



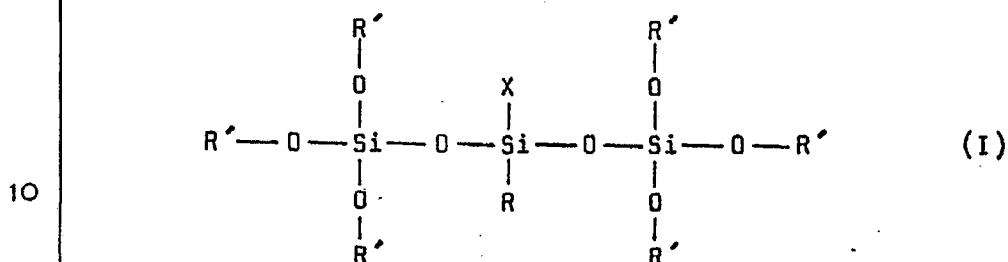
19 ES	21	NUMERO 43 1087	20 A 1
	22	FECHA DE PRESENTACION 20.9.76	

P.- 63.797

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO 616.437	32 FECHA 24.9.75	33 PAIS EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07F	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "UN METODO PARA PREPARAR COMPUESTOS DE OXISILANO HALOGENADOS"		
71 SOLICITANTE (S) OLIN CORPORATION		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 27 Winchester Avenue, New Haven, Connecticut 06504, Estados Unidos de América		
72 INVENTOR (ES) Karl Otto Knollmueller		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ		

1 La presente invención se refiere a compuestos
de oxisilano halogenados y a su preparación. Más particular
mente, la presente invención se refiere a compuestos de al-
coxisilano halogenados, y a su preparación, teniendo los
5 compuestos la fórmula general:



15 donde X es un halógeno, R es hidrógeno, un alcoholo, alque-
nilo, arilo o aralcoholo, y cada R' está seleccionado inde-
pendientemente del mismo grupo que R, con la condición de
que al menos una mayoría de los radicales R' son grupos al-
coholo con impedimento estérico que tienen por lo menos 3
átomos de carbono. Esta fórmula general (I) puede escribir-
se también, en forma abreviada, $RSi[OSi(OR')_3]_2X$, donde X,
20 R y R' son como ya se han definido.

Los ésteres de silicato, silanos, silanoles,
oxisilanos y oxisilanoles son muy conocidos por su utilidad
como fluidos funcionales, y muchos de estos compuestos se
han propuesto para uso como fluidos de transmisión de ca-
25 lor, fluidos hidráulicos, fluidos de frenos, fluidos de
transmisión, y similares. Se describen ahora compuestos de
alcoxisilano halogenados que pueden usarse como compuestos
intermedios en la preparación de diversos nuevos compuestos
de alcoxisilano y alcoxisilanol que tienen propiedades de -
30 seables como fluidos funcionales, y se describen de modo

1 más detallado en la solicitud de patente española Nº
451.688 y en la solicitud de patente de EE.UU. Nº 616.439
(1976). Las descripciones de estas dos solicitudes se incor-
poran aquí como anterioridad. Los compuestos intermedios de
5 la presente invención son compuestos de alcoxisilano haloge-
nados que son compuestos equilibrados de silicio-oxígeno de
la fórmula (I) mostrada anteriormente. Morgan y otros, en
The Journal of The American Chemical Society, Vol. 73,
pags. 5193-5 (1951) describieron compuestos que se cree son
10 los compuestos de la técnica anterior más próximos al tipo
de compuestos en racimo que pueden prepararse con los com-
puestos intermedios de la presente invención, pero los com-
puestos de Morgan y otros se diferencian en que están cen-
trados en un átomo de silicio completamente rodeado por áto-
15 mos de oxígeno.

