



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 682 747

61 Int. Cl.:

B01J 19/24 (2006.01) B01J 31/16 (2006.01) C08G 77/20 (2006.01) C08G 77/38 (2006.01) C07F 7/08 (2006.01) C07F 7/12 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 09.07.2015 PCT/GB2015/051992
- (87) Fecha y número de publicación internacional: 14.01.2016 WO16005757
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 09.07.2015 E 15738445 (4)
- (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 06.06.2018 EP 3166952
 - (54) Título: Procedimiento de preparación de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano en reactor de flujo continuo
 - (30) Prioridad:
 - 11.07.2014 GB 201412406
 - (45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 21.09.2018

(73) Titular/es:

GEO SPECIALTY CHEMICALS UK LIMITED (100.0%)
One Glass Wharf
Bristol BS2 0ZX, GB

(72) Inventor/es:

CRACKNELL, ROBERT; MATTHEWS, MELISSA; SMALL, ANDREW y BARTER, ADAM

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

DESCRIPCION

Procedimiento de preparación de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano en reactor de flujo continuo

Campo de la invención

5

10

15

20

25

40

45

50

55

La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de 3-metacriloxipropilbisdimetilclorosilano (MOPDMCS).

Antecedentes de la invención

La síntesis de compuestos de organosilicio mediante la reacción de un compuesto orgánico que contiene un grupo alquenilo con un hidrosilano, que da como resultado la adición de silicio e hidrogeno a lo largo del doble enlace carbono-carbono del grupo alquenilo, es bien conocida. El procedimiento general, usualmente llevado a cabo en la presencia de un catalizador de metal de transición, es conocido desde hace muchas décadas. De manera general, se ha creído que los procedimientos continuos no son adecuados para la producción de compuestos de acriloil- o metacriloil-organosilicio usando catalizadores de hidrosilación, por un cierto número de razones diferentes. En primer lugar, sería de esperar que se produjera la polimerización y se interrumpiría el procedimiento de flujo; en segundo lugar, se requiere un período de inducción para la activación del catalizador, y esto es de esperar que significara que un procedimiento continuo no funcionaría; y en tercer lugar, es sabido que con el tiempo se produce la desactivación del catalizador. La Patente de EE.UU. 5.359.113 describe este último problema, el cual se estima que está causado por la falta de oxígeno, y resuelve el problema mediante la adición de un peróxido dentro de la reacción de hidrosilación. Mediante el uso de MeHSiCl2 como el silano y de cloruro de alilo como el compuesto insaturado, el Ejemplo Comparativo 1 de la Patente de EE.UU. 5.359.113 ilustra la desactivación del catalizador durante un procedimiento de reacción continuo, en tanto que el Ejemplo 1 muestra que la adición de un peróxido evita este problema, permitiendo el uso de un procedimiento de reacción continuo. Sin embargo, la reacción de la Patente de EE.UU. 5.359.113 no puede usarse, en la práctica, para la preparación de compuestos de acriloil- o metacriloilsilicio, dado que el peróxido es un conocido iniciador para la polimerización. Incluso sin la adición de peróxido, es sabido que la polimerización causa problemas importantes en procedimientos conocidos para la preparación de compuestos de acriloil- o metacriloilsilicio.

El 3-metacriloxipropil-bisdimetilclorosilano (MOPDMCS) es una materia prima clave para la fabricación de metacriloxi propil dimetil metoxisilano (mPDMS), el cual se usa en la fabricación de lentes de contacto. El MOPDMCS se fabrica mediante la reacción de metacrilato de alilo (AMA) y dimetilclorosilano (DMCS) en la presencia de un catalizador de hidrosilación de metal de transición, usualmente a base de platino.

Sin embargo, los procedimientos conocidos para la preparación de MOPDMCS conllevan un cierto número de desventajas, al ser el MOPDMCS un compuesto de metacriloil organosilicio particularmente difícil de preparar y manipular. El control del procedimiento es difícil, y es difícil asegurar la constancia entre lotes de fabricación. Como un resultado de ello, surgen problemas, en particular relacionados con la constancia y pureza del producto. Por ejemplo, la hidrólisis y dimerización del producto se produce con facilidad. Además, el producto puede formar homopolímeros, o puede copolimerizar con sub-productos presentes en la mezcla de reacción. Dichas reacciones pueden producirse en cualquier momento durante el procedimiento de preparación e igualmente durante la purificación del producto, la cual puede llevarse a cabo, por ejemplo, mediante destilación. De acuerdo con ello, es difícil de preparar MOPDMCS con un alto grado de pureza.

Se han llevado a cabo muchas investigaciones para desarrollar procedimientos que reduzcan la degradación del producto durante o después de la preparación, bien mediante la reducción del contenido de sub-productos obtenidos, o bien mediante la reducción de la dimerización o polimerización del producto. Por ejemplo la Patente de EE.UU. 5.550.272 y la EP 803.507 describen el uso de inhibidores de polimerización de radicales libres. La Patente de EE.UU. 5.847.178 propone la adición de compuestos de cobre a la mezcla de reacción. La Patente EP 775.708 describe el tratamiento de la mezcla de reacción con un cloruro inorgánico, en tanto que la Patente de EE.UU. 5.811.565 describe el tratamiento de la mezcla de reacción con un ácido de Lewis. La Patente EP 693.492 describe llevar a cabo la síntesis en condiciones de bajo contenido en agua para minimizar la polimerización. Las Patentes EP 562.584, WO 2004/085446 y EP 753.521 describen aditivos para usar durante la purificación del producto mediante destilación, con el objetivo de reducir la polimerización.

Estos procedimientos conocidos se llevan a cabo todos ellos usando técnicas de procesamiento discontinuo convencionales, y ninguno de ellos se enfrenta al problema principal que contribuye a la falta de constancia entre lotes, que es que la reacción tiene un largo tiempo de inducción durante el cual tiene lugar la activación del catalizador. No solamente esel largo tiempo de inducción, sino que es impredecible, variando significativamente entre lotes. Generalmente, si los reactantes se agregan durante el periodo de inducción, estos se acumulan, y una vez comienza la reacción, se generan grandes cantidades de calor y la temperatura asciende hasta un nivel no deseado. Bajo estas circunstancias, es previsible que ocurran reacciones y polimerización descontroladas. Incluso si las etapas se monitorizan y compaginan de manera eficaz con el periodo de inducción, la constancia entre lotes tiende a ser baja.

