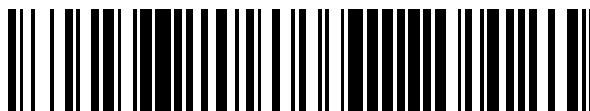


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 407**

51 Int. Cl.:

**C07F 7/18**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.04.2015** E 15165635 (2)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.07.2017** EP 2944643

54 Título: **Mercaptosilanos que contienen urea, un procedimiento para su preparación y su utilización**

30 Prioridad:

**15.05.2014 DE 102014209233**

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

**20.10.2017**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**RÖBEN, CAREN;  
MOSER, RALPH y  
MAYER, STEFANIE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 638 407 T3**

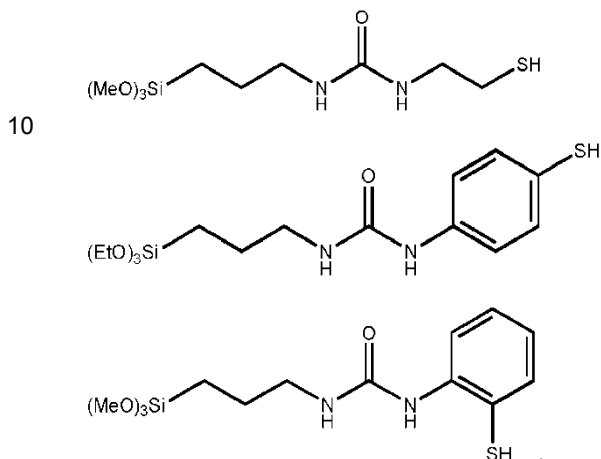
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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**

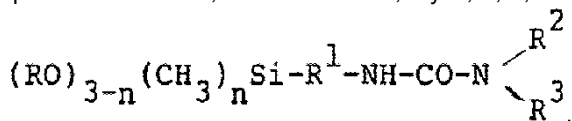
Mercaptosilanos que contienen urea, un procedimiento para su preparación y su utilización

5 El invento se refiere a unos mercaptosilanos que contienen urea, a un procedimiento para su preparación así como a su utilización.

A partir de CAS 1082204-82-7, 1268617-33-9 y 104261-54-3 se conocen unos compuestos de la fórmula



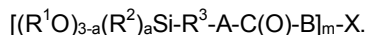
15 Además, a partir del documento de patente japonesa JP 2008279736 A se conocen unos silanos que contienen urea aplicables en revestimientos. A partir del documento de patente alemana DE 3424534 A1 se conocen unos silanos que contienen urea, sustituidos en N,N' y N,N',N', de la fórmula



20 La preparación se efectúa por reacción de un compuesto amínico, un halógenosilano y un cianato de metal alcalino en el seno de un disolvente orgánico polar, aprótico, por ejemplo DMF o DMSO.

25 Además, a partir del documento JP 2002311574 se conocen unos revestimientos en polvo que contienen silanos de la fórmula  $R^1 - S - R^2 - NH - C(O) - NH - R^3 - Si(R^4)_m (OR^5)_{3-m}$ .

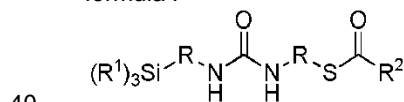
A partir del documento de solicitud de patente internacional WO 9955754 A1 se conocen unas composiciones de resinas fotosensibles que contienen alcoxisilanos de la fórmula



30 Además, a partir del documento WO 2013/087698 se conocen unos mercaptosilanos bloqueados de la fórmula  $(HO)R^1_2 Si - Z - S - C(=O) - A$ . Los mercaptosilanos bloqueados contienen grupos Si-OH.

Unas desventajas de los conocidos mercaptosilanos que contienen urea son el mal comportamiento de elaboración, la baja densidad de red, las malas propiedades de resbalamiento en húmedo y la baja rigidez dinámica.

35 Una misión del presente invento es poner a disposición unos mercaptosilanos que contienen urea, que, en comparación con los mercaptosilanos que contienen urea, conocidos en el estado de la técnica, tengan un comportamiento de elaboración, una densidad de red, unas propiedades de resbalamiento en húmedo y una rigidez dinámica mejorados/as en mezclas de cauchos. Es objeto del invento un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I