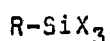
Como se ha dicho, los compuestos de la presen-
te invención son los representados por la fórmula (I) ante-
rior en la que X es un halógeno. El halógeno puede ser F,
Cl, Br ó I, y deseablemente es Cl, Br ó I, y preferiblemen-
20 te Cl. El sustituyente R mostrado en la fórmula (I) es hi-
drógeno, un alcoholilo, alquenilo, arilo o aralcoholilo. Desea-
blemente, R es hidrógeno, un alcoholilo o alquenilo que tiene
alrededor de 1 a alrededor de 18 átomos de carbono, o un
arilo o aralcoholilo que tiene aproximadamente 6 a aproxima-
25 damente 24 átomos de carbono. Preferiblemente, R es hidróge-
no, un alcoholilo que tiene alrededor de 1 a alrededor de 8
átomos de carbono, o un arilo o aralcoholilo que tiene alre-
dedor de 6 a alrededor de 14 átomos de carbono. En la fór-
mula (I), cada R' está seleccionado independientemente del
30 mismo grupo que R, con la condición de que al menos una ma-

1 yoría de los radicales R' son grupos alcohol con impedimen
to estérico que tienen al menos 3 átomos de carbono. Los
grupos R' deseados y preferidos son los mismos que para R,
sujetos a la condición antedicha. Es deseable que al menos
5 una mayoría de los radicales R' sean grupos alcohol con
impedimento estérico que tienen de aproximadamente 3 a
aproximadamente 24 átomos de carbono, y preferiblemente al-
rededor de 4 a alrededor de 12 átomos de carbono. Grupos
alcohol con impedimento estérico quiere decir radicales
10 alcohol que contribuyen a la estabilidad hidrolítica de
la molécula, es decir, que inhiben la reacción del agua con
los enlaces silicio-oxígeno o carbono-oxígeno de la molécu
la. Son ejemplos de radicales alcohol con impedimento es-
térico los radicales alcohol primarios no lineales que tie
15 nen una cadena lateral en posición beta de al menos 2 áto-
mos de carbono, los radicales alcohol secundarios y los
radicales alcohol terciarios. Los grupos alcohol con im-
pedimento estérico particularmente útiles incluyen el sec-
-butilo, isobutilo, 2-etil-butilo, 2-etilpentilo, 3-etil-
20 -pentilo, 2-etil-hexilo, 3-etilhexilo, y 2,4-dimetil-3-pen-
tilo, etc.

En el método de preparación de los compuestos
intermedios de alcoxisilano halogenados de la presente in-
vención, un trihalosilano se hace reaccionar con un trihal-
25 coxisilanol en presencia de una base aceptora de halogenuro
de hidrógeno, y opcionalmente un disolvente.

El trihalosilano usado en el método de prepara-
ción de los compuestos de la presente invención es un triha-
losilano sustituido de fórmula

30



(II)

1 donde X y R son como se han definido antes.

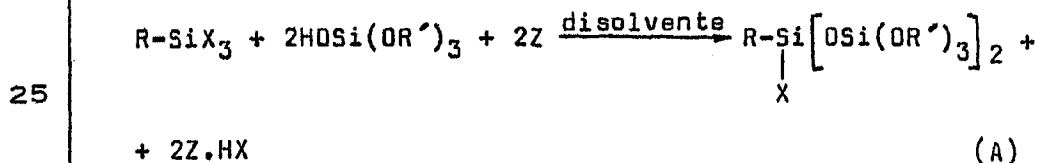
El trihalosilano de la fórmula (II) anterior se hace reaccionar con un trialcoxisilanol con grupos alcoxi con impedimento estérico, y está representado por la
5 fórmula:



donde R' es como se ha definido anteriormente.

El trihalosilano y el trialcoxisilanol se hacen reaccionar en presencia de un compuesto básico aceptor de halogenuro de hidrógeno. El aceptor puede ser cualquier
10 compuesto que acepte halogenuro de hidrógeno y de este modo activa la formación de los compuestos intermedios de la presente invención, siguiendo la ecuación que se muestra más adelante. Entre los aceptores preferidos están los com-
15 puestos básicos orgánicos terciarios nitrogenados que tienen al menos 3 átomos de carbono, por ej. las alcoholo inferior- y aril-aminas terciarias tales como la trietilamina, tributilamina, así como la piridina, la piridina sustituida, la N,N'-dimetilanilina, etc.

