

-4 JUN. 1975

Int. Cl.:
CO7F 7/04, CO7F 7/18

P.- 60.024

HA Patente
OZ 74 058

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT

entidad alemana

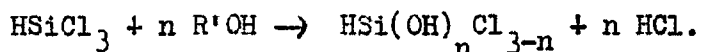
establecida en Troisdorf, Bez. Köln, República
Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PREPARACION
DE ALCOXISILANOS"
(Clase Internacional CO7F)

22.4.75

Objeto del presente invento es un procedimiento continuo para la preparación de alcoxisilanos por esterificación de clorosilanos con alcoholes.

5 La esterificación de clorosilanos, en el caso de emplearse SiHCl_3 en calidad de clorosilano, transcurre según la siguiente ecuación de reacción:



10 En esta ecuación R' representa un radical alcohilo de 1 a 11 átomos de carbono y n puede adoptar valores desde 1 y 3.

15 La realización práctica de esta reacción, así como la de reacciones análogas, en las cuales R' en lugar de H representa un radical alcohilo C_{1-11} saturado o insaturado, plantea dificultades ya que el cloruro de hidrógeno que resulta en este caso en gran cantidad desdobra tanto el grupo alcoxi para formar alcohol y clorosilano como también (principalmente en presencia de alcohol) el enlace hidrógenosilano con separación de hidrógeno y formación de un enlace alcoxisilano y un enlace clorosilano. Además de ello, el cloruro de hidrógeno forma con los alcoholes empleados cloroalcohanos y de modo intermedio agua, que a su vez ataca efectuando hidrólisis a los clorosilanos y a los alcoxisilanos.

20

25 Mediante esta reacción secundaria, si no se mantienen

determinadas condiciones del procedimiento, la mayor parte de las veces se pierden totalmente los ésteres de silano buscados.

5 Por lo tanto, ya se han realizado varios intentos de preparar del modo más rentable que sea posible dichos compuestos. La debilidad de la formación de condensado que está originalmente aparejada con los procedimientos discontinuos a causa de las reacciones secundarias mencionadas del cloruro de hidrógeno saliente con los alcoholes producidos durante la esterificación puede evitarse ciertamente de modo amplio en el caso de utilizarse modernos métodos discontinuos. No obstante la transferencia de los mismos al margen de gran escala técnica tiene establecidos límites, especialmente a causa del difícil control de las grandes cantidades de cloruro de hidrógeno en unión eventualmente con sustancias de partida de fácil volatilidad, y de las transiciones de calor rápidas y elevadas que son necesarias tanto en el espacio de reacción como también en el gas de escape para poder realizar de modo seguro la reacción. Ya por razones de un mejor gobierno de la temperatura se ha de preferir por lo tanto un procedimiento continuo.

10

15

20

25 Así, se propusieron ya procedimientos continuos, en los cuales se esterifican clorosilanos, even-

tualmente en presencia de disolventes, en fase líquida o bien en un reactor con rebosadero, que es tomado del sencillísimo procedimiento discontinuo, o en varios reactores conectados entre sí siguiendo el principio de contracorriente. No obstante, este procedimiento ofrece la desventaja de que el cloruro de hidrógeno es eliminado demasiado lenta e incompletamente. Esto conduce a retrodesdoblamientos de grupos éster ya existentes y a reacciones secundarias entre los alcoholes y el cloruro de hidrógeno con una indeseable formación de producto hidrolizado. Otro procedimiento describe la esterificación de clorosilanos con alcoholes en fase gaseosa y utiliza temperaturas que se encuentran por encima de los puntos de ebullición de todas las sustancias participantes en la reacción (productos de partida y productos finales).

El procedimiento mencionado en último término tiene sin embargo una desventaja muy especial, ya que el cloruro de hidrógeno presente en el sistema, a causa de la temperatura elevada, da lugar a un transcurso especialmente rápido de las reacciones secundarias conocidas, especialmente retrodesdoblamiento, deshidratación de alcohol y formación de producto hidrolizado.

