

SECCION TECNICA
REGISTRACION S. R. L. P. C.
CLASE C07
SUBCLASE F

P.- 42.032

IX/Pat. Abt. Br. 9019

37.0340

8 AGO 1969

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de WACKER -CHEMIE G M B H

entidad / ~~nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Prinzregentenstrasse 22, Munich, República
Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROLISIS MEDIANTE AGUA DE
HALOGENOSILANOS" (Clase Internacional C07f)

6.7.69

- 1 -

POOR
QUALITY



8 A

Los procedimientos susceptibles de ser realizados de modo continuo, hasta ahora conocidos, para la hidrólisis mediante agua de halogenosilanos, que consisten al menos en 90% en peso de compuestos de organosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno o dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico unido con SiC, especialmente para la hidrólisis de dimetildiclorosilano, tienen las siguientes desventajas:

Si se utilizan disolventes puramente orgánicos miscibles con agua y con los organohalogenosilanos, para facilitar el mezclado de los organohalogenosilanos con el agua, el gasto para la total separación de los disolventes desde los productos hidrolizados es, naturalmente, indeseablemente grande. Si los organosilanos se emplean en forma de vapor, los procedimientos hasta ahora conocidos llevan aparejadas grandes dificultades en la dosificación exacta de los participantes en la reacción. Las pérdidas por organosilanos no hidrolizados arrastrados conjuntamente al separarse el halogenuro de hidrógeno formando durante la hidrólisis, y/o las pérdidas por insuficiente condensación de los grupos silanol y/o siloxanol resultantes en la hidrólisis, es decir por compuestos de organosilicio solubles en agua, que quedan en el agua en exceso desechada después de la hidrólisis, podían ser hasta ahora también indeseablemente grandes. Hasta ahora, algunas veces, la viscosidad de los organopolisiloxanos obtenidos también era mayor que lo deseable. Las bombas utilizadas para la circulación de corrientes en circuito cerrado u otras partes móviles están sometidas en alto grado al ataque por halogenuros de hidrógeno acuosos, en



los procedimientos hasta ahora conocidos para la hidrólisis de organohalogenosilanos. En algunos casos existía también hasta ahora la necesidad de hacer circular grandes cantidades de agua para absorber el halogenuro de hidrógeno con simultánea evacuación de grandes cantidades de calor, lo cual exige, por ejemplo, un alto consumo de energía. Finalmente, el desdoblamiento de organopolisiloxanos cíclicos devueltos a la hidrólisis no se realiza de con suficiente rapidez para un modo de trabajo continuo en el caso de los procedimientos de hidrólisis hasta ahora conocidos.

Se ha encontrado ahora de modo sorprendente que, a temperaturas de al menos 100°C, el agua y los organohalogenosilanos se disuelven en los productos hidrolizados de los organohalogenosilanos en cantidades no despreciables. El procedimiento de acuerdo con el invento, preferiblemente realizado de modo continuo, hace uso de este descubrimiento, y mediante este procedimiento se evitan o se reducen grandemente todas las desventajas antes descritas.

El objeto del invento es un procedimiento para la hidrólisis mediante agua de halogenosilanos, que consisten al menos en 90% en peso de compuestos de órganosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno o dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico unido con SiC, caracterizado porque la hidrólisis se realiza a 100-180°C y porque toda la cantidad del agua empleada en la hidrólisis es disuelta en productos hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que se ha de hidrolizar en cada caso de acuerdo con el invento, antes de que esta agua entre en contacto con los silanos que han de ser hidrolizados de acuerdo con el invento y que deben estar disueltos



al menos parcialmente en productos hidrolizados del tipo citado.

5 Es muy sorprendente que, a las altas temperaturas utilizadas de acuerdo con el invento durante la hidrólisis, no tenga lugar en el medio presente en este caso ninguna condensación de los organosilanoles obtenidos en primer lugar, para formar organopolisiloxanos con viscosidad indeseablemente alta.

