

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 569 523**

51 Int. Cl.:

**C07F 7/08** (2006.01)

**G02C 7/04** (2006.01)

**C08F 8/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.09.2007 E 07838800 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016 EP 2076522**

54 Título: **Proceso de producción de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis**

30 Prioridad:

**29.09.2006 US 848192 P**

**20.11.2006 US 561525**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**11.05.2016**

73 Titular/es:

**JOHNSON AND JOHNSON VISION CARE, INC.**

**(50.0%)**

**7500 Centurion Parkway, Suite 100**

**Jacksonville, FL 32256, US y**

**TORAY INDUSTRIES, INC. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**FUJISAWA, KAZUHIKO;**

**NAKAMURA, MASATAKA y**

**YOKOTA, MITSURU**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 569 523 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Proceso de producción de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis

5 Referencia cruzada a solicitudes relacionadas

La presente solicitud reivindica el beneficio de la solicitud de Estados Unidos n.º 60/848.192, presentada el 29 de septiembre de 2006, y la solicitud de Estados Unidos n.º 11/561.525, presentada el 20 de noviembre de 2006.

10 Antecedentes

Como monómeros para preparar lentes oftálmicas se conocen monómeros que tienen grupos que contienen silicio. Por ejemplo, se usa ampliamente metacrilato de 3-[tris(trimetilsiloxi)silil]propilo como monómero para preparar lentes oftálmicas. El polímero obtenido copolimerizando metacrilato de 3-[tris(trimetilsiloxi)silil]propilo y N,N-dimetilacrilamida, que es un monómero hidrófilo, tiene las ventajosas características de que es transparente y tiene una alta permeabilidad al oxígeno. Sin embargo, si se usa un ácido carboxílico tal como ácido metacrílico como componente de copolimerización con el fin de obtener un mayor contenido de humedad, el componente de silicona se hidroliza gradualmente, de manera que las propiedades físicas de la lente de contacto pueden degradarse cuando la lente de contacto se almacena durante un largo periodo.

20 Para resolver este problema, con el fin de inhibir la hidrólisis, se preparó metacrilato de 3-[tris(trietilsiloxi)silil]propilo descrito en la patente de EE.UU. n.º 3.377.371 haciendo reaccionar trietilclorosilano y metacrilato de 3-trimetoxisililpropilo. Como resultado, se generó un hexaetildisiloxano subproducto en una gran cantidad, y el compuesto de silicona deseado se obtuvo con un rendimiento tan pequeño como de un pequeño porcentaje, que puede ser problemático. En la patente japonesa JP 06032791 (correspondiente al Resumen Químico 21:206234 de Chemical Abstracts Service CAS) se desvelan acrilatos que contienen grupos alquilsiloxi para la polimerización como lentes de contacto y un proceso para la preparación de estos compuestos de silicona. Sin embargo, los compuestos de silicona poseen un grupo tris(trimetilsiloxi)sililo.

30 Así, los procesos convencionales para producir materiales que contienen silicio normalmente dejan de proporcionar rendimiento y pureza satisfactorios, a la vez que retienen la transparencia y permeabilidad al oxígeno ventajosas. Por tanto, sigue existiendo la necesidad de métodos y composiciones que vengzan estas deficiencias y que proporcionen eficazmente materiales que contienen silicio resistentes a la hidrólisis.

35 Sumario

Como forma parte y se ha descrito ampliamente en el presente documento, la invención, en un aspecto, se refiere a procesos de preparación de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis.

40 Se desvelan compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis estéricamente impedidos. Por ejemplo, los compuestos pueden tener un grupo silicio terminal estéricamente impedido.

También se desvelan compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada. Por ejemplo, pueden proporcionarse compuestos que tiene menos producto(s) lateral(es) de disiloxano.

45 También se desvelan procesos de preparación de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis. En otro aspecto, la invención se refiere a hacer reaccionar un compuesto de alcoxisililo con uno o más compuestos de haluro de sililo. En un aspecto todavía adicional, la invención se refiere a hacer reaccionar un haluro de sililo con un silanol.

50 También se desvelan los productos de los procesos desvelados.

También se desvelan composiciones y polímeros que comprenden los compuestos desvelados y productos de los procesos desvelados.

55 También se desvelan lentes oftálmicas, por ejemplo, lentes de contacto, lentes intraoculares, córnea artificial y lentes de gafas, que comprenden las composiciones desveladas, polímeros desvelados, compuestos desvelados y productos de los procesos desvelados.

60 Ventajas adicionales de la invención se expondrán en parte en la descripción que sigue, y en parte serán obvias a partir de la descripción, o pueden aprenderse por la práctica de la invención. Las ventajas de la invención se realizarán y obtendrán por medio de los elementos y combinaciones particularmente mostrados en las reivindicaciones adjuntas. Debe entenderse que tanto la anterior descripción general como la siguiente descripción detallada son a modo de ejemplo y explicativas solo y no son restrictivas de la invención, como se reivindica.

65 Breve descripción de las figuras

Los dibujos adjuntos, que se incorporan en y constituyen una parte de esta memoria descriptiva, ilustran varias realizaciones y junto con la descripción ilustran las composiciones y métodos desvelados.

La Figura 1 muestra una representación de  $R(1/Q)$  frente al espesor ( $l_m$ ).

La Figura 2 muestra un aparato para la medición de la permeabilidad al oxígeno.

La Figura 3 muestra la estructura de una unidad de electrodo usada para medir la permeabilidad al oxígeno.

La Figura 4 muestra un esquema de una configuración de medición de la permeabilidad al oxígeno.

#### Descripción detallada

La presente invención puede entenderse más fácilmente por referencia a la siguiente descripción detallada de aspectos de la invención y los ejemplos incluidos en ella.

Antes de desvelar y describir los presentes compuestos, composiciones, artículos, dispositivos y/o métodos, debe entenderse que no se limitan a métodos sintéticos específicos, a menos que se especifique de otro modo, o a reactivos particulares, a menos que se especifique de otro modo, ya que tales pueden, por supuesto, variar. También debe entenderse que la terminología usada en el presente documento es con el fin de describir realizaciones particulares solo y no pretende ser limitante. Aunque cualquier método y material similar o equivalente a aquellos descritos en el presente documento puede usarse en la práctica o prueba de la presente invención, ahora se describen métodos y materiales de ejemplo.

Todas las publicaciones mencionadas en el presente documento desvelan y describen los métodos y/o materiales a propósito de los cuales se citan las publicaciones. Las publicaciones tratadas en el presente documento se proporcionan únicamente para su divulgación antes de la fecha de presentación de la presente solicitud. Nada en el presente documento debe interpretarse como una admisión de que la presente invención no tenga derecho a preceder a tal publicación en virtud de la invención previa. Además, las fechas de publicación proporcionadas en el presente documento pueden ser diferentes de las fechas de publicación actuales, que pueden necesitar ser confirmadas independientemente.

#### A. Definiciones

Como se usa en la memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular "un", "una", "el" y "la" incluyen referentes plurales, a menos que el contexto dicte claramente de otro modo. Así, por ejemplo, referencia a "un componente", "un polímero" o "un residuo" incluye mezclas de dos o más de tales componentes, polímeros o residuos, y similares.

Los intervalos pueden expresarse en el presente documento como de "aproximadamente" un valor particular y/o a "aproximadamente" otro valor particular. Cuando se expresa un intervalo tal, otra realización incluye de un valor particular y/o al otro valor particular. Similarmente, cuando se expresan valores como aproximaciones, por el uso del antecedente "aproximadamente", se entenderá que el valor particular forma otra realización. Se entenderá adicionalmente que los puntos finales de cada uno de los intervalos son significativos tanto en relación con el otro punto final, como independientemente del otro punto final. También se entiende que hay varios valores desvelados en el presente documento, y que cada valor también se desvela en el presente documento como "aproximadamente" ese valor particular, además del propio valor. Por ejemplo, si se desvela el valor "10", entonces también se desvela "aproximadamente 10". También se entiende que también se desvela cada unidad entre dos unidades particulares. Por ejemplo, si se desvelan 10 y 15, entonces también se desvelan 11, 12, 13 y 14.

Un residuo de una especie química, como se usa en la memoria descriptiva y reivindicaciones concluyentes, se refiere al resto que es el producto resultante de la especie química en un esquema de reacción particular o formulación posterior o producto químico, independientemente de si el resto se obtiene en realidad de la especie química. Así, un residuo de etilenglicol en un poliéster se refiere a una o más unidades de  $-OCH_2CH_2O-$  en el poliéster, independientemente de si se usó etilenglicol para preparar el poliéster. Similarmente, un residuo de ácido sebácico en un poliéster se refiere a uno o más restos  $-CO(CH_2)_8CO-$  en el poliéster, independientemente de si el residuo se obtiene haciendo reaccionar ácido sebácico o un éster del mismo para obtener el poliéster.

Como se usa en el presente documento, los términos "opcional" u "opcionalmente" significan que el acontecimiento o circunstancia posteriormente descrito puede o puede no producirse, y que la descripción incluye casos en los que dicho acontecimiento o circunstancia se produce y casos en los que no.

Como se usa en el presente documento, el término "copolímero" se refiere a un polímero formado a partir de dos o más unidades de repetición diferentes (residuos de monómero). A modo de ejemplo y sin limitación, un copolímero puede ser un copolímero alternante, un copolímero al azar, un copolímero de bloque, o un copolímero de injerto.

Como se usa en el presente documento, el término "sustituido" se contempla para incluir todos los sustituyentes permisibles de compuestos orgánicos. En un amplio aspecto, los sustituyentes permisibles incluyen sustituyentes acíclicos y cíclicos, ramificados y sin ramificar, carbocíclicos y heterocíclicos, y aromáticos y no aromáticos, de compuestos orgánicos. Sustituyentes ilustrativos incluyen, por ejemplo, aquellos descritos más adelante. Los sustituyentes permisibles pueden ser uno o más y los mismos o diferentes para compuestos orgánicos apropiados. Para fines de la presente divulgación, los heteroátomos, tales como nitrógeno, pueden tener sustituyentes de hidrógeno y/o cualquier sustituyente permisible de compuestos orgánicos descritos en el presente documento que cumpla las valencias de los heteroátomos. La presente divulgación no pretende limitarse de ninguna manera por los sustituyentes permisibles de compuestos orgánicos. Por tanto, los términos "sustitución" o "sustituido con" incluyen la condición implícita de que tal sustitución sea según la valencia permitida del átomo sustituido y el sustituyente, y que la sustitución produzca un compuesto estable, por ejemplo, un compuesto que no experimenta espontáneamente transformación tal como por transposición, ciclación, eliminación, etc.

En la definición de diversos términos, "A<sup>1</sup>", "A<sup>2</sup>", "A<sup>3</sup>" y "A<sup>4</sup>" se usan en el presente documento como símbolos genéricos para representar diversos sustituyentes específicos. Estos símbolos pueden ser cualquier sustituyente, no limitado a los desvelados en el presente documento, y cuando se definen por ser ciertos sustituyentes en un caso, pueden, en otro caso, definirse como algunos otros sustituyentes.

El término "alquilo", como se usa en el presente documento, es un grupo de hidrocarburo saturado ramificado o sin ramificar de 1 a 24 átomos de carbono, por ejemplo, 1 a 12 átomos de carbono o 1 a 6 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, *n*-propilo, isopropilo, *n*-butilo, isobutilo, *s*-butilo, *t*-butilo, *n*-pentilo, isopentilo, *s*-pentilo, neopentilo, hexilo, heptilo, octilo, nonilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, eicosilo, tetracosilo, y similares. El grupo alquilo también puede estar sustituido o sin sustituir. El grupo alquilo puede estar sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, amino, éter, haluro, hidroxilo, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol, como se describen en el presente documento. Un grupo "alquilo inferior" es un grupo alquilo que contiene de uno a seis átomos de carbono.

En toda la memoria descriptiva, "alquilo" se usa generalmente para referirse a tanto grupos alquilo sin sustituir como grupos alquilo sustituidos; sin embargo, grupos alquilo sustituidos también se citan específicamente en el presente documento identificando el (los) sustituyente(s) específico(s) sobre el grupo alquilo. Por ejemplo, el término "alquilo halogenado" se refiere específicamente a un grupo alquilo que está sustituido con uno o más haluro, por ejemplo, flúor, cloro, bromo o yodo. El término "alcoxilalquilo" se refiere específicamente a un grupo alquilo que está sustituido con uno o más grupos alcoxi, como se describe más adelante. El término "alquilamino" se refiere específicamente a un grupo alquilo que está sustituido con uno o más grupos amino, como se describe más adelante, y similares. Cuando se usa "alquilo" en un caso y un término específico tal como "alcohol alquílico" se usa en otro, no pretende implicar que el término "alquilo" tampoco se refiera a términos específicos tales como "alcohol alquílico" y similares.

Esta práctica también se usa para otros grupos descritos en el presente documento. Es decir, aunque un término tal como "cicloalquilo" se refiera a tanto restos cicloalquilo sin sustituir como sustituidos, los restos sustituidos pueden, además, identificarse específicamente en el presente documento; por ejemplo, un cicloalquilo sustituido particular puede denominarse, por ejemplo, un "alquilocicloalquilo". Similarmente, un alcoxi sustituido puede denominarse específicamente, por ejemplo, un "alcoxi halogenado", un alqueno sustituido particular puede ser, por ejemplo, un "alcohol alquénico", y similares. De nuevo, la práctica de uso de un término general, tal como "cicloalquilo", y un término específico, tal como "alquilocicloalquilo", no pretende implicar que el término general tampoco incluya el término específico.

