



19	ES	11	NUMERO	1431000	10	A1
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION	20-9-76		

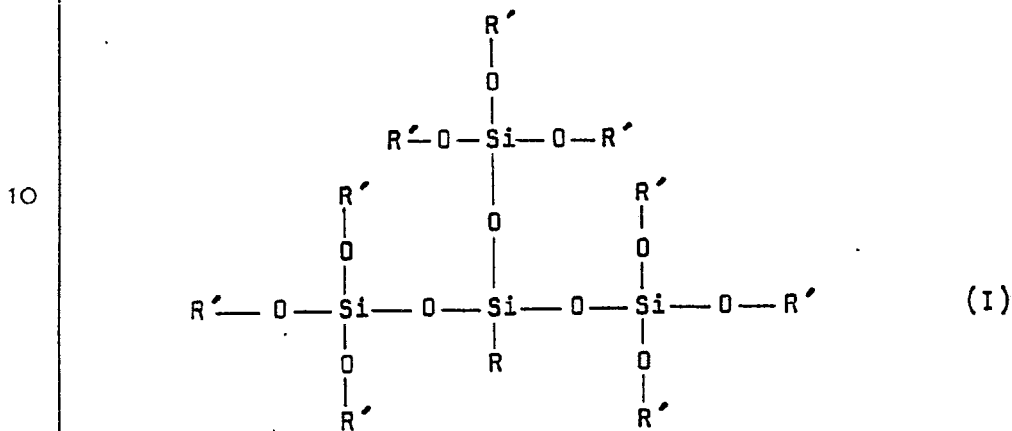
PATENTE DE INVENCION

P.- 63.798
C-6632
USSN 616, 438

30 PRIORIDADES:		32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO			
616.438		24-9-75	EE.UU.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA	
	C07F		
64 TITULO DE LA INVENCION			
"UN METODO DE PREPARACION DE COMPUESTOS DE OXISILANO"			
71 SOLICITANTE (S)			
OLIN CORPORATION			
DOMICILIO DEL SOLICITANTE			
275 Winchester Avenue, New Haven, Connecticut 06504, Estados Unidos de América.			
72 INVENTOR (ES)			
Karl Otto Knollmueller			
73 TITULAR (ES)			
74 REPRESENTANTE			
DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ			

lfg

1 La presente invención se refiere a nuevos com-
 puestos de oxisilano y a su preparación. Más particularmen-
 te, la presente invención se refiere a nuevos compuestos en
 racimo de alcoxisilano, y a su preparación, teniendo los
 5 compuestos la fórmula general:



15 donde R es hidrógeno, un alcoholo, alquenilo, arilo o aral-
 cohilo, y cada R' está independientemente seleccionado del
 mismo grupo que R, con la condición de que al menos la ma-
 yoría de radicales R' sean grupos alcoholo con impedimento
 20 estérico que tengan al menos 3 átomos de carbono. Esta fór-
 mula general (I) puede escribirse también, en forma abre-
 viada, como $\text{RSi}[\text{OSi}(\text{OR}')_3]_3$, donde R y R' son como se han
 definido.

25 Los ésteres de silicato, silanos y oxisilanos
 son bien conocidos por su utilidad como flúidos funciona-
 les, y muchos de estos compuestos han sido propuestos como
 flúidos de transmisión de calor, flúidos hidráulicos, flúí-
 dos de frenos, flúidos de transmisión, y similares. Se han
 descubierto ahora nuevos compuestos de alcoxisilano con pro-
 30 piedades deseables como flúidos funcionales, que hasta aho-

1 ra no se habían descrito en la bibliografía. Los nuevos com-
puestos de la presente invención son compuestos de alcoxisi-
lano que son compuestos en racimo de silicio-oxígeno equi-
5 librados, de la Fórmula (I) indicada anteriormente. Morgan
y otros, en el Journal of The American Chemical Society,
Vol. 73, páginas 5193-5 (1951), describen compuestos que
se cree que son los compuestos de la técnica anterior más
parecidos a los de la presente invención, pero los compues-
tos de Morgan y otros son centrados, con un átomo de sili-
10 cio completamente rodeado por átomos de oxígeno, contraria-
mente a los compuestos de la presente invención.