10 Ejemplos de compuestos de organosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno o dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico unido con SiC, son especialmente organosilanos de la fórmula general $R_m H_n (R'O)_p - SiX_{4-m-n-p}$ y además organosilanos de la fórmula $XSi(R_2)R''Si(R_2)X$. En estas fórmulas X significa
15 en cada caso cloro, bromo o yodo y, a causa de su fácil asequibilidad, preferiblemente cloro; R significa un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido; R' tiene el mismo significado que R o es un radical acilo monovalente eventualmente sustituido; R'' significa un radical hidrocarbonado divalente, eventualmente sustituido;
20 m es 1, 2 ó 3, al menos 1, preferiblemente 2; n y p son en cada caso 0 ó 1, y la suma de m + n + p es 2 ó 3. Ejemplos de radicales hidrocarbonados R son radicales alcoholo, tales como los radicales metilo y etilo, radicales cicloalcoholo, tales como el radical ciclohexilo, radicales alquenoilo, tales como el radical vinilo, radicales cicloalquenoilo, tales como el radical ciclohexenoilo, y radicales arilo, tales como el radical fenilo. Ejemplos de radicales hidrocarbonados sustituidos R son especialmente radicales halogenoalcoholo, tales como el radical 3,3,3-tri-



5 fluoropropilo y además radicales halogenocicloalcoholo y radicales halogenoarilo. Ejemplos de radicales acilo R' son los radicales acetilo y propionilo. Ejemplos de radicales hidrocarbonados divalentes R'' son los radicales metileno, etileno y fenileno.

10 Como las unidades de dimetilsiloxano constituyen la mayor parte de las unidades organosiloxano de productos obtenidos, en medida tan grande, a base de organopolisiloxanos, tales como elastómeros de organopolisiloxano, y dimetilpolisiloxanos bloqueados terminalmente por grupos trimetilsiloxi, más o menos viscosos, y como el cloro es el átomo de halógeno más fácilmente asequible, la aplicación más importante del procedimiento de acuerdo con el invento es la hidrólisis de dimetildiclorosilano. Sin embargo, es
15 evidente sin dificultades para el técnico en la materia que, juntamente con el dimetildiclorosilano o en lugar de dimetildiclorosilano, se pueden hidrolizar también otros compuestos de organosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno ó dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico unido con SiO, de acuerdo con el
20 procedimiento del invento, y por lo tanto evitando o reduciendo considerablemente las desventajas descritas al comienzo. Ejemplos de estos otros compuestos de organosilicio son especialmente vinilmetildiclorosilano, fenilmetildiclorosilano, divinildiclorosilano, difenildiclorosilano, metilhidrogenodichlorosilano, trimetilclorosilano y vinildimetilclorosilano. Ejemplos de halogenosilanos, que pueden estar presentes, además de los compuestos de organosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno o dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico
25
30



unido con SiC, en los silanos que han de ser hidrolizados de acuerdo con el invento, en cantidades hasta de 10% en peso, referidas al peso total de los halogenosilanos, tratándose la mayor parte de las veces solamente de impurezas más o menos inevitables o difícilmente evitables, son tetracloruro de silicio y metiltriclorosilano. No deberá estar presente más de 10% en peso de estos silanos, ya que en el caso contrario aparecen reticulaciones demasiado intensas de los organopolisiloxanos, que pueden conducir a obstrucciones de los dispositivos para la hidrólisis.

Por cada átomo gramo de halógeno en los silanos que han de ser hidrolizados se utilizan convenientemente al menos 0,5 moles-gramo de agua. La cantidad de agua no deberá encontrarse por debajo de la cantidad precedentemente indicada, ya que en el caso contrario no reaccionan todos los átomos de halógeno, y no deberá encontrarse por encima de 4 moles-gramo por átomo-gramo de halógeno en los silanos, ya que en el caso contrario se consumen cantidades de calor indeseablemente grandes para la evaporación del agua no disuelta. La utilización de al menos 0,75 moles-gramo de agua por átomo-gramo de halógeno es sin embargo ventajosa para disolver la mayor cantidad posible de agua en los productos hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso de acuerdo con el invento.