El término "cicloalquilo", como se usa en el presente documento, es un anillo basado en carbono no aromático compuesto de al menos tres átomos de carbono. Ejemplos de grupos cicloalquilo incluyen, pero no se limitan a, ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo, ciclohexilo, norbornilo, y similares. El término "heterocicloalquilo" es un tipo de grupo cicloalquilo como se ha definido anteriormente, y se incluye dentro del significado del término "cicloalquilo", en el que al menos uno de los átomos de carbono del anillo se sustituye por un heteroátomo tal como, pero no se limita a, nitrógeno, oxígeno, azufre o fósforo. El grupo cicloalquilo y el grupo heterocicloalquilo pueden estar sustituidos o sin sustituir. El grupo cicloalquilo y el grupo heterocicloalquilo pueden estar sustituidos con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, amino, éter, haluro, hidroxilo, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol como se describen en el presente documento.

El término "grupo polialquilenilo", como se usa en el presente documento, es un grupo que tiene dos o más grupos CH<sub>2</sub> enlazados entre sí. El grupo polialquilenilo puede representarse por la fórmula - (CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>-, en la que "a" es un número entero de 2 a 500.

Los términos "alcoxi" y "alcoxilo", como se usan en el presente documento para referirse a un grupo alquilo o cicloalquilo unido mediante un enlace éter; es decir, un grupo "alcoxi", pueden definirse como -OA<sup>1</sup> en la que A<sup>1</sup> es alquilo o cicloalquilo como se ha definido anteriormente. "Alcoxi" también incluye polímeros de grupos alcoxi como se acaban de describir; es decir, un alcoxi puede ser un poliéter tal como -OA<sup>1</sup>-OA<sup>2</sup> o -OA<sup>1</sup>-(OA<sup>2</sup>)<sub>a</sub>-OA<sup>3</sup>, en la que "a" es un número entero de 1 a 200 y A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup> y A<sup>3</sup> son grupos alquilo y/o cicloalquilo.

- 5 El término "alqueno", como se usa en el presente documento, es un grupo de hidrocarburo de 2 a 24 átomos de carbono con una fórmula estructural que contiene al menos un doble enlace carbono-carbono. Estructuras asimétricas tales como  $(A^1A^2)C=C(A^3A^4)$  pretenden incluir tanto los isómeros E como Z. Esto puede suponerse en la fórmula estructural en el presente documento en la que un alqueno asimétrico está presente, o puede indicarse explícitamente por el símbolo de enlace C=C. El grupo alqueno puede estar sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo, heteroarilo, aldehído, amino, ácido carboxílico, éster, éter, haluro, hidroxí, cetona, azida, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol, como se describen en el presente documento.
- 10 El término "cicloalqueno", como se usa en el presente documento, es un anillo basado en carbono no aromático compuesto de al menos tres átomos de carbono y que contiene al menos un doble enlace carbono-carbono, es decir, C=C. Ejemplos de grupos cicloalqueno incluyen, pero no se limitan a, ciclopropeno, ciclobuteno, ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, noneno y similares. El término "heterocicloalqueno" es un tipo de grupo cicloalqueno como se ha definido anteriormente, y se incluye dentro del significado del término "cicloalqueno", en el que al menos uno de los átomos de carbono del anillo se sustituye por un heteroátomo tal como, pero no se limita a, nitrógeno, oxígeno, azufre o fósforo. El grupo cicloalqueno y el grupo heterocicloalqueno pueden estar sustituidos o sin sustituir. El grupo cicloalqueno y el grupo heterocicloalqueno pueden estar sustituidos con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo, heteroarilo, aldehído, amino, ácido carboxílico, éster, éter, haluro, hidroxí, cetona, azida, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol como se describen en el presente documento.
- 25 El término "alquino", como se usa en el presente documento, es un grupo de hidrocarburo de 2 a 24 átomos de carbono con una fórmula estructural que contiene al menos un triple enlace carbono-carbono. El grupo alquino puede estar sin sustituir o sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo, heteroarilo, aldehído, amino, ácido carboxílico, éster, éter, haluro, hidroxí, cetona, azida, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol, como se describen en el presente documento.
- 30 El término "cicloalquino", como se usa en el presente documento, es un anillo basado en carbono no aromático compuesto de al menos siete átomos de carbono y que contiene al menos un triple enlace carbono-carbono. Ejemplos de grupos cicloalquino incluyen, pero no se limitan a, cicloheptino, ciclooctino, cyclononino, y similares. El término "heterocicloalquino" es un tipo de grupo cicloalqueno como se ha definido anteriormente, y se incluye dentro del significado del término "cicloalquino", en el que al menos uno de los átomos de carbono del anillo se sustituye por un heteroátomo tal como, pero no se limita a, nitrógeno, oxígeno, azufre o fósforo. El grupo cicloalquino y el grupo heterocicloalquino pueden estar sustituidos o sin sustituir. El grupo cicloalquino y el grupo heterocicloalquino pueden estar sustituidos con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo, heteroarilo, aldehído, amino, ácido carboxílico, éster, éter, haluro, hidroxí, cetona, azida, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol como se describen en el presente documento.
- 40 El término "arilo", como se usa en el presente documento, es un grupo que contiene cualquier grupo aromático basado en carbono que incluye, pero no se limita a, benceno, naftaleno, fenilo, bifenilo, fenoxibenceno, y similares. El término "arilo" también incluye "heteroarilo", que se define como un grupo que contiene un grupo aromático que tiene al menos un heteroátomo incorporado dentro del anillo del grupo aromático. Ejemplos de heteroátomos incluyen, pero no se limitan a, nitrógeno, oxígeno, azufre y fósforo. Asimismo, el término "no heteroarilo", que también se incluye en el término "arilo", define un grupo que contiene un grupo aromático que no contiene un heteroátomo. El grupo arilo puede estar sustituido o sin sustituir. El grupo arilo puede estar sustituido con uno o más grupos que incluyen, pero no se limitan a, alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo, heteroarilo, aldehído, amino, ácido carboxílico, éster, éter, haluro, hidroxí, cetona, azida, nitro, sililo, sulfo-oxo, o tiol como se describen en el presente documento. El término "biarilo" es un tipo específico de grupo arilo y se incluye en la definición de "arilo". Biarilo se refiere a dos grupos arilo que están unidos juntos mediante una estructura de anillo condensada, como en naftaleno, o están unidos mediante uno o más enlaces carbono-carbono, como en bifenilo.
- 55 El término "aldehído", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-C(O)H$ . En toda esta memoria descriptiva "C(O)" es una notación abreviada para un grupo carbonilo, es decir,  $C=O$ .
- 60 Los términos "amina" o "amino", como se usan en el presente documento, se representan por la fórmula  $NA^1A^2A^3$ , en la que  $A^1$ ,  $A^2$  y  $A^3$  pueden ser, independientemente, hidrógeno o grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento,
- 65 El término "ácido carboxílico", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-C(O)OH$ .

- 5 El término "éster", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{OC}(\text{O})\text{A}^1$  o  $-\text{C}(\text{O})\text{OA}^1$ , en las que  $\text{A}^1$  puede ser un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. El término "poliéster", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-(\text{A}^1\text{O}(\text{O})\text{C}-\text{A}^2-\text{C}(\text{O})\text{O})_a-$  o  $-(\text{A}^1\text{O}(\text{O})\text{C}-\text{A}^2-\text{OC}(\text{O}))_a-$ , en las que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo descrito en el presente documento y "a" es un número entero de 1 a 500. "Poliéster" es el término usado para describir un grupo que se produce mediante la reacción entre un compuesto que tiene al menos dos grupos ácido carboxílico con un compuesto que tiene al menos dos grupos hidroxilo.
- 10 El término "éter", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $\text{A}^1\text{OA}^2$ , en la que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo descrito en el presente documento. El término "poliéter", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-(\text{A}^1\text{O}-\text{A}^2\text{O})_a-$ , en la que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo descrito en el presente documento y "a" es un número entero de 1 a 500. Ejemplos de grupos poliéter incluyen poli(óxido de etileno), poli(óxido de propileno) y poli(óxido de butileno).
- 15 El término "haluro", como se usa en el presente documento, se refiere a los halógenos flúor, cloro, bromo y yodo.
- 20 El término "hidroxilo", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{OH}$ .
- El término "cetona", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $\text{A}^1\text{C}(\text{O})\text{A}^2$ , en la que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento,
- 25 El término "azida", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{N}_3$ .
- El término "nitro", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{NO}_2$ .
- 30 El término "nitrilo", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{CN}$ .
- El término "sililo", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{SiA}^1\text{A}^2\text{A}^3$ , en la que  $\text{A}^1$ ,  $\text{A}^2$  y  $\text{A}^3$  pueden ser, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento.
- 35 El término "sulfo-oxo", como se usa en el presente documento, se representa por las fórmulas  $-\text{S}(\text{O})\text{A}^1$ ,  $-\text{S}(\text{O})_2\text{A}^1$ ,  $-\text{OS}(\text{O})_2\text{A}^1$  o  $-\text{OS}(\text{O})_2\text{OA}^1$ , en la que  $\text{A}^1$  puede ser hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. En toda esta memoria descriptiva, "S(O)" es una notación abreviada para  $\text{S}=\text{O}$ . El término "sulfonilo" se usa en el presente documento para referirse al grupo sulfo-oxo representado por la fórmula  $-\text{S}(\text{O})_2\text{A}^1$ , en la que  $\text{A}^1$  puede ser hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. El término "sulfona", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $\text{A}^1\text{S}(\text{O})_2\text{A}^2$ , en la que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. El término "sulfóxido", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $\text{A}^1\text{S}(\text{O})\text{A}^2$ , en la que  $\text{A}^1$  y  $\text{A}^2$  pueden ser, independientemente, un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento.
- 40 El término "tiol", como se usa en el presente documento, se representa por la fórmula  $-\text{SH}$ .
- 50 Como se usa en el presente documento, el término "siloxanilo" se refiere a una estructura que tiene al menos un enlace Si-O-Si. Así, por ejemplo, grupo siloxanilo significa un grupo que tiene al menos un resto Si-O-Si, y compuesto de siloxanilo significa un compuesto que tiene al menos un grupo Si-O-Si.
- 55 Como se usa en el presente documento, el término "alcoxisililo" se refiere a una estructura que tiene al menos un enlace Si-O- $\text{A}^1$ . Así, por ejemplo, grupo alcoxisililo significa un grupo que tiene al menos un resto Si-O- $\text{A}^1$ , y compuesto de alcoxisililo significa un compuesto que tiene al menos un grupo Si-O- $\text{A}^1$ . En otro aspecto, alcoxisililo pueden tener un grupo Si-O- $\text{A}^1$ . En diversos aspectos,  $\text{A}^1$  de un resto alcoxisililo puede ser un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alquino, cicloalquino, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. También se contempla que el término alcoxisililo pueda, en otro aspecto, incluir grupos alcoxisililo sustituidos y derivados de alcoxisililo, que incluyen grupos alcoxisililo hidrolizados (es decir, grupos silanol).
- 60 Como se usa en el presente documento, el término "haluro de sililo" se refiere a una estructura representada por una fórmula  $\text{X}^1\text{SiA}^1\text{A}^2\text{A}^3$  o  $\text{X}^1\text{X}^2\text{SiA}^1\text{A}^2$  o  $\text{X}^1\text{X}^2\text{X}^3\text{SiA}^1$  o  $\text{X}^1\text{X}^2\text{X}^3\text{X}^4\text{Si}$ , en las que  $\text{X}^1$ ,  $\text{X}^2$ ,  $\text{X}^3$  y  $\text{X}^4$  son independientemente
- 65

flúor, cloro, bromo o yodo, y en las que A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup>, y A<sup>3</sup> son, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alquenoilo, cicloalquenoilo, alquinoilo, cicloalquinoilo, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento. En otro aspecto, haluro de sililo puede tener la estructura X<sup>1</sup>SiA<sup>1</sup>A<sup>2</sup>A<sup>3</sup>.

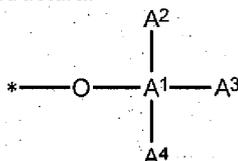
5 Como se usa en el presente documento, el término "silanol" se refiere a un resto sililo que tiene una estructura representada por la fórmula -SiA<sup>1</sup>A<sup>2</sup>A<sup>3</sup>A<sup>4</sup>, en la que A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> pueden ser, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alquenoilo, cicloalquenoilo, alquinoilo, cicloalquinoilo, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento, con la condición de que al menos uno de A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> sea hidroxilo. En otro aspecto, uno de A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es hidroxilo.

10 Como se usa en el presente documento, los términos "silanoxi" y "silanoxilo" se refieren a un resto sililo que tiene una estructura representada por la fórmula -OSiA<sup>1</sup>A<sup>2</sup>A<sup>3</sup>, en la que A<sup>1</sup>, A<sup>2</sup> y A<sup>3</sup> pueden ser, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o sin sustituir, cicloalquilo, alcoxi, alquenoilo, cicloalquenoilo, alquinoilo, cicloalquinoilo, arilo o heteroarilo, como se describe en el presente documento.

15 Como se usa en el presente documento, el término "ácido alquilacrílico" se refiere a ácido acrílico, ácidos acrílicos sustituidos con alquilo, sales de los mismos, y derivados de los mismos. En un aspecto, un ácido alquilacrílico puede estar adicionalmente sustituido. En otro aspecto, un ácido alquilacrílico es ácido metacrílico.