Como se ha mencionado, los compuestos de la
presente invención son los representados por la Fórmula (I)
anterior en la que R es hidrógeno, un alcoholo, alquenilo,
15 arilo o aralcoholo. Deseablemente, R es hidrógeno, un al-
coholo o alquenilo que tiene de aproximadamente 1 a aproxi-
madamente 18 átomos de carbono, o un arilo o aralcoholo que
tiene de alrededor de 6 a alrededor de 24 átomos de carbo-
no. Preferiblemente, R es hidrógeno, un alcoholo que tiene
20 de alrededor de 1 a alrededor de 8 átomos de carbono, o un
arilo o aralcoholo que tiene de alrededor de 6 a alrededor
de 14 átomos de carbono. En la fórmula (I), cada R' está
seleccionado independientemente del mismo grupo que R, con
la condición de que al menos la mayoría de los radicales R'
25 son radicales alcoholo con impedimento estérico que tienen
al menos 3 átomos de carbono. Los grupos deseados y preferi-
dos para R' son los mismos que para R, sujetos a la condi-
ción antedicha. Deseablemente, al menos una mayoría de los
radicales R' son grupos alcoholo con impedimento estérico
30 que tienen de alrededor de 3 a alrededor de 24 átomos de car

1 bono, y preferiblemente son grupos alcohol con impedimento
estérico que tienen de alrededor de 4 a alrededor de 12 áto
mos de carbono. Por radicales alcohol con impedimento es-
térico se entienden radicales alcohol que contribuyen a la
5 estabilidad hidrolítica de la molécula, es decir que inhi-
ben la reacción de agua con los enlaces silicio-oxígeno o
carbono-oxígeno de la molécula. Son ejemplos de radicales
alcohol con impedimento estérico radicales alcohol prima-
rios no lineales que tienen una cadena lateral en posición
10 beta, de al menos 2 átomos de carbono, radicales alcohol
secundario y los radicales alcohol terciario. Grupos alco-
hilo con impedimento estérico particularmente útiles in-
cluyen sec-butilo, isobutilo, 2-etil-butilo, 2-etil-penti-
lo, 3-etil-pentilo, 2-etil-hexilo, 3-etil-hexilo, y 2,4-di-
15 metil-3-pentilo, etc.

En el método de preparación de los nuevos com-
puestos en racimo de alcoxisilano de la presente invención,
un trihalosilano se hace reaccionar con un trialcoxisila-
nol en presencia de una base aceptadora de halogenuro de
20 hidrógeno, y opcionalmente un disolvente, para obtener un
producto que contiene compuesto en racimo.

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



en la que R es como se ha definido antes, y cada X es un
halógeno seleccionado de entre F, Cl, Br y I, y preferible-
mente de Cl, Br y I, especialmente Cl.

El trihalosilano de la fórmula (II) anterior
30 se hace reaccionar con un trialcoxisilanol con grupos al-

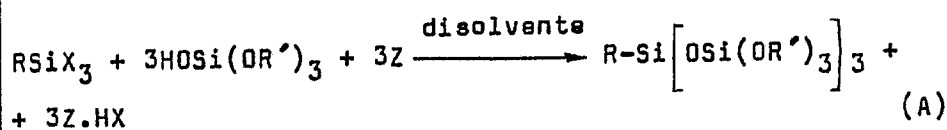
1 coxi con impedimento estérico, que está representado por la
fórmula



donde R' es como se ha definido anteriormente.

5 El trihalosilano y el trialcoxisilanol se hacen reaccionar en presencia de un compuesto básico aceptador de halogenuro de hidrógeno. El aceptador puede ser cualquier compuesto que acepte halogenuro de hidrógeno, y favorezca así la formación de los compuestos en racimo de la
10 presente invención, conforme a la Ecuación (A) que se muestra más adelante. Entre los aceptadores preferidos se encuentran los compuestos básicos orgánicos nitrogenados terciarios que tienen al menos 3 átomos de carbono, por ej. las alcohilo inferior- y aril-aminas terciarias tales como
15 la trietil-amina, tributil-amina, así como piridina, piridina sustituida, N,N'-dimetilanilina, etc.

La formación de los nuevos compuestos en racimo de la presente invención usando los reaccionantes antedichos puede representarse por medio de la ecuación siguiente:
20 te:



25 donde Z es la base aceptadora de halogenuro de hidrógeno y los otros reaccionantes son los descritos anteriormente.