Preferiblemente, la hidrólisis se lleva a cabo a 110-140°C, ya que dentro de este margen de temperaturas es máxima la solubilidad del agua en los hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso.



Dado que exige el gasto más pequeño, la solución de agua en productos hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso de acuerdo con el invento, es decir por ejemplo, la solución de agua en dimetilpolisiloxanos, cuando se debe hidrolizar dimetildiclorosilano, o en calidad de otro ejemplo, la solución de agua en un co-hidrolizado de 99 moles de dimetildiclorosilano y 1 mol de trimetilclorosilano, cuando se debe hidrolizar de acuerdo con el invento dicha mezcla de clorosilanos, igual que la solución de organohalogenosilanos en productos hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso de acuerdo con el invento, es decir, por ejemplo la solución de dimetildiclorosilano en dimetilpolisiloxanos, cuando se debe hidrolizar dimetildiclorosilano, o como otro ejemplo, la solución de 99 moles de dimetildiclorosilano y 1 mol de trimetilclorosilano en un co-hidrolizado de 99 moles de dimetildiclorosilano y 1 mol de trimetilclorosilano, cuando se debe hidrolizar tal mezcla de clorosilanos, es preparada preferiblemente en una torre de reacción, en la cual se lleva a cabo también la hidrólisis. Sin embargo, en el caso de que se desee, la preparación de una de las dos soluciones precedentemente citadas o de estas dos soluciones, puede llevarse a cabo también en uno o varios recipientes separados del recipiente en el cual se lleva a cabo la hidrólisis.

El agua y/o los organohalogenosilanos, que se utilizan para la preparación de estas soluciones, pueden ser gaseosos o líquidos.

Una torre de reacción, en la cual se realiza la



hidrólisis, y también se preparan las soluciones de agua y organohalogenosilanos en productos hidrolizados de silanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso de acuerdo con el invento, contiene preferiblemente inserciones, por ejemplo platos perforados y/o cuerpos de relleno, por ejemplo anillos Raschig o albardillas o silletas de Berl, con el fin de facilitar la formación de las soluciones.

Convenientemente, una parte de los organopolisiloxanos que proceden de la hidrólisis según el procedimiento de acuerdo con el invento, eventualmente después de separar una parte de los organopolisiloxanos cíclicos, caso de que estos constituyan los deseados organopolisiloxanos, o al menos después de separar una parte de los organopolisiloxanos no cíclicos, caso de que sean éstos deseados, o después de mezclar con organopolisiloxanos cíclicos a partir de silanos del tipo que ha de ser hidrolizado de acuerdo con el invento, es devuelta y utilizada para la preparación de las soluciones antes citadas.

Si de esta manera se devuelve a los productos hidrolizados una porción o la porción total de los organopolisiloxanos cíclicos, y entra con ello de nuevo en contacto con todas las sustancias introducidas en la hidrólisis y formadas durante esta hidrólisis, especialmente con el halogenuro de hidrógeno, en el margen de temperaturas presente de acuerdo con el invento, tiene lugar un rápido desdoblamiento de los organopolisiloxanos cíclicos hasta la formación del equilibrio conocido de organopolisiloxanos cíclicos y no cíclicos. Este desdoblamiento se realiza de manera suficientemente rápida para un modo de trabajo



continuo, de manera que ya no es necesario el desdoblamiento de organopolisiloxanos cíclicos realizado de modo discontinuo hasta ahora, frecuentemente en dispositivos separados del dispositivo de la hidrólisis.