(I),

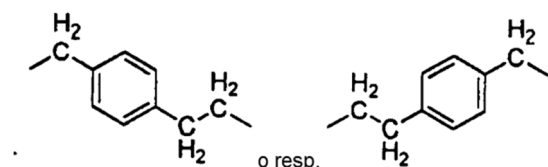
siendo los  $R^1$  iguales o diferentes y significando grupos alcoxi de C1-C10, preferiblemente un grupo metoxi o etoxi, grupos dialcoxi cíclicos C2-C10, un grupo fenoxi, grupos cicloalcoxi de C4-C10, grupos arilo de C6-C20, preferiblemente fenilo, grupos alquilo de C1-C10, preferiblemente metilo o etilo, un grupo alquenilo de C2-C20, un

grupo aralquilo de C7-C20 o un halógeno, preferiblemente Cl, siendo R<sup>2</sup> un grupo hidrocarbilo monovalente de C1-C20, preferiblemente un grupo alquilo de C1-C20, un grupo arilo de C6-C20, un grupo alqueno de C2-C20 o un grupo aralquilo de C7-C20, y siendo los R iguales o diferentes y significando un grupo hidrocarbilo bivalente alifático ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, aromático o alifático/aromático mixto de C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>, de manera preferida de C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, de manera especialmente preferida de C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, de manera muy especialmente preferida de C<sub>1</sub>-C<sub>7</sub>, de manera particularmente preferida de C<sub>2</sub> y C<sub>3</sub>, que eventualmente está sustituido con F, Cl, Br, I, CN o HS.

Los mercaptosilanos que contienen urea pueden ser mezclas de mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I.

El producto del procedimiento puede contener unos oligómeros, que resultan por hidrólisis y condensación de las funciones alcóxilisilano de los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I. Los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I pueden ser aplicados sobre un soporte, por ejemplo una cera, un polímero o un negro de carbono. Los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I pueden ser aplicados sobre un ácido silícico, pudiendo efectuarse la ligadura por medios físicos o químicos.

R puede significar de manera preferida -CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH(CH<sub>3</sub>)-, -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-, -CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>-, -C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-, -CH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-, -CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- o

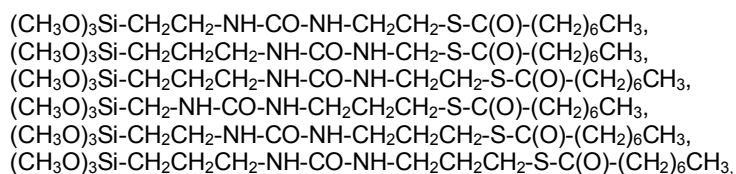


R<sup>1</sup> puede ser de manera preferida metoxi o etoxi.

R<sup>2</sup> puede ser de manera preferida CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> o (CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,

Los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I pueden ser de manera preferida :

- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,
- (CH<sub>3</sub>O)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-S-C(O)-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>,



De manera particularmente preferida, el compuesto de la fórmula es  
 (EtO)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-S-C(O)-CH<sub>3</sub>,

Otro objeto del invento es un procedimiento para la preparación de los mercaptosilanos conformes al invento que contienen urea de la fórmula I



teniendo R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R los significados más arriba mencionados, que está caracterizado porque se hace reaccionar un halógenosilano de la fórmula II

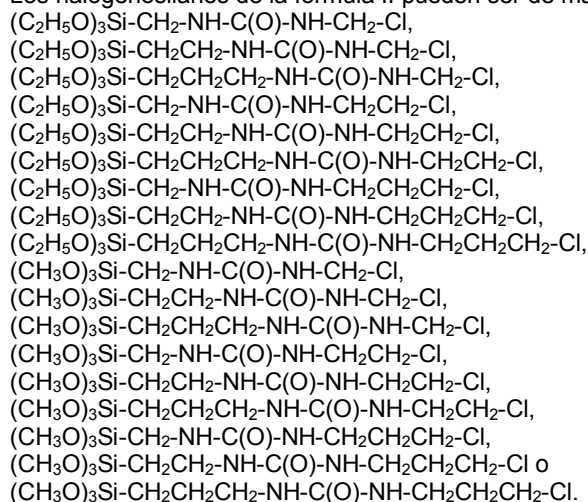


con un compuesto de la fórmula III

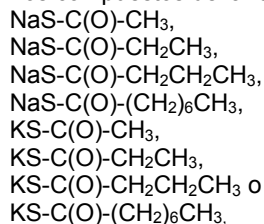


teniendo R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R los significados más arriba mencionados, siendo Hal igual a F, Cl, Br o I, preferiblemente Cl, y siendo M un metal alcalino, preferiblemente K o Na, en el seno de un alcohol.

Los halógenosilanos de la fórmula II pueden ser de manera preferida :



Los compuestos de la fórmula III pueden ser de manera preferida :



En el caso del procedimiento conforme al invento, el halógenosilano de la fórmula II puede ser añadido dosificadamente al compuesto de la fórmula III.

En el caso del procedimiento conforme al invento el compuesto de la fórmula III puede ser añadido dosificadamente al halógenosilano de la fórmula II.

En el caso del procedimiento conforme al invento el halógenosilano de la fórmula II se puede emplear con respecto al compuesto de la fórmula III en la relación molecular de 0,85:1 a 1,15:1, de manera preferida de 0,90:1 a 1,10:1, de manera especialmente preferida en la relación de 0,95:1 a 1,05:1,

5 La reacción se puede llevar a cabo mediando exclusión de aire.

La reacción se puede llevar a cabo bajo una atmósfera de un gas protector, por ejemplo bajo argón o nitrógeno, de manera preferida bajo nitrógeno.