20 La reacción que tiene lugar durante la formación de los compuestos de la presente invención, usando los reaccionantes anteriores, puede representarse por la ecuación siguiente:



25 donde Z es la base aceptor de halogenuro de hidrógeno y los demás reaccionantes se han descrito anteriormente, y el producto es el alcoxisilano halogenado de la presente
30 invención.

1 La ecuación (A) anterior sugiere que la reac-
ción principal del método de preparación de los compuestos
de la presente invención puede efectuarse en un disolven-
te. Aunque el disolvente no es necesario, sirve para mode-
5 rar la velocidad de reacción y mejorar con ello finalmente
la separación del aceptor α -halogenuro de hidrógeno HX del
compuesto producido. El disolvente usado puede ser cual --
quier disolvente no protónico que disuelva a los reaccionan-
tes y no interfiera con la reacción de la Ecuación (A). En-
10 tre los disolventes que pueden usarse están el benceno, to-
lueno, xileno, éter de petróleo de alto punto de ebulli --
ción, otros éteres tales como el tetrahidrofurano, y simi-
lares.

 Al hacer reaccionar los constituyentes ante-
15 riores según el método de la presente invención, en general
se usan alrededor de 1,5 a alrededor de 4, y preferiblemen-
te alrededor de 1,8 a alrededor de 2,5 moles del trialcoxi-
silanol por mol de trihalosilano. La base aceptora de halo-
genuro de hidrógeno se usa ventajosamente en una cantidad
20 estequiométrica basada en la cantidad de trihalosilano usa-
do, por ej, unos 2 moles de aceptor por mol de trihalosila-
no. En general se usan alrededor de 1,5 a alrededor de 4 mo-
les, y preferiblemente alrededor de 1,8 a alrededor de 2,5
moles del aceptor por mol de trihalosilano. El disolvente
25 total usado en la reacción es sólo cuestión de elección, y
no es crítico para la reacción, aunque se consiguen buenos
resultados si se usan unos 20 moles a unos 80 moles, y pre-
feriblemente alrededor de 40 a alrededor de 60 moles de di-
solvente por mol de trihalosilano. En general, pueden usar-
30 se alrededor de 0,3 a alrededor de 6 partes de disolvente

1 por parte en peso de reaccionantes totales, y preferiblemen
te alrededor de 1 a alrededor de 6 partes de disolvente por
parte en peso de reaccionantes totales.

Los reaccionantes mostrados en la Ecuación (A)
5 anterior reaccionan en muy breve período de tiempo, y se
obtiene una cantidad importante de producto de reacción en
cuestión de minutos. Como, en la mayoría de los casos, la
reacción tiene lugar en este corto período de tiempo, y co-
mo el producto obtenido puede permanecer en la mezcla de
10 reacción durante largos períodos de tiempo, no es crítico
el tiempo de permanencia implicado en la reacción. No obs-
tante, para lograr una producción comercial económica, pue-
de dejarse que la reacción transcurra hasta que se obtiene
una cantidad sustancial del compuesto intermedio deseado,
15 por ej. al menos unos 20 minutos. Es deseable, desde el pun-
to de vista económico, dejar que la reacción anterior trans-
curra durante al menos alrededor de 1/2 hora a unas 24 ho-
ras o incluso más; preferiblemente unas 2 horas a unas 12
horas, para lograr un rendimiento comercialmente útil. La
20 mezcla de reacción que contiene el compuesto intermedio pue-
de usarse después en forma de mezcla o puede someterse a
técnicas de purificación y separación.