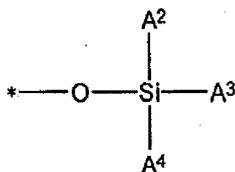
20 Como se usa en el presente documento, el término "grupo hidrolizable" se refiere a un grupo o resto que es convertible en hidrógeno mediante hidrólisis o solvólisis. En un aspecto, un grupo hidrolizable puede hidrolizarse (es decir, convertirse en un grupo hidrógeno) por exposición a agua o un disolvente prótico a o cerca de la temperatura ambiente y a o cerca de la presión atmosférica. En otros aspectos, un grupo hidrolizable puede hidrolizarse por exposición a agua o un disolvente prótico a una temperatura elevada o una presión elevada. En otros aspectos, un grupo hidrolizable puede hidrolizarse por exposición a agua ácida o alcalina o disolvente prótico ácido o alcalino.

25 Como se usa en el presente documento, el término "estéricamente impedido" se refiere a un resto sustituido terciario o cuaternario, en el que al menos uno de los sustituyentes tiene al menos dos átomos de carbono. Por ejemplo, un resto estéricamente impedido puede tener la estructura:



30 en la que A<sup>1</sup> es un átomo de carbono o átomo de silicio y en la que al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es un grupo orgánico que tiene al menos dos átomos de carbono. En otro aspecto, al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es metilo, y al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es un grupo orgánico que tiene al menos dos átomos de carbono.

35 Un ejemplo de un grupo estéricamente impedido es un grupo silicio terminal estéricamente impedido, que puede tener la estructura:



40 en la que al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es un grupo orgánico que tiene al menos dos átomos de carbono. En otro aspecto, al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es metilo y al menos uno de A<sup>2</sup>, A<sup>3</sup> y A<sup>4</sup> es un grupo orgánico que tiene al menos dos átomos de carbono.

45 Como se usa en el presente documento, el término "grupo polimerizable por radicales" se refiere a un resto que puede someterse a polimerización por adición cuando se expone a una fuente de radicales, por ejemplo, un iniciador de radicales. Grupos polimerizables por radicales incluyen olefinas y acrilatos, por ejemplo, ácido acrílico y sus derivados (por ejemplo, acrilatos de alquilo) y ácido metacrílico y sus derivados (por ejemplo, metacrilatos de alquilo). Una polimerización tal normalmente avanza a través de un mecanismo de crecimiento de cadenas y presenta cinética de crecimiento de cadenas.

50 Como se usa en el presente documento, el término "resistencia a la hidrólisis" se refiere a la capacidad de un compuesto o composición para sobrevivir a las condiciones de hidrólisis. En un aspecto se contempla la hidrólisis ácida. Como se usa en el presente documento, el término "resistente a la hidrólisis" se refiere a la característica de sobrevivir a las condiciones de hidrólisis. En un aspecto, un residuo de un compuesto puede denominarse resistente a la hidrólisis si una composición presenta mayor resistencia a la hidrólisis cuando comprende el residuo del compuesto en comparación con una composición similar en ausencia del residuo del compuesto.

A menos que se establezca lo contrario, una fórmula con enlaces químicos mostrada solo como líneas continuas y no como cuñas o líneas discontinuas contempla cada isómero posible, por ejemplo, cada enantiómero y diaestereómero, y una mezcla de isómeros, tales como una mezcla racémica o escalémica.

5 Se desvelan los componentes que van a usarse para preparar las composiciones según el proceso de la invención, además de las propias composiciones que van a usarse dentro de los métodos desvelados en el presente documento. Estos y otros materiales se desvelan en el presente documento, y se entiende que cuando se desvelan combinaciones, subconjuntos, interacciones, grupos, etc., de estos materiales que, aunque no puede desvelarse explícitamente referencia específica de cada una de las diversas combinaciones individuales y colectivas y permutación de estos compuestos, cada una se contempla específicamente y se describe en el presente documento. Por ejemplo, si un compuesto particular se desvela y se trata y se tratan varias modificaciones que pueden hacerse a varias moléculas que incluyen los compuestos, se contemplan específicamente todas y cada combinación y permutación del compuesto y las modificaciones que son posibles, a menos que se indique específicamente lo contrario. Así, si se desvela una clase de moléculas A, B y C, además de una clase de moléculas D, E y F, y se desvela un ejemplo de una molécula de combinación, A-D, entonces aunque cada una no se cite individualmente, cada una se contempla individualmente y conjuntamente, lo que significa que las combinaciones A-E, A-F, B-D, B-E, B-F, C-D, C-E, y C-F se consideran desveladas. Asimismo, también se desvela cualquier subconjunto o combinación de éstos. Así, por ejemplo, el sub-grupo de A-E, B-F y C-E se consideraría desvelado. Este concepto se aplica a todos los aspectos de la presente solicitud que incluyen, pero no se limitan a, etapas en métodos de preparación y uso de las composiciones de la invención. Así, si hay una variedad de etapas adicionales que pueden realizarse, se entiende que cada una de estas etapas adicionales puede realizarse con cualquier realización específica o combinación de realizaciones de los métodos de la invención.

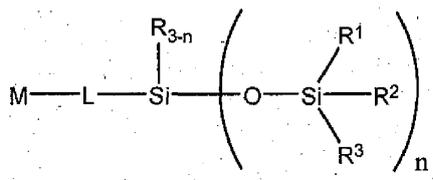
25 Se entiende que las composiciones desveladas en el presente documento tienen ciertas funciones. En el presente documento se desvelan ciertos requisitos estructurales para realizar las funciones desveladas, y se entiende que hay una variedad de estructuras que pueden realizar la misma función que están relacionadas con las estructuras desveladas, y que estas estructuras normalmente lograrán el mismo resultado.

30 B. Compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis

En un aspecto, la invención se refiere a la producción de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada. Es decir, un compuesto de silicona puede tener producto secundario de disiloxano reducido y, así, rendimiento y pureza mejorados.

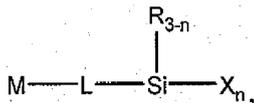
35 1. Compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada

En un aspecto, la invención se refiere a la producción de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada que tienen la estructura:

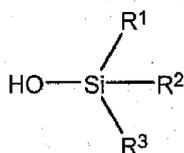


40 en la que M representa un grupo polimerizable por radicales; en la que L representa un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido; en la que R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos, con la condición de que al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> sea un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono; y en la que n representa un número entero de 1 a 3. En ciertos aspectos, n es 1, n es 2 y n es 3.

45 Tales compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada pueden prepararse, por ejemplo, por la etapa de hacer reaccionar un haluro de sililo que tiene la estructura:



50 en la que X representa un halógeno seleccionado del grupo que consiste en cloro, bromo y yodo, con un silanol que tiene la estructura:



En otro aspecto, un compuesto tal puede producirse con un rendimiento de al menos aproximadamente el 10 % por análisis de cromatografía de gases. Por ejemplo, el rendimiento puede ser al menos aproximadamente el 15 %, al menos aproximadamente el 20 %, al menos aproximadamente el 25 %, al menos aproximadamente el 30 %, al menos aproximadamente el 35 %, al menos aproximadamente el 40 %, al menos aproximadamente el 45 %, o al menos aproximadamente 50 % por análisis de cromatografía de gases.

En otro aspecto, k es 0, y m es de 1 a 3. En todavía otro aspecto, k es 1, y m es de 1 a 7. En aún otro aspecto, uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es metilo y al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es etilo, propilo o butilo. En incluso otro aspecto, dos de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son metilo, y uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es etilo, propilo o butilo.

En un aspecto, el agua está sustancialmente ausente.

a. Grupos polimerizables por radicales

En un aspecto, los compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada de la invención poseen al menos un grupo polimerizable por radicales, M, como se desvela en el presente documento. También se entiende que un grupo polimerizable por radicales puede someterse a una reacción de polimerización con otros grupos polimerizables por radicales de otros compuestos de la invención o con grupos polimerizables por radicales de comonomeros, produciendo así un polímero que comprende un residuo de un compuesto de la invención.

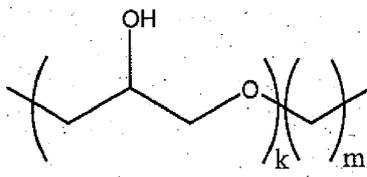
b. Grupos de enlace

En un aspecto, los compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada de la invención poseen opcionalmente al menos un grupo de enlace, L. En un aspecto, L puede ser un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido, por ejemplo, un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub> sustituido o sin sustituir, grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. En otro aspecto, el grupo de enlace, L, puede ser un grupo polialquileno sustituido o sin sustituir. Es decir, L puede ser un grupo que tiene dos o más grupos CH<sub>2</sub> enlazados entre sí, representados por la fórmula -(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>-, en la que "a" es un número entero de 1 a 20. Ejemplos incluyen metileno, etileno, propileno, butileno, pentileno y hexileno. El grupo orgánico puede ser ramificado o lineal.

En otro aspecto, el grupo de enlace, L, puede estar sustituido por uno o más grupos funcionalizados. Por ejemplo, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo, grupos hidroxialquilo, grupos amino, grupos aminoalquilo, grupos amida, grupos alquilamida, grupos alcoxi, grupos alcoxilquilo, grupos alcocarbonilo, grupos alcocarbonilalquilo o una combinación de aquellos grupos funcionalizados. En todavía otro aspecto, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo o grupos hidroxialquilo. Específicamente, en un aspecto, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo.

En otro aspecto, uno o más grupos CH<sub>2</sub> del grupo de enlace, L, pueden sustituirse por uno o más heteroátomos. Por ejemplo, uno o más grupos CH<sub>2</sub> de L pueden sustituirse por O, S, N-R<sup>L</sup>, P-R<sup>L</sup> o una combinación de aquellos heteroátomos, en las que R<sup>L</sup> es grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir y R<sup>L</sup> puede estar sustituido por uno o más grupos funcionalizados y grupos CH<sub>2</sub> de R<sup>L</sup> pueden sustituirse por uno o más heteroátomos. En todavía otro aspecto, uno o más grupos CH<sub>2</sub> de L pueden sustituirse por O o N-R<sup>L</sup>.

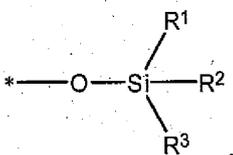
En otro aspecto, L tiene la estructura:



en la que k representa un número entero de 0 a 6; y en la que m representa un número entero de 1 a 3 cuando k es 0, y representa un número entero de 1 a 20 cuando k no es 0, con la condición de que 1 ≤ 3k + m ≤ 20. En otro aspecto, k es 1, y en la que m es de 1 a 7. En todavía otro aspecto, L está ausente de los compuestos y/o composiciones de la invención.

c. Grupos silanoxi

En un aspecto, los compuestos de la invención pueden poseer uno, dos o tres grupos silanoxi que tienen una estructura general:

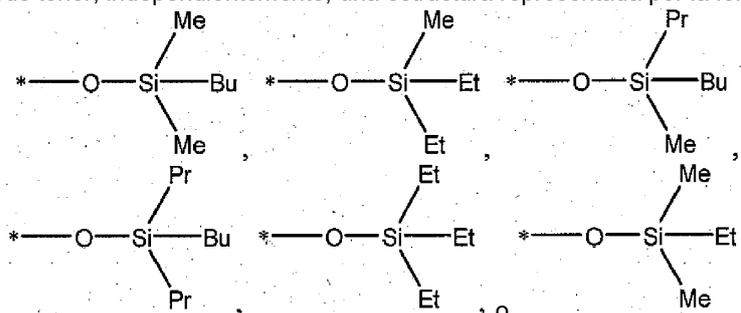


en la que R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir.

5 Los grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> pueden ser, por ejemplo, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> o grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Ejemplos incluyen metilo, etilo, *n*-propilo, *i*-propilo, *n*-butilo, *s*-butilo, *i*-butilo, *t*-butilo, *n*-pentilo, *i*-pentilo, *s*-pentilo, neopentilo, hexilo, heptilo, octilo, decilo y dodecilo. Los grupos alquilo pueden ser ramificados o lineales.

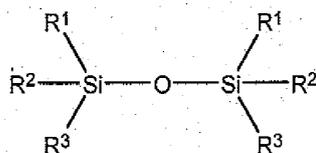
10 Los grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> pueden ser, por ejemplo, grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub>, grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub> o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>. Ejemplos incluyen fenilo, toluenilo, piridinilo y naftalenilo.

En otro aspecto, al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono. Por ejemplo, cada grupo silanoxi puede tener, independientemente, una estructura representada por la fórmula:



15 d. Producto secundario de disiloxano

En un aspecto, un compuesto de disiloxano que tiene la estructura:



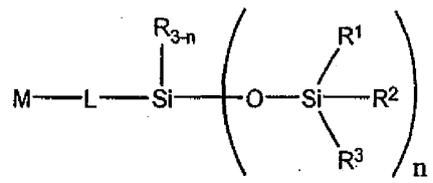
20 está presente en una cantidad de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 20 % por análisis de cromatografía de gases. Por ejemplo, un disiloxano puede estar presente en una cantidad de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 15 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 10 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 5 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 3 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 3 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 1 %, o aproximadamente el 0 % por análisis de cromatografía de gases. En un aspecto, un compuesto de disiloxano está sustancialmente ausente.

### C. Procesos de preparación de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis

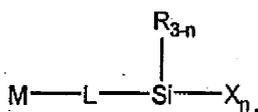
30 En un aspecto, la invención se refiere a procesos de preparación de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis de pureza mejorada. Es decir, los procesos pueden preparar un compuesto de silicona que tiene producto secundario de disiloxano reducido y, así, rendimiento y pureza mejorados.