La Patente de EE.UU. 2010/179340 describe algunas de las desventajas de los procedimientos discontinuos para la preparación de metacriloiloxipropilalcoxisilanos, y describe un procedimiento continuo para la preparación de compuestos de metacriloilorganosilicio mediante la reacción de metacrilato de alilo con un hidrosilano usando un sistema específico de reactores. Los hidrosilanos usado en el procedimiento son alcoxihidrosilanos. La Patente WO 2008/017555 contiene una divulgación muy similar a la Patente de EE.UU. 2010/0179340 y, al igual que para la Patente de EE.UU. 2010/0179340, el ejemplo de preparación de un compuesto de metacriloxi se lleva a cabo usando un metoxisilano.

Los metacriloilalcoxisilanos del tipo preparado en la Patente de EE.UU. 2010/0179340 y la WO 2008/017555, y los alcoxihidrosilanos usados para producirlos, es sabido que son relativamente estables y fáciles de manipular en comparación con otros hidrosilanos. Específicamente, una mezcla de reacción que incluye AMA, un catalizador de hidrosilación de platino y DCMS, sería de esperar que tuviera una propensión mucho mayor a formar sub-productos y/o polimerizar durante la síntesis que la mezcla de reacción correspondiente que incluye trimetoxisilano. El MOPDMCS es particularmente difícil de sintetizar, debido a su propensión a polimerizar. Se estima que esto es debido a que los enlaces Si-Cl son altamente susceptibles a la hidrólisis dando lugar a la formación de ácido clorhídrico, el cual cataliza tanto la posterior descomposición como la polimerización de cualquier enlace metacrilato presente. Debido a su inestabilidad, el MOPDMCS se comercializa siempre con un nivel significativo de inhibidores de polimerización, típicamente desde 100-200 ppm de BHT más 200-400 ppm de MeHQ. Por el contrario, el 3-metacriloiloxipropilmetoxisilano (MOPTMOS) correspondiente se comercializa con un nivel muy bajo de inhibidor de polimerización, típicamente menos de 10 ppm de BHT. La persona experta no hubiera esperado que un procedimiento continuo para la preparación de MOPDMCS pudiera llevarse a cabo satisfactoriamente.

Existe una necesidad de procedimientos mejorados para la producción de MOPDMCS. Los autores de la presente invención han encontrado ahora un procedimiento altamente eficaz que permite su preparación con alto rendimiento, así como un alto grado de constancia y pureza. Esto es particularmente sorprendente dada la naturaleza altamente reactiva de los reactantes y del producto, y en particular a su propensión a reaccionar con ellos mismos y entre sí.

25 Sumario de la invención

5

10

15

20

30

45

50

55

La presente invención proporciona un procedimiento para la preparación de metacriloxipropilbisdimetilclorosilano mediante la reacción de metacrilato de alilo con dimetilclorosilano en la presencia de un catalizador de hidrosilación, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en la ausencia de un peróxido, mediante un procedimiento que comprende:

- i. proporcionar una primera corriente que contiene metacrilato de alilo;
- ii. proporcionar una segunda corriente que contiene dimetilclorosilano;
- iii. poner en contacto dichas corrientes en un reactor de flujo continuo en la presencia de dicho catalizador de hidrosilación, produciendo, de esta forma, metacriloxilbisdimetilclorosilano; y
- iv. separación de manera continua de una corriente de producto procedente de dicho reactor de flujo continuo.

En una realización particularmente preferida de la invención, la corriente de producto se procesa en una etapa adicional v), la cual comprende llevar a cabo la destilación discontinua de la corriente de producto. La relación de área superficial/volumen del reactor de flujo continuo es un parámetro importante. Preferiblemente es desde 4:1 a 400:1. La relación de la longitud de recorrido de los reactantes dentro del reactor con respecto del área de la sección trasversal del reactor es igualmente un parámetro importante. Preferiblemente esta es desde 0,01:10.000 hasta 100:10.000. El reactor puede adoptar cualquier forma deseada. De manera adecuada, contiene canales alargados que tienen dimensiones como las anteriores. Estos canales pueden tener cualquier sección trasversal deseada, por ejemplo rectangular o circular.

Preferiblemente, el procedimiento de la invención se lleva cabo en la ausencia de disolvente. De manera sorprendente, el procedimiento de la invención se mantiene eficaz en la producción de manera constante de MOPDMCS con alto rendimiento y pureza, incluso bajo condiciones de ausencia de disolvente. Preferiblemente, el procedimiento de la invención comprende el análisis de la corriente de producto producida en la etapa (iii) para determinar la presencia y/o el nivel de MOPDMCS y/o de impureza, más preferiblemente el procedimiento comprende el llevar a cabo el análisis en línea de la corriente de producto. El análisis/monitorización de la corriente de producto permite realizar una determinación con respecto a si la corriente de producto es de pureza y/o aceptables, y si las condiciones del procesamiento pueden alterarse en respuesta a dicha determinación. Por ejemplo, dependiendo de si se realiza una determinación positiva o negativa, la corriente del producto puede permitirse que fluya dentro de un primer receptáculo que contiene producto bruto de pureza aceptable, o puede ser desviado dentro de un segundo receptáculo que contiene producto bruto de pureza inaceptable. Las condiciones del procedimiento (por ejemplo, temperatura) pueden, por ejemplo, ajustarse con el fin de mejorar la pureza y/o rendimiento del producto o purgarse el reactor de flujo continuo, en respuesta a una determinación negativa.

Preferiblemente, las corrientes de suministro se suministran al reactor de flujo continuo a una velocidad de flujo tal que están en contacto en el reactor de flujo continuo a una presión dentro del intervalo de desde 100 a 10.000 ki-

lopascales. El uso de dichas condiciones da como resultado la producción del compuesto de acriloil- o metacriloilorganosilicio con particularmente alto rendimiento y pureza.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama de flujo esquemático que ilustra una realización preferida del procedimiento de la invención.

Descripción detallada de la invención

El MOPDMCS tiene la fórmula:

5

25

30

35

40

Tiene un cierto número de usos diferentes. Específicamente, puede usarse para sintetizar monómeros que contienen silicona, por ejemplo para uso en formulaciones de lentes de contacto, las cuales, al curar, producen lentes con alta permeabilidad al oxígeno.

En la etapa (i) del procedimiento de la invención, se proporciona una primera corriente que contiene AMA. Tal como se ha expuesto anteriormente, la reacción del AMA con DMCS da como resultado la adición de silicio e hidrógeno a lo largo del doble enlace carbono-carbono.