La Ecuación (A) sugiere que la reacción principal en el método de preparación de los compuestos en racimo de la presente invención puede efectuarse en un disolvente.
30 Aunque el disolvente no es necesario, sirve para moderar la

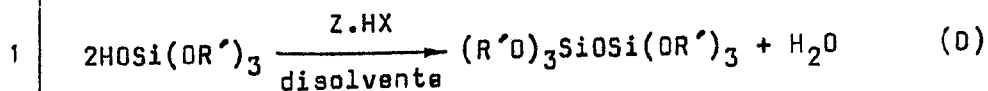
1 velocidad de reacción y mejorar con ello la separación del
aceptador Z-halogenuro de hidrógeno HX a partir del produc-
to de compuesto en racimo. El disolvente usado puede ser
cualquier disolvente no protónico que disuelva a los reac-
5 cionantes y no interfiera con la reacción de la Ecuación
(A). Entre los disolventes que pueden usarse están benceno,
tolueno, xileno, éter de petróleo de alto punto de ebulli-
ción, otros éteres tales como tetrahidrofurano, y simila-
res.

10 En general, se emplea un exceso, con respecto
a la proporción estequiométrica, de trialcoxisilanol sobre
el trihalosilano, para acrecentar la formación de los com-
puestos en racimo de la presente invención y favorecer el
completamiento de la reacción deseada. Así, se usan aproxi-
15 madamente 2,5 moles a aproximadamente 10 moles del trialco-
xisilanol por mol de trihalosilano, y preferiblemente al
menos alrededor de 3 moles a alrededor de 6 moles del trial-
coxisilanol. El total de disolvente usado en la reacción
es cuestión de elección, y no es crítico para la reacción,
20 aunque se logran buenos resultados cuando se usan de alre-
dedor de 20 moles a alrededor de 80 moles, y preferiblemen-
te alrededor de 40 a alrededor de 60 moles de disolvente
por mol de trihalosilano. En general, pueden usarse alrede-
dor de 0,3 a alrededor de 6 partes de disolvente por parte
25 en peso de reaccionantes totales. La base aceptadora de ha-
logenuro de hidrógeno se usa, ventajosamente, en una canti-
dad estequiométrica con respecto a la cantidad de trihalo-
silano usado, por ej. alrededor de 3 moles de aceptador por
mol de trihalosilano. En general, se usan alrededor de 2,5
30 moles a alrededor de 10 moles, y preferiblemente alrededor

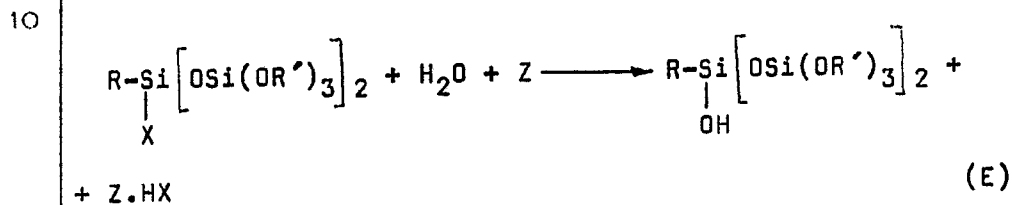
1 de 3 a alrededor de 6 moles, del aceptador por mol de triha-
losilano.

La reacción representada por la Ecuación (A)
puede efectuarse a temperaturas muy bajas, a temperatura
5 ambiente, o incluso a temperaturas muy altas, siempre que
no haya ningún efecto perjudicial para los reaccionantes o
los productos. Así pues, la reacción puede efectuarse des-
de -30°C hasta la temperatura de reflujo del constituyente
de más bajo punto de ebullición, y preferiblemente se efec-
10 túa de aproximadamente 0°C a aproximadamente 100°C. En una
realización preferida de un método discontinuo, la reac-
ción se inicia a una temperatura baja, por ej. entre -10°C
y 20°C, para hacer mínimas las pérdidas de trihalosilanos
volátiles, y se completa a una temperatura más alta para
15 llevar la reacción hasta su finalización lo más rápidamente
posible. Naturalmente, puede emplearse un trabajo continuo,
con una serie de reactores en los que el primer reactor se
mantiene a la temperatura inferior, y cada reactor subsi-
guiente tiene una temperatura incrementalmente más alta has-
20 ta hacer que la reacción se complete. En cualquier caso,
los compuestos en racimo se separan de la mezcla de produc-
tos por filtraciones, destilaciones u otras técnicas de se-
paración convencionales, y el sistema particular de separa-
ción elegido depende simplemente de la pureza deseada para
25 el producto final y de su utilidad final.