#### 1. Reacción de haluro de sililo con un silanol

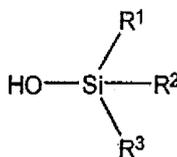
35 En un aspecto, la invención se refiere a un proceso de preparación de un compuesto de silicona que tiene la estructura:



40 en la que M representa un grupo polimerizable por radicales seleccionados de olefinas, acrilatos, ácido metacrílico y metacrilatos de alquilo; en la que L representa un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido; en la que R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos, con la condición de que al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> sea un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono; y en la que n representa un número entero de 1 a 3, comprendiendo el proceso la etapa de hacer reaccionar un haluro de sililo que tiene la estructura:



en la que X representa un halógeno seleccionado del grupo que consiste en cloro, bromo y yodo, con un silanol que tiene la estructura:



5 En otro aspecto, el agua está sustancialmente ausente.

a. Grupos polimerizables por radicales

10 En un aspecto, los procesos de la invención producen compuestos que llevan al menos un grupo polimerizable por radicales, M. En un aspecto, M es cualquier resto conocido para aquellos expertos en la materia que puede someterse a polimerización por adición cuando se expone a una fuente de radicales, por ejemplo, un iniciador de radicales. En otro aspecto, M puede ser una olefina. Por ejemplo, M puede ser un grupo alqueno, que incluye un etileno, un resto 1,3-butadieno, o un resto estirilo. En otro aspecto, M puede ser un acrilato. Por ejemplo, M puede ser un residuo de ácido acrílico o un derivado del mismo (por ejemplo, acrilatos de alquilo) o residuo de ácido metacrílico o un derivado del mismo (por ejemplo, metacrilatos de alquilo). Específicamente, en un aspecto, M puede ser un grupo acrililoxi o un grupo metacrililoxi.

15 Se entiende que un grupo polimerizable por radicales puede someterse a una reacción de polimerización con otros grupos polimerizables por radicales de otros compuestos de la invención o con grupos polimerizables por radicales de comonómeros, produciendo así un polímero que comprende un residuo de un compuesto de la invención.

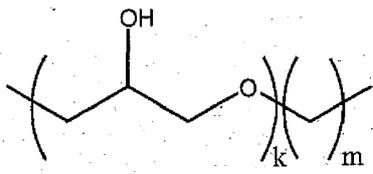
b. Grupos de enlace

25 En un aspecto, los procesos de la invención producen compuestos que llevan al menos un grupo de enlace, L. En un aspecto, L puede ser un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido, por ejemplo, un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub> sustituido o sin sustituir, grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. En otro aspecto, el grupo de enlace, L, puede ser un grupo polialquileno sustituido o sin sustituir. Es decir, L puede ser un grupo que tiene dos o más grupos CH<sub>2</sub> enlazados entre sí, representados por la fórmula -(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>-, en la que "a" es un número entero de 1 a 20. Ejemplos incluyen metileno, etileno, propileno, butileno, pentileno y hexileno. El grupo orgánico puede ser ramificado o lineal.

30 En otro aspecto, el grupo de enlace, L, puede estar sustituido por uno o más grupos funcionalizados. Por ejemplo, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo, grupos hidroxialquilo, grupos amino, grupos aminoalquilo, grupos amida, grupos alquilamida, grupos alcoxi, grupos alcoxialquilo, grupos alcocarbonilo, grupos alcocarbonilalquilo o una combinación de aquellos grupos funcionalizados. En todavía otro aspecto, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo o grupos hidroxialquilo. Específicamente, en un aspecto, L puede estar sustituido por grupos hidroxilo.

35 En otro aspecto, uno o más grupos CH<sub>2</sub> del grupo de enlace, L, pueden sustituirse por uno o más heteroátomos. Por ejemplo, uno o más grupos CH<sub>2</sub> de L pueden sustituirse por O, S, N-R<sup>L</sup>, P-R<sup>L</sup> o una combinación de aquellos heteroátomos, en las que R<sup>L</sup> es grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> sustituidos o sin sustituir y R<sup>L</sup> puede estar sustituido por uno o más grupos funcionalizados y grupos CH<sub>2</sub> de R<sup>L</sup> pueden sustituirse por uno o más heteroátomos. En todavía otro aspecto, uno o más grupos CH<sub>2</sub> de L pueden sustituirse por O o N-R<sup>L</sup>.

En otro aspecto, L tiene la estructura:

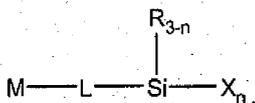


45 en la que k representa un número entero de 0 a 6; y en la que m representa un número entero de 1 a 3 cuando k es 0, y representa un número entero de 1 a 20 cuando k no es 0, con la condición de que  $1 \leq 3k + m \leq 20$ .

50 En otro aspecto, k es 1, y en la que m es de 1 a 7. En todavía otro aspecto, k es 0, y m es de 1 a 3. En aún otro aspecto, L está ausente de los procesos de la invención.

c. Compuesto de haluro de sililo

En un aspecto, los procesos de la invención se refieren a un haluro de sililo que tiene la estructura:



En un aspecto, X representa un halógeno seleccionado del grupo que consiste en cloro, bromo y yodo.

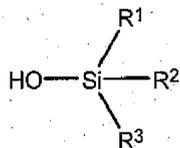
- 5 En otro aspecto, 3-n es un número entero de 0 a 2. Es decir, n representa un número entero de 1 a 3. Por ejemplo, n puede ser 1, 2, o 3, mientras que 3-n puede ser 2, 1 o 0.

En todavía otro aspecto, R representa un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituido o un grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituido. El grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> puede ser, por ejemplo, un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub>, un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, o un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Ejemplos incluyen metilo, etilo, *n*-propilo, *i*-propilo, *n*-butilo, *s*-butilo, *i*-butilo, *t*-butilo, *n*-pentilo, *i*-pentilo, *s*-pentilo, neopentilo, hexilo, heptilo, octilo, decilo y dodecilo. El grupo alquilo puede ser ramificado o lineal. El grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> puede ser, por ejemplo, un grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub>, un grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub> o un grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>. Ejemplos incluyen fenilo, toluenilo, piridinilo y naftalenilo.

15

d. Silanol

En un aspecto, los procesos de la invención se refieren a un silanol que tiene la estructura:



- 20 En otro aspecto, n representa un número entero de 1 a 3. Por ejemplo, n puede ser 1, 2 o 3.

En todavía otro aspecto, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos. Los grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> pueden ser, por ejemplo, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, o grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Ejemplos incluyen metilo, etilo, *n*-propilo, *i*-propilo, *n*-butilo, *s*-butilo, *i*-butilo, *t*-butilo, *n*-pentilo, *i*-pentilo, *s*-pentilo, neopentilo, hexilo, heptilo, octilo, decilo y dodecilo. Los grupos alquilo pueden ser ramificados o lineales. Los grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> pueden ser, por ejemplo, grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub>, grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub> o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>. Ejemplos incluyen fenilo, toluenilo, piridinilo y naftalenilo.

30 En aún otro aspecto, el silanol posee un grupo silicio terminal estéricamente impedido. Es decir, en un aspecto, al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono. Es decir, uno o dos o tres de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> pueden ser un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono, por ejemplo, un grupo etilo, un grupo propilo, un grupo butilo, un grupo pentilo, un grupo hexilo, un grupo heptilo, un grupo octilo, un grupo decilo, un grupo dodecilo, un grupo fenilo, un grupo toluenilo, grupo piridinilo, o un grupo naftalenilo. En todavía otro aspecto, uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es metilo y al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es etilo, propilo o butilo. En aún otro aspecto, dos de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son metilo, y uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> es etilo, propilo o butilo.

35

e. Condiciones de reacción

40 Normalmente, un haluro de sililo (por ejemplo, trihalosilano) y al menos un equivalente molar de un silanol (por ejemplo, alcohol de trialkilsililo) se añaden a una mezcla de un disolvente orgánico y un disolvente de amina. El trialkoxisililalquilacrilato y el haluro de trialkilsililo normalmente se añaden por separado y normalmente se mediante embudos de goteo. Tal adición normalmente se realiza mientras que la mezcla se agita, por ejemplo, agitando, removiendo o sonicando.

45

i. Reactivos

En un aspecto, un haluro de sililo como se ha desvelado en el presente documento, por ejemplo, un trihalosilano, puede usarse a propósito de los métodos desvelados. Normalmente se usa un equivalente molar de este reactivo.

50

En un aspecto, un silanol como se ha desvelado en el presente documento, por ejemplo, un alcohol de trialkilsililo, puede usarse a propósito de los métodos desvelados. Aunque un experto habitual en la materia de la síntesis orgánica puede determinar fácilmente la cantidad relativa de silanol que va a usarse en una reacción, normalmente se usa al menos un equivalente molar del silanol, con respecto al haluro de sililo, cuando el haluro de sililo es un monohaluro. Normalmente se usan al menos dos equivalentes molares del silanol, con respecto al haluro de sililo, cuando el haluro de sililo es un dihaluro. Normalmente se usan al menos tres equivalentes molares del silanol, con

55

respecto al haluro de sililo, cuando el haluro de sililo es un trihaluro. En otro aspecto, si se desea un exceso, pueden usarse cuatro, cinco, seis o más equivalentes molares.

5 En un aspecto, un disolvente orgánico puede usarse a propósito de los métodos desvelados. En diversos aspectos, el disolvente orgánico puede ser un disolvente aromático, que incluye benceno, tolueno, naftaleno, etilbenceno, piridina y dimetilanimilina; un hidrocarburo, que incluye pentano, ciclopentano, hexano, ciclohexano, heptano, octano, nonano o decano; un éter, que incluye éter dietílico; o una amida, que incluye dimetilformamida, dimetilformamida, dimetilacetamida, y dietilacetamida. Normalmente se usan aproximadamente 3,2 ml de disolvente orgánico por 1 mmol de haluro de sililo; sin embargo, pueden usarse de aproximadamente 2,0 ml a aproximadamente 10,0 ml de disolvente orgánico por 1 mmol de haluro de sililo.

15 En un aspecto, un disolvente de amina puede usarse a propósito de los métodos desvelados. Normalmente, el disolvente de amina es una amina aprótica, por ejemplo, y amina aromática o una amina terciaria. Disolventes de amina adecuados incluyen piridina, N-metilpiperidina, N-metilpirrolidina, trimetilamina, trietilamina y dimetilanimilina. Normalmente se usa aproximadamente 1 mmol de disolvente de amina por 1 mmol de silanol; sin embargo, pueden usarse aproximadamente 1 mmol a aproximadamente 3,0 mmoles de disolvente de amina por 1 mmol de silanol.

ii. Temperatura y presión

20 La adición puede llevarse a cabo convenientemente a temperatura ambiente (es decir, aproximadamente 25 °C). La adición puede llevarse a cabo convenientemente a presión atmosférica (es decir, aproximadamente 760 Torr). En otro aspecto, la reacción se calienta antes y/o durante la adición a una temperatura de, por ejemplo, de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 100 °C, por ejemplo, de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 50 °C, de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 75 °C, o de aproximadamente 75 °C a aproximadamente 100 °C. En otro aspecto, la reacción se enfría antes y/o durante la adición a una temperatura de, por ejemplo, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 25 °C, por ejemplo, de aproximadamente 0 °C a aproximadamente 5 °C, de aproximadamente 5 °C a aproximadamente 10 °C, de aproximadamente 15 °C a aproximadamente 20 °C, o de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 25 °C.

30 iii. Tiempo

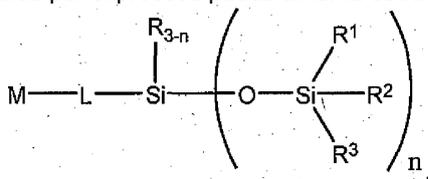
En un aspecto, la reacción se deja con agitación durante un periodo de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 6 horas, por ejemplo, de aproximadamente 1 hora a aproximadamente 4 horas, o aproximadamente 3 horas. Un experto habitual en la materia puede determinar fácilmente el fin de las reacciones monitorizando el consumo de materiales de partida (por ejemplo, haluro de sililo) por métodos cromatográficos (por ejemplo, cromatografía en capa fina (CCF), cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) o cromatografía de gases (CG)).

40 iv. Purificación

Tras completarse la reacción, la disolución de producto normalmente se lava una o más veces con agua y a continuación se seca sobre sulfato de sodio anhidro. El producto en bruto puede entonces filtrarse, concentrarse y purificarse por cromatografía en columna (gel de sílice; hexano/acetato de etilo). El producto puede entonces analizarse por, por ejemplo, CG para determinar la relación del área del pico del compuesto de silicona de interés con respecto a la de cualquier disiloxano subproducto.

f. Compuesto de silicona resistente a la hidrólisis producido de esta manera

50 También se desvelan los productos producidos por los procesos de la invención. En un aspecto, el compuesto de silicona resistente a la hidrólisis producido por el proceso puede tener la estructura:



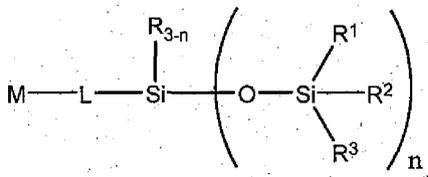
55 en la que M representa un grupo polimerizable por radicales; en la que L representa un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido; en la que R, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos, con la condición de que al menos uno de R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> sea un grupo que tiene al menos 2 átomos de carbono; y en la que n representa un número entero de 1 a 3, como se desvela en el presente documento.

