM

(54)

Způsob přípravy organokřemičitých
polymerů pro odpěňování kapalin

Způsob přípravy organokřemičitých
polymerů pro odpěňování kapalin kopoly-
lýzou dimetyldichlorsilanu a metyltrich-
lorsilanu, následnou polymerací za pří-
davku vodného roztoku kvarterní amoniové
báze a odstraněním těžkých podílů při
teplotě 200 až 290 °C tak, že se kopoly-
lýze podrobí dimetyldichlorsilan a metyl-
trichlorsilan s poměrem $\frac{\text{CH}_3}{\text{Si}} = 1,80$ až

1,98.

Získané polymery mají v důsledku dobré
termické stability a nízkého povrchového
napětí dobré odpěňovací vlastnosti.

Vynález se týká způsobu přípravy organokřemičitých polymerů pro odpěňování syntetických olejů a hydraulických kapalin.

Pro odpěňování uvedených kapalin se používají nejčastěji kapalně organokřemičité vysokomolekulární polymery nebo fluorované polymery. Jsou to polymery připravené polymerací dialkyl-polycyklosiloxanů, kde alkylskupiny jsou metyly, nebo část metylskupin je nahrazena vinylskupinou nebo trifluorpropylenem.

Tyto polymery mají dobrou termickou stabilitu a nízké povrchové napětí. Uvedené vlastnosti jim dávají předpoklad pro odpěňovací schopnost.

Pěnění kapalin nebylo dosud teoreticky zvládnuto. Smícháním kapalin dochází v pěnovosti k synergickým nebo antagonickým efektům, které nelze předpovědět. Obecně lze uvést, že kapaliny s velkým povrchovým napětím lze snadněji odpěnit, popřípadě snížit jejich pěnovost, silikonovými nebo fluor-karbonovými polymery.

Povrchové napětí metylpolysiloxanů je $20 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$
metyltrifluorpropylpolysiloxanů $18,8 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$
bis-2-etylsebakátu $32,8 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$
minerálního oleje $42,00 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$

Při měření pěnovosti jednotlivých kapalin a jejich směsí byly zjištěny následující hodnoty, které jsou uvedeny v tabulce I, (pěnovost měřena podle ČSN 656 238).

Tabulka I

240 826

	Kapalina	při 25 °C		při 95 °C	
		pěna ml	min. s kolaps	pěna ml	min. s kolaps
a/	metylfenylpolysiloxanový olej	167	4'30''	35	1'20''
b/	bis-2-etylhexylsebakát	8	0'13''	15	0'30''
c/	fenyltris-2-etylhexoxysilan	0	-	-	-
d/	a + b v poměru 1:1	185	9'30''	60	2'15''
e/	a + b + c v poměru 5:4:1	220	10'30''	53	2'13''

Pro odpěnění kapaliny ad e/ byl použit komerční polymer dimethylpolysiloxan ω - diol o viskozitě při 50 °C 65 Pa.s v množství 0,02 % hm.vztahženo na kapalinu, který byl dispergován v kapalině na koloidním mlýnu. Takto upravená kapalina při 25 °C vůbec nepěnila, avšak při 95 °C byla její pěnivost 3x větší, oproti neupravené kapalině. Neúčinnost uvedeného polymeru lze pravděpodobně vysvětlit jeho zvýšenou rozpustností při zvýšených teplotách.

Další požadavek na odpěňující polymer je, že nemá být rozpustný v celém pracovním teplotním rozsahu.

Z těchto důvodů byla řešena příprava tzv. rozvětvených polymerů s větší mol. hmotností a menší rozpustností, způsobem podle vynálezu.

Způsob přípravy organokřemičitých polymerů pro odpěňování kapalin kohydrolyzou dimetyldichlorsilanu a metyltrichlor-

silanu, následnou polymerací za přídavku vodného roztoku kvarterní amoniové báze a odstraněním těkavých podílů při teplotě 200 až 290 °C spočívá podle vynálezu v tom, že se kohydrolyze podrobí dimetyldichlorsilan a metyltrichlorsilan s poměrem $\frac{\text{CH}_3}{\text{Si}} = 1,80$ až 1,98.

Byl získán lepivý, tuhý, elastický polymer, který po rozetření byl v sušárně zbavován těkavých podílů a částečně zesíťován oxidací.

Kapalina ad e/ byla upravována těmito polymery na kolo-
idním mlýnu a po úpravě testována na pěnovost, jak je uvedeno v tabulce II.

Tabulka II

Doba zahřívání polymeru v sušárně	při 25 °C	pěnovost při 95 °C	
		ml	kolaps
1 h při 250 °C	nepění	95	3'30''
3 h při 275 °C	nepění	45	1'10''
3 h při 290 °C	slabě pění	25	0'30''

Z uvedených výsledků vyplývá, že sesíťovaný polymer sni-
žuje pěnovost při 95 °C, což lze vysvětlit nižší rozpustností.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení způsobu podle
vynálezu.

Příklad 1

240 826

Směs složená ze 180g dimetyldichlorsilanu (1,39 mol), 30g metyltrichlorsilanu (0,2 mol) s poměrem $\frac{\text{CH}_3}{\text{Si}} = 1,87$ byla připuštna do 1 l vody za míchání a chlazení⁵¹ během 15 min. při teplotě 39 °C max. Po oddělení kyseliny solné byl kohydrolyzát neutralizován roztokem sody. Ke kohydrolyzátu byly přidány 2 ml 20% vodného roztoku tetrametylamoniumhydroxidu, směs byla za míchání zahřáta na 80 °C. Při zvýšení teploty na 90 °C nastala rychlá polymerace. Byl získán drobivý, ne⁵¹ pivý, elastický polymer. Polymer byl rozetřen na třecí misce a v sušárně zbaven těkavých podílů při 250 °C během 1 h. Bylo získáno 64 g sypkého, homogenního elastického polymeru.

S tímto polymerem byla upravena kapalina ad e/. Výsledek pěnivosti je uveden v tabulce III.

Tabulka III

	pěnivost	
	ml	kolaps pěny
při 25 °C	8	0'17''
95 °C	23	0'25''

Delší doba ani vyšší teplota v sušárně při odstraňování těkavých podílů z polymerů již nepřinesla zlepšení.

Příklad 2

Obdobně jako v příkladu 1 byl připraven polymer s vyšším obsahem metyltrichlorsilanu s poměrem $\frac{\text{CH}_3}{\text{Si}} = 1,80$. S tímto⁵¹ polymerem bylo dosaženo prakticky stejných⁵¹ výsledků.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy organokřemičitých polymerů pro od-
pěňování kapalin kohydrolyzou dimetyldichlorsilanu a metyl-
trichlorsilanu, následnou polymerací za přídavku vodného
roztoku kvarterní amoniové báze a odstraněním těkavých podí-
lů při teplotě 200 až 290 °C, vyznačený tím, že se kohydroly-
ze podrobí dimetyldichlorsilan a metyltrichlorsilan s pomě-
rem $\frac{\text{CH}_3}{\text{Si}} = 1,80$ až 1,98.

Si