10 El procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo a una presión normal, a una presión elevada o a una presión reducida. De manera preferida, el procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo a una presión normal.

15 Una presión elevada puede ser una presión de 1,1 bar a 100 bar, de manera preferida de 1,5 bar a 50 bar, de manera especialmente preferida de 2 bar a 20 bar y de manera muy especialmente preferida de 2 a 10 bar. Una presión reducida puede ser una presión de 1 mbar a 1,000 mbar, de manera preferida de 1 mbar a 500 mbar, de manera especialmente preferida de 1 mbar a 250 mbar, de manera muy especialmente preferida de 5 mbar a 100 mbar. El procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo entre 0°C y 150°C, de manera preferida entre 20°C y 100°C, de manera especialmente preferida entre 50°C y 80°C. De manera particularmente preferida, el procedimiento conforme al invento se puede llevar a cabo en el punto de ebullición del alcohol.

El alcohol empleado en el caso del procedimiento conforme al invento puede ser preferiblemente metanol, etanol, propanol, butanol o ciclohexanol. El alcohol puede ser de manera particularmente preferida etanol.

25 El alcohol se puede eliminar, preferiblemente separar por destilación, después de la reacción.

El producto de reacción se puede secar a continuación. La desecación se puede efectuar a unas temperaturas de +20°C - +100°C, preferiblemente de +25°C - +75°C. La desecación se puede efectuar bajo una depresión de 1 - 500 mbar.

30 El mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I, obtenible por el procedimiento conforme al invento,



se puede obtener en un rendimiento mayor que 50 %, de manera preferida mayor que 60 %, de manera muy especialmente preferida mayor que 70 %.

35 En una forma de realización, el halógenosilano de la fórmula II, antes de la reacción con el compuesto de la fórmula III, se puede preparar a partir de la sal hidroclicuro de una amina de la fórmula IV



y un isocianatosilano de la fórmula V

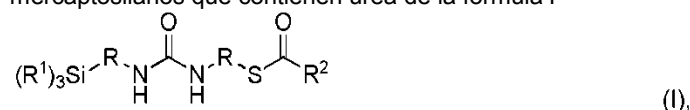


40 por adición de una base, preferiblemente NaOEt, teniendo Hal, R<sup>1</sup> y R los significados más arriba mencionados.

En este caso se puede añadir la base hasta que se ajuste un valor del pH entre 7 y 14.

45 En el caso del procedimiento conforme al invento, la sal hidroclicuro de las aminas de la fórmula IV puede emplearse con relación al isocianatosilano de la fórmula V en la relación molecular de 0,85:1 a 1,15:1, de manera preferida de 0,90:1 a 1,10:1, de manera especialmente preferida en la relación de 0,95:1 a 1,05:1.

50 En la forma de realización antes mencionada, el procedimiento conforme al invento para la preparación de mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I



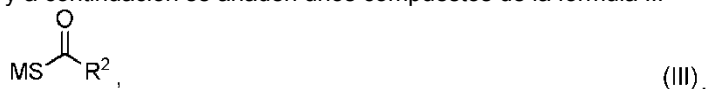
teniendo R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R los significados antes mencionados, puede estar caracterizado por que la sal hidroclicuro de la amina de la fórmula IV



55 se disuelve en un alcohol y se hace reaccionar con una base, a continuación se añade el isocianatosilano de la fórmula V

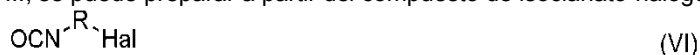


y a continuación se añaden unos compuestos de la fórmula III



se filtra y se elimina el disolvente, teniendo Hal, M, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R los significados más arriba mencionados.

En otra forma de realización, el halógenosilano de la fórmula II, antes de la reacción con el compuesto de la fórmula III, se puede preparar a partir del compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI



y del aminosilano de la fórmula VII

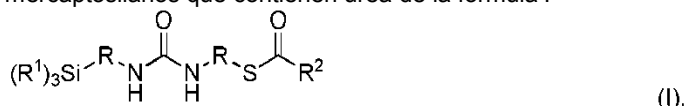


teniendo Hal, R y R<sup>1</sup> los significados más arriba mencionados.

La reacción se puede llevar a cabo en el seno de un disolvente, preferiblemente un alcohol, de manera especialmente preferida etanol.

En el caso del procedimiento conforme al invento, el compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI puede emplearse con respecto al aminosilano de la fórmula VII en la relación molecular de 0,85:1 a 1,15:1, de manera preferida de 0,90:1 a 1,10:1, de manera especialmente preferida en la relación de 0,95:1 a 1,05:1,

En la forma de realización más arriba mencionada, el procedimiento conforme al invento para la preparación de mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I



teniendo R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R los significados más arriba mencionados, puede estar caracterizado por que un compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI



y el aminosilano de la fórmula VII



se hacen reaccionar en el seno de un alcohol, preferiblemente etanol, y a continuación se añade un compuesto de la fórmula III



se filtra y se elimina el alcohol, teniendo Hal, M, R, R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> los significados más arriba mencionados.

El producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, puede tener un contenido residual del halógenosilano de la fórmula II de menos que 25 % en moles, de manera preferida de menos que 10 % en moles, de manera especialmente preferida de menos que 5 % en moles, de manera muy especialmente preferida de menos que 3 % en moles.

Los % en moles relativos del halógenosilano de la fórmula II en el producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan en una <sup>1</sup>H-RMN por integración de los átomos de H del grupo -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cl del halógenosilano de la fórmula II frente a los átomos de H del grupo Si-CH<sub>2</sub>- del mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I.

Para la sustancia de la fórmula II (EtO)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cl se utiliza por ejemplo la integral de los átomos de H del grupo -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cl (δ = 3,17 ppm) para la determinación de los contenidos relativos.

El producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, puede tener un contenido residual de la sal hidroc্লoruro de una amina de la fórmula IV de menos que 25 % en moles, de manera preferida de menos que 10 % en moles, de manera especialmente preferida de menos que 5 % en moles, de manera muy especialmente preferida de menos que 3 % en moles.

Los % en moles relativos de la sal hidroc্লoruro de una amina de la fórmula IV en el producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan en una <sup>13</sup>C-RMN por integración de los átomos de C del grupo

-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>·HCl de la sal hidrocloreuro de una amina de la fórmula IV frente a los átomos de C del grupo Si-CH<sub>2</sub>- grupo de los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I.

5 Para la sustancia de la fórmula IV HCl·H<sub>2</sub>N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-Cl se utiliza por ejemplo la integral de los átomos de C del grupo HCl·H<sub>2</sub>N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-Cl ( $\delta = 41,25$  ppm) o del grupo HCl·H<sub>2</sub>N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-Cl ( $\delta = 40,79$  ppm) para la determinación de los contenidos relativos.

10 El producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, puede tener un contenido residual del isocianatosilano de la fórmula V de menos que 10 % en moles, de manera preferida de menos que 5 % en moles, de manera especialmente preferida de menos que 1 % en moles, de manera preferida muy especialmente de menos que 0,1 % en moles.

15 Los % en moles relativos del isocianatosilano de la fórmula V en el producto, en una región >1 % en moles, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan en una <sup>13</sup>C-RMN por integración de los átomos de C del grupo -NCO del isocianatosilano de la fórmula V frente a los átomos de C del grupo Si-CH<sub>2</sub>- de los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I.

20 Para la sustancia de la fórmula V (EtO)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NCO se utiliza por ejemplo la integral de los átomos de C del grupo -NCO ( $\delta = 122,22$  ppm) para la determinación de los contenidos relativos en una región >1 % en moles.

25 Los % en moles relativos del isocianatosilano de la fórmula V en el producto en una región <1 % en moles, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan por medio de una FT-IR (espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier) cuantitativa conocida por un experto. La calibración del método se efectúa por utilización de soluciones de calibración con una concentración apropiada (p.ej. en C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>). Para la medición se pesan inicialmente aprox. 1 g de una muestra en una botella de cuello alto con una capacidad de 25 ml y se añaden 25 g de C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>. La muestra se sacude en una máquina sacudidora durante 1 - 2 horas. A continuación la fase líquida inferior se añade dosificadamente con precaución a una cubeta de IR de 20 mm y se mide por una FT-IR (4000-1200 cm<sup>-1</sup>, resolución 2 cm<sup>-1</sup>). En iguales condiciones se registra un espectro del disolvente para la substracción.

30 Para la sustancia de la fórmula V (EtO)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NCO se utiliza por ejemplo la longitud de onda de la oscilación de valencia del grupo -NCO a 2270 cm<sup>-1</sup> para la determinación de los contenidos relativos en una región <1 % en moles.

35 El producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, puede tener un contenido residual de compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI de menos que 25 % en moles, de manera preferida de menos que 10 % en moles, de manera especialmente preferida de menos que 5 % en moles, de manera muy especialmente preferida de menos que 3 % en moles.

40 Los % en moles relativos del compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI en el producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan en una <sup>13</sup>C-RMN por integración de los átomos de C del grupo OCN-CH<sub>2</sub>- del compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI frente a los átomos de C del grupo Si-CH<sub>2</sub> del mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I.

45 Para la sustancia de la fórmula VI OCN-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-Cl se utiliza por ejemplo la integral de los átomos de C del grupo OCN-CH<sub>2</sub>- ( $\delta = 124,33$  ppm) para la determinación de los contenidos relativos.

50 El producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, puede tener un contenido residual de aminosilano de la fórmula VII de menos que 10 % en moles, de manera preferida de menos que 5 % en moles, de manera especialmente preferida de menos que 1 % en moles, de manera muy especialmente preferida de menos que 0,1 % en moles.