La debilidad especial de todos los procedi-

mientos de esterificación continuos precedentemente descritos es la separación demasiado lenta e incompleta del cloruro de hidrógeno desde la mezcla de reacción. Por lo tanto, ya se propuso extraer por soplado el cloruro de hidrógeno haciendo pasar, por encima o a través de la mezcla de reacción, gases inertes, por ejemplo nitrógeno, eventualmente auxiliándose de un evaporador de película en caída, no debiéndose sobrepasar un límite superior de temperaturas. No obstante, este procedimiento tiene a su vez la considerable desventaja de que se aumenta el volumen de gases de escape que constan de cloruro de hidrógeno; de esta manera se hacen insoportablemente elevadas las pérdidas por evaporación debidas a la presión parcial de los productos, y se excluye prácticamente una nueva utilización del cloruro de hidrógeno. Por otro lado, mediante un tratamiento con gases inertes tampoco se logra una completa separación del cloruro de hidrógeno desde el producto bruto.

Se ha encontrado ahora un procedimiento continuo de esterificación para clorosilanos, que está caracterizado por las medidas explicadas en las presentes reivindicaciones de patente. En el caso de utilizarse este procedimiento se ha mostrado que las dificultades arriba explicadas pueden ser orilladas de manera sencilla.

lla: el cloruro de hidrógeno resultante es separado por destilación de modo continuo y total, sin que tengan lugar reacciones secundarias o concurrentes dignas de mención. Este resultado del procedimiento no podía deducirse del estado técnico de la esterificación de clorosilanos con alcoholes descrito en la amplia bibliografía especializada, sino que más bien debía considerarse como improbable, especialmente dando que la atención se dirige siempre al problema central de las reacciones secundarias indeseables provocadas por el cloruro de hidrógeno, especialmente al calentar, tal como ocurre ciertamente de modo forzoso en la destilación en columnas. Por el contrario, se ha mostrado sorprendentemente que el procedimiento de acuerdo con el invento proporciona de un modo elegante los más diferentes ésteres de silanos con rendimiento casi cuantitativo y con elevado grado de pureza. Otras ventajas muy especiales del procedimiento de acuerdo con el invento son la separación cuantitativa del cloruro de hidrógeno en una calidad pura, apropiada para la nueva utilización, y la transferibilidad sin problemas del procedimiento de acuerdo con el invento a la gran escala técnica, a diferencia de los procedimientos anteriores.

La reacción de esterificación, que la mayor

parte de las veces se inicia espontáneamente después de la reunión de los dos componentes de reacción debe transcurrir en lo posible en el plato repartidor más superior de la columna. Pequeñas cantidades de los participantes en la reacción, pero no mayores de aproximadamente 15%, pueden descender a los platos repartidores situados más abajo y reaccionar totalmente allí.

Las cantidades a emplear de los dos participantes en la reacción se ajustan al producto final deseado. Por lo tanto, se introducen en los platos superiores de la columna al mismo tiempo las cantidades estequiométricas correspondientes al deseado grado de esterificación. De acuerdo con el invento, se pueden tolerar pequeñas oscilaciones de esta proporción molar, si bien éstas empeoran los rendimientos. Por esta razón estas oscilaciones no deberán ser mayores de alrededor de $\pm 1\%$ de aproximadamente para la tolerancia de regulación.

Los participantes en la reacción son alimentados en forma líquida y deben reaccionar entre sí también en forma líquida. La utilización conjunta de disolventes se aconseja cuando el éster de silano deseado posee un punto de ebullición superior a aproximadamente 180°C. En este caso el disolvente puede ser aña-

dido a las mezclas de partida; no obstante, también es posible alimentar el disolvente sobre el plato más superior de la columna en una conducción de aportación dispuesta por separado.

