

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
С С С Р  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И САНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

(11) 876645

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 15.08.79 (21) 2836317/23-04

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 30.10.81. Бюллетень № 40

Дата опубликования описания 30.10.81

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

С 07 F 7/20

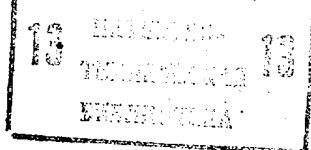
(53) УДК

547.245.07  
(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

А. М. Межерицкий, В. И. Баутин, П. Г. Беляев, Е. С. Ефанов,  
Б. А. Шаров, А. П. Харченко, Г. С. Исмагилова и Л. Ф. Черешнева

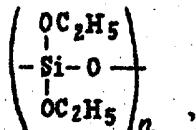
(71) Заявитель



## (54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ОЛИГОЭТОКСИСИЛОКСАНОВ

2

Изобретение относится к химии кремниоганических соединений, а именно к способу очистки олигоэтоксисилоксанов общей формулы



где  $n = 2 - 7$ , которые используют в качестве связующего агента в процессах точного литья.

Известен способ очистки тетраэтоксисилана путем обработки его активированным углем [1].

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ очистки олигоэтоксисилоксанов от мелкодисперсных механических примесей путем обработки олигоэтоксисилоксанов водным раствором сульфида аммония с последующим отделением полученного осадка [2].

К недостаткам известного способа относится то, что водные растворы вы-

зывают гидролитическое разложение олигоэтоксисилоксанов, а примеси сульфидов в нем загрязняют в процессе литья металлические изделия серой, которая является нежелательной примесью в металлах, и олигоэтоксисилоксаны получают с недостаточной степенью чистоты.

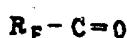
10

Показателями степени чистоты олигоэтоксисилоксанов является цветность, определяемая по йодометрической шкале и оптическая плотность, которые по этому способу имеют высокие величины, т.е. 8 и 2,5 соответственно.

Цель изобретения - повышение степени чистоты целевого продукта.

15

Поставленная цель достигается тем, что в способе очистки олигоэтоксисилоксанов формулы I от мелкодисперсных механических примесей в качестве химического реагента используют фторорганическое поверхностно-активное вещество (ПАВ) общей формулы II

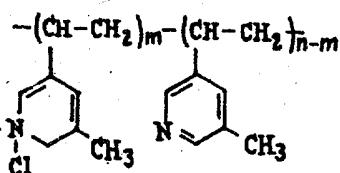


NH

CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-

N

Cl



где  $R_F = X(CF_2CF_2)_k$ ; X - водород или фтор,

K = 2 или 3, m = 6 - 9 и n = 6 - 11,

в количестве 0,001-0,01% от веса олигоэтиксисилоксана в среде абсолютного этилового спирта с последующим отделением полученного осадка.

Механизм действия ПАВ формулы I состоит в агрегировании мелкодисперсных механических примесей в крупные конгломераты, оседание и отделение которых проходит быстрее и проще, чем в известных способах.

Использование ПАВ формулы II в качестве обрабатывающего химического реагента позволяет уменьшить цветность в 4 раза и плотность в 2 раза, тем самым повысить степень чистоты целевого продукта от мелкодисперсных механических примесей.

П р и м е р 1. Готовят раствор путем растворения 1 г поли-5-винил-3 метил-N-(перфторвалероил-амид-N-этокситетил)-пиридиний хлорида (к=2) в 20 мл абсолютированного этанола. В мерный цилиндр помещают 100 мл неочищенного этилсиликата-40, (n = 7), имеющего цвет 7 по йодометрической шкале цветности, добавляют к нему 0,03 мл приготовленного раствора поверхностью-активного вещества, что составляет 0,001% поверхностью-активного вещества (ПАВ) по отношению к этилсиликату-40 (ЭТС-40), перемешивают в течение 5-10 мин содержимое цилиндра стеклянной палочкой, затем переносят полученный раствор в пробирки для центрифугирования. Раствор центрифугируют на лабораторной центрифуге с фактором разделения 2000 в течение 1 мин, затем путем декандации отделяют жидкость от осадка. В результате очистки получают прозрачный этилсиликат-40, имеющий цвет 2 по шкале цветности (цвет продукта зависит от количества механических примесей).