Además de la reacción principal de la Ecuación
(A) anterior, pueden ocurrir algunas otras reacciones, una
de las cuales se representa por medio de la ecuación siguien-
te:



El disiloxano producido es un subproducto que puede ser separado del producto de compuesto en racimo por técnicas convencionales, tal como por fraccionamiento. El agua producida según la Ecuación (D) anterior es capaz de reaccionar, como se ha dicho, con el producto de la Ecuación (B) para formar un alcoxisilanol. Esto se representa por medio de la siguiente ecuación de reacción:

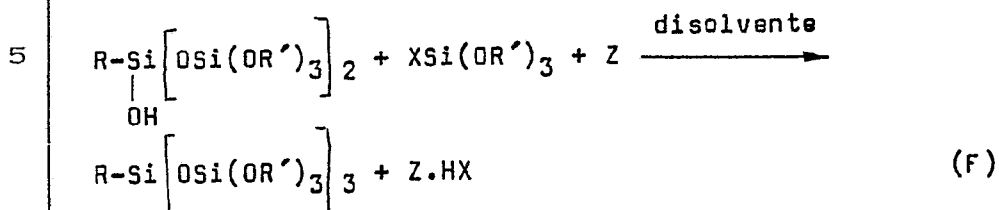


Este alcoxisilanol es por sí mismo un fluido funcional útil, igual que lo son otros compuestos intermedios y subproductos mostrados anteriormente. Sin embargo, puede separarse fácilmente de otros constituyentes del producto y convertirse en los compuestos en racimo deseables de la presente invención, haciéndolo reaccionar con alrededor de 1 a alrededor de 20 moles, y preferiblemente con alrededor de 1 a alrededor de 6 moles, de un halosilano por mol de alcoxisilanol, teniendo el halosilano la fórmula:



donde X y R' son como se han definido antes. Esta reacción incluye el uso de una base aceptadora, y puede efectuarse con cantidades de base similares, y en las mismas condiciones, expuestas anteriormente para la reacción de la Ecuación (A). En general puede usarse una temperatura de aproximadamente -30°C a aproximadamente la temperatura de reflujo

1 del constituyente de más bajo punto de ebullición, y prefe-
 riblemente de alrededor de 20°C a alrededor de 80°C. La
 reacción se representa por medio de la ecuación siguiente:



10 El producto de compuesto en racimo se separa
 de los demás productos del modo indicado anteriormente pa-
 ra la reacción de la Ecuación (A).

15 Los nuevos compuestos en racimo obtenidos por
 el método de la presente invención son los representados
 por la fórmula (I) anterior, y contienen un número adecua-
 do de átomos de silicio para producir buenas propiedades
 lubricantes sin necesidad de añadir mejoradores de la lu-
 bricación. Además, los átomos de silicio están protegidos
 adecuadamente por el número importante de grupos alcohol
 con impedimento estérico que tienen al menos 3 átomos de
 20 carbono, y esto asegura la protección frente al ataque por
 el agua. Así, se ha encontrado que los nuevos compuestos en
 racimo de la presente invención tienen una buena estabili-
 dad hidrolítica, buenas propiedades lubricantes, y bajos
 índices de viscosidad ASTM, teniendo muchos de ellos puntos
 25 de congelación inferiores a -40°C. Los nuevos compuestos en
 racimo muestran estas propiedades, tanto en forma sustan-
 cialmente pura como en mezcla con los alcoxisilanoles obte-
 nidos por la reacción expuesta en la Ecuación (E) anterior.

30 Los ejemplos siguientes ilustran varias formas
 de realización de la presente invención, pero ésta no ha de

1 considerarse limitada a ellos.