5

La utilización conjunta de disolventes sirve principalmente para realizar el procedimiento de acuerdo con el invento también con los compuestos cuyos puntos de ebullición se encuentran fuera del margen de temperaturas de 0°C hasta 180°C, o que se descomponen al llegar a su punto de ebullición. Por lo tanto, es posible mantener a los ésteres de silano deseados en ebullición a una temperatura deseada en condiciones normales con su punto de ebullición mezclado con el del disolvente, y por consiguiente orillar la aplicación de vacío que es posible en principio.

10

15

20

25

En el procedimiento de acuerdo con el invento se trabaja preferiblemente sin adición de disolventes, cuando el éster de silano deseado hierve a presión normal en el margen entre 0 y 180°C tal como ocurre, por ejemplo, cuando se esterifican triclorosilano o tetraclorosilano con alcoholes inferiores de uno o dos átomos de carbono. No obstante, si estos silanos se hacen reaccionar con alcoholes superiores, por ejemplo con 2-metoxietanol, la adición de un disolvente apropiado proporciona la ventaja de realizar a presión nor-

mal el procedimiento de esterificación de acuerdo con el invento, a pesar de que el producto final puro no es destilable a presión normal. Como disolvente se prefieren para este fin hidrocarburos clorados, especialmente los dicloroetilenos y tricloroetileno, pero también, por ejemplo, mono-, di-, tri- y tetra-clorometano o diferentes hidrocarburos fluorados-clorados.

Como columnas son apropiadas en principio todas las columnas de destilación conocidas, pudiendo tener los platos también formas de realización conocidas, por ejemplo como platos de campanas. La columna está rellena preferiblemente con cuerpos de relleno en sí conocidos, tales como sillas de montar, anillos o esferas cerámicas. El número de los platos es también susceptible de variar en un amplio margen; se prefieren de aproximadamente 25 a 35 platos.

Una vez terminada la reacción, el éster de silano deseado sale hacia el alambique de destilación, en donde es mantenido a la temperatura de ebullición. Dependiendo de la aportación de calor a través del alambique y dependiendo del tipo de los materiales de partida, del producto de esterificación y eventualmente del disolvente, se ajusta en este caso en la zona superior de la columna, en la que tiene lugar la reacción,

una temperatura entre aproximadamente 0 y 90°C. En este caso se separa totalmente por destilación el cloruro de hidrógeno que resulta durante la reacción; éste es condensado totalmente en un refrigerante mantenido a temperaturas entre aproximadamente -10°C y -80°C, situado a continuación de la parte superior de la columna y es conducido a un eventual tratamiento ulterior.

A partir del rebosadero del alambique sale continuamente el éster de silano obtenido según el presente procedimiento con un grado de pureza que ya es suficiente para la mayor parte de los fines de utilización. Eventualmente, puede ser separado del disolvente presente por destilación - o según otros procedimientos de separación conocidos -.

Como sustancias de partida en lo que se refiere a los clorosilanos, sirven preferiblemente triclorosilano, tetraclorosilano, metildiclorosilano, dimetildiclorosilano, trimetildiclorosilano, metiltriclorosilano, etiltriclorosilano, viniltriclorosilano, propiltriclorosilano, aliltriclorosilano, 3-cloropropiltriclorosilano, n- e isobutil-triclorosilano. También pueden emplearse alcoholclorosilanos con un radical alcohol de cadena recta o ramificada con mayor número de átomos de carbono.

Alcoholes apropiados son, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, octanol, 2-metoxietanol, 2-etoxietanol, 2-metoxietildietilenglicoléter, alcohol tetrahidrofurfurílico, etc.

5 De acuerdo con el invento pueden obtenerse, por ejemplo, los siguientes productos: trimetoxisilano, trietoxisilano, tetraetoxisilano, tri-2-metoxietoxisilano, tetra-2-metoxietoxisilano, metildimetoxisilano, metildietoxisilano, vinilmetildietoxisilano, metiltrietoxisilano,
10 viniltrietoxisilano, vinil-tri-2-metoxietoxisilano, 3-cloropropiltrietoxisilano, y otros más.