П р и м е р 2. Проводят очистку исходного ЭТС-40 с цветом по шкале цветности, равным 7, аналогично примеру 2, но для очистки используют раствор А в количестве 0,2 мл, соответствующем содержанию ПАВ в ЭТС-40

0,01% вес.%. Полученный после очистки ЭТС-40 имеет цвет 2 по шкале цветности.

П р и м е р 3. Проводят очистку исходного этилсиликата-40 с цветом по шкале цветности, равным 7, как указано в примере 1. Для очистки используют раствор А в количестве 0,1 мл, соответствующем содержанию ПАВ в ЭТС-40 0,005 вес.%. Полученный после очистки ЭТС-40 имеет цвет менее 2 по шкале цветности.

П р и м е р 4. Готовят раствор Б путем растворения 1 г поли-5-винил-3 метил-N-(перфторгептаноиламида N-этоксиметил)-пиридиний-хлорида (к=3) в 20 мл этанола. Очистку исходного ЭТС-40, обладающего цветом по шкале цветности, равным 7, проводят аналогично примеру 1 путем добавления 0,02 мл раствора Б, что соответствует 0,001 вес.% ПАВ в ЭТС-40. После очистки цвет ЭТС-40 по шкале цветности соответствует 2.

П р и м е р 5. Проводят очистку исходного ЭТС-40 с цветом по шкале цветности, равным 7, аналогично примеру 1, но для очистки используют раствор Б в количестве 0,2 мл, соответствующем содержанию ПАВ в ЭТС-40 0,01 вес.%. Полученный после очистки ЭТС-40 имеет цвет 2 по шкале цветности.

П р и м е р 6. Проводят очистку исходного ЭТС-40 с цветом по шкале цветности, равным 7, как указано в примере 1, но для очистки используют раствор Б в количестве 0,1 мл, соответствующем содержанию ПАВ в ЭТС-40 0,005 вес.%. Полученный после очистки ЭТС-40 имеет цвет менее 2 по шкале цветности.

П р и м е р 7. Очистку исходного ЭТС-32 (n=2) с начальной оптической плотностью раствора 1,8 проводят аналогично примеру 1, но для очистки используют раствор А в количестве 0,1 мл, соответствующем содержанию ПАВ в ЭТС-32 0,005 вес.%. Полученный после очистки ЭТС-32 имеет оптическую плотность 0,9.

В таблице представлены сравнительные данные по чистоте продуктов, очищенных по известному и предлагаемому способу.

Этилсиликат

## Качество этилсиликата

исходного

после очистки способом

предлагаемым

известным

Этилсиликат-40

Цвет по йодометрической шкале

7

2

8

Этилсиликат-32

Оптическая плотность

1,8

0,9

2,5

Формула изобретения

где  $n = 2 - 7$ , от мелкодисперсных механических примесей путем их обработки химическим реагентом в среде растворителя с последующим отделением полученного осадка, отличаясь тем, что, с целью повышения степени чистоты целевого продукта, в качестве химического реагента используют фторорганическое поверхностно-активное вещество общей формулы

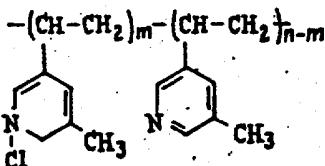
35

 $R_F - C = O$ 

NH

 $CH_2 - CH_2 - CH_2 - O - CH_2 -$  $N$ 

Cl



где  $R_F = x (CF_2CF_2)_k$ ,  $x$  - водород или фтор,  $k=2$  или  $3$ ,  $m =$  от  $6$  до  $9$  и  $n = 6 - 11$ , в количестве  $0,001-0,01%$  от веса олигоэтоксисилоксана и в качестве растворителя берут абсолютный этиловый спирт.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

45 1. Ластовский Р.П. и др. Производство двуокиси кремния особой чистоты на основе тетраэтоксисилана. - "Химическая промышленность", 1969, № 6, с. 447.

50 2. Авторское свидетельство СССР № 524802, кл. С 07 F 7/20, 1974 (прототип).

Составитель Р.Иванчикова

Редактор Л.Филь Техред А.Бабинец

Корректор Е.Ромко

Заказ 9496/29 Тираж 400

Подписьное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4