Ejemplo 1

5 Un matraz de un litro se equipa con un calentador, agitador, condensador de reflujo, termómetro y embudo de adición por goteo equilibrado. Para impedir que entre la humedad, el condensador de reflujo lleva en su parte superior un tubo de CaCl_2 , mientras se hace pasar una corriente lenta de nitrógeno seco a través del aparato por el embudo de adición por goteo equilibrado. Se introducen en el matraz 57,85 gramos (0,219 moles) de un trialcóxisilanol que tiene la fórmula $\text{HOSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3$, 24 gramos (0,303 moles) de piridina como la base aceptadora, y 300 ml. de disolvente de benceno. En el embudo de adición por goteo se dispone una solución de 10,9 gramos (0,073 moles) de un trihalosilano que tiene la fórmula CH_3SiCl_3 en 90 ml. de benceno. El contenido del matraz se lleva a una temperatura inicial de 15°C , y la solución de trihalosilano se añade gota a gota a una velocidad tal que se mantiene la temperatura inicial de 15°C . Una vez completada la adición, el contenido del matraz se agita sin enfriamiento durante alrededor de 30 minutos, y después se calienta a 55°C y se mantiene a esa temperatura durante alrededor de 5 horas. Después se deja que el contenido del matraz se enfríe hasta la temperatura ambiente y se deja reposar durante alrededor de 12 horas.

30 La mezcla de productos obtenida se hace pasar primero a través de un filtro para separar el clorhidrato de piridina que se forma. Después, el producto de filtra-

1 ción de la mezcla de productos de la fase en benceno se so-
mete a extracción con 200 ml. de agua, para hidrolizar cua-
lesquiera enlaces Si-Cl para formar enlaces Si-OH. La ex-
tracción se realiza cuatro veces, y después del último la-
5 vado el agua el producto está exento de cloruro. La mezcla
se hace pasar después sobre CaCl_2 y MgSO_4 para eliminar
cualquier cantidad de agua que quede en ella, y después se
somete a separación en vacío.

El producto filtrado, hidrolizado y seco (pe-
10 so bruto, 58,4 gramos) se introduce en una micro-columna
Vigreux de separación a aproximadamente 0,05 mm Hg.

La primera y segunda fracciones se retiran en
el intervalo de 60 a 140°C, y se encuentra que contienen
trialcoxisilanol y disiloxanos que no han reaccionado (pe-
15 so total 11,2 gramos).

La tercera fracción se retira a aproximadamen-
te 148 a 150°C, y se encuentra que consta de aproximadamen-
te 9,4 gramos de un producto que tiene la fórmula
 $\text{CH}_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3]_2\text{OH}$. La fórmula empírica es
20 $\text{C}_{35}\text{H}_{58}\text{O}_9\text{Si}_3$. Con base en esta fórmula, se calcula que las
proporciones de los componentes son: C 51,24%; H 9,8%; Si
14,38%; encontrado: C 52,4%; H 9,74%; Si 14,2%. El radical
-OH se confirma por análisis de IR. El peso molecular teóri-
co es 586, y el encontrado es 590.

La cuarta fracción se retira a alrededor de
25 194 a 196°C, y se encuentra que consta de aproximadamente
34,5 gramos (rendimiento 56,7%) de un producto de compuesto
en racimo que tiene la fórmula $\text{CH}_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3]_3$. La
fórmula empírica es $\text{C}_{37}\text{H}_{84}\text{O}_{12}\text{Si}_4$; calculado C 53,31%; H
30 10,16%; Si 13,48%. Encontrado: C 53,3%; H 10,1%; Si 13,7%.

1 Peso molecular calculado, 834; encontrado 830.

Ejemplo 2

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, excepto en que se usan las cantidades siguientes de constituyentes, para asegurar la presencia de un exceso del trialcoxisilanol durante la reacción:

-162,5 gramos (0,615 moles) de

10 $\text{HOSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3$;

-53,9 gramos (0,68 moles) de piridina en 500 ml. de benceno;

-19,7 gramos (0,132 moles) de CH_3SiCl_3 en 80 ml. de benceno.

15 La reacción se efectúa a 0°C en lugar de 15°C, y la reacción se completa a 60°C durante 18 horas, en lugar de a 55°C durante 5 horas. Se usa el procedimiento de recuperación del Ejemplo 1, y se obtienen 73 gramos de compuesto en racimo de fórmula $\text{CH}_3\text{Si}[\text{OSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3]_3$, en la fracción de alto punto de ebullición. Esto representa un rendimiento de 66%, frente al 56,7% obtenido en el Ejemplo 1. Se analizan las fracciones inferiores del Ejemplo 2, y se encuentra que contienen un total de alrededor de 12 gramos más del compuesto en racimo, lo que da un rendimiento global total de 77% para el compuesto en racimo.

20

25

Ejemplo 3

20 Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con un compuesto diferente de trialcoxisilano y con diferentes

1 cantidades de constituyentes, como sigue:

- 106 gramos (0,4 moles) de $\text{HOSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3$;
- 53 gramos (0,67 moles) de piridina en 400 ml. de benceno;
- 5 - 18,1 gramos (0,134 moles) de HSiCl_3 .