Un cierto número de los compuestos de éster de silicio mencionados ha logrado una importancia técnica creciente. Por ejemplo, algunos ortoésteres de ácido silícico encuentran utilización como aglutinantes
15 para pinturas de polvo de zinc y en la industria de fundición. Otros ésteres de organosilano son utilizados como agentes de protección de edificaciones. Un cierto número de otros ésteres de organosilano y ésteres de hidrógenosilano poseen importancia técnica creciente para la
20 síntesis de silanos organofuncionales muy valiosos. Además de ello, ésteres de hidrógenosilano son también interesantes para la química de los semiconductores.

Ejemplo 1.

25 Esterificación continua de triclorosilano con

metanol para formar trimetoxisilano.

5 Sobre el plato repartidor superior de una columna de reflujo (diámetro 100 mm, altura del relleno 3,80 metros, los cuerpos de relleno son cuerpos en forma de sillas de montar de porcelana de 6 x 6 mm) con un refrigerante superior que trabaja a -48°C con una superficie de refrigeración de $1,2\text{ m}^2$, se introducen en forma líquida de modo continuo a aproximadamente 3,2 kg/hora de triclorosilano y aproximadamente 10 2,3 kg/hora de metanol anhidro. En la parte superior de la columna se ajustan en este caso temperaturas entre -20°C y $+25^{\circ}\text{C}$, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de 15 84°C. La temperatura de la parte inferior de la columna puede gobernarse por corrección de la dosificación de metanol: en el caso de un déficit de metanol disminuye por debajo de 84°C, y en el caso de un exceso de metanol sube por encima de dicha temperatura. A partir del rebosadero de la parte inferior de la columna sale 20 continuamente trimetoxisilano (punto de ebullición 84°C), que contiene disuelto alrededor de 2% de tetrametoxisilano y que lleva consigo una acidez menor de 20 mg de equivalentes de cloruro de hidrógeno por litro, susceptible de ser activada por hidrólisis.

25 Mediante una sencilla destilación de puri-

ficación continua o discontinua se obtiene trimetoxi
silano absoluto con un rendimiento de 96,2% - referido
al triclorosilano alimentado a la columna -.

5 En aproximadamente 720 horas de trabajo se
prepararon de este modo 2.026 kg de trimetoxisilano.
Además de ello se separaron por destilación aproxima-
damente 1129 Nm³ (Nm³ = metros cúbicos en condiciones
normales) de cloruro de hidrógeno puro (alrededor de
1,6 Nm³/hora) a través del refrigerante de la parte su-
10 perior de la columna, para su nueva utilización.

Ejemplo 2.

Esterificación continua de triclorosilano
con etanol para formar trietoxisilano.

15 Sobre los platos repartidores superiores de
la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen con-
tinuamente en forma líquida aproximadamente 3,7 kg/hora
de triclorosilano y aproximadamente 3,7 kg/hora de eta-
nol anhidro. En la parte superior de la columna se ajus-
tan en este caso temperaturas entre aproximadamente 0 y
20 + 28°C, mientras que en la parte inferior de la columna
reina una temperatura de ebullición de 132,2°C. La tem-
peratura de la parte inferior de la columna puede ser
gobernada por corrección de la dosificación de etanol:
25 en el caso de déficit de etanol disminuye por debajo
de 132,2°C y en el caso de un exceso de etanol sube

por encima de dicha temperatura. A partir del rebosa-
dero de la parte inferior de la columna sale continua-
mente trietoxisilano (punto de ebullición 132,2°C) que
contiene disuelto aproximadamente 2,6% de tetraetoxisi-
lano, y lleva consigo una acidez menor de 30 mg de equi-
valentes de cloruro de hidrógeno por litro susceptible
de ser activada por hidrólisis.