5 Con el fin de evitar una viscosidad indeseablemente alta de los organopolisiloxanos obtenidos finalmente y las obstrucciones causadas por ella de partes del dispositivo, la proporción ponderal de los organopolisiloxanos no cíclicos a los organopolisiloxanos cíclicos en los
10 productos hidrolizados devueltos, es decir conducidos en ciclo, se encuentra dentro del margen de 1:9 a 19:1. Una introducción de organopolisiloxanos cíclicos en este ciclo para ajustar la deseada proporción ponderal de los organopolisiloxanos no cíclicos a los organopolisiloxanos cíclicos en los productos hidrolizados conducidos en ciclo, puede tener lugar en el recipiente de hidrólisis o en cualquier otro lugar del ciclo. De modo conveniente se añaden al ciclo de los productos hidrolizados los organopolisiloxanos cíclicos en la misma medida en la que resultan en la
15 hidrólisis o en el tratamiento de los organopolisiloxanos retirados del ciclo. Mediante el ajuste de la proporción de los organopolisiloxanos no cíclicos a los organopolisiloxanos cíclicos en los productos hidrolizados conducidos en ciclo, que también puede tener lugar sobre todo por la
20 elección de las proporciones cuantitativas de organosilano empleado y de agua, es posible una regulación de la viscosidad de los organopolisiloxanos no cíclicos finalmente obtenidos. Cuanto menor es esta proporción, tanto menor es la viscosidad de los organopolisiloxanos no cíclicos
25 finalmente obtenidos.
30



Caso de que se desee, los productos hidrolizados pueden ser puestos en contacto en el recipiente de hidrólisis y/o en otro lugar de su ciclo con catalizadores sólidos a las temperaturas presentes en cada caso, para la transposición de enlaces siloxanos, tales como intercambia-
5 dores de cationes en la forma H, tierras de diatomeas o carbón activo, con grupos ácidos y básicos, con el fin de acelerar el ajuste del equilibrio entre organopolisiloxanos cíclicos y no cíclicos.

10 Aparte de la bomba que es necesaria cuando se devuelve una parte de los organopolisiloxanos que proceden de la hidrólisis de acuerdo con el procedimiento del invento, de modo ventajoso no se necesita en el procedimiento según el invento ninguna pieza de dispositivo móvil.

15 Ventajosamente, esta bomba, dado que ya no ha de transportar tanta cantidad de agua como hasta ahora o no ha de transportar nada de agua simultáneamente con el hidrolizado, puede ser también esencialmente más pequeña que las bombas de los procedimientos hasta ahora conocidos
20 para la hidrólisis de silanos, en los cuales se utilizan bombas, y tampoco entra en contacto con halogenuro de hidrógeno acuoso, tal como ocurre en los procedimientos hasta ahora conocidos.

25 70 a 92% en peso del halogenuro de hidrógeno, que se forma en la hidrólisis realizada de acuerdo con el invento, resultan en forma gaseosa, incluso cuando en la hidrólisis se emplea más agua que la necesaria para la hidrólisis de todos los átomos de halógeno, y se puede utilizar en esta forma muy deseable, sin medidas de purificación
30 costosas, por ejemplo para síntesis. El resto del haloge-



nuro de hidrógeno formado en la hidrólisis con empleo de agua en exceso, resulta ventajosamente en forma de halogenuro de hidrógeno acuoso concentrado, que está prácticamente libre de compuestos de organosilicio, o, puede ser liberado fácilmente de los compuestos de organosilicio.

Los rendimientos de organopolisiloxanos pueden encontrarse en el procedimiento de acuerdo con el invento por encima de 99% en peso de la teoría.

Como esto exige el mínimo gasto, el procedimiento de acuerdo con el invento se lleva a cabo preferiblemente a la presión atmosférica, es decir a aproximadamente 700 a 760 mm de Hg (absolutos). Caso de que se desee, se pueden utilizar también presiones más elevadas o más reducidas.

En el dibujo anejo se representa esquemáticamente un dispositivo para una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con el invento:

A través de la conducción 11 se introduce agua líquida, o a través de la conducción 12 agua gaseosa, y a través de la conducción 21 halogenosilano líquido o una mezcla líquida de halogenosilanos, o a través de la conducción 22 se introduce halogenosilano gaseoso o una mezcla gaseosa de halogenosilanos en una torre 9 aislada contra pérdidas por radiación de calor y/o susceptible de ser calentada. (Si la torre no es susceptible de ser calentada, se debe procurar en la torre mediante dispositivos de calefacción no representados la temperatura exigida de acuerdo con el invento para las sustancias introducidas en la torre). La torre 9 sirve, entre otras cosas, en calidad de recipiente de hidrólisis y, tal como se indica en el dibujo mediante



líneas diagonales cruzadas, está provista con cuerpos de relleno 91 y/o inserciones 91 para aumentar la superficie. (Las líneas horizontales 92 significan siempre platos perforados para sostener cuerpos de relleno). A través de la conducción 2 se introduce producto hidrolizado por encima de la conducción 11 dentro de la torre 9, con el fin de producir la solución de agua. (La disolución de halogenosilano tiene lugar directamente en el producto hidrolizado formado durante la hidrólisis en la parte inferior de la torre). Este producto hidrolizado es transportado por la bomba 10 y es una parte del fluido evacuado de colas que sale de la torre a través de la conducción 23. La otra parte del fluido evacuado de colas es conducido a través de la conducción 3, en la cual está montado el tramo de conducción 31 curvado en forma de U hacia arriba verticalmente para regular la altura o nivel de las colas en la torre 9, al tratamiento ulterior para la utilización de los organopolisiloxanos. A través de las conducciones 4 y 41 al menos una parte de los organopolisiloxanos cíclicos resultantes en este tratamiento - o según lo que se desee, los organopolisiloxanos no cíclicos resultantes durante el tratamiento - puede ser mezclada con los productos hidrolizados los cuales, tal como ya se ha indicado, son transportados por la bomba 10, y son introducidos nuevamente en esta torre a la altura de la parte superior de la torre 9.

Las sustancias gaseosas que salen por la parte superior de la torre 9, a saber halogenuro de hidrógeno, organopolisiloxanos de bajo punto de ebullición, especialmente organopolisiloxanos cíclicos y eventualmente agua,



pasan a través de la conducción 6 al condensador 61. El halogenuro de hidrógeno gaseoso separado en el colector de gases 62 es evacuado a través de la conducción 7. El condensado que sale del colector de gases 62 es liberado en el recipiente separador 63 de ácido clorhídrico concentrado eventualmente presente, el cual sale a través de la conducción 8. Los organopolisiloxanos que quedan después de esta separación son añadidos a través de las conducciones 5 y 41 a los productos hidrolizados conducidos en ciclo.

Ejemplo 1.- (Los números indicados a continuación entre paréntesis corresponden a los números de referencia del dibujo).

Como torre (9) sirven dos tubos de vidrio unidos en la mitad dispuestos verticalmente, que desembocan por abajo y por arriba en conducciones (23) y (6), respectivamente. Los dos tubos de vidrio tienen en total, incluido el tramo de conexión que se encuentra entre estos tubos, en el que desemboca la conducción (12), una longitud de 2450 mm, y tienen un diámetro interno de 55 mm, están rodeados por una envolvente de caldeo, y en cada caso están rellenos parcialmente con anillos Raschig de 6 mm en calidad de cuerpos de relleno (91) sostenidos cada uno por un plato perforado (92). A 100 mm por debajo del extremo superior desemboca en esta torre la conducción (2), y a 100 mm por encima del extremo inferior desemboca en esta torre la conducción (22). La conducción (23) está unida con la conducción (3), encontrándose el punto más alto, situado dentro de la anchura interna del tramo de conducción (31) en forma de U curvado hacia arriba verticalmente, 5 mm por debajo de la altura de la desembocadura de la conducción (22).



La conducción (23) está unida también con la conducción (41) y conduce a la bomba de membrana (10) susceptible de ser regulada sin escalones, desde la que parte la conducción (2).

5 La conducción (6) lleva a través del refrigerador de vidrio muy activo (61), al colector de gases (62) conectado con la conducción (7) para el cloruro de hidrógeno gaseoso que se separa; la salida para líquido del colector de gases desemboca en el recipiente separador (63),
10 que está provisto con la conducción de rebose (5) y con la conducción de evacuación por el fondo (8). En la conducción de evacuación por el fondo (8) está insertado, tal como se indica también en el dibujo, un tramo de conducción en forma de U curvado hacia arriba, cuya altura es
15 ajustable, para regular la altura del nivel de líquido en el recipiente separador (63). La conducción de rebose (5) está conectada con las conducciones (41) y (4).