La reacción representada por la Ecuación (A)
puede efectuarse a temperaturas muy bajas, a temperatura
25 ambiente, o incluso a temperaturas muy altas, siempre que
no haya efecto perjudicial para los reaccionantes o produc-
tos. Así pues, la reacción puede realizarse a desde -30°C
hasta la temperatura de reflujo del constituyente de infe-
rior punto de ebullición, pero preferiblemente se efectúa
30 a alrededor de 0°C a alrededor de 100°C. En una realización

1 discontinua preferida del método, la reacción se empieza a
baja temperatura, por ej. entre -10°C y 20°C , para reducir
al mínimo las pérdidas de trihalosilanos volátiles, y se
5 completa a una temperatura más alta, para llevar a la reac-
ción productora del compuesto intermedio tan adelante como
sea posible hasta ser completa. Naturalmente, puede emplear
se una operación continua con una serie de reactores en la
que el primer reactor se mantiene a la temperatura inferior,
y cada reactor siguiente tiene una temperatura incremental-
10 mente superior, hasta llevar a su finalización a la reac-
ción productora del compuesto intermedio. En cualquier ca-
so, los compuestos de alcoxisilano halogenado pueden mante-
nerse en la mezcla de reacción o pueden separarse de la mez-
cla de producto por medio de filtraciones, destilaciones u
15 otras técnicas de separación convencionales, y el sistema
particular de separación elegido depende simplemente de la
pureza deseada para el producto final y de su aplicación
final.

Los compuestos de alcoxisilano halogenados, co-
20 mo se ha dicho, pueden usarse como compuestos intermedios
en la producción de fluidos funcionales de silano y silanol
tales como los que se describen en las solicitudes también
en tramitación antes citadas, así como en la preparación de
otros productos útiles que contienen silano.

25 Como ilustración de la utilidad de los compues-
tos de la presente invención, un compuesto de alcoxisilano
halogenado de la presente invención puede hacerse reaccio-
nar con agua y convertirse en un compuesto de alcoxisilanol
en racimo, según la ecuación siguiente:

30

1 licio están adecuadamente protegidos por el número importan
te de grupos alcoholilo con impedimento estérico que tiene al
menos 3 átomos de carbono, y ésto asegura la protección con
tra el ataque por el agua. Así, se ha encontrado que los
5 compuestos en racimo obtenidos tienen buena estabilidad hi-
drolítica, buenas propiedades lubricantes y bajos índices
de viscosidad ASTM, teniendo muchos de ellos puntos de flui-
dez crítica inferiores a -40°C .

Los ejemplos siguientes ilustran varias reali-
10 zaciones de la presente invención, pero no ha de considerarse
se que la invención se limita a ellos.

Ejemplo 1

15 Un matraz de un litro se equipa con un calenta-
dor, agitador, condensador de reflujo, termómetro y un em-
budo de decantación equilibrado. Para impedir que entre la
humedad, el condensador de reflujo se provee en su extremo
superior de un tubo de CaCl_2 , al mismo tiempo que se hace
20 pasar a través del aparato, por el embudo de decantación
equilibrado, una corriente lenta de nitrógeno seco. Se in-
troducen en el matraz 142,3 gramos (0,538 moles) de un
trialcoxisilanol que tiene la fórmula $\text{OHSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3$,
42,6 gramos (0,538 moles) de piridina como base aceptora,
25 y 300 ml. de disolvente de benceno. En el embudo de decan-
tación se coloca una disolución de 40,2 gramos (0,269 mo-
les) de un trihalosilano que tiene la fórmula CH_3SiCl_3 en
90 ml. de benceno. El contenido del matraz se pone a una
temperatura inicial de 15°C , y la disolución de trihalosila-
30 no se añade gota a gota, a tal velocidad que se mantiene la

1 temperatura inicial de 15°C. Una vez completada la adición,
el contenido del matraz se agita durante unos 30 minutos, y
después se calienta a 55°C y se mantiene a esa temperatura
durante unas 5 horas. Después se deja que el contenido del
5 matraz se enfríe hasta temperatura ambiente y se deja repo-
sar durante unas 12 horas.

La mezcla producto contiene alrededor de 110
gramos de un compuesto de alcoxisilano halogenado de la pre-
sente invención, que tiene un punto de ebullición de alrede-
10 dor de $152 \pm 1^\circ\text{C}$ a 0,01 mm de Hg y que tiene la fórmula:
 $\text{CH}_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3]_2\text{Cl}$.