La primera corriente puede incluir, si se desea, un disolvente orgánico, por ejemplo un hidrocarburo aromático tal como benceno, tolueno o xileno; un hidrocarburo alifático tal como hexano o heptano; un éter tal como tetrahidrofurano o éter dietílico; una cetona tal como acetona o metil etil cetona; o un éster tal como acetato de etilo o acetato de butilo. No obstante, preferiblemente no hay presente ningún disolvente distinto, si se desea, de las cantidades de disolvente requerido para suministrar el catalizador de hidrosilación, si dicho catalizador forma parte de dicha primera corriente tal como se describe más adelante.

En la etapa (ii) del procedimiento de la invención, se proporciona una segunda corriente que contiene dimetilclorosi-

Dicha segunda corriente puede incluir, si se desea, un disolvente orgánico, por ejemplo uno de los disolventes mencionados anteriormente para la primera corriente. Esta puede incluir, por ejemplo, hasta 20% de disolvente. No obstante, preferiblemente no está presente ningún disolvente distinto, si se desea, de las cantidades de disolvente requerido para suministrar el catalizador de hidrosilación, si dicho catalizador forma parte de dicha segunda corriente tal como se describe más adelante.

La etapa (iii) se lleva a cabo en un reactor de flujo continuo. La relación de área superficial/volumen del reactor es un parámetro importante. Preferiblemente es desde 4:1 a 400:1, por ejemplo 10:1 a 200:1, particularmente 20:1 a 100:1. Dentro del reactor, dichas primera y segunda corrientes están en contacto en la presencia de un catalizador de hidrosilación. La primera y segunda corrientes pueden introducirse como corrientes separadas dentro del reactor, o estas pueden combinarse inmediatamente antes de entrar dentro del reactor.

El catalizador puede introducirse como parte de la primera corriente, o como parte de la segunda corriente, o en una tercera corriente la cual puede introducirse directamente dentro del reactor de flujo continuo o unirse en una cualquiera o ambas de la primera o la segunda corrientes inmediatamente antas de entrar dentro del reactor; o puede pre-introducirse dentro del reactor de flujo continuo. Preferiblemente, se introduce como parte de la primera o segunda corrientes, más preferiblemente como parte de de la primera corriente. La introducción del catalizador al reactor como parte de una de estas corrientes asegura la producción constante de producto de alto rendimiento.

El tiempo de residencia óptimo en el reactor dependerá de los detalles precisos de la reacción a llevar a cabo, pero preferiblemente el tiempo de residencia es desde 1 segundo hasta 30 minutos, por ejemplo 10 segundos a 15 minutos, preferiblemente desde 1 a 5 minutos. Este tiempo de residencia breve proporciona una ventaja en el uso del procedimiento de la invención, puesto que se minimiza la formación de sub-productos. Generalmente, el flujo a través del reactor de flujo continuo será tal que es mínimo el espacio de cámara sobrante en el reactor.

Puede usarse cualquier catalizador de hidrosilación. Preferiblemente, el catalizador contiene un metal de transición. El catalizador puede ser homogéneo o heterogéneo. En una realización preferida, el catalizador es un catalizador homogéneo. Dichos catalizadores pueden estar basados, por ejemplo, en rodio, por ejemplo RhCl₃ o Rh(PPh₃)₃Cl (en donde Ph es un grupo fenilo), o platino. Los catalizadores de platino pueden suministrarse como ácido cloroplatínico, complejos platino-olefina, y complejos de platino y siloxano vinil-funcional. Los catalizadores específicos incluyen el catalizador de Speier (H₂PlCl₆ en i-PrOH), el catalizador de Karstedt (el producto de reacción de H₂PtCl₆

y diviniltetrametildisiloxano), el catalizador de Ashby (el producto de reacción de H₂PtCl₆ y tetraviniltetrametildisiloxano) y el catalizador de Lamoreoux (H₂PtCl₆ en n-octanol). El uso del catalizador de Karstedt forma una realización preferida de la invención. Generalmente, se suministra un catalizador homogéneo en la forma de una solución en un disolvente orgánico, por ejemplo una solución en un polidimetilsiloxano o un disolvente hidrocarburo, por ejemplo un xileno, hexano, heptano o tolueno. Si se usa un catalizador heterogéneo, este puede, si se desea, introducirse dentro del reactor de flujo continuo antes de la introducción de la primera y segunda corrientes. Como un ejemplo de un catalizador heterogéneo, puede mencionarse, por ejemplo, un catalizador de platino soportado por un sólido, o un catalizador de sal de Cu(II) sólida. Generalmente, el catalizador se usa en una cantidad similar, o ligeramente inferior, a la cantidad usada en reacciones discontinuas conocidas. El uso de cantidades algo menores que en reacciones conocidas proporciona una ventaja adicional del procedimiento de la invención, puesto que la presencia de cantidades menores de catalizador es de esperar que incrementen la estabilidad del producto.

10

15

20

25

30

35

40

55

60

La etapa (iii) del procedimiento de la invención puede llevarse a cabo a cualquier temperatura deseada, por ejemplo a temperatura ambiente o a una temperatura elevada. Preferiblemente, la temperatura máxima se mantiene por debajo de 200°C, especialmente por debajo de 120°C, con el fin de minimizar la polimerización u otras reacciones secundarias no deseadas. Por ejemplo, la temperatura de reacción puede estar dentro del intervalo de desde 30 hasta 120°C, por ejemplo desde 60 hasta 120°C, especialmente desde 80 hasta 100°C. En una realización preferida del procedimiento de la invención, las condiciones de reacción que incluyen temperatura, presión y velocidades de flujo, están controladas de manera tal que la temperatura de reacción puede mantenerse dentro de estos intervalos, sin provocar la vaporización del hidrosilano. Por ejemplo, el DMCS puede manipularse a temperaturas de reacción de alrededor de 80°C sin ninguna vaporización, dando lugar a una eficacia óptima del procedimiento.

La etapa (iii) del procedimiento de la invención puede llevarse a cabo a presión atmosférica, pero preferiblemente se lleva a cabo a presión elevada ya que esta ayuda a mantener todos los componentes en la fase líquida y ayuda a lograr un tiempo de residencia constante. En una realización preferida, las corrientes se suministran al reactor de flujo continuo a una velocidad de flujo tal que están en contacto en el reactor de flujo continuo a una presión de hasta 10.000 kPa, por ejemplo a una presión dentro del intervalo de desde 100 a 10.000 kPa, por ejemplo hasta 7.000 kPa, por ejemplo hasta 5.000 kPa. Tal como se ha expuesto anteriormente, el contacto de las corrientes en el reactor de flujo continuo a dicha presión conduce a rendimientos y pureza particularmente altos del MOPDMCS. Sin embargo, pueden igualmente usarse presiones más bajas, por ejemplo de hasta 2.500 kPa, especialmente de hasta 1.500 kPa, y estas pueden proporcionar ventajas. Generalmente, al final del sistema se dispone de un regulador de contra-presión, y este, conjuntamente con la presión aplicada ejercida por la velocidad a la cual se suministran las corrientes al reactor de flujo continuo, y la caída e presión a lo largo del sistema, determinarán la presión en el reactor de flujo continuo.