 A través de las conducciones (4), (41) y (23) se carga en la torre una mezcla, exenta de ácidos y de bases, de dimetilpolisiloxanos de bajo punto de ebullición, tratándose esencialmente de dimetilpolisiloxanos cíclicos, con una viscosidad de aproximadamente 3 c St 25°C, en una cantidad tal que encontrándose en movimiento la bomba no sale nada de dimetilpolisiloxano a través del tramo de conducción (31). La temperatura de la envolvente de caldeo es ajustada a 125°C y la cantidad transportada por la bomba es ajustada a 17 litros/hora. A través de la conducción (12) se introducen en la torre entonces 125 g/hora de vapor de agua y simultáneamente a través de la conducción
25 (22) 300 g(hora de dimetildiclorosilano gaseoso, siempre
30



en corrientes homogéneas. Pocos minutos después de comenzar la introducción de vapor de agua y dimetildiclorosilano en la torre, comienza en el refrigerador (61) la condensación de un líquido. Este líquido se separa, en el recipiente separador (63), en una capa inferior transparente, que consiste en ácido clorhídrico concentrado, y en una
5 capa superior ligeramente enturbada, que consiste en organopolisiloxanos.

Aproximadamente una hora después del comienzo de la introducción de vapor de agua y dimetildiclorosilano en la torre, comienza a salir producto hidrolizado a través del tramo de conducción en forma de U. Desde este producto hidrolizado, por destilación mediante vapor de agua a 112°C a aproximadamente 720 mm de Hg (absolutos), se separan por destilación los dimetilpolisiloxanos susceptibles de ser destilados bajo estas condiciones, es decir los de bajo punto de ebullición, tratándose esencialmente de dimetilpolisiloxanos cíclicos y, después de separar la fase acuosa que pasa simultáneamente en esta destilación, se devuelven a la torre (9) a través de las conducciones (4) y (41) y la bomba (10).
10
15
20

Después de aproximadamente 3 días se ha establecido el siguiente equilibrio, es decir, en un modo de trabajo bajo las condiciones aplicadas de acuerdo con el invento, se obtienen los siguientes resultados:
25

A través de la conducción (3) salen 413 g/hora de producto hidrolizado, que contiene 40 g de cloruro de hidrógeno por cada kg, y consta de 55% en peso, correspondiente a 226 g/hora, de los dimetilpolisiloxanos de bajo punto de ebullición que pasan en la destilación con vapor
30



de agua antes citada. La cantidad del dimetilpolisiloxano no cíclico liberado simultaneamente de ácido clorhídrico -- mediante esta destilación con vapor de agua y que queda -- después de esta destilación, asciende a 170,5 g/hora. --

5 Este dimetilpolisiloxano tiene una viscosidad de 201 a -- 335 cst/25°C y contiene 0,6% en peso de grupos hidroxilo unidos con Si. El rendimiento de dimetilpolisiloxanos finalmente obtenidos asciende a 99% de la teoría.

Del recipiente separador (63) se retiran 226 --

10 g/hora de ácido clorhídrico acuoso al 37% en peso.

Ejemplo 2. -- Se utiliza el dispositivo que se -- describe en el Ejemplo 1, el cual sin embargo ha sido modificado de la siguiente manera:

En lugar de la conducción (12) ahora cerrada, --

15 una conducción (11) desemboca en la torre (9) aproximadamente 25 mm por debajo del extremo superior y en lugar de la conducción (22) ahora cerrada, una conducción (21) desemboca en el tramo de unión entre los dos tubos de la torre (9).

Se trabaja como en el ejemplo 1, con las siguientes modificaciones:

20

A través de la conducción (1) se introducen en -- la torre (9) 72 g/hora de agua líquida y no 125 g/hora de vapor de agua. No a través de la conducción (22), sino a

25 través de la conducción (21), se introducen en la torre -- (9) 260 g/hora de dimetildiclorosilano líquido y no 300 -- g/hora de dimetildiclorosilano gaseoso.