55 Los % en moles relativos del aminosilano de la fórmula VII en el producto, preparado con el procedimiento conforme al invento, se determinan en una <sup>13</sup>C-RMN por integración de los átomos de C del grupo -CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> del aminosilano de la fórmula VII frente a los átomos de C del grupo Si-CH<sub>2</sub>- del mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I.

Para la sustancia de la fórmula VII (EtO)<sub>3</sub>Si-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> se utiliza por ejemplo la integral de los átomos de C del grupo -CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> ( $\delta = 45,15$  ppm) para la determinación de los contenidos relativos.

60 El mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I preparado según el procedimiento conforme al invento puede ser caracterizado por medio de un método de <sup>1</sup>H-, <sup>13</sup>C- o <sup>29</sup>Si-RMN conocido por un experto.

La proporción soluble en DMSO-d<sub>6</sub> o CDCl<sub>3</sub> del mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I en los productos obtenidos mediante el procedimiento conforme al invento se determina por adición de un patrón interno, tal como por ejemplo óxido de trifenilfosfina (TPPO), en DMSO-d<sub>6</sub> o en CDCl<sub>3</sub> y por método de <sup>1</sup>H-RMN conocido por un experto.

Los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I se pueden utilizar como agente mediador de adhesión entre materiales inorgánicos, por ejemplo

5 bolas de vidrio, astillas de vidrio, superficies de vidrio, fibras de vidrio o materiales de carga oxidicos, de manera preferida ácidos silícicos tales como ácidos silícicos precipitados y ácidos silícicos pirógenos, y polímeros orgánicos, por ejemplo materiales termoestables, materiales termoplásticos o elastómeros, o respectivamente como agentes de reticulación y agentes de modificación de superficies para superficies oxidicas.

10 Los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I se pueden utilizar como reactivos de acoplamiento en mezclas de cauchos rellenas, por ejemplo superficies de rodadura de cubiertas, artículos técnicos de caucho vulcanizado o suelas de zapatos.

15 Unas ventajas de los mercaptosilanos que contienen urea de la fórmula I conformes al invento son un comportamiento de elaboración, una densidad de red, unas propiedades de resbalamiento en húmedo y una rigidez dinámica mejores en mezclas de cauchos.

### Ejemplos

Ejemplo comparativo 1: Preparación de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-SH}$  a partir de  $(\text{EtO})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  y NaSH

20 A una solución de NaSH en etanol [preparada por introducción de  $\text{H}_2\text{S}$  (15,21 g, 0,45 mol, 1,07 eq) en una solución de etanolato de sodio (preparado a partir de Na (10,55 g, 0,46 mol, 1,10 eq) en EtOH (300 ml))] se le añade dosificadamente a  $52^\circ\text{C}$   $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  (138,90 g, 0,42 mol, 1,00 eq) en etanol (300 ml) y se calienta a  $78^\circ\text{C}$ . Después de un período de tiempo de reacción de 5 h se enfría a la temperatura ambiente y la suspensión se filtra. El material filtrado se libera del disolvente en un evaporador rotatorio y se seca en vacío. Se obtiene el producto  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-SH}$  (134,96 g, 97,9 % del rendimiento teórico) como un material sólido de color blanco.

25  $^1\text{H-RMN}$  ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 0,64 (2H, t), 1,23 (9H, t), 1,36 (1H, br (señal ancha)), 1,61 (2H, m), 2,67 (2H, t), 3,17 (2H, m), 3,37 (2H, m), 3,81 (6H, q), 4,74 (1H, br), 4,94 (1H, br);  
30  $^{13}\text{C-RMN}$  ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 125 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 7,8 (1C), 18,3 (3C), 23,8 (1C), 25,6 (1C), 43,0 (1C), 43,5 (1C), 58,4 (3C), 158,9 (1C).

Ejemplo 1: Preparación de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CO-CH}_3$  a partir de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  y KSAc

35 El  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  (81,52 g, 0,25 mol, 1,00 eq) se dispone previamente en etanol (85 ml) en un matraz de tres bocas con un agitador, un refrigerante de reflujo y un termómetro interno. Se añade tioacetato de potasio (28,48 g, 0,25 mol, 1,00 eq) y la mezcla se calienta a reflujo. Después de un período de tiempo de reacción de 3,5 h se enfría a la temperatura ambiente y la suspensión se filtra. El material filtrado se libera del disolvente en un evaporador rotatorio y se seca en vacío. Se obtiene el producto  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CH}_3$  (81,64 g, 89 % del teórico) como un material sólido de color pardo claro.

40  $^1\text{H-RMN}$  ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 0,64 (2H, t), 1,24 (9H, t), 1,61 (2H, m), 2,35 (3H, s), 3,01 (2H, t), 3,16 (2H, t), 3,34 (2H, t), 3,82 (6H, q), 4,5-7,0 (2H, br);  
45  $^{13}\text{C-RMN}$  ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 125 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 7,8 (1C), 18,3 (3C), 23,8 (1C), 29,9 (1C), 30,6 (1C), 40,0 (1C), 43,0 (1C), 58,4 (3C), 159,0 (1C), 195,8 (1C).