La relación molar de AMA a DMCS no es crítica, pero preferiblemente se usan cantidades aproximadamente equivalentes, o un pequeño exceso de AMA. Por ejemplo, la relación molar de AMA a DMCS puede estar dentro del intervalo de desde :1 a 1,5:1, por ejemplo 1:1 a 1,2:1.

Tal como se ha mencionado anteriormente, en una realización preferida, la primera y segunda corrientes no contienen disolvente agregado distinto, si se desea, de la pequeña cantidad de disolvente requerido para disposición del catalizador. En una realización preferida, menos del 20% en peso, preferiblemente menos del 10% en peso de las entradas al reactor de flujo continuo son disolvente. Por ejemplo, menos de 5% en peso, menos de 4% en peso, menos de 3% en peso, menos de 2% en peso, menos de 1% en peso, menos de 0,5% en peso o menos de 0,2% en peso de las entradas al reactor de flujo continuo son disolvente. En una realización preferida, al menos 90% en peso, al menos 95% en peso, al menos 96% en peso, al menos 97% en peso, al menos 98% en peso, al menos 99% en peso, al menos 99,5% en peso o al menos 99,8% en peso de las entradas al reactor de flujo continuo son la suma en % en peso de i) catalizador de hidrosilación, ii) DMCS, y iii) AMA.

Cualquier inhibidor de polimerización conocido puede estar presente en la etapa (iii), si así se desea. Los inhibidores adecuados incluyen fenoles, aminas (por ejemplo N,N-difenil-p-fenilenodiamina, DPPD), quinonas y otros compuestos que contengan oxígeno, y sales de cobre, por ejemplo Cu(I)O, Cu₂(I)(SO₄), Cu(I)OH, Cu(I)OH, Cu(I)OAC y Cu(II)O, Cu(II)SO₄, Cu(II)(OH)₂, Cu(II)(Cl₂ y Cu(II)(OAc)₂, así como los inhibidores divulgados en la técnica anterior mencionados anteriormente. Se prefiere el uso de un fenol, por ejemplo p-metoxifenol, 4-hidroxianisol, dibutilhidroxitolueno o bis(terc-butil)-4-metilfenol (BHT), o fenotiazina (PTZ). Pueden usarse mezclas de inhibidores. El inhibidor puede introducirse como parte de la primera corriente, o como parte de la segunda corriente, o puede introducirse dentro del reactor de flujo continuo por cualquier otro medio, por ejemplo en una tercera corriente. Preferiblemente, se introduce como parte de la primera corriente.

En reacciones discontinuas para la preparación de MOPDMCS, es generalmente necesaria la activación del catalizador y, en consecuencia, un periodo de inducción. En procedimientos conocidos, los resultados de la inducción del catalizador pueden producir problemas importantes, incluyendo falta de uniformidad significativa entre lotes, lo que conduce a una pureza reducida del producto. En el procedimiento de la invención, se ha encontrado, de manera sorprendente, que no es necesario hacer concesiones de tiempo para la activación del catalizador. Si se desea, el flujo a través del reactor de flujo continuo en la etapa (iii) puede, durante una fase de arranque inicial, desviarse a una corriente de residuos. Una vez que el catalizador está totalmente activado, puede comenzar la recogida de producto. No obstante, generalmente dichas etapas no son necesarias.

De manera conveniente, el procedimiento de la invención se controla mediante el análisis/monitorización de la salida procedente del reactor, específicamente mediante el análisis/monitorización de la corriente de producto bruto, usando cualquier técnica analítica adecuada, por ejemplo HPLC, GC-FID, GC-MS o, especialmente IR, de manera ideal usando un monitor en línea. Dicha monitorización proporciona información en tiempo real sobre la acumulación de producto y actividad de la reacción, lo cual aporta ventajas de seguridad significativas, sin la necesidad de toma de muestras y mantenimiento de las mismas, lo cual da lugar a retrasos. Es ventajoso proporcionar, asociada con la monitorización, el cambio automático de la corriente de producto a una corriente de residuos en el caso de producto sub-estándar, lo cual a su vez previene la contaminación de cualquier producto recogido antes de la aparición de un problema.

5

20

40

45

50

Además, durante el procesamiento de MOPDMCS, pueden producirse casos de polimerización, que afectan la calidad del producto obtenido. Realizando el análisis de la corriente de producto conforme este se produce, esto permite la detección prematura de cualquier suceso, de manera tal que las condiciones de procesamiento pueden alterarse si así se requiere. De acuerdo con ello, tal como se ha expuesto anteriormente, en una realización preferida el procedimiento de la invención comprende el análisis de la corriente de producto para determinar la presencia y/o nivel de MOPDMCS y/o una impureza, más preferiblemente el procedimiento comprende realizar el análisis en línea de la corriente de producto, aún más preferiblemente, el procedimiento comprende la realización del análisis por IR en línea de la corriente de producto.

En una realización preferida, el procedimiento de la invención comprende la determinación del rendimiento de MOPDMCS presente en la corriente de producto mediante la realización del análisis por IR en línea y, cuando el rendimiento de MOPDMCS es igual o superior a un valor pre-definido (por ejemplo, al menos 60%, al menos 65%, al menos 70%, al menos 75%, al menos 80% o al menos 85%), pasar la corriente de producto a un primer recipiente; o, cuando el rendimiento de MOPDCMS es menor de dicho valor pre-definido (por ejemplo, al menos 60%, al menos 65%, al menos 70%, al menos 75%, al menos 80% o al menos 85%), pasar la corriente de producto a un segundo recipiente de residuos.

- Cuando la monitorización en línea indica que el rendimiento/nivel de MOPDMCS está por debajo de un nivel deseado, o cuando el nivel de una impureza está por encima de un nivel deseado, puede ser deseable ajustar las condiciones del procedimiento como respuesta para lograr un rendimiento y/o pureza aceptable de MOPDCMS en la corriente de producto. Por ejemplo, la temperatura y/o las velocidades de flujo de la primera y segunda corrientes pueden ajustarse en respuesta a la determinación de que el rendimiento es menor de un valor pre-definido.
- Además, cuando el análisis/monitorización en línea conduce a una determinación de que el rendimiento y/o pureza de MOPDMCS en la corriente de producto es inaceptable, en particular cuando se detecta un episodio de polimerización, puede ser deseable purgar el reactor de flujo continuo, por ejemplo deteniendo el flujo de la corriente de producto al primer recipiente y desviándolo a un segundo recipiente de residuos, pasando una corriente que contenga disolvente y/o inhibidor de polimerización a través del reactor de flujo continuo en lugar de la primera y segunda corrientes durante un periodo de tiempo (por ejemplo, durante al menos 1, 2, 5, 10 ó 20 minutos), antes de volver a proporcionar las corrientes originales al reactor de flujo continuo, y volver a pasar la corriente de producto al primer recipiente.