Después de aproximadamente 3 días se ha establecido el siguiente equilibrio, es decir en un modo de --

30 trabajo bajo las condiciones aplicadas de acuerdo con el



invento se obtienen los siguientes resultados:

A través de la conducción (3) salen 259,5 g/hora de producto hidrolizado, que contiene 42 g de cloruro de hidrógeno por Kg. De los 259,5 g, 102 g/hora (41% en peso) son dimetilpolisiloxanos que pasan en la destilación con vapor de agua y que se devuelven a la torre. -
5 La cantidad del dimetilpolisiloxano no cíclico que queda de la destilación con vapor de agua, asciende a 147,2 g/hora. Este dimetilpolisiloxano tiene una viscosidad de 600 a 650 cSt/25°C y contiene 0,5% en peso de grupos hidroxilo unidos con Si. El rendimiento de dimetilpolisiloxanos obtenidos finalmente asciende a 9% de la teoría.

Ejemplo 3. - Se trabaja con el dispositivo descrito en el ejemplo 1 y con las siguientes modificaciones, de acuerdo con el modo de trabajo descrito en el -
15 Ejemplo 1. En primer lugar, a través de la conducción -- (12) no se introducen en la torre (9) 125 g/hora sino -- 200 g/hora de vapor de agua, y a través de la conducción (22) no se introducen en la torre (9) 300 g/hora sino --
20 420 g/hora de dimetildiclorosilano gaseoso. Después de 24 a 48 horas la porción de organopolisiloxano en el ciclo, que pasa en la destilación con vapor de agua, llega a aproximadamente 90% en peso. Ahora se introducen en la torre solamente 100 g/hora de vapor de agua y 210 g de -
25 dimetildiclorosilano gaseoso, y después de aproximadamente 3 días se ha establecido el siguiente equilibrio:

A través de la conducción (3) sale un hidrolizado, que consiste en 10% en peso de dimetilpolisiloxanos que pasan en la destilación con vapor de agua y que
30 son devueltos a la torre. La cantidad del dimetilpolisi-



loxano no cíclico que queda de la destilación con vapor de agua asciende a 118,7 g/hora. Este dimetilpolisiloxano tiene una viscosidad de 70 a 81 cSt/25°C y contiene 1,9% en peso de grupos hidroxilo unidos con Si. El rendimiento de dimetilpolisiloxanos finalmente obtenidos asciende a 99% de la teoría.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, con fecha 20 de Agosto de 1.966, bajo el número P17 95 182.5, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

15

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20

1.- Procedimiento para la hidrólisis mediante agua de halogenosilanos, que consisten al menos en 90% en peso de compuestos de organosilicio, en que las valencias de silicio están saturadas por uno o dos átomos de halógeno y al menos un radical orgánico unido con SiC, caracterizado porque la hidrólisis se realiza a 100-180°C, y porque toda la cantidad del agua empleada en la hidrólisis es disuelta en productos hidrolizados de organohalogenosilanos del tipo que ha de ser hidrolizado en cada caso, antes de que esta agua entre en contacto con los silanos que han

25

30



de ser hidrolizados de acuerdo con el invento y que deben estar disueltos al menos parcialmente en hidrolizados del tipo citado.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agua y los silanos que han de ser hidrolizados son disueltos en los productos hidrolizados devueltos, que producen de la hidrólisis.

10 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque, eventualmente mediante separación de una parte de los organopolisiloxanos no cíclicos o cíclicos, la proporción ponderal de los organopolisiloxanos no cíclicos a los organopolisiloxanos cíclicos se encuentra dentro del margen de 1:9 a 19:1 en los productos hidrolizados devueltos.

15 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la hidrólisis se lleva a cabo a 110-140°C.

 5.- Procedimiento para la hidrólisis mediante agua de halogenosilanos.