Mediante una sencilla destilación de purifi-
cación continua ó discontinua se obtiene trietoxisilano
absoluto con un rendimiento de aproximadamente 96,7% - re-
ferido al triclorosilano alimentado a la columna -.

En aproximadamente 720 horas de trabajo se
separaron de este modo 3.029 kg de trietoxisilano. Ade-
más de ello se separaron aproximadamente 1.260 Nm³ de
cloruro de hidrógeno puro (aproximadamente 1,76 Nm³/hora)
a través del refrigerante de la parte superior de la co-
lumna, para su nueva utilización.

Ejemplo 3.

Esterificación continua de triclorosilano con
2-metoxietanol para formar tri-2-metoxietoxisilano.

Sobre los platos repartidores superiores de
la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen en
forma líquida de modo continuo aproximadamente 2,2 kg/hora
de una solución al 50% en peso de triclorosilano en
trans-dicloroetileno y aproximadamente 1,86 kg/hora de
2-metoxietanol anhidro. En la parte superior de la co-

5 columna se ajustan en este caso temperaturas entre + 10 y + 22°C, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de 80,5°C. Análogamente a los Ejemplos 1 y 2 la temperatura de la parte inferior de la columna puede ser ajustada por corrección de la dosificación de 2-metoxietanol. A partir del rebosadero de la parte inferior de la columna sale continuamente una solución aproximadamente al 70% de tri-2-metoxietoxisilano en trans-dicloroetileno.

10 La destilación en vacío a través de una columna de 4 platos, siendo recuperado el disolvente en forma susceptible de ser empleado de nuevo - proporciona un rendimiento de aproximadamente 94% - referido al triclorosilano alimentado a la columna - de tri-2-metoxi-
15 etoxisilano absoluto de punto de ebullición 98°C (a 0,2 Torr.).

Como subproducto resulta, con un rendimiento de aproximadamente 4%, tetra-2-metoxietoxisilano de punto de ebullición 134°C (a 0,2 Torr). Además de ello
20 se separa por destilación, para su nueva utilización a través del refrigerante de la parte superior de la columna, cloruro de hidrógeno (aproximadamente 0,5 Nm³/hora).

Ejemplo 4.

25 Esterificación continua de viniltriclorosilano

con etanol para formar viniltrietoxisilano.

5 Sobre los platos repartidores superiores de la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen en forma líquida de modo continuo aproximadamente 3,6 kg/hora de viniltriclorosilano y aproximadamente 3,1 kg/hora de etanol anhidro. En la parte superior de la columna se ajustan en este caso temperaturas entre + 4 y + 24°C, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de 152°C.

10 Análogamente a los Ejemplos 1 a 3, se puede gobernar la temperatura de la parte inferior de la columna mediante corrección de la dosificación de etanol. A partir del rebosadero de la parte inferior de la columna sale continuamente viniltrietoxisilano (punto de ebullición 152°C), que lleva consigo una acidez menor de 30 mg de equivalentes de cloruro de hidrógeno por litro susceptible de ser activada por hidrólisis y menos de 0,1 % de etanol.

20 Mediante una sencilla destilación de purificación continua o discontinua se obtiene viniltrietoxisilano absoluto con un rendimiento de aproximadamente 99% - referido al viniltriclorosilano alimentado a la columna -.

25 A través del refrigerante de la parte superior de la columna de síntesis se separan por destila-

ción para su nueva utilización, además, aproximadamente 1,45 Nm³/hora de cloruro de hidrógeno.

Ejemplo 5.