Después de la etapa (iii) del procedimiento, se retira una corriente de producto del reactor de flujo continuo. Si se desea, esta corriente de producto puede someterse a una etapa de purificación. Por ejemplo, el producto puede purificarse mediante un procedimiento de extracción por disolvente o, preferiblemente, destilación. En una realización preferida de la invención, la corriente de producto obtenida mediante la etapa iv) se somete a un procedimiento de destilación discontinua. De manera sorprendente, el uso de la destilación discontinua ha demostrado ser una mejora sobre el uso de la destilación continua, lo cual no sería de esperar para un procedimiento en el cual la etapa iii) se lleva a cabo en un reactor de flujo continuo. De acuerdo con ello, una realización preferida del procedimiento de la invención comprende un procedimiento para la preparación de MOPDMCS mediante la reacción de AMA con DMCS en la presencia de un catalizador de hidrosilación, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en la ausencia de un peróxido, mediante un procedimiento que comprende:

- i. proporcionar una primera corriente que contiene metacrilato de alilo;
- ii. proporcionar una segunda corriente que contiene dimetilclorosilano;
- iii. poner en contacto dichas corrientes en un reactor de flujo continuo en la presencia de dicho catalizador de hidrosilación, produciendo, de esta forma, MOPDCMS;
- iv. separación continua de una corriente de producto procedente de dicho reactor de flujo continuo; y
- v. someter dicha corriente de producto a un procedimiento de destilación discontinua.

La destilación puede llevarse cabo bajo condiciones conocidas, por ejemplo a una presión de 0,01-1, preferiblemente 0,1 a 0,5 kPa, y a una temperatura de 50-150°C. Preferiblemente, la temperatura de destilación es de al menos 60°C, por ejemplo de al menos 70°C y preferiblemente no superior a 120°C. Puede ser, por ejemplo, de 60-120°C,

por ejemplo de 60-100°C. Durante esta etapa, puede estar presente un inhibidor de polimerización, si se desea. Los inhibidores preferidos son tal como se han mencionado anteriormente.

La reacción de la presente invención transcurre mediante el esquema siguiente:

Tal como se ha mencionado anteriormente, el MOPDMCS puede convertirse, por ejemplo, en compuestos de las fórmulas:

$$Me \longrightarrow CH_{2} \longrightarrow Si \longrightarrow R$$

$$Me \longrightarrow CH_{2} \longrightarrow Si \longrightarrow R$$

$$Me \longrightarrow R$$

$$Me \longrightarrow R$$

$$Ne \longrightarrow R$$

0

10

en la cual n es 0 a 100, y cada R independientemente es un grupo alquilo de C₁₋₄, especialmente un grupo metilo, mediante procedimientos conocidos. Por ejemplo, puede hacerse reaccionar con un (poli)siloxano de la fórmula (IV):

$$\underset{M^{+}}{\overset{\text{TO}}{ }} \underbrace{ \left\langle \prod_{Si} \right\rangle_{Si}^{R} }_{R} \underbrace{ \left\langle \text{IV} \right\rangle_{R}^{R} }_{R} \underbrace{ \left\langle \text{IV} \right\rangle_{Si}^{R} }_{R} \underbrace{ \left\langle \text{IV}$$

15 la (I).

en la cual M^+ es un catión, por ejemplo un ión metal, especialmente un ión litio, para formar un compuesto de fórmula (I).

Los ejemplos específicos de compuestos de fórmula (I) incluyen:

у

los cuales pueden producirse, por ejemplo, mediante una reacción entre MOPDMCS y un compuesto apropiado de fórmula (IV) o (IVa), tal como se muestra más abajo, en un esquema de reacción que usa una sal de litio de fórmula (IV):

Dos moléculas de MOPDMCS pueden dimerizarse en la presencia de agua para formar un compuesto de fórmula (II), o dos moléculas de MOPDCMS pueden reaccionar con un compuesto de fórmula (V) o (Va):

$$2M^{+} \xrightarrow{CO} \left(\begin{array}{c} R \\ Si \\ O \end{array} \right)_{n} \stackrel{R}{\underset{R}{\bigvee}} O^{-} (V) \qquad HO \left(\begin{array}{c} R \\ Si \\ O \end{array} \right)_{n} \stackrel{R}{\underset{R}{\bigvee}} OH (Va)$$

en la cual M⁺ tiene el significado dado anteriormente, para formar un compuesto de la fórmula III.

5

10

15

20

El procedimiento de la presente invención es un procedimiento para la preparación de MOPDMCS que proporciona una mejora significativa comparada con procedimientos conocidos, proporcionando específicamente una mejora significativa en la calidad y constancia del producto, así como dando lugar a una mejora en los rendimientos generales. Los resultados obtenidos usando el procedimiento de la invención son sorprendentes rápidos, constantes y controlables. La persona experta hubiera esperado que se produjera deposición de polímero sólido dentro del reactor de flujo continuo, no haciendo factible el uso de un reactor de flujo continuo dada la naturaleza de la reacción, pero de hecho, tal como se demuestra en el Ejemplo más adelante, esto no se produce. Además, dado el hecho que en las vías conocidas de desarrollo de la reacción, existe un tiempo de inducción importante durante el cual la activación del catalizador debe dejarse que se produzca antes de iniciar la reacción, es de lo más sorprendente que no se necesita conceder un periodo de inducción cuando se desarrolla el procedimiento de la invención, y que pueden obtenerse altos rendimientos con bajo tiempo de residencia. La reacción es sensible a la presencia de agua, lo cual ocasiona impurezas en el producto. El procedimiento de la invención permite el uso de aparatos en los cuales el número de puntos de ingreso de agua es bajo, y el área superficial de superficies que pueden mojarse dentro del

aparato es también baja. Finalmente, es sorprendente que la reacción tenga lugar de manera eficaz sin desactivación significativa del catalizador sin necesitar ninguna etapa activa para introducir una fuente de oxígeno, por ejemplo peróxido, dentro del sistema, tal como previamente se creía que era necesaria una fuente de oxígeno para evitar la desactivación del catalizador.