Ejemplo 2

15 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con
los constituyentes y las cantidades siguientes:

247,5 gramos (0,936 moles) de $\text{HOSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3$,

74,1 gramos (0,936 moles) de piridina en 400
ml. de benceno,

20 98,9 gramos (0,468 moles) de $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiCl}_3$ en 100
ml. de benceno.

La reacción se efectúa inicialmente a 10°C y
después se completa a 55°C durante 12 horas. La mezcla de
producto resultante contiene alrededor de 205 gramos de un
25 compuesto de alcoxisilano clorado que tiene un punto de ebu-
llición de aproximadamente $175 \pm 1^\circ\text{C}$ a unos 0,07 mm Hg y
que tiene la fórmula $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}[\text{OSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3]_2\text{Cl}$.

30

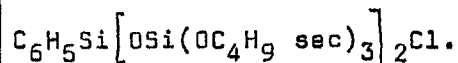
Ejemplo 3

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, con los constituyentes y las cantidades siguientes:

127,5 gramos (0,481 moles) de $\text{HOSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3$,
63,1 gramos (0,797 moles) de piridina en 600 ml de benceno,

50 gramos (0,236 moles) de un compuesto de fenil-clorosilano que tiene la fórmula $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiCl}_3$ en 60 ml. de benceno.

La reacción inicial se efectúa a 16°C según el Ejemplo 1, y la mezcla se calienta después a 55°C durante unas 15 horas. La mezcla de producto obtenida contiene más de 100 gramos de un compuesto de la presente invención que tiene la fórmula:

Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra la utilidad del compuesto obtenido por medio del Ejemplo 3. La mezcla de producto obtenida en el Ejemplo 3 se hace pasar primero a través de un filtro para separar el subproducto de clorhidrato de piridina contenido en ella. Después, el filtrado de la fase de benceno se agita durante una hora con 300 ml, de agua para hidrolizar los enlaces Si-Cl a enlaces SiOH, sobre las moléculas del compuesto intermedio $\text{C}_6\text{H}_5\text{Si}[\text{OSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3]_2\text{Cl}$ de la mezcla de producto. Después, la mezcla de producto se lava con agua hasta que está sustancialmente exenta de Cl^- , y después se seca sobre CaCl_2 y MgSO_4 durante 5 horas. Des-

1 pués, la mezcla se filtra y se rectifica a vacío para obtener una mezcla bruta de producto de unos 153 gramos.

El fraccionamiento de la mezcla bruta de producto produce 113,2 gramos (73,9% de rendimiento) de un compuesto en racimo de alcoxisilanol que tiene la fórmula
5 $C_6H_5Si[OSi(OC_4H_9 \text{ sec})_3]_2OH$. Se comprueba que el compuesto tiene un punto de ebullición de alrededor de $164^{\circ}C \pm 1,5^{\circ}C$ a un vacío de alrededor de 0,05 a 0,07 mm de Hg. El compuesto tiene la fórmula empírica $C_{30}H_{60}O_9Si_3$.

10 Análisis, calculado: C 55,5%; H 9,3%; Si 12,98%.

Encontrado: 55,51% 9,4% 12,99%.

El grupo OH se confirma por análisis IR. Se encontró que la viscosidad del compuesto es de 4095 centistokes a $-40^{\circ}C$, 21,12 centistokes a $37,7^{\circ}C$, y 3,71 centistokes a $100^{\circ}C$. El
15 índice ASTM es de 0,81 y la señal de desgaste es de 0,76 mm. El tanto por ciento de sólidos que quedan después del ensayo de hidrólisis es 0,05%. Estas propiedades físicas demuestran que el compuesto en racimo es un fluido funcional muy bueno.

20

Ejemplo 5

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, pero usando los constituyentes y las cantidades siguientes:

25 104,14 gramos (0,394 moles) de $HOSi(OC_4H_9 \text{ sec})_3$,

43,6 gramos (0,55 moles) de piridina en 400 ml. de benceno,

21,2 gramos (0,132 moles) de un alquenil-cloro silano de fórmula $C_2H_3SiCl_3$ en 80 ml. de benceno.