2. Rendimiento y pureza

En otro aspecto, los procesos de la invención pueden producir un compuesto que tiene rendimiento y/o pureza mejorados en comparación con procesos convencionales.

a. Rendimiento mejorado

5 Los procesos de la invención normalmente presentan un mayor rendimiento que los procesos convencionales. Por ejemplo, en un aspecto, la invención se refiere a un proceso de preparación de un compuesto de silicona que tiene la estructura:

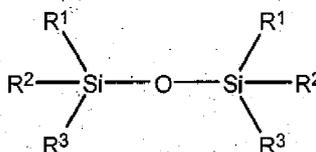


10 como se ha desvelado en el presente documento, en la que el compuesto de silicona se produce con un rendimiento de al menos aproximadamente el 10 % por análisis de cromatografía de gases. Por ejemplo, el compuesto de silicona puede producirse con un rendimiento de al menos aproximadamente el 15 %, al menos aproximadamente el 20 %, al menos aproximadamente el 25 %, al menos aproximadamente el 30 %, al menos aproximadamente el 35 %, al menos aproximadamente el 40 %, al menos aproximadamente el 45 %, o al menos aproximadamente 50 % por análisis de cromatografía de gases. En un aspecto, el agua está sustancialmente ausente.

15 El rendimiento de un proceso puede medirse, por ejemplo, por análisis por cromatografía de gases (CG) de los productos en bruto obtenidos, como se describe en el Ejemplo 5-1 y el Ejemplo comparativo 5-1, abajo. La comparación del área del pico atribuible al compuesto de la invención o el producto de un proceso de la invención con el área del pico atribuible a productos secundarios, o con las áreas totales de todos los picos en el cromatograma, puede proporcionar una medida de rendimiento.

b. Pureza mejorada

En un aspecto, un compuesto de disiloxano que tiene la estructura:



25 está presente en una cantidad de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 20 % por análisis de cromatografía de gases. Por ejemplo, un disiloxano puede estar presente en una cantidad de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 15 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 10 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 5 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 3 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 3 %, de aproximadamente el 0 % a aproximadamente el 1 %, o aproximadamente el 0 % por análisis de cromatografía de gases. En un aspecto, un compuesto de disiloxano está sustancialmente ausente.

35 Sin desear ceñirse a teoría alguna, se cree que la reacción de un silanol (o precursor de silanol) con un haluro de sililo estéricamente impedido puede producir una cantidad insatisfactoria de producto secundario de disiloxano no deseado. A diferencia, de nuevo sin desear ceñirse a teoría alguna, se cree que la reacción de un silanol estéricamente impedidos con un haluro de sililo puede facilitar la producción de compuestos de silicona resistentes a la hidrólisis deseados, mientras que se minimiza la producción de producto secundario de disiloxano no deseado.

D. Polímeros resistentes a la hidrólisis

40 En un aspecto, la invención se refiere a un polímero que comprende al menos un residuo de un compuesto de la invención o al menos un residuo de un producto preparado por un proceso de la invención. Es decir, una o más subunidades de un polímero resistente a la hidrólisis comprenden residuos de un compuesto resistente a la hidrólisis.

1. Copolimerización

45 En otro aspecto, las composiciones de polímero de la invención pueden proporcionarse como un copolímero. Es decir, el polímero comprende residuos de un compuesto resistente a la hidrólisis y residuos de uno o más monómeros adicionales. Por ejemplo, los compuestos de la invención pueden copolimerizarse con al menos un comonómero, por ejemplo, un comonómero hidrófilo. Comonómeros hidrófilos adecuados incluyen metacrilato de 2-hidroxietilo.

Como materiales polimerizables que puede usarse para la copolimerización pueden emplearse monómeros que tienen un enlace insaturado carbono-carbono polimerizable tal como grupo (met)acrilóilo, grupo estirilo, grupo alilo, o grupo vinilo.

5 Ejemplos preferidos de tales monómeros incluyen alquil(met)acrilatos tales como ácido (met)acrílico, ácido itacónico, ácido crotónico, ácido cinámico, ácido vinilbenzoico, (met)acrilato de metilo y (met)acrilato de etilo; (met)acrilatos polifuncionales tales como mono(met)acrilato de polialquilenglicol, monoalquil éter (met)acrilato de polialquilenglicol, bis(met)acrilato de polialquilenglicol, tris(met)acrilato de trimetiloopropano, tetraquis(met)acrilato de pentaeritritol, polidimetilsiloxano que tiene grupo (met)acriloxipropilo en ambos extremos, polidimetilsiloxano que tiene grupo (met)acriloxipropilo en un extremo y polidimetilsiloxano que tiene una pluralidad de grupos (met)acrilóilo en cadenas laterales; (met)acrilatos de alquilo halogenados tales como (met)acrilato de trifluoroetilo y (met)acrilato de hexafluoroisopropilo; (met)acrilatos de hidroxialquilo que tienen grupo hidroxilo tales como (met)acrilato de 2-hidroxietilo y (met)acrilato de 2,3-dihidroxipropilo; (met)acrilamidas tales como N,N-dimetilacrilamida, N,N-dietilacrilamida, N,N-di-ti-propilacrilamida, N,N-diisopropilacrilamida, N,N-di-n-butilacrilamida, N-acrilóilmorfolina, N-acrilóilpiperidina, N-acrilóilpirrolidina y N-metil(met)acrilamida; N-vinil-N-metil acetamida, N-vinil-N-etil acetamida, N-vinil-N-etil-formamida, N-vinil-formamida, monómeros de vinilo aromáticos tales como estireno,  $\alpha$ -metilestireno y vinilpiridina; maleimidias; monómeros de vinilo heterocíclicos tales como N-vinilpirrolidona; (met)acrilato de 3-[tris(trimetilsiloxi)silil]propilo, (met)acrilato de 3-[bis(trimetilsiloxi)etilsilil]propilo, (met)acrilato de 3-[(trimetilsiloxi)dimetilsilil]propilo, (met)acrilamida de 3-[tris(trimetilsiloxi)silil]propilo, (met)acrilamida de 3-[bis(trimetilsiloxi)metilsilil]propilo, (met)acrilamida de 3-[(trimetilsiloxi)dimetilsilil]propilo, (met)acrilato de [tris(trimetilsiloxi)silil]metilo, (met)acrilato de [bis(trimetilsiloxi)metilsilil]metilo, (met)acrilato de [(trimetilsiloxi)dimetilsilil]metilo, (met)acrilamida de [tris(trimetilsiloxi)silil]metilo, (met)acrilamida de [bis(trimetilsiloxi)metilsilil]metilo, (met)acrilamida de [(trimetilsiloxi)dimetilsilil]metilo, [tris(trimetilsiloxi)silil]estireno, [bis(trimetilsiloxi)metilsilil]estireno, [(trimetilsiloxi)dimetilsilil]estireno, y polidimetilsiloxano que tiene grupo (met)acriloxipropilo en un extremo.

Ejemplos preferidos adicionales de tales monómeros incluyen ácido 2-propenoico, éster 2-metil-2-hidroxi-3-[3-[1,3,3,3-tetrametil-1-[(trimetilsilil)oxi]disiloxanil]propoxi]propílico (SiGMA); polidimetilsiloxano terminado con monometacriloxipropilo, terminado con mono-*n*-butilo (mPDMS; MW 800-1000 ( $M_n$ )); bis-3-acriloxi-2-hidroxipropiloxipropilpolidimetilsiloxano (acPDMS) (MW 1000 y 2000, polidimetilsiloxano acrilatado de Gelest y Degussa, respectivamente); polidimetilsiloxano terminado con metacriloxipropilo (MW 550-700) de Gelest (maPDMS); y polidimetilsiloxano terminado con mono-(3-metacriloxi-2-hidroxipropiloxi)propilo, terminado con mono-butilo (mPDMS-OH).

35 Otros componentes que contienen silicona adecuados para su uso en la presente invención incluyen aquellos descritos en el documento WO 96/31792, tales como macrómeros que contienen polisiloxano, polialquilen éter, diisocianato, hidrocarburo polifluorado, éter polifluorado y grupos polisacárido. Las patentes de EE.UU. n.º 5.321.108; 5.387.662; y 5.539.016 describen polisiloxanos con un injerto fluorado polar o grupo lateral que tiene un átomo de hidrógeno unido a un átomo de carbono sustituido con difluor terminal. El documento US 2002/0016383 describe metacrilatos de siloxanilo hidrófilos que contienen enlaces éter y siloxanilo y monómeros reticulables que contienen grupos poliéter y polisiloxanilo.

## 2. Constitución del polímero

45 En un aspecto, el polímero es un homopolímero. Es decir, sustancialmente todos los residuos de monómero comprenden residuos de un compuesto resistente a la hidrólisis.

En otro aspecto, menos de todos los residuos de monómero comprenden residuos de un compuesto resistente a la hidrólisis. En todavía otro aspecto, al menos el 5 % del polímero comprende residuos de un compuesto de la invención o residuos de un producto preparado por un proceso de la invención. Por ejemplo, al menos el 10 %, al menos el 15 %, al menos el 20 %, al menos el 25 %, al menos el 30 %, al menos el 35 %, al menos el 40 %, al menos el 45 %, o al menos el 50 % del polímero puede comprender residuos de un compuesto de la invención o residuos de un producto preparado por un proceso de la invención.

55 En otro aspecto, menos de toda la masa del polímero se proporciona por residuos de un compuesto resistente a la hidrólisis. En todavía otro aspecto, al menos el 5 % de la masa del polímero se proporciona por residuos de un compuesto de la invención o residuos de un producto preparado por un proceso de la invención. Por ejemplo, al menos el 10 %, al menos el 15 %, al menos el 20 %, al menos el 25 %, al menos el 30 %, al menos el 35 %, al menos el 40 %, al menos el 45 %, o al menos el 50 % de la masa del polímero puede comprender residuos de un compuesto de la invención o residuos de un producto preparado por un proceso de la invención.

## E. Composiciones resistentes a la hidrólisis

65 Aunque se entiende que los compuestos de la invención y los productos preparados por un proceso de la invención pueden emplearse en cualquier aplicación conocida para aquellos expertos en la materia que sea adecuada para compuestos y/o composiciones resistentes a la hidrólisis, los compuestos, composiciones y productos de procesos

de la invención pueden emplearse como materiales para la producción de lentes oftálmicas, por ejemplo, lentes de contacto.

5 En un aspecto, la invención se refiere a una lente oftálmica que comprende un polímero que comprende al menos un residuo de un compuesto de la invención o un residuo de un producto de un proceso de la invención. En otro aspecto, la invención se refiere a una lente de contacto que comprende un polímero que comprende al menos un residuo de un compuesto de la invención o un residuo de un producto de un proceso de la invención.

#### F. Resistencia a la hidrólisis

10 Sin desear ceñirse a teoría alguna, se cree que los compuestos que llevan grupos silicio terminales estéricamente impedidos tienen una mayor resistencia a las condiciones de hidrólisis (por ejemplo, hidrólisis ácida) que los compuestos que carecen de grupos silicio terminales estéricamente impedidos.

15 En un aspecto, los compuestos de la invención, composiciones de la invención y productos de procesos de la invención son resistentes a la hidrólisis. Es decir, los compuestos de la invención presentan mayor resistencia a la hidrólisis que los compuestos convencionales (es decir, compuestos que carecen de un grupo silicio terminal estéricamente impedido). Por tanto, una composición de la invención presenta mayor resistencia a la hidrólisis cuando comprende un residuo de un compuesto de la invención o un residuo de un producto de un proceso de la invención en comparación con una composición similar en ausencia del residuo del compuesto o el producto de un proceso.

20 La resistencia a la hidrólisis de un compuesto o un producto de un proceso puede medirse, por ejemplo, calentando en presencia de alcohol, agua, un ácido (por ejemplo, un ácido carboxílico, tal como ácido acético), y opcionalmente, un inhibidor de la polimerización (por ejemplo, 2,6-di-*t*-butil-4-metilfenol). La mezcla puede calentarse a una temperatura de hidrólisis (por ejemplo, 80 °C o 90 °C) durante un tiempo de hidrólisis (por ejemplo, 136 horas o 168 horas), y el grado de descomposición puede determinarse por cromatografía de gases (CG) del producto en bruto. Comparando el área del pico atribuible al compuesto o producto que se prueba antes de someter a las condiciones de hidrólisis con el área del pico atribuible al compuesto o producto que se prueba después de someter a las condiciones de hidrólisis puede determinarse la proporción (porcentaje) del compuesto o producto que se prueba que sobrevive a las condiciones de hidrólisis.

25 En diversos aspectos, los compuestos de la invención, los productos de procesos de la invención, y, así, las composiciones de la invención presentan una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 5 % en peso de ácido acético en H<sub>2</sub>O/2-propanol; 80 °C; 136 horas) de al menos aproximadamente el 90 %, al menos aproximadamente el 92 %, al menos aproximadamente el 94 %, al menos aproximadamente el 95 %, al menos aproximadamente el 96 %, al menos aproximadamente el 97 %, o al menos aproximadamente el 98 %. A diferencia, ejemplos comparativos de compuestos no resistentes a la hidrólisis convencionales pueden presentar una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 5 % en peso de ácido acético en H<sub>2</sub>O/2-propanol; 80 °C; 136 horas) de tan solo aproximadamente el 46 %.

30 En diversos aspectos adicionales, los compuestos de la invención, los productos de procesos de la invención, y, así, las composiciones de la invención presentan una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 5 % en peso de ácido acético en H<sub>2</sub>O/*n*-butanol; 90 °C; 136 horas) de al menos aproximadamente el 90 %, al menos aproximadamente el 92 %, o al menos aproximadamente el 94 %. A diferencia, ejemplos comparativos de compuestos no resistentes a la hidrólisis convencionales normalmente presentan una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 5 % en peso de ácido acético en H<sub>2</sub>O/*n*-butanol; 90 °C; 136 horas) de aproximadamente el 78 %, aproximadamente el 61 %, o incluso de tan solo aproximadamente el 35 %.

