

23 DIC. 1975

P.- 61.066

HA Patente

Oz 74 122

A1 443798 770416 COFF 7/12

Int. No. 4070

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT

entidad alemana

con domicilio en 521 Troisdorf, Bez. Köln, República
Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE β - CLOROETIL
TRICLOROSILANO"

12 ENE. 1976

GOBIERNO FEDERAL

POOR
QUALITY

1 El presente invento trata de un procedimiento para la preparación de β -cloroetiltriclorosilano, por hidroclicloración de viniltriclorosilano en presencia de un catalizador.

5 Es sabido que en la reacción de viniltriclorosilano con ácido clorhídrico se forma β -cloroetiltriclorosilano. Incluso cuando se utilizan ácidos de Lewis en calidad de catalizadores se establece en este caso un equilibrio a temperaturas de reacción entre 120 y 150°C, y como
10 consecuencia de ello sólo se obtienen pequeños rendimientos de β -cloroetiltriclorosilano. Los rendimientos máximos se encuentran en valores de 47%. Además de ello resultan cantidades no insignificantes de tetraclicloruro de silicio y α -cloroviniltriclorosilano (Ind. & Eng. Chem. 45 (1.953), páginas 367-374).

15 También se intentó ya desplazar esta reacción de equilibrio en mayor grado en dirección al β -cloroetiltriclorosilano, llevando a cabo esta reacción entre 0 y 60°C con utilización de presión. De modo correspondiente al principio
20 de Le Chatelier se pudo aumentar de este modo el rendimiento hasta como máximo 95% (DT-OS 2.242.773).

25 Se ha encontrado ahora un procedimiento para la preparación de β -cloroetiltriclorosilano por reacción de viniltriclorosilano con ácido clorhídrico, a temperatura elevada en presencia de ácidos de Lewis en calidad de cata-

1 lizadores, el cual está caracterizado porque la reacción
se lleva a cabo en el margen de temperaturas entre 30 y
65°C a presión normal, siendo empleado el catalizador en
cantidades de 1,0 a 15% en peso, referido al viniltriclo
5 rosilano empleado.

Sorprendentemente, cuando se utilizan estos pa-
sos específicos del procedimiento se obtienen rendimientos
casi cuantitativos de β -cloroetiltriclorosilano. Este resul-
tado es sorprendente, toda vez que de acuerdo con el prin-
10 cipio de Le Chatelier se hubiera tenido que esperar que en
el caso de la reacción de un gas (HCl) con un compuesto de
bajo punto de ebullición ($\text{CH}_2=\text{CHSiCl}_3$) a la presión normal
los rendimientos tendrían que ser menores que en el caso de
utilizarse presión.

15 En la reacción de acuerdo con el invento no resul-
ta prácticamente ningún subproducto, si se trabaja en el mar-
gen de temperaturas entre 30 y 45°C; el grado de conversión
es completo con una concentración de catalizador superior
a 2,5%. A temperaturas más elevadas resulta como subproducto
20 solamente SiCl_4 en cantidades por debajo de 2% en peso. Este
 SiCl_4 puede ser separado fácilmente por destilación del clo-
roetiltriclorosilano descado.

Como presión normal en el sentido en que lo entien-
de el inventor debe entenderse la presión atmosférica que
25 reina en cada caso, pudiendo tolerarse sin ningún inconve-

1 niente pasar por encima o por debajo de estos valores dentro
de unos límites de aproximadamente 5%.

Según el invento, la presión normal, dependiendo
de las condiciones atmosféricas reinantes puede encontrarse
5 por consiguiente entre aproximadamente 740 y 790 mm de Hg.

Como catalizadores se emplean ácidos de Lewis, que
también eran utilizados en los modos de procedimiento hasta
ahora conocidos. Como tales entran en consideración entre
otros los cloruros de aluminio, hierro, fósforo, antimonio,
10 zinc y estaño, los bromuros de aluminio, hierro y fósforo,
así como trifluoruro de boro y pentafluoruro de antimonio. Ca-
talizadores preferidos son cloruro de aluminio y cloruro de
hierro trivalente.