Ejemplo 2: Preparación de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CO-CH}_3$  a partir de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH}_2$ ,  $\text{OCN-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  y KSAc.

50 El 3-aminopropiltriethoxisilano (132,82 g, 0,60 mol, 1,00 eq) se dispone previamente en etanol (300 ml) en un matraz de tres bocas con un agitador de KPG (vidrio de precisión calibrado), un termómetro interno, un embudo de goteo y un refrigerante de reflujo y se enfría a  $-78^\circ\text{C}$ . El isocianato de 2-cloroetilo (63,34 g, 0,60 mol, 1,00 eq) se añade gota a gota en el transcurso de 1,75 h a  $-78$  hasta  $-68^\circ\text{C}$  y después de ello se calienta a  $50^\circ\text{C}$ . El tioacetato de potasio (68,53 g, 0,60 mol, 1,00 eq) se añade en cinco porciones y la mezcla se calienta a reflujo. Después de un período de tiempo de reacción de 2,25 h se enfría a la temperatura ambiente y la suspensión se filtra. El material filtrado se libera del disolvente en un evaporador rotatorio y se seca en vacío. Se obtiene el producto  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CH}_3$  (213,91 g, 97,3 % del teórico) como un material sólido ceroso de color blanco.

55  $^1\text{H-RMN}$  ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 0,64 (2H, t), 1,22 (9H, t), 1,62 (2H, m), 2,35 (3H, s), 3,01 (2H, t), 3,16 (2H, t), 3,34 (2H, t), 3,82 (6H, q), 4,7-5,0 (2H, br);



$^{13}\text{C}$ -RMN ( $\delta_{\text{ppm}}$ , 125 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ): 7,8 (1C), 18,3 (3C), 23,8 (1C), 29,9 (1C), 30,6 (1C), 40,1 (1C), 43,0 (1C), 58,4 (3C), 158,7 (1C), 195,9 (1C).

Ejemplo 3: Preparación de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CH}_3$   
a partir de  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NCO}$ ,  $\text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{N-CH}_2\text{CH}_2\text{-Cl}$  y  $\text{KSAc}$

- 5 El hidrocloreuro de 2-cloroetil-amina (73,86 g, 0,70 mol, 1,00 eq) se dispone previamente en etanol (2,0 L) en un matraz de 4 L de tres bocas con un agitador de KPG, un termómetro interno, un embudo de goteo y un refrigerante de reflujo y se enfría a  $-78^\circ\text{C}$  y se añade etanolato de sodio (226,83 g, 0,70 mol, 1,00 eq, al 21 % en etanol). El 3-isocianato-propil(trietoxisilano) (173,15 g, 0,70 mol, 1,00 eq) se añade gota a gota seguidamente en el transcurso de 3 h a  $-78$  hasta  $-65^\circ\text{C}$  y después de ello se calienta a  $50^\circ\text{C}$ . El tioacetato de potasio (79,95 g, 0,70 mol, 1,00 eq)
- 10 se añade en cinco porciones y la mezcla se calienta a reflujo. Después de un período de tiempo de reacción de 4 h se enfría a la temperatura ambiente y la suspensión se filtra. El material filtrado se libera del disolvente en un evaporador rotatorio y se seca en vacío. Se obtiene el producto  $(\text{EtO})_3\text{Si-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH-CO-NH-CH}_2\text{CH}_2\text{-S-CH}_2\text{CH}_3$  (288,02 g, cuant.) como un aceite de color anaranjado.

Ejemplo 4: Mezclas de cauchos

- 15 La receta utilizada para las mezclas de cauchos se indica en la siguiente Tabla 1. En este caso la unidad phr significa partes en peso, referidas a 100 partes del caucho en bruto. El silano conforme al invento se emplea en una cantidad isomolar con respecto al silano comparativo.

Tabla 1

Sustancia	Cantidad [phr]	Cantidad [phr]
	Mezcla de cauchos I de referencia que contiene el Ejemplo comp. 1	Mezcla de cauchos II que contiene el Ejemplo 2 del, invento
1ª Etapa		
NR TSR <sup>a</sup>	10	10
BR <sup>b</sup>	18	18
SSBR <sup>c</sup>	72	72
Ácido silícico <sup>d</sup>	95	95
ZnO	2,5	2,5
Ácido esteárico	2,5	2,5
Aceite de TDAE	50	50
Cera protectora del ozono	2	2
6PPD <sup>e</sup>	2	2
Ejemplo comp. 1	12	-
Ejemplo 2	-	14
2ª Etapa		
Tanda		
Etapa 2		
DPG <sup>f</sup>	2	2
CBS <sup>g</sup>	2	2
Azufre	2	2