30 La reacción inicial se efectúa a unos $60^{\circ}C$ du-

1 rante alrededor de 1/2 hora, y después la mezcla de reac -
ción se calienta a 55°C y se mantiene a esa temperatura du-
rante unas 12 horas. Después se deja enfriar la mezcla de
producto hasta la temperatura ambiente. Se encuentra que la
5 mezcla de producto contiene unos 40 gramos de un compuesto
de la presente invención que tiene la fórmula
$$\text{C}_2\text{H}_3\text{Si} \left[\text{OSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3 \right]_2\text{Cl}.$$

Ejemplo 6

10

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 usan-
do los constituyentes y las cantidades que siguen:

142,3 gramos (0,538 moles) de $\text{HOSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3$,

42,6 gramos (0,538 moles) de piridina en 300

15 ml. de benceno,

40,22 gramos (0,269 moles) de CH_3SiCl_3 en 80

ml. de benceno.

El trialcoxisilanol y la piridina en disolven-
te de benceno se combinan y se enfrían, con agitación, has-
20 ta unos 0°C a 5°C. El triclorosilano se añade a la mezcla
enfriada gota a gota en un período de una hora. Después se
deja que la mezcla de reacción llegue a la temperatura am-
biente, y se calienta después a 80°C, y se mantiene a 80°C
durante unas 12 horas. La mezcla de reacción que contiene
25 el producto se enfría después hasta la temperatura ambiente
y se filtra. Se separa por filtración un precipitado de pi-
ridina.HCl, y el filtrado se somete a rectificación bajo va-
cío para separar el benceno. La mezcla de producto resultan-
te se mezcla con 200 ml. de hexano y 100 ml. de éter distí-
30 lico para extraer cualquier sólido de piridina.HCl restante.

1 La disolución turbia se agita durante 30 minutos con 2 gra-
mos de $MgSO_4$ y 5 gramos de tierra de infusorios para coagu-
lar cualquier piridina.HCl residual. Por filtración y des-
tilación bajo vacío de los disolventes se obtienen unos
5 156,4 gramos de una disolución transparente. Este producto
se fracciona, y se obtienen, a alrededor de $152^{\circ}C \pm 1^{\circ}C$ y
0,1 mm de Hg, unos 110,6 gramos de un compuesto de la pre-
sente invención que tiene la fórmula
 $CH_3Si [OSi(OC_4H_9 sec)_3]_2Cl$ (rendimiento: 67%).

10

Ejemplo 7

Se repite la reacción del Ejemplo 6, usando el
mismo equipo pero un orden de adición invertido.

15

En el matraz de tres bocas se introducen
88,66 g (0,593 moles) de CH_3SiCl_3 en 500 ml. de benceno. En
el embudo de decantación se pone una mezcla de
313,7 gramos (1,186 moles) de
 $HOSi(OC_4H_9 sec)_3$,

20

93,89 gramos (1,186 moles) de piridina en 200
ml. de benceno.

25

Mientras se agita el CH_3SiCl_3 a $-10^{\circ}C$, se aña-
de lentamente la disolución de silanol/piridina. Durante la
adición del último tercio del volumen, se deja que la tem-
peratura se mantenga alrededor de $0^{\circ}C$. La mezcla se calien-
ta lentamente y se añaden 300 ml. más de benceno para faci-
litar la agitación de la piridina.HCl. La mezcla de reac-
ción se calienta a $60^{\circ}C$ durante la noche. Por filtración se
obtienen 137 gramos (1,186 moles) de piridina.HCl. Separán-
do el benceno y clarificando la disolución con 400 ml. de

30

1 hexano y 200 ml. de éter dietílico, en presencia de tierra
de infusorios y un agente desecante, se recuperan unos
350,5 gramos de producto bruto, tras filtración y destila-
ción de los disolventes bajo vacío. El fraccionamiento a
5 vacío del producto bruto en una columna Vigreux de 30 cm.
produce unos 273,8 gramos de un compuesto de la presente
invención que tiene la fórmula $\text{CH}_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{OC}_4\text{H}_9 \text{ sec})_3]_2\text{Cl}$,
con un rendimiento de 76,3%.