Si el catalizador se emplea en cantidades por en-
15 cima de 10%, aparece en grado creciente, especialmente a
temperaturas por encima de 50°C, la formación de SiCl_4 . La
concentración preferida de catalizador se encuentra entre
2,0 y 6,0% en peso referido al viniltriclorosilano empleado.

El β -cloroetiltriclorosilano es un producto interme-
20 dio técnicamente importante, a partir del cual se pueden pre-
parar productos derivados del mismo que encuentran utiliza-
ción en la química agrícola y como agentes favorecedores de
adherencia.

Ejemplo 1 (ejemplo comparativo)

25 Un matraz de cuatro bocas de doble envolvente, de

1 vidrio, con 2 litros de capacidad, que está provisto de
agitador, refrigerante de reflujo, termómetro y tubo para
introducción de gases, es llenado con 830 g (5,1 moles) de
5 viniltriclorosilano y 20 g de $AlCl_3$ anhidro. A través del
tubo para introducción de gases se introduce cloruro de hi-
drógeno y la temperatura se mantiene en 20°C con ayuda de un
termostato. Después de que en el espacio de 3 horas se hu-
bieron introducido en total 200 g (5,5 moles) de HCl, se in-
10 terrumpió el ensayo y el líquido de reacción se analizó por
cromatografía gaseosa. Solo 3% en peso del viniltriclorosi-
lano había reaccionado para formar β -cloroetiltriclorosi-
lano.

Ejemplos 2 y 3

15 En el mismo sistema de aparatos que en el ejemplo 1
se hicieron reaccionar las mismas cantidades de viniltriclo-
rosilano y cloruro de hidrógeno que en el Ejemplo 1 utilizan
do también 20 g de $AlCl_3$. La realización del ensayo fué la
misma que en el ejemplo 1 con la única excepción de que la
temperatura fué mantenida constante en un primer caso a 40°C
20 y en un segundo caso a 60°C. Los resultados se deducen de la
siguiente tabla.

	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Temperatura de reacción (°C).	40	60
Tiempo de reacción (horas)	2	2
Contenido de β -cloroetiltricloro- 25 silano en el producto final	100	98,7

1 Ejemplos 4 a 9

Análogamente al ejemplo 1 se hicieron reaccionar con cloruro de hidrógeno las cantidades allí indicadas de viniltriclorosilano. Se hicieron variar solamente la temperatura de reacción y la cantidad de catalizador. Los resultados están recopilados en la siguiente tabla.

Ejemplo

	4	5	6	7	8	9
Contenido de $AlCl_3$ (% en peso)	1,5	1,5	5,0	5,0	10,0	10,0
Tiempo de reacción (horas)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Temperatura de reacción °C.	40	60	40	60	40	60
Análisis del producto final:						
a) $ClCH_2-CH_2-SiCl_3$ (% en peso)	88,8	99,7	100	98,3	99,9	98,2
b) $SiCl_4$ (% en peso)	-	0,3	-	1,7	0,1	1,7
c) $CH_2=CH-SiCl_3$ (% en peso)	11,2	-	-	-	-	-

La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, el 24 de Diciembre de 1974, bajo el N° P 24 61 480.0, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1*.- Procedimiento para la preparación de β -
-cloroetiltriclorosilano por reacción de viniltriclorosi
lano con HCl en presencia de ácidos de Lewis a temperatu
ras elevadas, caracterizado porque la reacción se lleva
5 a cabo a presión normal, entre 30 y 65°C, empleándose
los ácidos de Lewis en cantidades de 1,0 a 15% en peso,
referido al viniltriclorosilano empleado.

2*.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque en calidad de ácido de Lewis se em
10 plea $AlCl_3$ anhidro.

3*.- Procedimiento para la preparación de β -
-cloroetiltriclorosilano.

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

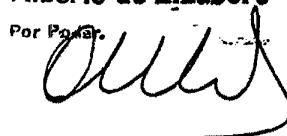
Esta Memoria consta de siete hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 23 DIC. 1975

P.A.

20 Alberto de Eizaburu

Por P. A.



3-9-75

- 7 -

lfg.