La reacción se efectúa a 0°C en lugar de a 15°C y se completa a 50°C durante 20 horas, en lugar de a 55°C durante 5 horas. Se emplea el procedimiento de recuperación del Ejemplo 1, y se obtienen 81,8 gramos (rendimiento 74,5%) de un compuesto en racimo que tiene la fórmula $\text{HSi}[\text{OSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3]_3$ a partir de la fracción de alto punto de ebullición retirada a aproximadamente 182°C a 184°C a 0,025 mm Hg. La fórmula empírica es $\text{C}_{36}\text{H}_{82}\text{O}_{12}\text{Si}_4$. Calculado: C 52,77%; H 10,09%; Si 13,71%. Encontrado: C 52,6%; H 10,07%; Si 13,7%. Peso molecular calculado 819; encontrado 850.

Ejemplo 4

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

- 333,2 gramos (1,26 moles) de $\text{HOSi}(\text{sec-OC}_4\text{H}_9)_3$;
- 89,7 gramos (1,134 moles) de piridina en 200 ml. de benceno;
- 25 - 41,2 gramos (0,252 moles) de $\text{C}_2\text{H}_5\text{SiCl}_3$ en 100 ml. de benceno.

La reacción inicial se efectúa a 4°C , y después se calienta a 65°C durante 12 horas. Se repite el procedimiento de recuperación del Ejemplo 1, y se encuentra que una fracción intermedia que hierve a aproximadamente

1 162°C a 0,025 mm Hg contiene 109,5 gramos (rendimiento
72,3%) de un producto que tiene la fórmula
 $C_2H_5Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_2OH$. La fórmula empírica es
 $C_{26}H_{60}O_9Si_3$. Calculado C 52,96%; H 10,06%; Si 14,02%. Encon-
5 trado C 52,58%; H 10,16%; Si 13,56%. Peso molecular calcu-
lado 601; encontrado 640.

La fracción de alto punto de ebullición se se-
para a 181 hasta 185°C a 0,03 mm Hg y se determina que con-
tiene 30,4 gramos (rendimiento 14,2%) de un compuesto en
10 racimo que tiene la fórmula $C_2H_5Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_3$. La
fórmula empírica es $C_{38}H_{86}O_{12}Si_4$. Calculado: C 53,86%;
H 10,23%; Si 13,26%. Encontrado: C 53,33%; H 10,26%; Si
13,50%. Peso molecular calculado 847; encontrado 875.

15

Ejemplo 5

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

- 20 -92,5 gramos (0,35 moles) de $HOSi(sec-OC_4H_9)_3$;
-38,7 gramos (0,49 moles) de piridina en 400
ml. de benceno;
-24,67 gramos (0,117 moles) de un fenil-clorosilano de fórmula $C_6H_5SiCl_3$ en 100 ml. de bence-
no.

25

La reacción se efectúa inicialmente a 10°C y
después se completa a 55°C durante 12 horas. Se emplea el
procedimiento de recuperación del Ejemplo 1, y se separa
una fracción de producto a alrededor de 182°C y 0,01 mm Hg,
determinándose que contiene 51,7 gramos (rendimiento 68,3%)
30 de un producto que tiene la fórmula

1 $C_6H_5Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_2OH$. La fórmula empírica es $C_{30}H_{60}O_9Si_3$. Calculado: C 55,5%; H 9,3%; Si 12,98%. Encontrado: C 55,48%; H 9,4%; Si 12,9%. Peso molecular calculado 649; encontrado 670.

5 El residuo de destilación que queda después de la fracción anterior solidifica y se encuentra que contiene 14,35 gramos (rendimiento 13,7%) de un compuesto en racimo que tiene la fórmula $C_6H_5Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_3$. Este residuo se recristaliza a partir de CH_3OH y tiene un punto de fusión de alrededor de 169°C. La fórmula empírica es $C_{42}H_{86}O_{12}Si_4$. Calculado: C 56,33%; H 9,68%; Si 12,55%. Encontrado: C 55,99%; H 9,67%; Si 12,60%. Peso molecular calculado, 895; encontrado 895.

15 Ejemplo 6

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

-104,14 gramos (0,394 moles) de $HOSi(sec-OC_4H_9)_3$;

20 -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.