En la Figura 1 se muestra una realización preferida de la invención. En dicha realización, se suministra a un primer recipiente de almacenaje 1 (indicado como "entrada A" en la Figura 1) metacrilato de alilo, un inhibidor de polimerización (por ejemplo fenotiazina) y catalizador de hidrosilación (por ejemplo platino(0)-1,3-divinil-1,1,3,3-tetrametildisiloxano en xilenos). A un segundo recipiente de almacenaje 2 (indicado como "entrada B") se suministra dimetilclorosilano. Al primer recipiente de almacenaje se bombea una primera corriente que contiene el AMA, el inhibidor de polimerización y el catalizador de hidrosilación y se combina con una segunda corriente que contiene el DMCS y la corriente combinada se hace fluir inmediatamente dentro de un reactor de fluio continuo 3 a una temperatura dentro del intervalo de desde 80 hasta 100°C. La velocidad de flujo de la primera y segunda corrientes se ajusta de manera tal que se logre un tiempo de residencia de los reactantes en el reactor de flujo continuo dentro del intervalo de desde 1 hasta 5 minutos, y lograr una presión dentro del intervalo de desde 500 hasta 1500 kPa. El DCMS reacciona con el AMA y del reactor de flujo continuo sale una corriente de producto bruto que contiene el MOPDMCS. La corriente de producto bruto se somete a un análisis en línea mediante el paso de la misma a través de un instrumento de IR en línea 4 equipado con una sonda de silicona. Cuando el análisis confirma que la corriente de producto bruto contiene MOPDCMS con rendimiento y pureza aceptables, la corriente de producto bruto se deja pasar través de la válvula 5 a la columna de destilación 6 en la que la corriente de producto bruto se somete a destilación, proporcionando el MOPDMCS purificado (indicado como "salida" en la Figura 1) y una corriente de residuos. Cuando el análisis mediante IR en línea indica que la corriente de producto bruto no es de rendimiento y/o pureza aceptables (por ejemplo, cuando empieza a producirse la polimerización del AMA o de MOPDMCS), la corriente de producto bruto se desvía mediante la válvula 5 a residuos a fin de prevenir el deterioro de la corriente de producto. Una tercera corriente que contiene disolvente (por ejemplo, tolueno, xilenos) e inhibidor de polimerización (por ejemplo fenotiazina) se introduce en un tercer recipiente de almacenamiento 7 (indicado como "entrada C" en la Figura 1) y, a continuación, se bombea dentro del recipiente 7 a través del reactor de flujo continuo 3 durante un periodo de tiempo en lugar de la primera y segunda corrientes, purgándose el reactor. A continuación, se reanuda la operación normal, poniendo en contacto la primera y segunda corrientes en el reactor de flujo continuo 3 para producir compuesto de metacriloilorganosilicio adicional, y cuando el análisis mediante IR en línea indica que la corriente de producto bruto es otra vez de rendimiento y/o pureza aceptables, la corriente de producto bruto se deja nuevamente pasar mediante la válvula 5 a la columna de destilación 6.

Los Ejemplos siguientes ilustran la invención.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Ejemplo 1: Preparación continua de MOPDMCS

Se preparó una solución de fenotiazina (0,28 g, 1,41 mmol), metacrilato de alilo (60 ml, 446 mmol) y solución de complejo de platino(0)-1,3-divinil-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (2% de Pt en xilenos, 66 µl, 20 ppm de Pt) en un matraz de fondo redondo de 100 ml, seco, sellado, bajo atmósfera de No. Para llevar a cabo la reacción se usó un reactor de flujo de la Serie E de Vapourtec® equipado con bomba peristáltica con una relación de área superficial/volumen de 40:1. La solución de fenotiazina y la solución de complejo de platino(0)-1,3-divinil-1,1,3,3tetrametildisiloxano se bombeó usando una primera bomba peristáltica a una velocidad de 1,1 ml/min a una pieza en forma de t de PTFE, en la que se combinó con una corriente de dimetilclorosilano bombeándose a una velocidad de 0,9 ml/min usando una segunda bomba peristáltica. La corriente combinada se hizo fluir inmediatamente dentro de un reactor tubular de 10 ml, el cual se había mantenido a 80°C, manteniéndose el sistema bajo presión mediante un regulador de contra-presión a 690 kPa. La corriente de salida del sistema se pasó a través de un instrumento de FTIR en línea Mettler-Toledo®FlowIR equipado con una sonda de silicona, el cual confirmó el completo consumo de todas las especies hidrosilano. Igualmente, la monitorización mediante IR confirmó la producción de producto constante durante el transcurso del experimento. La corriente de salida se hizo fluir dentro del receptáculo de residuos durante 10 minutos antes de desviarse a un matraz de fondo redondo de 100 ml, seco, sellado, bajo una atmósfera de N₂ durante 30 minutos. La solución se cargó con BHT (hidroxil tolueno butilado) (13,7 mg, 250 ppm) y la solución se calentó hasta agotamiento en vacio a 80°C durante una hora, proporcionando MOPDMCS (47,9 g, 87,9% de rendimiento) en forma de un líquido de color amarillo pálido, el cual mediante GC mostró que era de una pureza del 89%.

Ejemplo Comparativo 1: Preparación por lotes de MOPDMCS

Un recipiente de reacción de 2 litros, provisto con un agitador mecánico, condensador, termopar, purgador de aire, serpentín de enfriamiento de agua sumergido, embudo de goteo de 500 ml, manta calefactora, entrada de N₂ y borboteador de N₂, se cargó con fenotiazina (0,93 g, 4,7 mmol), metacrilato de alilo (146 ml, 1,09 mol), tolueno (340 ml) y solución de complejo de platino(0)-1,3-divinil-1,1,3,3-tetrametildisiloxano (solución al 2% de Pt en xilenos, 137 µl, 20 ppm de Pt) y los contenidos se agitaron durante 10 minutos. La solución se calentó a 80°C y un embudo de goteo se cargó con una solución de dimetilclorosilano (94 ml, 0,85 mol) en tolueno (200 ml). Aproximadamente 30 ml (10%) de la solución de dimetilclorosilano se cargaron en el recipiente y el recipiente se mantuvo a 80°C durante 30 minutos. En ese momento se tomaron muestras de los contenidos del recipiente y después de aproximadamente 30 minutos, obteniéndose confirmación del desarrollo de la reacción mediante análisis por GC-FID. La solución de

DMCS remanente se agregó gota a gota a lo largo de un periodo de 3 horas al recipiente, manteniéndose la temperatura y la agitación. La reacción fue altamente exotérmica. El excesivo incremento de la temperatura de la reacción tuvo que ser controlada usando el serpentín de enfriamiento. Después de completada la adición de DMCS, la solución se calentó y agitó durante 1 hora más y , a continuación, se dejó enfriar a temperatura ambiente. La solución se cargó con BHT (hidroxil tolueno butilado) (47 mg, 250 ppm) y la solución se calentó hasta agotamiento en vacío a 80°C durante una hora, proporcionando MOPDMCS (144 g, 77% de rendimiento) en forma de un líquido de color amarillo pálido, el cual mediante GC mostró que era de una pureza del 88%.