5 Esterificación continua de tetraclorosilano con etanol para formar tetraetoxisilano.

10 Sobre los platos repartidores superiores de la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen en forma líquida de modo continuo aproximadamente 4,7 kg/hora de tetraclorosilano y aproximadamente 5,1 kg/hora de etanol anhidro. En la parte superior de la columna se ajustan en este caso temperaturas entre + 18 y + 39°C, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de 168,9°C. Análogamente a los Ejemplos 1 a 4 se puede gobernar la temperatura de la parte inferior de la columna por corrección de la dosificación de etanol. A partir del rebosadero de la parte inferior de la columna sale de modo continuo tetraetoxisilano (punto de ebullición 168,7°C) que lleva consigo una acidez menor de 30 mg de equivalentes de cloruro de hidrógeno por litro susceptible de ser activado por hidrólisis y menos de 0,1 % de etanol.

20 Por una sencilla destilación de purificación continua o discontinua se obtiene tetraetoxisilano absoluto con un rendimiento de aproximadamente 98,8% - referido al tetraclorosilano alimentado a la columna -.

A través del refrigerante de la parte superior de la columna de síntesis se separan por destilación para su nueva utilización, además, aproximadamente 2,5 Nm³/hora de cloruro de hidrógeno.

5 En aproximadamente 7.200 horas de trabajo se prepararon de este modo 41.220 kg de tetraetoxisilano.

Ejemplo 6.

Esterificación continua de isobutiltriclorsilano con metanol para formar isobutildimetoxiclorsilano.

10 Sobre los platos repartidores superiores de la columna descrita en el Ejemplo 1, se introducen en forma líquida de modo continuo aproximadamente 1,6 kg/hora de isobutiltriclorsilano y aproximadamente 0,54 kg/hora de metanol anhidro. En la parte superior de la columna se ajustan en este caso temperaturas entre -10 y +18°C, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de 156,2°C. Análogamente a los Ejemplos 1 a 5 se puede gobernar la temperatura de la parte inferior de la columna por corrección de la dosificación de metanol. A partir del rebosadero de la parte inferior de la columna sale de modo continuo isobutildimetoxiclorsilano (punto de ebullición 156°C), que además de ello contiene isobutiltrimetoxisilano (6 hasta 8 %) y algo de isobutilmetoxidiclorosilano.

25 Mediante una sencilla destilación de purifi-

cación continua o discontinua se obtiene isobutildime
toxiclorosilano absoluto con un rendimiento de aproxi
madamente 90% - referido al isobutiltriclorosilano
alimentado a la columna -.

5 A través del refrigerante de la parte supe
rior de la columna de síntesis se separan por desti
lación para la nueva utilización, además, aproximada
mente 0,4 Nm³/hora de cloruro de hidrógeno.

Ejemplo 7.

10 Esterificación continua de triclorosilano
con metanol para formar dimetoxiclorosilano.

Sobre los platos repartidores superiores de
la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen en
forma líquida de modo continuo aproximadamente 4,7
15 kg/hora de triclorosilano y aproximadamente 2,3 kg/hora
de metanol anhidro. En la parte superior de la columna
se ajustan en este caso temperaturas entre -18 y + 2°C,
mientras que en la parte inferior de la columna reina
una temperatura de ebullición de 70,2°C. Análogamente
20 a los Ejemplos 1 a 6 se puede gobernar la temperatura
de la parte inferior de la columna por corrección de la
dosificación de metanol. A partir del rebosadero de la
parte inferior de la columna sale de modo continuo dime
toxiclorosilano (punto de ebullición 69,6°C), que como
25 subproductos contiene aproximadamente 4% de trimetoxisi

lano y aproximadamente 1% de metoxidiclorosilano.

5 Por una sencilla destilación de purificación continua o discontinua se obtiene dimetoxiclorosilano absoluto con un rendimiento de aproximadamente 94% - referido al ¹⁰⁰triclorosilano alimentado a la columna -.

10 A través del refrigerador de la parte superior de la columna de síntesis se separan por destilación para su nueva utilización, además, aproximadamente 0,8 Nm³/hora de cloruro de hidrógeno.

Ejemplo 8.

Esterificación continua de dimetildiclorosilano con etanol para formar dimetildietoxisilano.