35 En diversos aspectos, el polímero obtenido polimerizando la composición de la invención puede presentar una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 1,6 % en peso de ácido (met)acrílico copolimerizado, 55 °C durante 8 semanas o 95 °C durante 1 semana) de no superior al 50 % de reducción del alargamiento, no superior al 45 % de reducción del alargamiento, o no superior al 40 % de reducción del alargamiento. A diferencia, ejemplos comparativos de compuestos no resistentes a la hidrólisis convencionales normalmente presentan una resistencia a la hidrólisis (aproximadamente el 1,6 % en peso de ácido (met)acrílico copolimerizado, 55 °C durante 8 semanas o 95 °C durante 1 semana) de aproximadamente el 55 %, o incluso de hasta aproximadamente el 66 %.

#### G. Composiciones con funciones similares

40 Se entiende que las composiciones desveladas en el presente documento tienen ciertas funciones. En el presente documento se desvelan ciertos requisitos estructurales para realizar las funciones desveladas, y se entiende que hay una variedad de estructuras que pueden realizar la misma función que están relacionadas con las estructuras desveladas, y que estas estructuras lograrán por último lugar el mismo resultado.

#### 65 H. Preparación de plásticos moldeados

Pueden prepararse plásticos moldeados a partir del material de la presente invención polimerizando el material para producir plásticos moldeados según la presente invención solos o con uno o varios de otros materiales.

Para preparar los plásticos moldeados, especialmente lentes oftálmicas, puede preferirse usar uno o más materiales copolimerizables que tienen dos o más enlaces insaturados carbono-carbono polimerizables en la molécula debido a que pueden obtenerse buenas propiedades mecánicas y buena resistencia a disoluciones antisépticas y disoluciones de lavado. El porcentaje de material polimerizable que va a copolimerizarse, que tiene dos o más enlaces insaturados carbono-carbono copolimerizables en la molécula, basado en los monómeros totales que van a copolimerizarse, es preferentemente no inferior a aproximadamente el 0,01 % en peso, más preferentemente no inferior a aproximadamente el 0,05 % en peso, todavía más preferentemente no inferior a aproximadamente el 0,1 % en peso.

#### 1. Iniciadores

En la (co)polimerización para preparar los plásticos moldeados, se prefiere añadir un iniciador térmico de la polimerización o iniciador de la fotopolimerización tipificado por peróxidos y compuestos azo para lograr fácilmente la polimerización. En los casos en los que se lleva a cabo la polimerización térmica, se selecciona uno que tiene las características de descomposición óptimas a la temperatura de reacción satisfactoria. En general, se prefieren los iniciadores de azo y los iniciadores de peróxido que tienen una semivida de 10 horas, temperatura de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 120 °C. Ejemplos del fotoiniciador incluyen compuestos de carbonilo, peróxidos; compuestos de azo, compuestos de azufre, compuestos halogenados y sales metálicas. Estos iniciadores de la polimerización pueden usarse individualmente o en combinación. La cantidad del (de los) iniciador(es) de la polimerización puede ser de hasta aproximadamente el 1 % en peso basado en la mezcla de polimerización.

#### 2. Disolventes

En la (co)polimerización del material para producir plásticos moldeados según la presente invención puede usarse un disolvente de polimerización. Como disolvente pueden emplearse diversos disolventes orgánicos e inorgánicos. Ejemplos de los disolventes incluyen agua; disolventes alcohólicos tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico normal, alcohol isopropílico, alcohol butílico normal, alcohol isobutílico, alcohol *tert*-butílico, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol y polietilenglicol; disolventes de éter glicólico tales como methyl Cellosolve, ethyl Cellosolve, isopropyl Cellosolve, butyl Cellosolve, éter monometílico de propilenglicol, éter monometílico de dietilenglicol, éter monometílico de trietilenglicol, éter monometílico de polietilenglicol, éter dimetílico de etilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol, éter dimetílico de trietilenglicol y éter dimetílico de polietilenglicol; disolventes de éster tales como acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de amilo, lactato de etilo y benzoato de metilo; disolventes de hidrocarburo alifático tales como hexano normal, heptano normal y octano normal; disolventes de hidrocarburo alicíclico tales como ciclohexano y etilciclohexano; disolventes de cetona tales como acetona, metiletilcetona y metilisobutilcetona; disolventes de hidrocarburo aromático tales como benceno, tolueno y xileno; y disolventes de petróleo. Estos disolventes pueden usarse individualmente o dos o más de estos disolventes pueden usarse en combinación.

#### 3. Aditivos

Los plásticos moldeados pueden contener componentes adicionales, que incluyen, pero no se limitan a, absorbentes de UV, colorantes, agentes de coloración, agentes humectantes, agentes de deslizamiento, componentes farmacéuticos y nutracéuticos, componentes compatibilizadores, compuestos antimicrobianos, agentes de desmoldeo, combinaciones de los mismos y similares. Cualquiera de los anteriores puede incorporarse en forma no reactiva, polimerizable y/o copolimerizada.

#### 4. Polimerización

Como método de polimerización del material para producir plásticos moldeados según la presente invención y como método de moldeo de los plásticos pueden emplearse métodos conocidos. Por ejemplo, puede emplearse un método en el que el material se polimeriza una vez y se moldea en la forma de barra redonda o placa y la barra redonda resultante o placa se procesa entonces de la forma satisfactoria cortando o similares, método de polimerización con moldeo y método de polimerización por colada con centrifugación.

Como un ejemplo, ahora se describirá un proceso de producción de una lente oftálmica polimerizando la composición de material que contiene el material para producir plásticos moldeados según la presente invención por el método de polimerización con moldeo.

Primero, un hueco que tiene una forma prescrita, entre dos partes de molde, se llena con la composición de material y se lleva a cabo fotopolimerización o polimerización térmica para formar la composición en la forma del hueco entre los moldes. Los moldes están hechos de una resina, vidrio, cerámica, metal, o similares. En caso de fotopolimerización se usa un material ópticamente transparente, y normalmente se usa una resina o vidrio. En caso de producir una lente oftálmica, se forma un hueco entre dos partes de molde orientadas la una hacia la otra, y el

hueco se llena con la composición de material. Dependiendo de la forma del hueco y de las propiedades de la composición de material, puede usarse un tapón con el fin de dar a la lente oftálmica un espesor prescrito y para prevenir la fuga de la composición de material rellena en el hueco. Los moldes que contienen el hueco lleno con la composición de material se irradian entonces con una radiación actínica tal como luz ultravioleta, luz visible o una combinación de las mismas, o se disponen en un horno o baño para calentar la composición de material, llevándose así a cabo la polimerización. Los dos métodos de polimerización pueden emplearse en combinación, es decir, puede llevarse a cabo la polimerización térmica después de la fotopolimerización, o la fotopolimerización puede llevarse a cabo después de la polimerización térmica. En la realización de fotopolimerización, una luz que contiene luz ultravioleta, tal como la luz de una lámpara de mercurio o lámpara de insectos, se irradia durante un corto tiempo (normalmente no más de 1 hora). En casos en los que la polimerización térmica se lleva a cabo, se prefiere emplear condiciones en las que la composición se calienta lentamente de temperatura ambiente a una temperatura de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 200 °C durante un periodo de varias horas a varias decenas de horas, en vista de la uniformidad óptica, alta calidad y alta reproducibilidad de la lente oftálmica.

Los plásticos moldeados producidos a partir del material de la presente invención pueden tener preferentemente un ángulo de contacto dinámico (durante el movimiento hacia adelante, tasa de inmersión: aproximadamente 0,1 mm/s) de no superior a aproximadamente 130°, más preferentemente no superior a aproximadamente 120°, todavía más preferentemente no superior a aproximadamente 100°. El contenido de agua de los mismos es preferentemente de aproximadamente el 3 % a aproximadamente el 0 %, más preferentemente de aproximadamente el 5 % a aproximadamente el 50 %, todavía más preferentemente de aproximadamente el 7 % a aproximadamente el 50 %. Desde el punto de vista de la pequeña carga para el que las lleva puestas cuando la lente oftálmica se usa como lente de contacto, cuanto mayor sea la permeabilidad al oxígeno, mejor. El coeficiente de permeabilidad al oxígeno [ $\times 10^{-11}$  (cm<sup>2</sup>/s)ml de O<sub>2</sub>/(ml·hPa)] es preferentemente no inferior a aproximadamente 50, más preferentemente no inferior a aproximadamente 60, todavía más preferentemente no inferior a aproximadamente 65. El módulo de elasticidad a la tracción es preferentemente de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 30 MPa, más preferentemente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 7 MPa. El alargamiento a la tracción es preferentemente no inferior a aproximadamente el 50 %, más preferentemente no inferior a aproximadamente el 100 %. Como un mayor alargamiento a la tracción da mayor resistencia a la rotura, se prefiere que los plásticos moldeados tengan un alto alargamiento a la tracción.

## 5. Usos ilustrativos

En un aspecto, los compuestos de la invención, composiciones de la invención y productos de procesos de la invención proporcionan materiales a partir de los cuales pueden producirse plásticos moldeados que tienen resistencia a la hidrólisis potenciada. Los plásticos moldeados pueden ser útiles como adsorbentes de fármaco usados para la administración de fármacos y lentes oftálmicas tales como lentes de contacto, lentes intraoculares, córnea artificial y lentes de gafas. Entre éstos, son particularmente aptos para lentes de contacto.

En un aspecto, los compuestos y composiciones de la invención pueden usarse para proporcionar un artículo moldeado que comprende al menos una de las composiciones de la invención. En otro aspecto, los compuestos y composiciones de la invención pueden usarse para proporcionar una lente oftálmica que comprende al menos una de las composiciones de la invención. En todavía otro aspecto, los compuestos y composiciones de la invención pueden usarse para proporcionar una lente de contacto que comprende al menos una de las composiciones de la invención.

## I. Parte experimental

Los siguientes ejemplos se proponen de manera que se provea a aquellos expertos habituales en la materia de una divulgación y descripción completa de cómo los compuestos, composiciones, artículos, dispositivos y/o métodos reivindicados en el presente documento se preparan y evalúan, y pretenden ser puramente a modo de ejemplo de la invención y no pretenden limitar el alcance de lo que los inventores consideran su invención. Se han hecho esfuerzos por garantizar la exactitud con respecto a los números (por ejemplo, cantidades, temperatura, etc.), pero deben suponerse algunos errores y desviaciones. A menos que se indique lo contrario, partes son partes en peso, temperatura es en °C o es a temperatura ambiente, y presión es a o cerca de atmosférica.

### 1. Metodología analítica

#### a. Cromatografía de gases

En el análisis por cromatografía de gases (CG), la identificación de los picos de los compuestos de siloxanilo representados por la fórmula (A1) (en la que n es 0 a 12) se lleva a cabo por una cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-EM) separada.

#### i. Aparato y parámetros

Aparato: Modelo GC6890 fabricado por HEWLETT-PACKARD o equivalente del mismo. Detector: detector de ionización de llama de hidrógeno (FID). Columna: Restek DB-1HT (30 m x 0,25 mm x 0,1 µm o equivalente). Gas portador: helio. Flujo constante: 1,0 ml/min. Cantidad de muestra aplicada: 2,0 µl. Relación de fraccionamiento: 30:1. Temperatura de entrada: 300 °C. Temperatura del detector: 350 °C. Disolvente para lavar el inyector automático: 2-propanol. Diafragma de entrada: Alltech 7/16" HT-X-11 o equivalente del mismo.

ii. Programa de temperatura

Temperatura inicial: 100 °C. Tiempo inicial: 2 min. Rampa: 15 °C/min; Temp final: 200 °C; mantenimiento durante 0 min. Rampa: 5 °C/min; Temp final: 350 °C; mantenimiento durante 0 min. Rampa: 15 °C/min; Temp final: 400 °C; mantenimiento durante 15 min.

iii. Condiciones del análisis de datos

Sensibilidad de la pendiente: 50. Anchura del pico: 0,04. Area Reject: 1. Height Reject: 1. Integración apagada: de 0 a 4 min.

iv. Preparación de muestra

Se disuelven aproximadamente 50 µl de una muestra en 1,0 ml de 2-propanol. La muestra y 2-propanol se disponen directamente en un vial para CG y se mezclan en él.

b. Cromatografía de gases-espectrometría de masas

Se llevó a cabo análisis de cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-EM) llevando a cabo el análisis de CG en las condiciones descritas anteriormente en la sección <Condiciones de análisis de CG>, y usando como espectrómetro de masas JMS-DX303 fabricado por JEOL.

c. Cromatografía de exclusión molecular

Se realizó GPC bajo las siguientes condiciones: Columna: Shodex GPC K-801 y Shodex GPC K-802 fabricadas por SHOKO CO., LTD. (cada una de ellas tiene un diámetro interno de 8,0 mm y una longitud de 30 cm). Las dos columnas se conectaron en serie. Disolvente: cloroformo. Temperatura de la columna: 40 °C. Velocidad de flujo: 1,0 ml/min. Aparato: HLC-8022GPC fabricado por TOSOH CORPORATION, que es un aparato integral que combina un detector de UV y un refractómetro diferencial.

d. Espectrometría de masas de tiempo de vuelo con desorción/ionización por láser asistida por matriz