Ejemplo 2: Preparación continua de MOPDMCS

5

25

30

35

40

Se llevó a cabo una reacción de flujo continuo usando un reactor Plantrix (Marca Registrada) MR260 provisto con 10 tres módulos SiC (MRX+MRH-II+MRH-II, proporcionando un volumen total de reacción de 69,9 ml) con conectores y cepillos de Ti. El reactor se mantuvo a 700 kPa usando un regulador de contra-presión a la salida del reactor, para permitir el uso de altas temperaturas. Sobre cada entrada del reactor se dispusieron válvulas de seguridad de presión a 1700 kPa para proteger el sistema de sobre-presurizaciones. A la línea de alimentación de AMA se la equipócon un calibre de presión manual para medir la caída de presión dentro del reactor bajo las condiciones de reacción. Los reactivos se dosificaron a partir de botellas de vidrio de 1000 ml (DMCS) y 2500 ml (AMA) mantenidas bajo 50 a 15 70 kPa de N2 para ayudar a igualar la dosificación de reactivo. Los reactivos se bombearon usando un par de bombas de jeringuilla dual provistas con jeringuillas recubiertas con PTFE de 25 ml y válvulas de retención PEEK (Kilo-Flow®). Los productos de reacción se enfriaron en un tubo de FEP sumergido en un baño de sal/hielo antes de pasar a través del regulador de contra-presión y dentro de un instrumento de FTIR en línea Mettler-Toledo®FlowIR 20 equipado con una sonda de silicona. La temperatura del reactor se controló térmicamente usando un termostato Lauda XT150 (fluido térmico Kryo 55).

El sistema total se comprobó con THF de grado laboratorio y se hizo fluir con THF anhidro antes de usar los reactivos puros en una reacción. A continuación, el reactor se calentó en intervalos de desde 40°C a 70°C a 90°C, con DMCS introducido a 70°C. Al detectarse el alargamiento de Si-H mediante IR, se comenzó el suministró de AMA, con 20 ppm de Pt (catalizador de Karstedt) con respecto a AMA y 5000 ppm de BHT con respecto al producto de MOPDCMS. La relación molar de AMA con respecto a DMCS fue de 1,1:1, el tiempo de residencia en el reactor fue de 2 minutos, y la presión estable en el reactor fue de 940 kPa.

Después de la reducción en el alargamiento Si-H, la temperatura del reactor se incrementó a 90°C y, después de equilibrarla (tres volúmenes del sistema), el producto de la reacción se recogió en botellas de 1 litro sobre hielo. Durante la operación continua, se obtuvo un producto de baja viscosidad, de color amarillo apagado, no hubo incremento de presión ni se formaron productos polímeros y el reactor fue capaz de operar durante más de 5 horas sin problemas. El producto de reacción resultante se analizó mediante GC-FID (72,4% de MOPDMCS) y se almacenó en un refrigerador con todas las botellas provistas con un tapa de ventilación. La reacción se repitió usando 5270 ppm de BHT con respecto al producto de MOPDMCS. Nuevamente se observó que la operación era estable con buena conversión de producto. La totalidad del producto de MOPDMCS se mantuvo estable después de una noche de almacenamiento con signos mínimos de ventilación. Después de recogerse, el MOPDMCS producido se destiló para mejorar su pureza.

Ejemplo 3: Demostración de la estabilidad relativa a la polimerización de MOPDMCS y MOPTMOS

Se agitaron 15 g de MOPTMOS (metacrilato de 3-(trimetoxisilil)propilo), conteniendo 500 ppm de BHT como estabilizador, a 100 rpm y se calentaron durante 2 horas a 130°C y, a continuación, la temperatura se incrementó a 135°C. Después de 7 horas y 5 minutos (es decir, 5 horas y 5 minutos a 135°C), el MOPTMOS polimerizó. Por el contrario, cuando el experimento se repitió usando MOPDMCS con la misma cantidad de BHT, la polimerización se produjo después de únicamente 2 horas y 45 minutos (es decir, dentro de los 45 minutos a 135°C).

Ejemplo 4: Efecto de la concentración del catalizador

- Se llevaron a cabo reacciones de flujo continuo usando diversas cargas de catalizador, utilizando un reactor de flujo Vapourtec serie E, provisto con un reactor de tubo de serpentín de PFA de 10 ml y bombas peristálticas V3. El reactor se mantuvo a 500-600 kPa usando un regulador de contra-presión a la salida del reactor para permitir el uso de altas temperaturas. Los reactivos se dosificaron usando tuberías con rebordes resistentes a ácidos a partir de botellas de vidrio mantenidas bajo un espacio vacío con N₂.
- El sistema se hizo fluir con tolueno anhidro antes de usar los reactivos puros. A continuación, el reactor se calentó a 80°C. A través del sistema se bombeó un volumen del sistema de DMCS antes de introducir el suministro de AMA. El suministró de AMA contenía 20 ppm de Pt (catalizador de Karstedt) con respecto a AMA y 1000 ppm de BHT con respecto al producto MOPDMCS. La relación molar de AMA con respecto a DMCS fue de 1:1, el tiempo de residencia en el reactor fue de 5 minutos, y la presión estable en el reactor fue de 500-600 kPa. Después de equilibrado (tres volúmenes de sistema) el producto de reacción se recogió en botellas de vidrio durante 15 minutos. Durante la operación continua, el producto se mostró como un producto de baja viscosidad, de color amarillo apagado, sin incremento de presión o formación de producto. El producto se analizó mediante GC-FID (72,1% de MOPDMCS) y se almacenó en frio.

ES 2 682 747 T3

La reacción se repitió con suministro de AMA conteniendo diferentes niveles de catalizador de Karstedt (15 ppm, 10 ppm y 5 ppm de Pt). El contenido de inhibidor, el equipo y las condiciones de reacción no se cambiaron. Se observó una operación estable a 500-600 kPa y se recogieron productos de baja viscosidad, de color amarillo pálido sin formación de productos polímeros. El análisis mediante GC-FID de todos los productos MOPDMCS mostró buena conversión de producto para cada carga de catalizador. Las purezas medidas para 15 ppm de Pt, 10 ppm de Pt y 5 ppm de Pt fueron de 68,8% de MOPDMCS, 69,2% de MOPDMCS y 70,5% de MOPDMCS, respectivamente.