Sustancias utilizadas:

<sup>a)</sup> NR TSR: SIR 20 SED, Entidad Aneka Bumi Pratama (TSR = Technically Specified Rubber; SIR = Standard Indonesian Rubber)

<sup>b)</sup> BR: Polybutadien, Europrene Neocis BR 40, Entidad Polimeri

<sup>c)</sup> SSBR: Sprintan<sup>®</sup> SLR-4601, Entidad Styron

<sup>d)</sup> ácido silícico: ULTRASIL<sup>®</sup> VN3 GR, Entidad Evonik Industries AG

<sup>e)</sup> 6PPD: N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-p-fenilendiamina

<sup>f)</sup> DPG: Difetilguanidina

<sup>g)</sup> CBS: N-ciclohexil-2-benzotiazolsufenamida

La preparación de las mezclas se efectuó en condiciones usuales en dos etapas en una amasadora de laboratorio para la preparación de mezclas de cauchos (volumen de 300 mililitros a 3 litros), mezclando en la primera etapa de mezcladura (etapa de mezcladura de base) todos los constituyentes exceptuando el sistema de vulcanización (azufre y sustancias que influyen sobre la vulcanización) durante 200 hasta 600 segundos a 145 hasta 165 °C, con unas temperaturas objetivos de 152 a 157 °C. Por adición del sistema de vulcanización en la segunda etapa (etapa de mezcladura acabada) se produce la mezcla acabada, mezclándose durante 180 a 300 segundos a 90 hasta 120 °C

El procedimiento general para la preparación de mezclas de cauchos y sus materiales vulcanizados se describe en "Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Editorial Hanser 1994.

El ensayo técnico de cauchos se efectúa según los métodos de ensayo indicados en la Tabla 2.

Tabla 2:

Ensayo físico	Norma/ Condiciones
Moving Die Rheometer (Vulcámetro sin rotor):	ISO 6502
Momento de torsión mínimo (dNm)	ASTM D5289-12
Diferencia de momentos de torsión:	
Momento de torsión máximo - Momento de torsión mínimo (dNm)	
Elasticidad de rebote a 23°C (%)	DIN 53512
Medición dinámica-mecánica a 55°C	ISO 4664-1
Módulo de almacenamiento dinámico	
E' con un alargamiento de 0,15 % y con un alargamiento de 8 % (MPa)	

- 5 A partir de todas las mezclas se produjeron cuerpos de probeta por vulcanización después de  $t_{95}$  (medido en el Moving Die Rheometer según las normas ISO 6502 / ASTM D5289-12) bajo presión a 160°C. En la Tabla 3 se indican los datos técnicos de cauchos para los materiales vulcanizados.

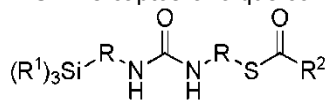
Tabla 3:

Sustancia	Mezcla de cauchos I de referencia que contiene el Ej. comp.1	Mezcla de cauchos II, que contiene el Ej..2
Resultados de mezclas en bruto		
Método del Moving Die: Momento de torsión mínimo después de la 3ª Etapa [dNm]	4,4	3,5
Método del Moving Die: Diferencia de momentos de torsión: Momento de torsión máximo - Momento de torsión mínimo (dNm) después de la 3ª Etapa	12	18
Resultados de materiales vulcanizados:		
Elasticidad de rebote a 23°C [ %]	29	26
Medición dinámica-mecánica a 55°C E' con un alargamiento de 0,15 % (MPa)	10,1	16,5
Medición dinámica-mecánica a 55°C E' con un alargamiento de 8 % (MPa)	6,0	7,1
Medición dinámica-mecánica a 55°C E' con un alargamiento de 8 % - E' con un alargamiento de 0,15 % (MPa)	4,1	9,4

- 10 La mezcla de cauchos II de referencia, que contiene el mercaptosilano que contiene urea conforme al invento del Ejemplo 2, muestra un mejorado comportamiento de elaboración (momento de torsión mínimo después de la 3ª Etapa de mezclado), una elevada densidad de red (mayor diferencia de momento de torsión máximo - momento de torsión mínimo), mejoradas propiedades de resbalamiento en húmedo (Elasticidad de rebote a 23°C) así como una elevada rigidez dinámica (E' con un alargamiento de 0,15 %, E' con un alargamiento de 8 % y E' con un
- 15 alargamiento de 8 % - E' a con un alargamiento de 0,15 %) en comparación con la mezcla de cauchos I de referencia, que contiene el Ejemplo comparativo 1 (mercaptosilano que contiene urea) empleado en una cantidad isomolar.