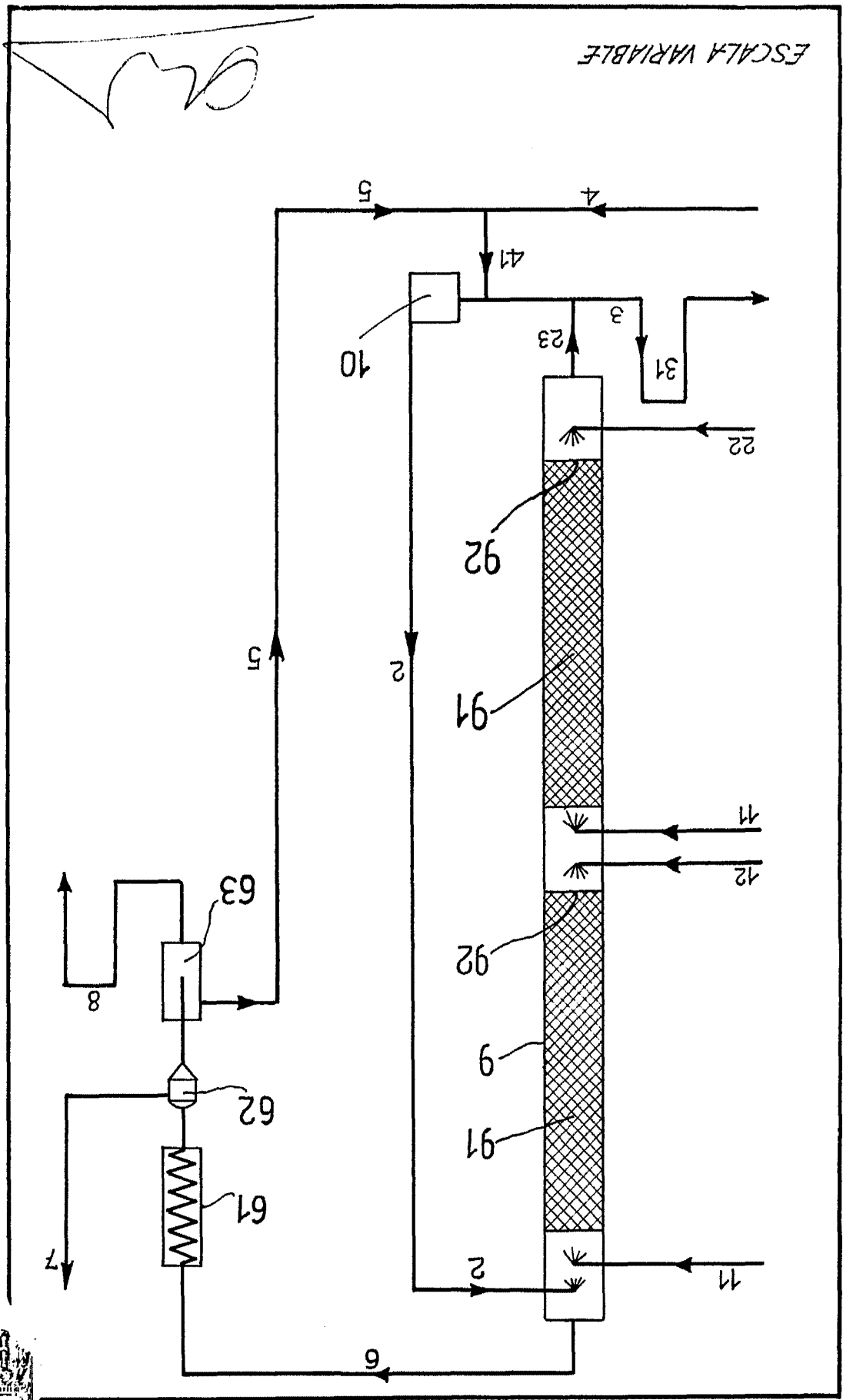
20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado,

La presente Memoria consta de diecinueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 8 ABR. 1969

P. A.

ESCALA VARIABLE



HOLA UNICA

610000

P412 032