25 La reacción inicial se efectúa a alrededor de 60°C durante alrededor de 0,5 horas, y después la mezcla de reacción se calienta a 55°C y se mantiene a esa temperatura durante aproximadamente 12 horas. Se repite el procedimiento de recuperación del Ejemplo 1, y se encuentra que una
30 fracción intermedia que hierve a alrededor de 157°C+1,5°C a

1 0,02 mm Hg contiene 414 gramos de un compuesto que tiene la
fórmula $C_2H_3Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_2OH$. Los valores calculados
de constituyentes son C 52,13%; H 9,76% y Si 14,07%. Encon-
trado: C 51,9%; H 9,79% y Si 13,6%. Se separa una fracción
5 de alto punto de ebullición a $197^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ a 0,02 mm Hg. Esta
fracción de alto punto de ebullición contiene 13,4 gramos
de un compuesto en racimo de alcoxisilanol de la presente
invención que tiene la fórmula $C_2H_3Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_3$.
Calculado: C 53,99%; H 10,01%; y Si 13,29%. Encontrado:
10 C 53,31%; H 10,02%; y Si 13,6%.

Ejemplo 7

15 Este ejemplo muestra la conversión del compues-
to en racimo de silanol $RSi[OSi(OR')_3]_2OH$ en un compuesto
en racimo de la presente invención $RSi[OSi(OR')_3]_3$.

En un matraz de 1 litro, con tres bocas, equi-
pado como se ha descrito en el Ejemplo 1, se introducen 80
gramos (0,133 moles) de $C_2H_3Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_2OH$ (compo-
20 nente de punto de ebullición inferior aislado en el Ejemplo
4), 31,2 gramos (0,394 moles) de piridina y 300 ml. de ben-
ceno. La mezcla se mantiene a $20^{\circ}C$ y se añade, en 30 minu-
tos, una solución de 45 gramos (0,16 moles) de
($sec-OC_4H_9$) $_3SiCl$ en 80 ml. de benceno. Se observa un peque-
25 ño desprendimiento de calor. La mezcla de reacción se ca-
lienta durante 12 horas a $80^{\circ}C$. El clorhidrato de piridina
se separa por filtración y los enlaces $SiCl$ residuales se
hidrolizan lavando con agua hasta que el líquido de lavado
está exento de Cl^- . La fase orgánica se seca sobre sulfato
30 de $MgSO_4$ y el disolvente se separa en vacío. El residuo, que

1 pesa alrededor de 115 gramos, se introduce en una columna
de fraccionamiento Vigreux y se destila en vacío. Después
de separar los subproductos de punto de ebullición inferior
que hierven hasta 180°C a 0,03 mm Hg, se obtiene el produc-
5 to correspondiente a la fórmula $C_2H_5Si[OSi(sec-OC_4H_9)_3]_3$, a
alrededor de 183°C \pm 5°C a 0,03 mm Hg, con un rendimiento de
70%. El producto es idéntico al producto de punto de ebulli-
ción superior del Ejemplo 4.

Los productos obtenidos en los ejemplos ante-
10 riores se someten a ensayo para determinar la viscosidad,
la marca de desgaste, los sólidos de hidrólisis, la pérdida
de peso y el punto de inflamación, como se muestra en la
Tabla siguiente. Se calcula la pendiente ASTM basada en las
medidas de viscosidad a 37,7°C y 98,8°C, y se usa como in-
15 dicación del cambio de viscosidad como respuesta a los cam-
bios de temperatura. El ensayo de marca de desgaste se rea-
liza con un aparato con carga de 40 kg de cuatro bolas, a
1800 rpm y 75,5°C durante 1 hora. El ensayo de sólidos de
hidrólisis se efectúa a 98,8°C en presencia de 1/3 en peso
20 de H₂O y catalizador de cobre metálico durante 100 horas.
Los resultados demuestran que los compuestos de la presente
invención son flúidos funcionales muy buenos, como sigue:

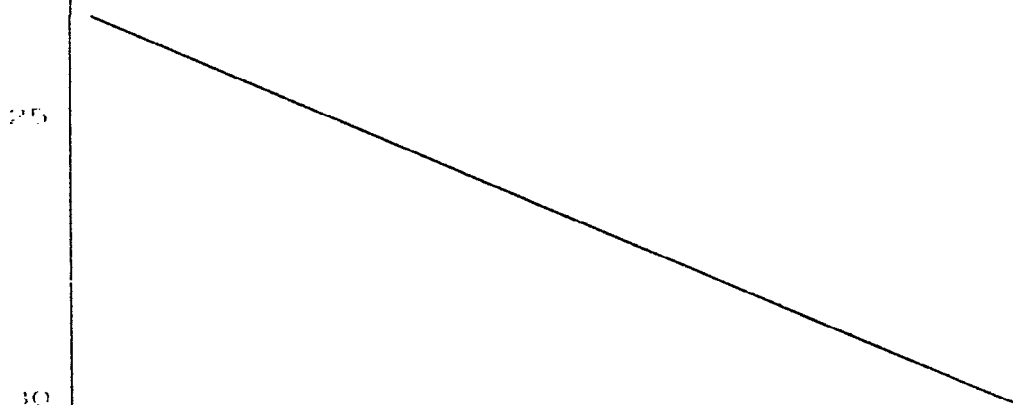
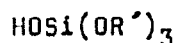


TABLA - Propiedades físicas

Compuesto ensayado	Viscosidad (centistokes) -40°C	Pendien te ASTM	Marca de desgaste (mm)	% de sólidos tras hidróli- sis	Pérdida de peso en aire 1 h, 1 atm, 204°C	Punto de inflama- ción.
$[(\text{sec. C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{SiO}]_3\text{SiCH}_3$	1050	0,45	0,73	0,02	13,96%	198,7°C
$[(\text{sec. C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{SiO}]_3\text{SiH}$	544,8	0,46	0,98	<0,005	19,16%	193,1°C
$[(\text{sec. C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{SiO}]_3\text{SiC}_2\text{H}_5$	1505	0,44	0,57	0,01		
$[(\text{sec. C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{SiO}]_3\text{Si-CH=CH}_2$	solio- difi- cado	0,47	0,70	0,03		

30 25 20 15 10 5

1 nol por mol de trihalosilano, teniendo dicho trihalcoxisilano la fórmula



5 donde R' es como se ha definido anteriormente, en presencia de alrededor de 2,5 a alrededor de 10 moles de un compuesto básico aceptador de halogenuro de hidrógeno, por mol de trihalosilano; efectuándose dicha reacción a aproximadamente 10 te -30°C hasta aproximadamente la temperatura de reflujo del constituyente de punto de ebullición más bajo de la mezcla de reacción.

2a.- Un método según la reivindicación 1a, en el que X está seleccionado de Cl, Br y I.

15 3a.- Un método según la reivindicación 1a, en el que R es hidrógeno, un alcohol o alqueno que tiene de alrededor de 1 a alrededor de 18 átomos de carbono, o un arilo o aralcohol que tiene de alrededor de 6 a alrededor de 24 átomos de carbono, y en el que cada R' está seleccionado independientemente del mismo grupo que R, con la 20 condición de al menos la mayoría de los radicales R' sean grupos alcohol con impedimento estérico que tengan de alrededor de 3 a alrededor de 24 átomos de carbono.

25 4a.- Un método según la reivindicación 3a, en el que R es hidrógeno, un alcohol que tiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono, o un arilo o aralcohol que tiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 14 átomos de carbono, y en el que cada R' está seleccionado independientemente del mismo grupo que R, sujetos a la 30 condición antedicha.

1 5a.- Un método según la reivindicación 3a,
en el que la mayoría de los radicales R son grupos alcohó-
lico con impedimento estérico que tienen de alrededor de 4 a
alrededor de 12 átomos de carbono, y en el que X es Cl.

5 6a.- Un método según la reivindicación 3a,
en el que se usan de alrededor de 3 a alrededor de 6 moles
del trialcoxisilanol por mol de trihalosilano.

10 7a.- Un método según la reivindicación 6a,
en el que se usan de alrededor de 3 a alrededor de 6 moles
del compuesto básico aceptador de halogenuro de hidrógeno
por mol de trihalosilano.

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

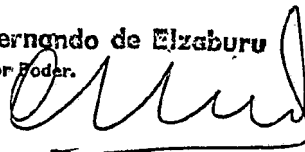
15 9a.- "UN METODO DE PREPARACION DE COMPUES-
TOS DE OXISILANO".

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

Esta Memoria consta de veintidós hojas es-
critas a máquina por una sola cara.

20 Madrid, 01. MAR 1977

P.A. Fernando de Elzaburu
Por Poder.



25

30

JMM/.

POOR
QUALITY