Para la espectrometría de masas de tiempo de vuelo con desorción/ionización por láser asistida por matriz (MALDI-TOF MS) se usó AXIMA-CFR plus fabricado por SHIMADZU CORPORATION.

e. Prueba del coeficiente de permeabilidad al oxígeno

Se determinó un coeficiente de permeabilidad al oxígeno de la muestra usando un medidor de permeabilidad al oxígeno de películas Seikaken-shiki fabricado por RIKKA SEIKI KOGYO CO., LTD. El coeficiente de permeabilidad al oxígeno de una muestra en forma de una película se midió en agua a 35 °C. Se prepararon cuatro muestras de película con diferente espesor (0,1 mm, 0,2 mm, 0,3 mm y 0,4 mm; diámetro 16 mm). Las cuatro muestras con diferente espesor se midieron para determinar  $P_m$  de cada ejemplo (véase la Figura 1). Una de las muestras se estableció en un electrodo. Se vertió KCl 0,5 N (acuoso) en el electrodo como disolución electrolítica (véanse las Figuras 2-4). El electrodo se estableció en agua destilada (pH=7, volumen=800 ml). Al principio, la corriente bajo burbujeo de nitrógeno (velocidad de flujo=100 ml/min; corriente eléctrica,  $i$ , se mide después de que esté en equilibrio) se midió con el fin de ajustar a cero. Entonces se midió la corriente bajo burbujeo de oxígeno.  $R$  se calculó por la siguiente fórmula:  $R = (P_s \times N \times F \times A) / i$  [ $\text{cm}^2 \text{ s mmHg} / \text{ml (STP)}$ ] (en la que  $P_s = 760 \text{ mmHg}$  (presión atmosférica),  $N = 4$  (el número de electrones que implica una reacción en el electrodo),  $F=96500 \text{ culombio} / \text{mol}$  (constante de Faraday),  $A = \text{área del electrodo (cm}^2\text{)}$ ,  $i = \text{corriente medida (uA)}$ ).  $R$  implica parte constante (no proporcional), así que se necesita pluralidad de mediciones y representación para determinar  $P_m$  (véase la Figura 1). Se representó  $R$  frente al espesor de las muestras. La inversa de la pendiente es el coeficiente de permeabilidad al oxígeno ( $P_m$ ).

f. Contenido de humedad

Se usó una muestra en forma de una película que mide aproximadamente 10 mm x 10 mm x 0,2 mm. La muestra se secó en una secadora a vacío a 40 °C durante 16 horas, y se midió el peso ( $W_d$ ) de la muestra. A partir de aquí, la muestra resultante se sumergió en agua pura a 40 °C en un baño termostático durante la noche o más, y se limpió la humedad sobre la superficie con Kimwipe, seguido de medición del peso ( $W_w$ ). El contenido de humedad se calculó según la siguiente ecuación:

$$\text{Contenido de humedad (\%)} = 100 \times (\text{Ww}-\text{Wd})/\text{Ww}$$

## g. Módulo de elasticidad a la tracción

5 Prueba de tracción: se usó una muestra en forma de una película que mide aproximadamente 19,5 mm x 15 mm x 0,2 mm. Se midió el módulo de elasticidad a la tracción usando Tensilon tipo RTM-100 fabricado por ORIENTEC. La velocidad de tracción fue 100 mm/min y la distancia entre sujeciones fue 5 mm.

## h. No uniformidad óptima

10 Se irradió una muestra moldeada en la forma de lente de contacto de contacto con luz con un proyector para películas fotográficas para proyectar su imagen sobre una pantalla, y la imagen proyectada sobre la pantalla se observó visualmente para evaluar el grado de no uniformidad óptica. La evaluación se realizó por clasificación en los tres siguientes niveles:

15 A: No se observa en absoluto distorsión o turbidez.

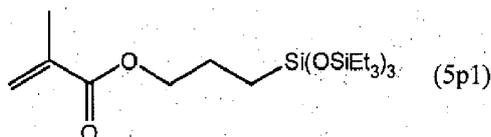
B: Se observa muy ligeramente distorsión o turbidez.

20 C: Se observa distorsión o turbidez.

## 2. Ejemplo 5-1

25 A un matraz de tres bocas de 500 ml al que se unieron dos embudos de goteo se añadieron 80 ml de tolueno y 11,85 g (75 mmoles) de piridina. Con agitación de la mezcla resultante a temperatura ambiente, se añadió gota a gota una disolución de 6,55 g (25 mmoles) de metacrilato de 3-triclorosililpropilo en 50 ml de tolueno de un embudo de goteo, mientras que se añadían gota a gota simultáneamente 9,90 g (75 mmoles) de trietilsilanol del otro embudo de goteo. Después de la adición gota a gota, la disolución de reacción se agitó a temperatura ambiente durante 3 horas, y la desaparición de los materiales de partida se confirmó por cromatografía de gases (CG), que se consideró el fin de la reacción. La disolución de reacción se lavó con agua, se secó sobre sulfato de sodio anhidro y el disolvente orgánico se evaporó con un evaporador, obteniéndose así un líquido de un producto en bruto. El análisis de CG del líquido obtenido reveló que la relación del área del pico del compuesto de silicona de interés con respecto al de un disiloxano subproducto era como se muestra en la Tabla 2.

35 El líquido obtenido de un producto en bruto se purificó por cromatografía en columna sobre gel de sílice en una cantidad de 40 g por 10 g del líquido obtenido usando 80 ml de cada uno de 20/1, 15/1, 10/1, 7/1, 4/1 y mezclas 4/1 de hexano/acetato de etilo como eluyentes, para obtener el compuesto de silicona representado por la fórmula (5p1) a continuación.



40

## 3. Ejemplo comparativo 5-1

45 A un matraz tipo berenjena de 50 ml se añadieron 5 ml de agua, 2,5 ml de metanol y 2,5 ml de hexano, y la mezcla resultante se enfrió a 2 a 3 °C con agitación sobre hielo, seguido de adición gota a gota de una mezcla de 2,48 g (10 mmol) de metacrilato de 3-trimetoxisililpropilo y 7,36 g (60 mmoles) de trietilclorosilano de un embudo de goteo. Después de completarse la adición, la disolución de reacción se agitó a temperatura ambiente durante 3 horas, y la desaparición de los materiales de partida se confirmó por cromatografía de gases (CG), que se consideró el fin de la reacción. Después del fin de la reacción, la agitación se detuvo, y la fase acuosa se desechó. La fase orgánica se transfirió a un embudo de separación, se lavó una vez con disolución acuosa saturada de hidrogenocarbonato de sodio y dos veces con solución salina saturada, y se secó sobre sulfato de sodio anhidro. Lo resultante se filtró, y el disolvente se evaporó con un evaporador. El análisis de CG del producto en bruto obtenido reveló que la relación del área del pico del compuesto de silicona (5p1) con respecto a la de un hexaetildisiloxano subproducto era como se muestra en la Tabla 1.

55

Tabla 1

	compuesto de silicona (p1)	disiloxano	otros
Ejemplo 5-1	67,2	2,7	30,1
Ejemplo comparativo 5-1	1,9	76,3	21,8

## 4. Ejemplo comparativo 5-2

Se repitieron los mismos procedimientos de reacción que en el Ejemplo comparativo 5-1, excepto que se usó trimetilclorosilano en lugar de trietilclorosilano. El análisis de CG del producto en bruto obtenido reveló que se obtuvo metacrilato de 3-tris(trimetilsiloxi)sililpropilo a una relación del 69,8 % en términos de % del área de CG como producto principal.

5  
5. Preparación de lente

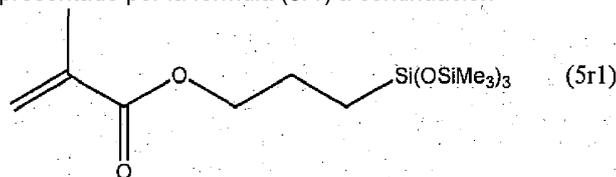
a. Ejemplo 6-1

10 Se mezclaron el compuesto de silicona (17,5 partes en peso) representado por la fórmula (5p1) obtenida en el Ejemplo 5-1, N,N-dimetilacrilamida (15 partes en peso), hidroximetacrilato de etilo (12,58 partes en peso), dimetacrilato de etilenglicol (1,5 partes en peso), ácido metacrílico (0,8 parte en peso), Irgacure 819 (CIBA Specialty Chemicals, 0,13 partes en peso), PVP-K90 (2,5 partes en peso) y 3,7-dimetil-3-octanol (50 partes en peso) y se agitaron para obtener una mezcla de monómeros transparente uniforme. La mezcla de monómeros se desgasificó  
15 bajo atmósfera de argón. Esta mezcla de monómeros se vertió en un molde para lente de contacto, que estaba hecho de una resina transparente (poli(4-metilpent-1-eno), en una cámara sellada con guantes bajo atmósfera de nitrógeno, y el molde se irradió con luz (1,6 mW/cm<sup>2</sup>, 30 minutos) con una lámpara fluorescente (20 vatios) para polimerizar los monómeros a 55 °C, obteniéndose así una muestra con forma de lente de contacto.

20 La muestra se sumergió en tampón borato (pH de 7,1 a 7,3) en un recipiente de vial. Después del sellado, el recipiente de vial se esterilizó en autoclave durante 30 minutos a 120 °C. Después de dejar que el recipiente de vial se enfriara, la muestra con forma de lente se sacó del recipiente de vial, y se sumergió en tampón borato (pH de 7,1 a 7,3).

25 b. Ejemplo comparativo 6-1

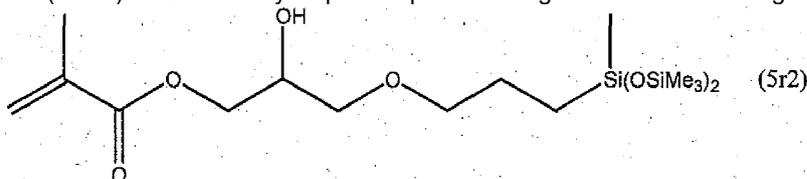
Se repitió la misma polimerización que en el Ejemplo 6-1, excepto que se usó un compuesto de silicona comercialmente disponible representado por la fórmula (5r1) a continuación



30 en lugar del compuesto de silicona representado por la fórmula (5p1).

c. Ejemplo comparativo 6-2

35 Se repitió la misma polimerización que en el Ejemplo 6-1, excepto que se usó el compuesto de silicona representado por la fórmula (5r2) a continuación que se sintetizó por el método descrito en la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público (Kokai) n.º 56-22325 y se purificó por cromatografía en columna de gel de sílice



en lugar del compuesto de silicona representado por la fórmula (5p1).

40 Las propiedades físicas de las muestras se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

	monómero de silicona	contenido de humedad (%)	módulo (psi)	alargamiento (%)
Ejemplo 6-1	(5p1)	47,7	143,0	190,8
Ejemplo comparativo 6-1	(5r1)	47,3	103,8	195,9
Ejemplo comparativo 6-2	(5r2)	51,4	100,3	222,0

45 6. Prueba de resistencia a la hidrólisis de la lente a 55 °C

Las muestras se pusieron a 55 °C en un horno durante 8 semanas. Las muestras se sacaron y se pusieron a 23 °C al menos 16 horas antes de la medición. Los resultados de la medición del alargamiento se mostraron en la Tabla 3.

TABLA 3

	monómero de silicona	alargamiento inicial (%)	alargamiento después de 8 semanas (%)	reducción del alargamiento (%)
Ejemplo 6-1	(5p1)	190,8	128,4	32,7
Ejemplo comparativo 6-1	(5r1)	195,9	66,5	55,0
Ejemplo comparativo 6-2	(5r2)	222,0	100,0	66,0

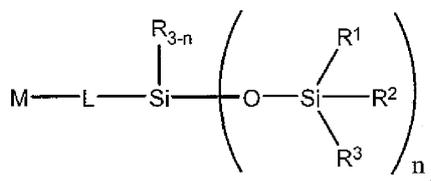
Será evidente para aquellos expertos en la materia que pueden hacerse diversas modificaciones y variaciones en la presente invención.

5

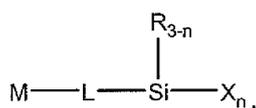
Otras realizaciones de la invención serán evidentes para aquellos expertos en la materia a partir de la consideración de la memoria descriptiva y práctica de la invención desvelada en el presente documento. Se pretende que la memoria descriptiva y ejemplos se consideren a modo de ejemplo solo.

REIVINDICACIONES

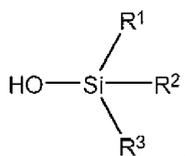
1. Un proceso de preparación de un compuesto de silicona, teniendo el compuesto de silicona la estructura:



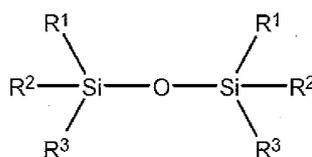
- 5  
 en la que M representa un grupo polimerizable por radicales seleccionado de olefinas, acrilatos, y ácido metacrílico y metacrilatos de alquilo;  
 en la que L representa un grupo orgánico C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> divalente opcionalmente sustituido;  
 10 en la que R representa independientemente un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituido o grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituido;  
 en la que R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub> opcionalmente sustituidos;  
 en la que n representa un número entero de 1 a 3, y  
 15 en la que el compuesto de silicona se produce con un rendimiento de al menos aproximadamente el 50 % por análisis de cromatografía de gases,  
 comprendiendo el proceso la etapa de hacer reaccionar un haluro de sililo que tiene la estructura:



- 20 en la que X representa un halógeno seleccionado del grupo que consiste en cloro, bromo y yodo,  
 con un silanol que tiene la estructura:

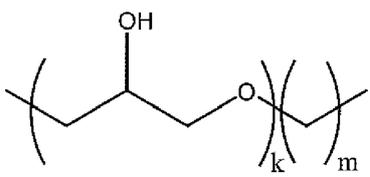


- 25 en la que un compuesto de disiloxano que tiene la estructura:



30 está presente como producto secundario en una cantidad del 0 % al 5 % por análisis de cromatografía de gases.