15 Sobre los platos repartidores superiores de la columna descrita en el Ejemplo 1 se introducen en forma líquida de modo continuo aproximadamente 1,23 kg/hora de dimetildiclorosilano y aproximadamente 0,87 kg/hora de etanol anhidro. En la parte superior de la columna se ajustan temperaturas entre 2 y 29°C, mientras que en la parte inferior de la columna reina una temperatura de ebullición de aproximadamente 115°C.

20 Análogamente a los Ejemplos 1 a 7, se pueden gobernar la temperatura de la parte inferior de la columna por corrección de la dosificación de etanol. A partir del

25 rebosadero de la parte inferior de la columna sale de

modo continuo dimetildietoxisilano (punto de ebullición 114,6°C), que lleva consigo una acidez menor de 30 mg de equivalentes de cloruro de hidrógeno por litro susceptible de ser activada por hidrólisis.

5

Mediante una sencilla destilación de purificación continua o discontinua se obtiene dimetildietoxisilano absoluto con un rendimiento de aproximadamente 99% - referido al triclorosilano alimentado a la columna -.

10

A través del refrigerante de la parte superior de la columna de síntesis se separan por destilación para su nueva utilización, además, aproximadamente 0,4 Nm³/hora de cloruro de hidrógeno.

15

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, con fecha 5 de Junio de 1974, bajo el N^o P 24 27 085.7, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

REIVINDICACIONES

25

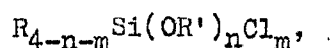
Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de

22.4.75

Patente de Invención, en España, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1a.- Procedimiento continuo para la preparación de alcoxisilanos de la fórmula general

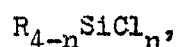
5



10

en la que R representa hidrógeno o radicales alcoholo de 1 a 12 átomos de carbono saturados o insaturados, eventualmente clorados; y R' representa radicales alcoholo de 1 a 11 átomos de carbono, que eventualmente contienen heteroátomos tales como O ó S en la cadena; m puede adoptar valores entre 0 y 3; y n puede adoptar valores entre 1 y 4 y $n + m$ debe ser ≤ 4 , por esterificación directa de clorosilanos de la fórmula general

15



20

en la que R y n tienen los significados antes mencionados, con alcoholes, caracterizado porque se alimentan los participantes en la reacción, eventualmente disueltos en un disolvente, a través de conducciones de aportación separadas volumétricamente entre sí, de modo simultáneo, en forma líquida, en la proporción molar estequiométrica necesaria para el grado de esterificación deseado, por la parte superior de un sistema de aparatos de destilación de columnas, que consta de alambique

25

de destilación calentado y de una columna, con parte de refrigeración a baja temperatura colocada encima, porque el éster formado en fase líquida, eventualmente en mezcla con el disolvente, es separado por destilación en la columna, de modo continuo, del cloruro de hidrógeno retirado a través de la parte superior de dicha columna, y porque el producto del alambique hirviendo es hecho salir continuamente desde un rebosadero.

5
10
2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la temperatura del éster que se encuentra en el alambique de destilación es mantenida constante a la temperatura de ebullición del éster deseado.

15
3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque en el caso de utilizarse un disolvente la temperatura de la mezcla que se encuentra en la columna de destilación se mantiene constante en el margen en el que hierve la mezcla de éster deseado y de disolvente, mantenida en la proporción constante.

20
4^a.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a, caracterizado porque la mezcla de los dos participantes en la reacción que han de reaccionar se añade dosificadamente en forma líquida a los platos superiores de la columna de destilación.

25
5^a.- Procedimiento continuo para la prepara-

ción de alcoxisilanos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

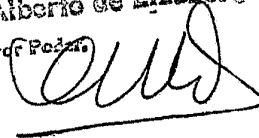
5

Madrid,

-4 JUN. 1975

P.A.

Alberto de Elzaburu
Pdr Fedm.



22.4.75
IAG/