5

REIVINDICACIONES

- 1. Un procedimiento de preparación de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano mediante la reacción de metacrilato de alilo con dimetilclorosilano en la presencia de un catalizador de hidrosilación, **caracterizado porque** la reacción se lleva a cabo en la ausencia de un peróxido, mediante un procedimiento que comprende:
- i) proporcionar una primera corriente que contiene metacrilato de alilo;

5

- ii) proporcionar una segunda corriente que contiene dimetilclorosilano;
- iii) poner en contacto dichas corrientes en un reactor de flujo continuo en la presencia de dicho catalizador de hidrosilación, produciendo, de esta forma, 3-metacriloxidimetilclorosilano; γ
- iv) separación de manera continua de una corriente de producto procedente de dicho reactor de flujo continuo.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la relación de área superficial/volumen del reactor de flujo continuo está dentro del intervalo de desde 4:1 a 400.1, y/o la relación del área de la sección trasversal del reactor de flujo continuo con respecto de la longitud de recorrido de los reactivos en el reactor está dentro del intervalo de desde 0.01:10.000 a 100:10.000.
 - 3. Un procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, llevado a cabo en la ausencia de disolvente.
- 4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual se lleva a cabo el análisis en línea de la corriente de producto producido en la etapa (iii).
 - Un procedimiento según la reivindicación 4, en el cual el análisis en línea se lleva a cabo mediante HPLC, GC-FID, GC-MS o IR.
- 6. Un procedimiento según la reivindicación 4 o la reivindicación 5, el cual comprende la determinación de la pureza y/o rendimiento de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano presente en la corriente de producto y, cuando la pureza y/o rendimiento de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano es igual o superior a un valor pre-definido, el paso de
 la corriente de producto a un primer recipiente; o, cuando la pureza y/o rendimiento de 3metacriloxipropildimetilclorosilano es menor de dicho valor pre-definido, el paso de la corriente de producto bruto
 a un segundo recipiente de residuos.
- 25 7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual la primera y segunda corrientes se suministran al reactor de flujo continuo a una velocidad de flujo tal que están en contacto en el reactor de flujo continuo a una presión dentro del intervalo de desde 100 a 10.000 kilopascales.
 - 8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual la etapa (iii) se lleva cabo a una temperatura dentro del intervalo de desde 30 a 120°C.
- 30 9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual el catalizador de hidrosilación contiene rodio o platino.
 - 10. Un procedimiento según la reivindicación 9, en el cual el catalizador es el producto de reacción de H₂PtCl₆ y diviniltetrametildisiloxano.
- 11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el cual la etapa (iii) se lleva cabo en la presencia de un inhibidor.
 - 12. Un procedimiento según la reivindicación 11, en el cual el inhibidor es fenotiazina y/o bisterc-butil)-4-metilfenol.
 - 13. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, el cual comprende una etapa adicional v), la cual comprende el someter la corriente de producto procedente de la etapa iv) a destilación discontinua
- 40 14. Un procedimiento para la preparación de un compuesto de la fórmula general:

Me
$$O \subset CH_2$$
 $Si \subset R$ $O \subset R$ $Si \subset R$ $O \subset$

0

en el cual n es 0 a 100, y cada R independientemente es un grupo alquilo de C₁₋₄, el cual comprende la preparación de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano mediante un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, y posteriormente la conversión de dicho 3-metacriloxipropildimetilclorosilano en el compuesto requerido mediante procedimientos conocidos.

15. Un procedimiento según la reivindicación 14, el cual comprende la reacción de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano con un (poli)siloxano de la fórmula:

$$M^{+} \stackrel{\text{TO}}{\longrightarrow} \left(\prod_{R} \bigcap_{0} \prod_{n} \bigcap_{R} \bigcap_{R} \bigcap_{0} \prod_{n} \bigcap_{R} \bigcap_{0} \bigcap_{n} \bigcap_{R} \bigcap_{0} \bigcap_{n} \bigcap_{R} \bigcap_{0} \bigcap_{n} \bigcap_{0} \bigcap$$

10

en la cual M⁺ es un catión, para formar un compuesto de fórmula (I); o la dimerización de dos moléculas de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano en la presencia de agua para formar un compuesto de fórmula (II); o la reacción de dos moléculas de 3-metacriloxipropildimetilclorosilano con un compuesto de fórmula:

$$2M^{+} \xrightarrow{CO} \left(\begin{array}{c} R \\ Si \\ R \end{array} \right) \xrightarrow{R} O^{-} \left(\begin{array}{c} K \\ O \end{array} \right) \xrightarrow{R} O^{+} \left(\begin{array}{c} K \\ Si \\ R \end{array} \right) \xrightarrow{R} O^{+} O^{+} \left(\begin{array}{c} K \\ Si \\ R \end{array} \right) \xrightarrow{R} O^{+} O^{+}$$

15

en la cual M⁺ es un catión, para formar un compuesto de la fórmula III

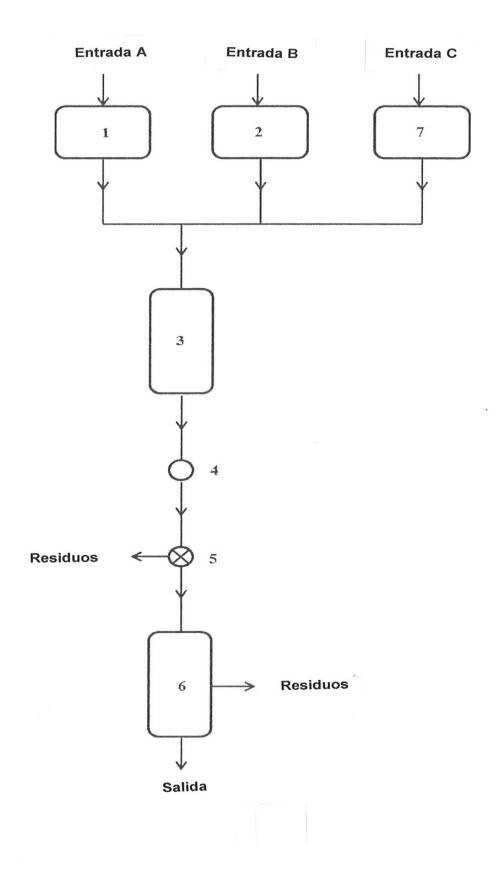


Fig.1