## REIVINDICACIONES

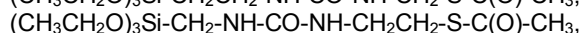
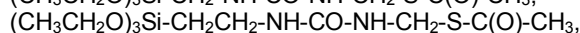
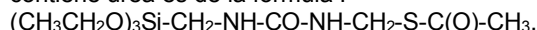
1. Un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I



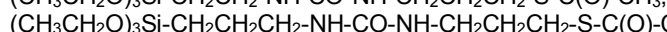
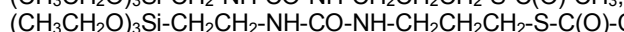
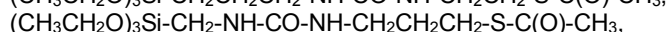
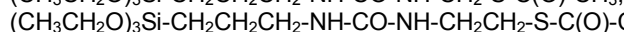
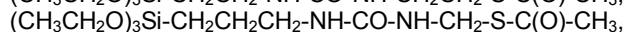
(I),

siendo los  $R^1$  iguales o diferentes y significando grupos alcoxi de C1-C10, grupos dialcoxi cíclicos de C2-C10, un grupo fenoxi, grupos cicloalcoxi de C4-C10, grupos arilo de C6-C20, grupos alquilo de C1-C10, un grupo alquenilo de C2-C20, un grupo aralquilo de C7-C20 o un halógeno, siendo  $R^2$  un grupo hidrocarbilo monovalente de C1-C20, y siendo los R iguales o diferentes y significando un grupo hidrocarbilo bivalente alifático, ramificado o no ramificado, saturado o insaturado, aromático o alifático/aromático mixto de C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>.

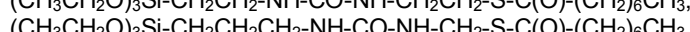
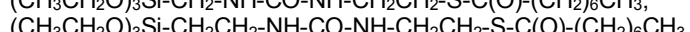
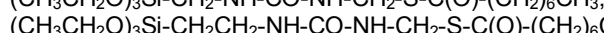
2. Un mercaptosilano que contiene urea según la reivindicación 1, caracterizado por que el mercaptosilano que contiene urea es de la fórmula I



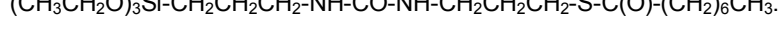
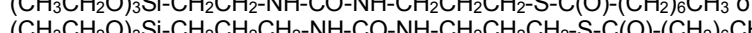
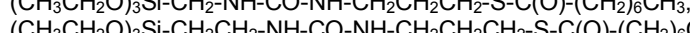
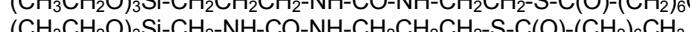
3. Un mercaptosilano que contiene urea según la reivindicación 1, caracterizado por que el mercaptosilano que contiene urea es de la fórmula I



4. Un mercaptosilano que contiene urea según la reivindicación 1, caracterizado por que el mercaptosilano que contiene urea es de la fórmula I

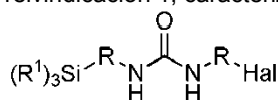


5. Un mercaptosilano que contiene urea según la reivindicación 1, caracterizado por que el mercaptosilano que contiene urea es de la fórmula I



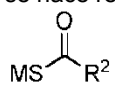
3. Un mercaptosilano que contiene urea según la reivindicación 1, caracterizado por que el mercaptosilano que contiene urea es de la fórmula I  $(EtO)_3Si-CH_2CH_2CH_2-NH-CO-NH-CH_2CH_2-S-C(O)-CH_3$ .

4. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 1, caracterizado por que un halógenosilano de la fórmula II



(II)

se hace reaccionar con compuestos de la fórmula III



(III)

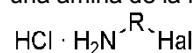
teniendo  $R^1$ ,  $R^2$  y R los significados mencionados en la reivindicación 1, siendo Hal igual a F, Cl, Br o I y siendo M un metal alcalino, en el seno de un alcohol.

5. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 4, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo bajo una atmósfera de un gas protector.

6. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 4, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo a unas temperaturas entre 0°C y 150°C.

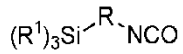
7. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 4, caracterizado por que como alcohol se emplea etanol.

8. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 4, caracterizado por que el halógenosilano de la fórmula II se prepara a partir de la sal hidrocioruro de una amina de la fórmula IV



(IV)

y del isocianatosilano de la fórmula V



(V),

por adición de una base, teniendo Hal, R<sup>1</sup> y R los significados mencionados en la reivindicación 4.

5 9. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 8, caracterizado por que como base se emplea NaOEt.

10. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 4, caracterizado por que el halógenosilano de la fórmula II se prepara a partir de un compuesto de isocianato-halógeno de la fórmula VI



y del aminosilano de la fórmula VII



teniendo Hal, R y R<sup>1</sup> los significados mencionados en la reivindicación 4.

15 11. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 10, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo en el seno de etanol.

20 12. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según una de las reivindicaciones 4 hasta 10, caracterizado por que el alcohol se separa por destilación.

13. Un procedimiento para la preparación de un mercaptosilano que contiene urea de la fórmula I según la reivindicación 12, caracterizado por que el producto obtenido se seca.