2. El proceso de la reivindicación 1, en la que L tiene la estructura:



- 35 en la que k representa un número entero de 0 a 6; y  
 en la que m representa un número entero de 1 a 3 cuando k es 0, y representa un número entero de 1 a 20 cuando k no es 0, con la condición de que 1 ≤ 3k + m ≤ 20.  
 40 3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el agua está ausente.  
 4. El proceso de la reivindicación 3, en el que k es 0, y en el que m es de 1 a 3.  
 5. El proceso de la reivindicación 3, en el que k es 1, y en el que m es de 1 a 7.

6. El proceso de la reivindicación 1, en el que R representa independientemente un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> opcionalmente sustituido o grupo arilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> opcionalmente sustituido; y R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo opcionalmente sustituidos que tienen hasta 8 átomos de carbono o grupos arilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> opcionalmente sustituidos.

5  
7. El proceso de la reivindicación 1, en el que R representa independientemente un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> opcionalmente sustituido; y R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo opcionalmente sustituidos que tienen hasta 6 átomos de carbono.

10  
8. El proceso de la reivindicación 1, en el que R representa independientemente un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> opcionalmente sustituido; y R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> representan independientemente grupos alquilo opcionalmente sustituidos que tienen hasta 4 átomos de carbono.

15

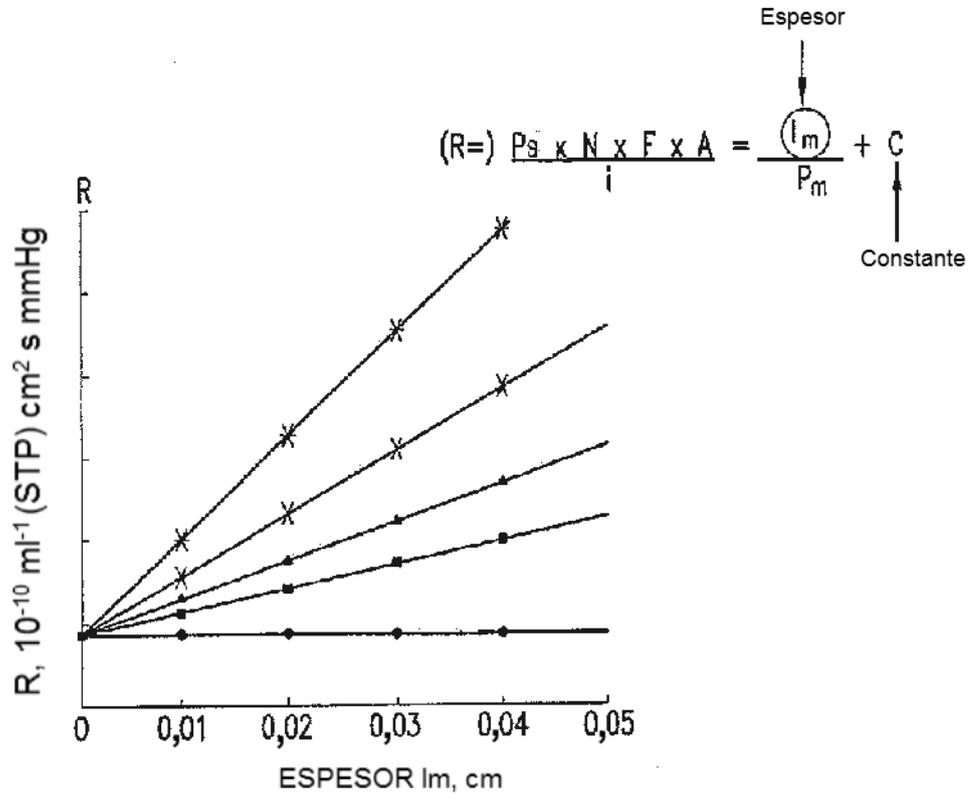


FIG. 1

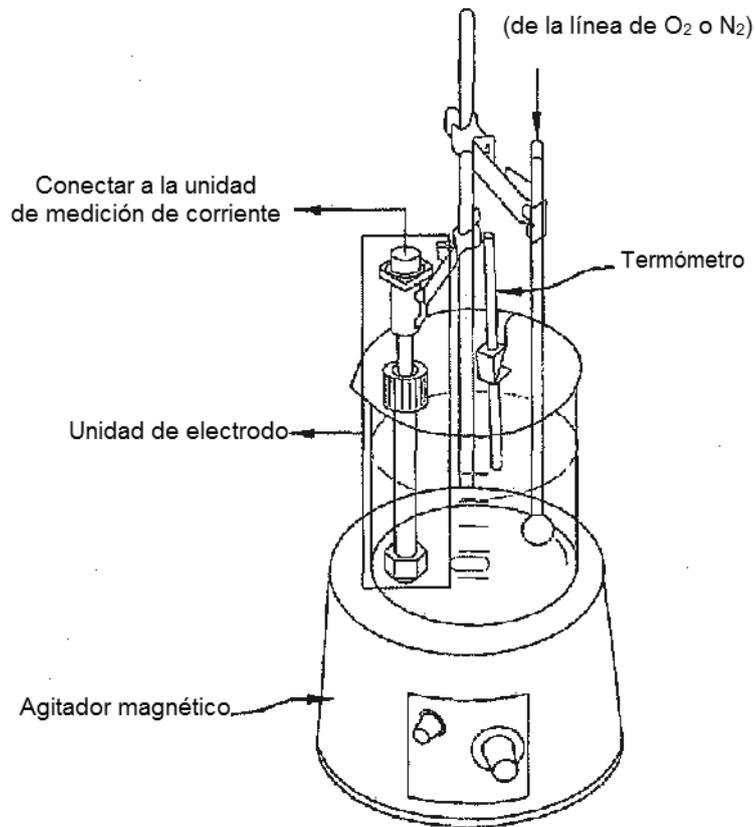


FIG.2

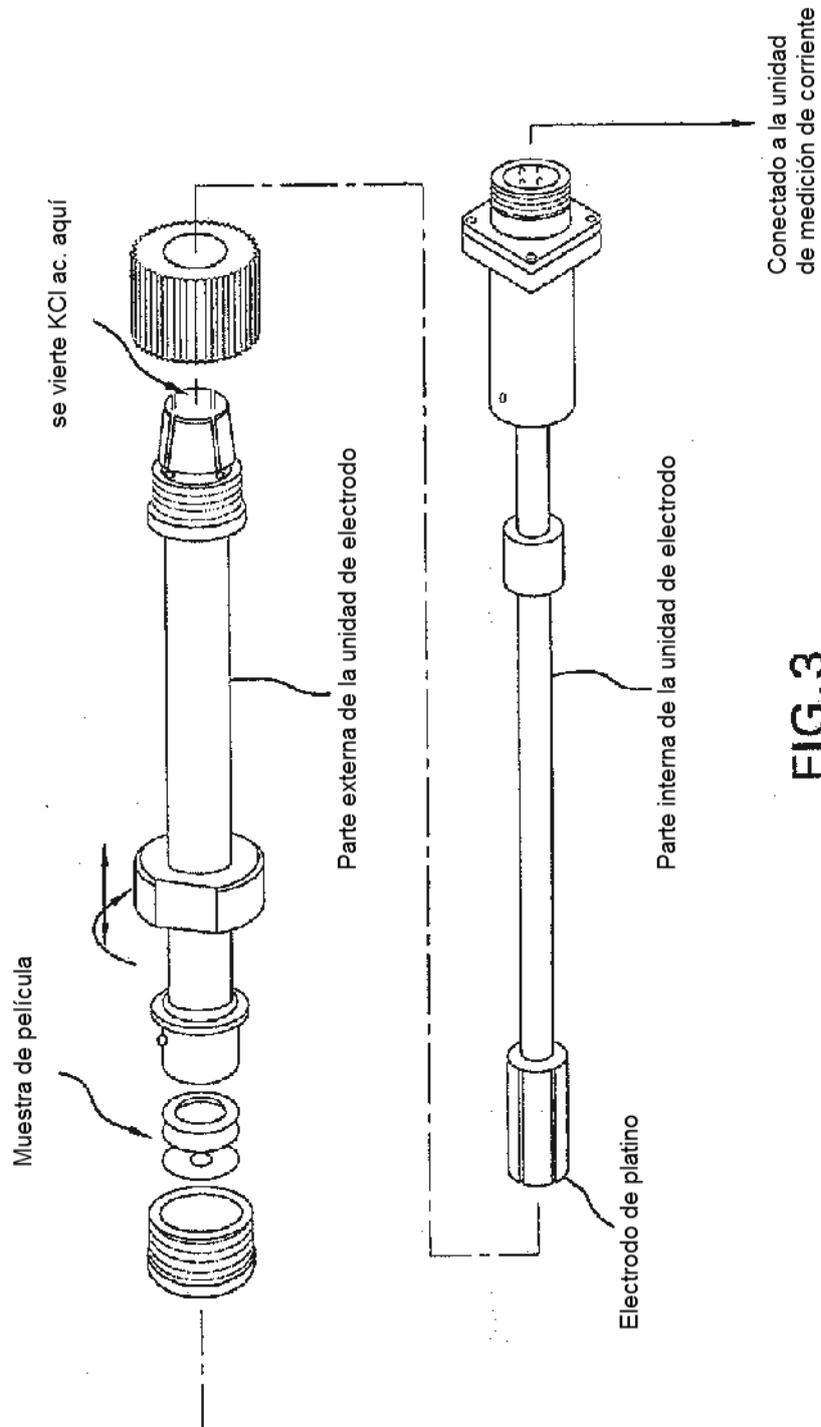


FIG.3

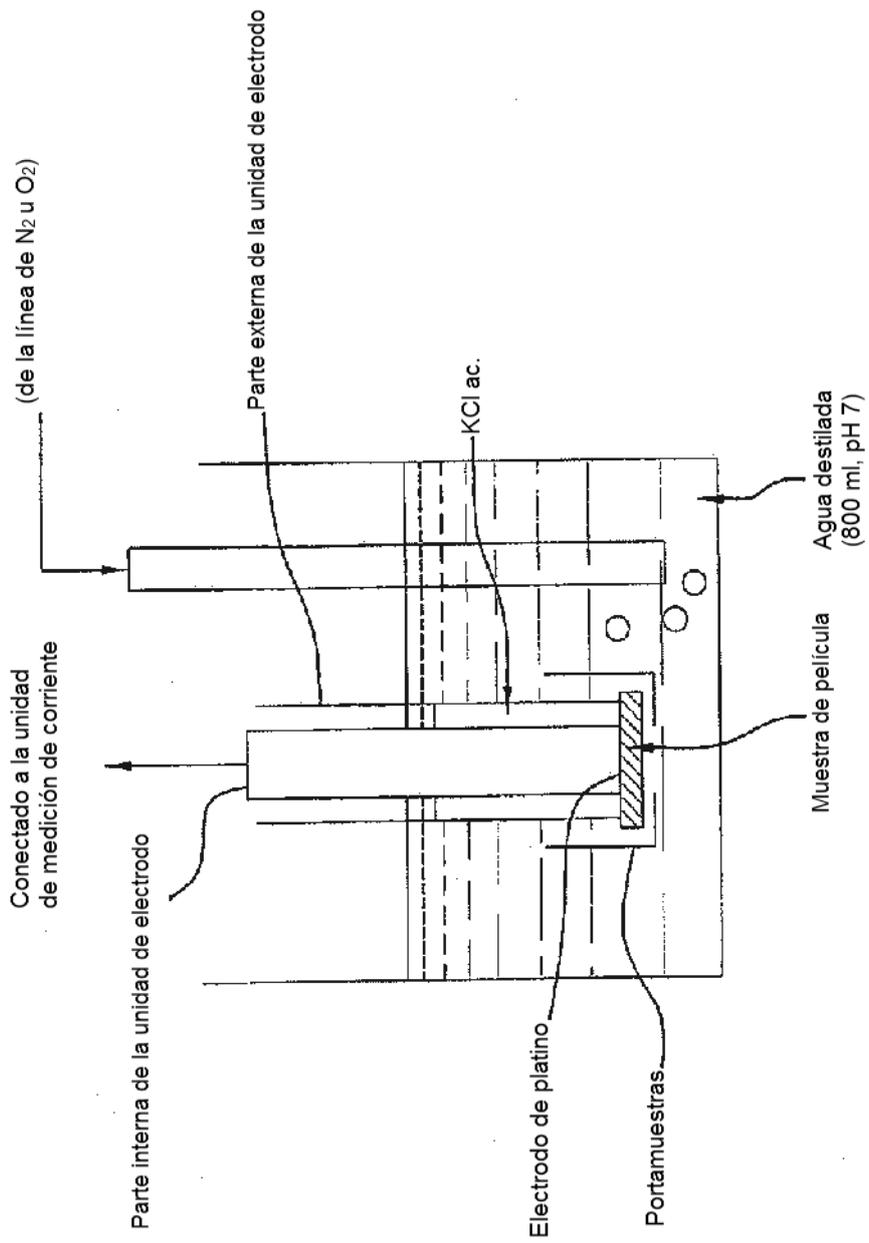


FIG.4