10

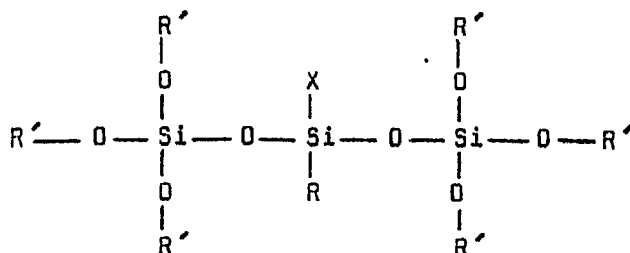
- REIVINDICACIONES -

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 que se re-
cogen en las reivindicaciones siguientes:

1a.- Un método para preparar compuestos de
oxisilano halogenados de fórmula:

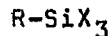
20



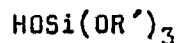
25

donde X es un halógeno, R es hidrógeno, un alcoholo, alque-
nilo, arilo o aralcoholo, y cada R' es, independientemente,
un grupo seleccionado del mismo grupo que R, con la condi-
ción de que al menos una mayoría de los radicales R' son
grupos alcoholo con impedimento estérico que tienen al me-
30 nos 3 átomos de carbono, que comprende hacer reaccionar un

1 trihalosilano de fórmula



donde X y R son como se han definido antes, con unos 1,5 a
unos 4 moles de un trialcoxisilanol por mol de trihalosila-
5 no, teniendo dicho trialcoxisilanol la fórmula



donde R' es como se ha definido antes, en presencia de al-
rededor de 1,5 a alrededor de 4 moles de un compuesto bási-
co aceptor de halogenuro de hidrógeno, por mol de trihalosi-
10 lano, para producir una mezcla de reacción que contiene el
compuesto deseado, efectuándose dicha reacción a alrededor
de -30°C hasta alrededor de la temperatura de reflujo del
constituyente de la mezcla de reacción que tiene el punto
de ebullición más bajo.

15 2a.- Un método según la reivindicación 1a, en
el que X es F, Cl, Br ó I.

3a.- Un método según la reivindicación 1a, en
el que X es Cl, Br ó I; R es hidrógeno, un alcohol o alque-
nilo que tiene aproximadamente 1 a aproximadamente 10 áto-
20 mos de carbono, o un arilo o aralcoholo que tiene aproxima-
damente 6 a aproximadamente 24 átomos de carbono, y cada R'
está seleccionado independientemente del mismo grupo que
R, con la condición de que al menos una mayoría de los radi-
cales R' son grupos alcohol con impedimento estérico que
25 tienen de alrededor de 3 a alrededor de 24 átomos de carbo-
no.

4a.- Un método según la reivindicación 3a, en
el que R es hidrógeno, un alcohol que tiene de alrededor
de 1 a alrededor de 8 átomos de carbono, o un arilo o aral-
30 cohilo que tiene de alrededor de 6 a alrededor de 14 átomos

1 de carbono, y en el que cada R' está seleccionado independientemente del mismo grupo que R, con la condición antedicha.

5 5a.- Un método según la reivindicación 3a, en el que X es Cl y en el que la mayoría de los radicales R' son grupos alcohilo con impedimento estérico que tienen de alrededor de 4 a alrededor de 12 átomos de carbono.

10 6a.- Un método según la reivindicación 3a, en el que se usan alrededor de 3 a alrededor de 6 moles del trialcoxisilanol por mol de trihalosilano.

7a.- Un método según la reivindicación 6a, en el que se usan alrededor de 3 a alrededor de 6 moles del compuesto básico aceptor de halogenuro de hidrógeno por mol de trihalosilano.

15 8a.- Un método según la reivindicación 7a, en el que dicha reacción se efectúa a 0°C a 100°C.

9a.- "UN METODO PARA PREPARAR COMPUESTOS DE OXISILANO HALOGENADOS".

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

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

Madrid,

P.A.

20. SET. 1977

Fernando de Eizaburu
Por Poder.

25

30

FMM.